

Fe/Cu 金属周期磁性超晶格的结构^①

文哲

(中南工业大学材料科学与工程系, 长沙 410083)

摘 要 利用磁控溅射技术制备了 Fe/Cu 一维金属周期磁性超晶格, X 射线衍射证实了 Fe/Cu 超晶格金属磁性薄膜具有择优取向, 小角度衍射峰的出现标志磁性超晶格调制结构的存在, 计算了它的调制波长与衍射峰的位置, 与实验结果相符。

关键词 磁控溅射 周期磁性超晶格 调制结构 调制波长 卫星峰

近几年来, 随着薄膜制备技术的大力发展, 金属磁性超晶格的研究, 逐渐引起人们愈来愈多的关注^[1]。

在实验上一般采用蒸发, 溅射或分子束外延等技术制备金属磁性超晶格, 利用这些方法将两种不同的组份交替沉积到基片上, 从而沿生长方向(即基片的法向)形成一个一维周期性结构(如图 1 所示), 其周期长度 λ 等于两种组分的厚度之和(即 $\lambda = d_1 + d_2$)。

早期超晶格概念是必须具有尖锐的界面和长程的共格结构, 但随着研究的发展, 已将超晶格的概念扩展了, 只要在垂直膜面方向上具有周期性的金属多层膜系统都称为金属超晶

格^[2], 图 2 显示了两种组分互溶情况不同的两种超晶格结构, 随着世界工业现代化的进展, 材料科学的发展占据了一个非常重要的地位, 而人工制备新材料的研究对开发新一代材料有着广阔的前景, 它们已经在诸如电信(激光器, 微波器件等)和短波光学(中子单色器和 X 射线反射镜等)各种领域里得到应用, 最近的工作已经表明^[3], 超性超晶格具有许多潜在的实用特性(大的矫顽磁力和各向异性), 能够用它作计算机快速存储元件, 其它一个稳态到另一个稳态的开关时间较铁氧体缩短了 100 倍, 因而开辟了用薄膜代替铁氧体心的可能性, 当前

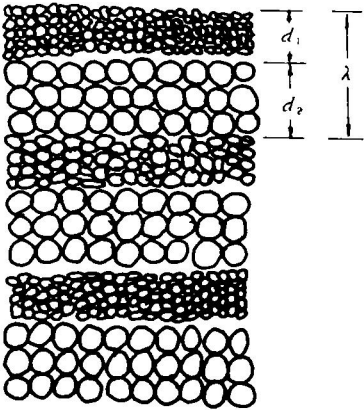


图 1 超晶格的原子排列

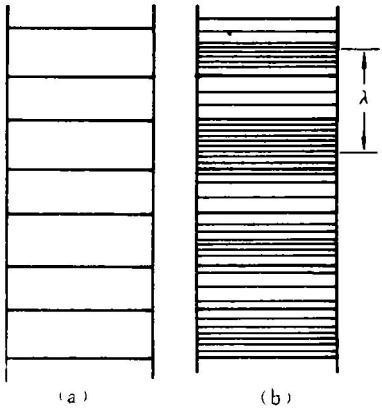


图 2 两种组分互溶的情况
(a) — 锐界面; (b) — 组份调制结构

① 中科院物理所磁学开放实验室资助项目 收稿日期: 1993-10-30

的主要任务在于改进磁性超晶格的结构质量(晶粒大小、界面锐度和稳定性等等)及提高其各项磁学性能,这涉及到溅射工艺的研究和磁性超晶格组元的选择等等,是一个十分复杂的问题,目前还有待解决。

1 实验方法

本研究采用国产 JCK-500A 磁控溅射仪进行样品制备,其装置示意如图 3 所示。

样品的衬底为云母片,按照样品调制波长的要求,确定 Cu 和 Fe 靶的溅射功率,在功率不变的情况下,调节样品架的转速以控制溅射层厚,不同转速下溅射功率与每转一周沉积厚度的关系,曲线已经事先绘制,制备样品时,先抽真空,使真空室的真空度低于 1.07×10^{-3} Pa,然后充高纯氩至 1Pa,让挡板挡住靶面,开启电源柜,启动直流电机使样品旋转并稳定在要求的转速上,调节电压、电流至所要求的功率上,启辉后先对靶进行预溅射 10~20 min,以清除靶面脏物和减小活性气体分压,然后打开挡板进行正式溅射,表 1 列出了我们所

制 Fe/Cu 一维周期金属磁性超晶格样品的制备条件。

表 1 Fe/Cu 一维周期金属磁性超晶格样品的制备条件

Fe 层厚度 /Å	Cu 层厚度 /Å	真空度 /Pa	样品架旋转周期/s	Fe 靶		Cu 靶	
				电压 /V	电流 /A	电压 /V	电流 /A
20	40	1.07×10^{-3}	10	283	1.09	278	0.60

2 实验结果与分析

2.1 一维周期金属超晶格结构的简单理论

由于组成超晶格的两种材料的晶格常数和散射因子都存在差异,这样原子面间距(晶格常数)在垂直膜面的方向上形成有规律的周期性变化,同时,原子散射因子也相应地存在周期性变化,这种变化周期即为调制波长。

根据文献^[4],将原子散射因子和晶面间距的变化写为正弦函数或余弦函数的形式:

$$X_n = na + \Delta X_n$$
$$= na + \frac{\epsilon \lambda}{2\pi} \sin 2\pi \frac{na}{\lambda}$$
(1)

$$f_n = \bar{f} + \Delta f_n$$
$$= \bar{f} (1 - g \cos 2\pi \frac{na}{\lambda})$$
(2)

式中 a 为 A、B 两种材料的平均原子晶面间距, $a = \frac{1}{2}(a_A + a_B)$;

ϵ 为应变幅,它标志晶格畸变的大小,
 $\epsilon = |a - a_{A,B}|$;
 λ 为调制波长;
 $\bar{f}$ 为平均原子散射因子,
 $\bar{f} = C_A f_A + C_B f_B$ (其中 C 为化学成分比);
 $g = \frac{f_A - f_B}{\bar{f}}$, 是表征两种元素原子散射因子差别的量;

x_n, f_n 分别为第 n 层晶面的原子面坐标和相应的原子散射因子。

对于一给定的调制薄膜,它的 X 射线衍射振幅 $F(S)$ 为

$$F(S) = \sum_n f_n \exp(-2\pi i s x_n)$$
(3)

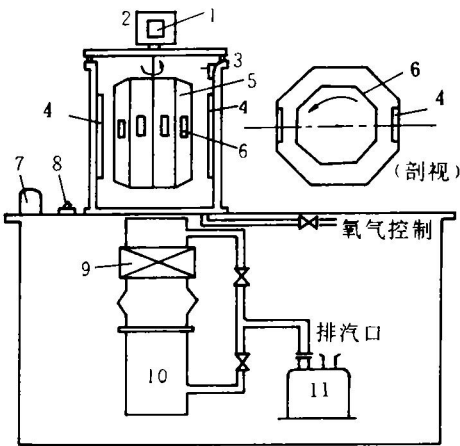


图 3 JCK-500A 磁控溅射仪示意图

1—样品架的数字指示器;2—旋转马达;3—烘烤电阻丝;4—靶阴极;5—样品架;6—衬底基片;7—可变电阻器;8—速度选择开关;9—扩散泵冷却水装置;10—扩散泵;11—机械泵

式中 $s = \frac{4\pi}{\lambda x} \sin \theta$

$\vec{s}$ 为衍射矢量, 其方向垂直于膜面, θ 为衍射角。 λ_x 为 X 射线的波长。

将(1)和(2)式代入上式得到:

$$\left. \begin{aligned} F(S) &= F^B + F^+ + F^- \\ \text{其中 } F^B &= \sum_n \vec{f} \exp(-2\pi i \sin a) \\ F^+ &= -\sum_n \left(\frac{\vec{f}g}{2} + \frac{s\epsilon\lambda}{2} \vec{f} \right) \\ &\quad \times \exp\left[-2\pi i \left(s - \frac{1}{\lambda} \right) na\right] \\ F^- &= -\sum_n \left(\frac{\vec{f}g}{2} - \frac{s\epsilon\lambda}{2} \vec{f} \right) \\ &\quad \times \exp\left[-2\pi i \left(s + \frac{1}{\lambda} \right) na\right] \end{aligned} \right\} \quad (4)$$

由上可知, 衍射振幅 F 由三项组成, 它们分别表示三个相应的峰: Bragg 主峰及一对对称的卫星峰, 位置分别为

$$\left. \begin{aligned} \text{Bragg 主峰: } S^B &= \frac{h}{a} = \frac{2\sin\theta^B}{\lambda x} \\ \text{正卫星主峰: } S^+ &= \frac{h}{a} + \frac{1}{\lambda} = \frac{2\sin\theta^+}{\lambda x} \\ \text{负卫星主峰: } S^- &= \frac{h}{a} - \frac{1}{\lambda} = \frac{2\sin\theta^-}{\lambda x} \end{aligned} \right\} \quad (5)$$

其中 h 为衍射级数, 其它量的物理含意如前所述。由上面讨论可知, 组分调制的存在, 使得 Bragg 主峰的两边各有一个弱的卫星峰, 如果调制膜各原子平面排列整齐, 是结构比较理想的尖锐调制, 则会出现更多对高级卫星峰, 由(5)式可知, 调制波长可由公式

$$\lambda = \frac{\lambda x}{2} \frac{1}{|\sin\theta_i - \sin\theta_j|} \quad (6)$$

确定, 式中 θ_i, θ_j 表示两个相邻衍射峰的峰位, 如果 $h = 0$, 则由(6)式可得

$$\lambda = \frac{\lambda x}{2} \frac{1}{\sin\theta_n} \quad (7)$$

θ_n 就是小角区的衍射峰位, 由(7)式可以确定调制波长。小角区衍射峰的出现, 是调制结构的另一特征表现, 从小角区衍射可以观察到多级衍射峰, 从 Bragg 公式出发, 考虑衍射级数, 公式(7)可改写为

$$\lambda = \frac{h\lambda}{2\sin\theta n} \quad (8)$$

2.2 Fe/Cu 周期金属超晶格的结构分析

本研究制备的周期金属超晶格为 Fe(20 Å)/Cu(40 Å), 调制波长 $\lambda = d_1 + d_2 = 60$ Å, 采用 CuK α 作 X 射线入射波, 波长为 $\lambda_x = 1.5418$ Å。

为了检测样品的超晶格周期性, 本研究做了低角度 X 射线衍射测量, 扫描范围为 $2^\circ \sim 6^\circ$, 衍射图如图4所示。由图可见到一个小角度衍射峰, $2\theta = 2.9^\circ$, 依据期望的调制波长值 $\lambda = 60$ Å, 由(8)式计算可得一级小角衍射峰峰位应该在 $2\theta = 1.48^\circ$ 处, 但由于实验条件的限制, 我们仅获得 2° 以上的衍射信息, 因此我们在衍射图上得到的是二级小角衍射峰(见图4)。根据这个峰值可以由(8)式计算出调制波长为 60.9 Å, 这与由沉积速率估计的期望值 $\lambda = 60$ Å 比较相符, 相对误差仅为 1.5% 。小角衍射峰的出现, 证实样品中超晶格调制结构的存在。高角度 X 射线衍射反映了样品层内的结晶状态, 由图5可见, 只有一个衍射主峰, 并且峰宽较宽, 其位置位于 Cu(111)面和 Fe(110)面发生衍射峰的角度之间, 同时主峰两侧各有一个较弱的卫星峰, 图中主峰 $2\theta_0 = 43.5^\circ$, 卫星峰 $2\theta^+ = 45.2^\circ$, $2\theta^- = 41.8^\circ$ 。表2列出了 Fe 和 Cu 的点阵结构和参数, 由于 Fe(110)和 Cu(111)面的原子晶面间距非常接近, 所以 X 射线衍射峰值难以区分, 只得到一个衍射主峰。

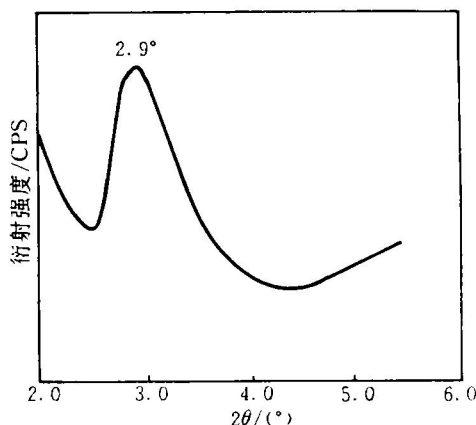


图4 Fe(20 Å)/Cu(40 Å)周期金属超晶格小角衍射图

衍射主峰两侧一级卫星峰的出现也证实了超晶格结构的存在,由主峰和卫星峰的峰位,亦可确定调制波长 $\lambda=56.1\text{ \AA}$,与预期的估计值相符,相对误差为6.5%,调制波长的误差主要来源于样品制备过程中,氩气压,溅射功率以及衬底转速不够稳定,造成沉积层厚不稳致使超晶格周期有所波动,另外衬底不平坦对样品超晶格周期影响很大。

3 结论

用磁控溅射法,制备了Fe/Cu一维周期金属磁性超晶格样品,通过X射线衍射进行了结构研究,得到了如下结论:

- (1) Fe/Cu 金属磁性超晶格的生长具有择优取向,Fe 和 Cu 分别从 $bcc(110)$ 面和 $fcc(111)$ 面生长,并且在各层内存在晶格畸变。
- (2) 卫星峰和小角衍射峰是金属磁性超晶格的特征反映,从它们的峰位可以测定周期金属磁性超晶格的调制波长。
- (3) 周期金属磁性超晶格的卫星峰是出现在衍射主峰两侧的对称位置,强度与主峰不等的衍射峰,峰位的计算值与实际结果相符。

参考文献

1 王 迅. 物理, 1987, 16(10): 597.
2 郑家琪. 物理通讯, 1982, (2): 17.
3 潘峰等. 物理, 1993, 22(9): 526.
4 Guinier A. X-ray Diffraction in Crystals Imperfect Crystals and Amorphous Bodies, San Francisco, Freeman, 1963, 279-282.

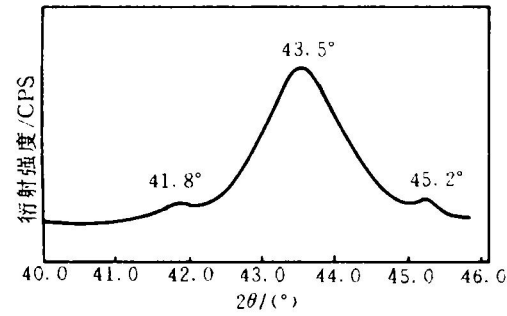


图5 Fe(20 Å)/Cu(40 Å)周期金属超晶格大角度衍射图

用 Bragg 公式得到平行于膜面的原子间距 $d=2.080(\text{ \AA})$,再用立方系晶面间距公式得到在超晶格中Fe和Cu的晶格常数:

$a_{\text{Fe}}=2.94(\text{ \AA})$
 $a_{\text{Cu}}=3.60(\text{ \AA})$

与表2中两材料的晶格常数相比,Fe的晶格常数变大,Cu的晶格常数变小,证实了形变的存在。

表2 Fe和Cu的点阵结构及参数

材料	Fe	Cu
点阵结构	bcc	fcc
晶格常数 / Å	$a=2.87$	$a=3.62$
最密面间距 / Å	$d_{(110)}=2.03$	$d_{(111)}=2.09$
Bragg 主峰峰位 / °	$2\theta_0=44.7^\circ$	$2\theta_0=43.3^\circ$

以上结果表明,Fe(20 Å)/Cu(40 Å)超晶格中,Fe层和Cu层分别以(110)面和(111)面生长,具有择优取向,而且Fe和Cu晶格常数有所改变,这是由于两种材料的晶格不匹配所造成。