

IrMn 基自旋阀结构多层膜的热弛豫研究

陈 杰, 王寅岗, 周广宏, 祁先进

(南京航空航天大学, 江苏 南京 210016)

摘 要: 采用磁控溅射方法制备结构为 CoFe/Cu/CoFe/IrMn 的自旋阀结构多层膜, 研究它的热弛豫现象。实验表明, 多层膜在其负饱和场中等待时, 钉扎层的磁滞回线向正场方向移动, 交换偏置场单调减小, 并且随温度升高而加速减小。交换偏置场的减小是由反铁磁层的反转引起的, 它可以看作是反铁磁磁矩越过一定能垒的热激活反转过程。温度升高后, 能垒的分布发生了改变。

关键词: 热弛豫; IrMn 基自旋阀; 交换偏置场; 磁化反转

中图分类号: O482.53

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2009)12-2175-04

在铁磁 (FM) /反铁磁 (AFM) 双层膜系统中, 由于 FM 层和 AFM 层之间的交换耦合作用, 磁滞回线相对于零场发生了偏移, 亦称之为交换偏置, 这一现象最早由 Meiklejohn 和 Bean 在 CoO/Co 颗粒中发现^[1,2]。目前, 交换偏置效应已广泛应用于巨磁电阻 (GMR) 自旋阀结构和磁隧道结构多层膜中, 并在信息存储、传感器等方面得到应用^[3,4]。特别是自旋阀结构多层膜, 由于其较高的磁场灵敏度和良好的线性响应, 已成为新一代硬盘读写磁头的主要选择材料。基于自旋阀结构多层膜的磁敏器件在其加工制备及使用过程中, 通常或多或少会经历室温以上的温度或存在于一定的磁场之中, 从而导致 FM/AFM 间的交换耦合作用减弱, 交换偏置场减小, 出现热弛豫现象, 使其稳定性下降, 甚至导致 GMR 消失。因此, 研究自旋阀结构多层膜的热弛豫现象十分重要。

近年来, 许多学者在薄膜、多层膜的热弛豫现象方面开展了大量的研究。Thomas L 等人^[5]研究了 NiO/FeNi 双层膜的弛豫现象, 发现样品于室温下, 在磁场中不加磁场进行退火两种情况下都出现弛豫现象。Li Kebin 等人^[6]用超导量子干涉探测仪测量 NiFe₅/Ta_{0.2}/IrMn₈ 系统中反常的交换偏置温度依赖性, 研究了该系统的热弛豫。Nishioka^[7]研究了 Co/CrMnPt 基自旋阀结构多层膜的热弛豫, 对比研究了磁场热处理前后的 H_{ex} 变化情况, 并成功地用热扰动模型解释实验结果。Wang 等人^[8]通过一个假定的双能垒模型解释 CoFe/IrMn 交换耦合双层膜中的热激活磁化反转过

程及偏置场随样品在反向饱和磁场中的停留而衰减的实验现象。Vallejo-Fernandez 等人^[9]通过控制 CoFe/IrMn 交换耦合的建立条件研究交换偏置场对时间与温度的依存关系, 实验证明在反铁磁层中存在宽能垒分布。一般而言, 引起交换偏置系统弛豫的原因主要有两个: 一是随着温度升高, AFM 层逐渐失去了它对 FM 层的钉扎作用; 二是在 FM 层的负饱和场等待过程中, AFM 层的单向各向异性减弱。国内外关于高温下负饱和场等待过程中出现的热弛豫现象的相关报道还不多, 特别是高温下热激活引发的 AFM 层反转的研究更是少见。本实验通过将自旋阀结构多层膜在多个温度下进行负饱和场等待, 研究 IrMn 基自旋阀结构多层膜的热弛豫现象的特点, 并借助已有的模型对热弛豫现象进行合理的分析。

1 实 验

用高真空磁控溅射设备 (日本真空 MPS-4000-HC2), 在硅衬底上制备 IrMn 顶钉扎自旋阀结构多层膜, 其结构和各层厚度为: // Seed Ta (5 nm) / Co₇₅Fe₂₅ (5 nm) / Cu (2.5 nm) / Co₇₅Fe₂₅ (5 nm) / Ir₂₀Mn₈₀ (12 nm) / Cap Ta (8 nm)。溅射系统的本底真空优于 5×10^{-7} Pa, 采用 7×10^{-2} Pa 的高纯氩气为工作气体, 溅射功率为 120 W, 溅射速率控制在 0.03~0.12 nm/s。制备过程中, 在平行于膜面方向施加 8 kA/m 的磁场, 以诱导出一个单向易轴 (UEA)。

在室温下, 采用带有加热装置的 HH10 型振动样

收稿日期: 2008-11-26

基金项目: 国家自然科学基金 (50671048)

作者简介: 陈 杰, 女, 1984 年生, 硕士生, 南京航空航天大学材料科学与技术学院, 江苏 南京 210016, 电话: 025-52112917, E-mail: chenjie0119@yahoo.cn

品磁强计 (VSM) 测量样品的磁滞回线并得到 H_{ex} 。磁场扫描范围为 $-64 \sim +64$ kA/m, 扫描速率保持在 240 A·m⁻¹/s。测量时外加磁场方向与薄膜生长过程中外加磁场的方向一致, 即平行或反平行于 UEA。

负饱和场等待实验分别在 $298, 323, 348, 373$ 和 398 K 等多个温度下进行。在给定温度下, 样品在负饱和场中分别等待不同时间, 然后快速地冷却到室温并测量其磁滞回线。

2 结果与讨论

图 1 为室温下测得的自旋阀结构多层膜的磁滞回线。从磁滞回线中可以发现, 不仅被钉扎层的中心偏移了零场, 而且自由层的中心也稍微偏移了零场, 这一结果与在其他自旋阀结构多层膜中观察到的相同^[10]。被钉扎层的中心发生偏移主要是由于反铁磁层与被钉扎层间交换耦合作用而导致的, 自由层中心发生偏移是由自由层与被钉扎层间的耦合作用而导致的。

图 2 为 FM 层在负饱和场等待后, 在室温下测得的一系列磁滞回线。随着在负饱和场等待时间的延长, 自由层的前支 (MB) 和后支回线 (DMB) 都不发生变化, 说明负饱和场等待对自由层的磁化反转过程不产生影响。所以, 为清楚起见, 图中只显示了回线的被钉扎层部分。由图可见, 被钉扎层的磁滞回线向零磁场方向移动, 即偏置场 H_{ex} 减小。由于在两次负饱和场等待之间, AFM 层没有回到相应的正饱和场进行等待, AFM 层没有象文献[11]所报道的那样重新反转, 因此, 回线的前支没有重合。从图中还可以观察到, 在给定温度下, 等待时间 $t = 0$ 时, 回线对零磁场的偏移量最大, 即 H_{ex} 最大。随着等待时间 t 的延长, 回线的偏移量逐渐减小, 即 H_{ex} 减小。回线的后支向正场方向移动 (H_d 减小), 表示 FM 层在负饱和场等待时, AFM 层发生了反转, H_d 的大小在某种程度上恰好反

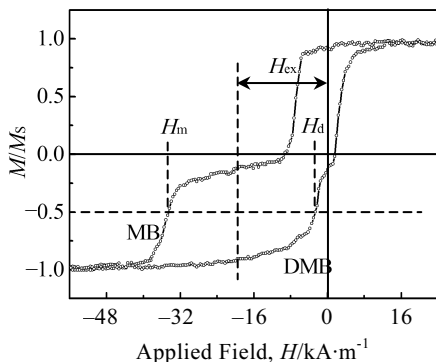


图 1 室温下测得的自旋阀结构多层膜的磁滞回线

Fig.1 Hysteresis loop for the spin valve multilayers measured at room temperature

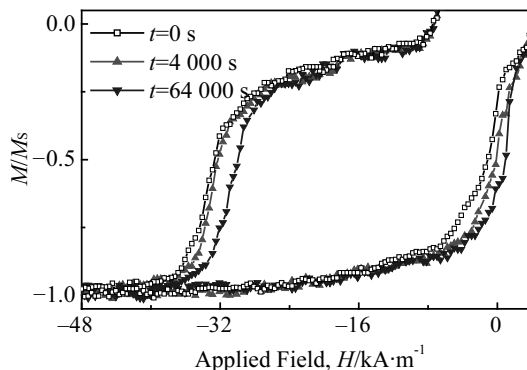


图 2 室温下自旋阀被钉扎层在负饱和场等待不同时间后的磁滞回线

Fig.2 Hysteresis loops for the pinned layer of the spin valve, with different waiting time t_{sat} at negative saturation field at room temperature

映了 AFM 层的反转量。

图 3 给出了自旋阀结构多层膜在多个温度下进行负饱和场等待之后, 交换偏置场 H_{ex} 随等待时间 t 的变化曲线。从图中可以看出: 1) 在给定温度下, 在负饱和场中等待时, H_{ex} 单调减小。2) 在负饱和场等待的初期, H_{ex} 的减小速率较快, 随后逐渐减慢。3) 温度的升高加速了 H_{ex} 的减小。图中的实线是实验数据的拟合, 下文将讨论到。

H_{ex} 的减小一般是由于 AFM 层发生反转引起的。通常情况下, AFM 磁畴 (单个或多个晶粒) 要发生反转, 必须越过一定的能垒^[12]。对一定组织结构的多层膜材料, 在一定的温度下 AFM 磁畴反转的能垒分布是一定的, 被钉扎的 FM 层在负饱和场等待的时间越长, 发生反转的 AFM 晶粒就越多, H_{ex} 就越小^[7]。因

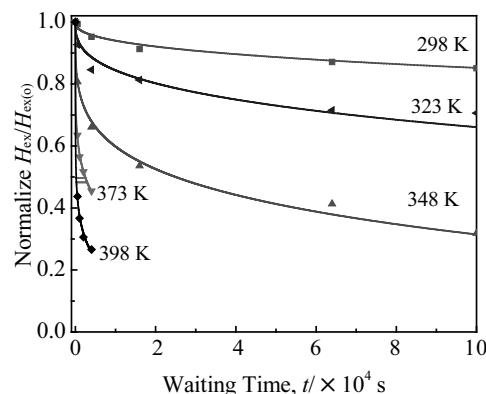


图 3 样品在不同温度下进行负饱和场等待时交换偏置场与时间的关系

Fig.3 Exchange bias field as a function of time for samples holding in a negative saturation field at various temperatures

此, 随着在负饱和场中等待时间的延长, H_{ex} 呈现出单调减小的趋势。

研究表明, 由于热激活作用, 较小的 AFM 晶粒比大晶粒更容易反转, 这是因为较小的 AFM 晶粒所具有的能垒较低^[7]。随着等待时间的延长, 这些 AFM 小晶粒的数目将逐渐减少。此外, 晶粒的反转包括形核和长大两个过程, 而施加反转场时, 形核可优先发生在多层膜的缺陷附近, 比如空位处^[13]。随着等待时间的延长, 原先可用于形核的缺陷的数目也将逐渐减少。基于以上两点原因, 在负饱和场等待的初期, H_{ex} 的减小速率较快, 随后逐渐减慢。

在不同的温度下, AFM 反转的能垒分布是不同的, 因此 AFM 磁畴的反转机制也不相同^[14]。如果 AFM 层中多个晶粒一起反转, 那么多数晶粒必须同时越过最高的能垒才能实现反转, 显然这种反转模式应具备足够大的能量。但如果晶粒通过形成螺旋畴来实现反转, 则将变得较为容易, 因为它一次只需部分晶粒越过最高的能垒就可以实现反转。事实上, 温度升高后, AFM 层将出现螺旋形式的反转^[7,14]。这种螺旋形式的反转机制与多个晶粒一起反转的机制比起来, 需要的激活能更低, 更容易实现。温度在 348 K 以上时, 螺旋形式的反转机制将占主导地位, 这就加速了 H_{ex} 的减小。因此, H_{ex} 的减小速率随温度升高而增大。

Xi 等人^[13]描述了交换偏置双层膜系统中 AFM 磁畴形核和长大的过程, 并通过定量计算建立了交换偏置场与 AFM 磁畴生长之间的关系。AFM 层的磁结构是施加反转场后磁畴形核和长大的结果, 而 AFM 层中磁结构的变化宏观表现在偏置系统的交换偏置场上, 所以, 交换偏置的弛豫是由 AFM 层中反向磁畴的形核概率和磁畴长大的特点决定的。公式 (1) 给出了双层膜系统中的交换偏置的弛豫过程:

$$H_{ex}(t) = H_E \{2\exp[-(t/\tau_D)^\sigma] - 1\} \quad (1)$$

式中, H_E 为未经反向场等待的多层膜的交换偏置场。幂指数 σ 的不同取值, 可表示 AFM 层中磁畴形核和长大的不同特征。当 $\sigma = 1$ 时, AFM 磁畴以恒定的速率反转; 当 $0 < \sigma < 1$ 时, 一旦作用了外场后, 反向磁畴将立即形核; 当 $\sigma > 1$ 时, 反向磁畴则以恒定的速率形核。 τ_D 为交换偏置的特征弛豫时间, τ_D 越大, 表明薄膜的热稳定性越好。

根据图 3 中的实验数据, 通过式 (1) 可以拟合出不同温度下的 H_{ex} 随负饱和场等待时间 t 的变化曲线, 即图 3 中的实线。可以看出, 实验数据点与理论模型相当吻合, 这也表明 Xi 的模型可较好地解释本实验数据。当温度为 298, 323, 348, 373 和 398 K 时, 幂指数 σ 的值分别对应为 0.4, 0.36, 0.272, 0.213 和 0.157。

虽然这些值不尽相同, 但均介于 0 和 1 之间, 属于上述 3 种情况中的第 2 种, 即一旦作用了反向饱和磁场, AFM 反向磁畴将立即形核。同时可以计算出, 在上述温度时, 弛豫时间 τ_D 的值分别为 6.108×10^7 , 1.072×10^7 , 2.438×10^6 , 8.402×10^5 和 5.286×10^5 s。随温度升高, 弛豫时间 τ_D 逐渐变短, 即随温度的升高, 自旋阀结构多层膜的弛豫现象更加明显。

图 4 为弛豫时间 τ_D 随温度 T 的变化关系。从图中可以看出, τ_D 的对数 $\log(\tau_D)$ 与温度 T 的倒数 $1/T$ 基本呈线性关系, 符合 Arrhenius 定律描述的弛豫时间 τ_D 随温度 T 的变化关系:

$$\tau_D = \nu_\sigma^{-1} \exp(E_\sigma/k_B T) \quad (2)$$

式中, ν_σ 为反转尝试频率, E_σ 为能垒, k_B 为波尔兹曼常数。通过式 (2) 可以计算出 IrMn 基自旋阀结构多层膜中 AFM 磁畴的反转尝试频率 ν_σ 为 41.69 Hz。Xi 等人根据文献[15]中的实验数据计算出的 ν_σ 为 2.0×10^6 Hz, 两者相差很大, 这说明本研究的自旋阀结构多层膜中存在很强的磁粘滞效应。在反向饱和场下, AFM 磁畴与 FM 磁畴之间的相互作用会促进 AFM 磁畴的热激活反转, 但 AFM 的固有单向各向异性又阻碍 AFM 反向磁畴的形核与长大。AFM 的这种单向各向异性取决于材料本身的特性以及多层膜的微结构, 比如, 多层膜的结构、成分、厚度以及生长条件等。文献[15]报道的自旋阀结构多层膜的成分及各层厚度均与本实验中的不同。另外, 根据式 (2) 计算出 AFM 磁畴反转的能垒 E_σ 为 0.447 eV, 与 Xi 等人的计算结果 1.24 eV 相比, 结果相差不大。为得到显著的交换偏置效应, FM/AFM 界面耦合强度必须低于 AFM 晶粒的各向异性, AFM 磁畴在反向饱和场下反转的能垒也必须低于 AFM 晶粒的各向异性^[15], 而式 (2) 中的能垒 E_σ 则高于其各向异性 (约 0.169 eV^[13]), 说明 AFM 晶粒间存在耦合, 从而导致了 AFM 晶粒的反转和形成

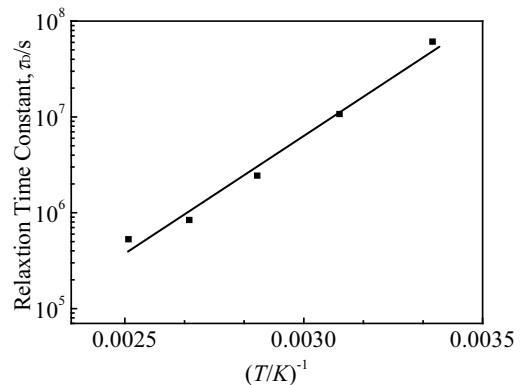


图 4 弛豫时间常数与温度的依赖关系
Fig.4 Temperature dependence of the relaxation time constant τ_D for the samples

反转磁畴的频率较低。

3 结 论

1) 自旋阀结构多层膜在多个温度下进行负饱和场等待时, 磁滞回线向正场方向移动, H_{ex} 单调减小, 并且随温度升高而加速减小。

2) H_{ex} 的减小是由 AFM 层的反转引起的, 它可以看作是 AFM 晶粒在一定能垒之上的热激活反转过程。

3) 随着温度升高, 能垒的分布发生了改变, 从而导致了 AFM 晶粒的反转机制发生改变。

4) 实验结果与 Xi 等人提出的理论模型非常吻合。

参考文献 References

- [1] Meiklejohn W H, Bean C P. *Phys Rev*[J], 1956, 102(5): 1413
- [2] Meiklejohn W H, Bean C P. *Phys Rev*[J], 1957, 105(3): 904
- [3] Fontana R E, McDonald S A, Santini H A *et al. IEEE Trans Magn*[J], 1999, 35(2): 806
- [4] You C Y, Goripati H S, Furubayashi T *et al. J Appl Phys Lett*[J], 2008, 93(1): 12 501
- [5] Thomas L, Negulescu B. *J Appl Phys*[J], 2003, 93(10): 8606
- [6] Li Kebin, Guo Zaibing, Han Guchang *et al. J Appl Phys*[J], 2003, 93(10): 6614
- [7] Nishioka K. *J Appl Phys*[J], 1999, 86(11): 6305
- [8] Wang Y G, Petford-Long A K. *J Appl Phys*[J], 2002, 92(11): 6699
- [9] Vallejo-Fernandez G, Aley N P, Fernandez-Outon L E *et al. J Appl Phys*[J], 2008, 104(3): 33 906
- [10] Goodman A M, Laidler H, O'Grady K *et al. J Appl Phys*[J], 2000, 87(9): 6409
- [11] Hughes T, Laidler H, O'Grady K. *J Appl Phys*[J], 2001, 89(10): 5585
- [12] Vallejo-Fernandez G, Fernandez-Outon L E, O'Grady K. *J Appl Phys*[J], 2008, 103(7): 07C101
- [13] Xi Haiwen, Franzen S, Mao S *et al. Phys Rev B*[J], 2007, 75(1): 14 434
- [14] Czapkiewicz M, Stobiecki T, Dijken S. *Phys Rev B*[J], 2008, 77(2): 24 416
- [15] Carey M J, Smith N, Gurney B A *et al. J Appl Phys*[J], 2001, 89(11): 6579

Investigation of the Thermal Relaxation in IrMn-Based Spin Valve Multilayers

Chen Jie, Wang Yingang, Zhou Guanghong, Qi Xianjin

(Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 210016, China)

Abstract: Spin valve multilayers with structure of CoFe/Cu/CoFe/IrMn was prepared by magnetron sputtering method and their thermal relaxation was studied. Results show that when holding in the negative saturation field, the hysteresis loop of the pinned ferromagnetic layer shifts towards the zero field and exchange bias field H_{ex} decreases monotonously, whose decay is enhanced by the temperature increasing. The decay is resulted from reversal of the antiferromagnetic layer, which can be considered as thermal activation reversal process of antiferromagnetic moment over some energy barrier; the distribution of the energy barrier changes in some way as the temperature increases.

Key words: thermal relaxation; IrMn-based spin valve; exchange bias field; magnetization reversal

Biography: Chen Jie, Candidate for Master, School of Materials Science and Technology, Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 210016, P. R. China, Tel: 0086-25-52112917, E-mail: chenjie0119@yahoo.cn