

双层细晶粒 Glass/Al/BiGaDyIG 薄膜的 磁光性能

张怀武 杨仕清 刘颖力 王豪才

章思俊

(电子科技大学信息材料工程学院, 成都 610054)

(西南应用磁学研究所, 绵阳 621000)

提要 快速循环晶化 Al/BiGaDyIG 双层膜的研究结果表明, 由于晶粒细化及膜层间干涉增强效应, 在 0.1~1.3 μm 膜厚范围, 其平均有效法拉第角比单层膜增加了 0.25°, 且随循环次数增加而增大。同时, 部分 Al^{3+} 离子在退火期间扩散进石榴石的八面体和四面体位, 导致居里温度下降(140~161 °C)。这些结果对提高石榴石磁光盘信噪比以及增大记录密度是极有意义的。

关键词 磁光, 双层膜, 石榴石, 磁光盘, 记录密度

1 引 言

就下一代磁光记录来说, 提高记录密度是最终目标, 而探寻短波长磁光增强材料则是实现该意图的有效途径。BiGaDyIG 薄膜以其极强的短波磁光效应和适度的单轴异晶能而成为下一代磁光记录材料的佼佼者。但溅射的 BiGaDyIG 薄膜经普通方法晶化后, 由于晶粒远大于磁畴体积而导致环形规则畴形变, 使信噪比降低。许多改良措施, 诸如掺杂和退火温度设制, 收获甚微。Zuzuki 发展了快速退火技术(RTA)^[1], 我们先前采用快速循环退火方法(RRTA)^[2]处理单层 BiGaDyIG 膜, 使晶粒体积成功地降至 35 nm 左右, 且膜面形貌极大改良。近来, Shen^[3]等研究了 BiAlDyIG/Fe 多层膜, 发现短波范围具有良好的磁光性能。但就 RRTA 方法晶化高 Bi 代 Al/BiGaDyIG 双层膜以及它的磁光性能尚未见报道。因而, 本工作的意图之一是研究高 Bi 代纳米晶 Al/BiGaDyIG 膜的磁及磁光性能并与单层膜作比较; 其次是讨论法拉第角增大和居里温度下降的原因。

2 实 验

Al 膜采用直流磁控溅射, BiGaDyIG 采用射频磁控溅射在石英或微晶玻璃衬底上。溅射状态为, 靶成份: $\text{Bi}_{2.5}\text{Dy}_{1.0}\text{Fe}_{3.7}\text{Ga}_{0.8}\text{O}_{12}$, 背底压强: $10 \times 10^{-3} \text{Pa}$, 溅射压强: 0.7~0.8 Pa, RF 功率密度: 4.0~7.5 W/cm^2 , 衬底温度: 60~80 °C, 淀积速率: 3~10 nm/min。

通过适当的淀积后退火, Al/BiGaDyIG 双层膜能被晶化成纳米晶石榴石结构。从图 1 的 X 射线衍射分析可知, 起始晶化温度在 550 °C 与 600 °C 之间。对于 RRTA 方法, 我们使用一对强

光源(1500 W)来加热样品,最大升温速率可达 120 °C/s,石榴石膜面对光源。温度用 NiCr—NiAl 热偶温度测控仪控制。该仪器的升温速率可调范围为 10~140 °C/s 之间,温度范围在 300~730 °C 之间。溅射 Al 膜后连续淀积石榴石膜,然后双层膜用 RRTA 方法晶化。磁性能用振荡样品磁强计(VSM)测量,磁光性能用法拉第磁光仪测量,成份用能谱仪及电子探针微分析仪(EPMA)分析,结构用 X 射线衍射仪分析。

3 结果及分析

对于离子均匀分布的 Bi 代石榴石膜, Bi^{3+} 离子能改变和增加 Fe^{3+} 次晶格交换激发态能带多重劈裂。而这种增强直接比例于链 $\text{Fe}^{3+}-\text{O}^{2-}-\text{Bi}^{3+}$ 数。在一级近似下,就导致法拉第角随 Bi 含量线性增加^[4]。基于这一结果,我们溅射了高 Bi 代石榴石膜并用 RRTA 方法晶化。膜成份含量随循环次数 (N) 变化如表 1 所示。

Table 1 The composition of the films after various recurrence annealing

No	Fe		Bi		Dy		Ga		N
	at.-%	wt.-%	at.-%	wt.-%	at.-%	wt.-%	at.-%	wt.-%	
A1	40.64	19.40	27.10	47.65	18.17	24.91	14.09	8.03	1
A2	40.65	19.14	27.67	48.64	17.37	23.80	14.31	8.42	2
A3	41.54	19.55	27.90	49.00	17.22	23.59	13.35	7.85	3
A4	40.62	19.25	26.78	47.38	17.85	24.63	14.74	8.74	4
A5	41.70	19.74	26.63	47.05	18.39	25.34	13.28	7.86	5
A6	40.66	19.16	27.38	48.16	17.69	24.27	14.26	8.40	6

从表 1 可知, Bi 含量超过 26 at.-% (约为 2.0 原子/每分子), 故称之为高 Bi 代石榴石。它的有效法拉第角随 N 变化如图 2 所示。有效法拉第角不仅随石榴石膜厚度增大, 而且随循环数 N 增加, 前者能很好地理解为法拉第角是厚度的集累效应。后者则主要来源于成核速率增大及膜层间干涉增强效应。晶化过程是成核与晶粒生长的竞争过程, RRTA 方法是一个自发催化晶化过程, 它不仅抑制晶粒二次生长, 且为成核提供界面条件。随着成核速率增大, 导致晶粒细化和晶相转化分数 x 增加, 法拉第角随之增大。公式(1)可以清楚地给出这一过程的解析说明^[5]。

$$\theta_F = -\frac{\pi}{\lambda} \frac{1}{(n^2 + k^2)} \sum_{i=2}^M \left[\frac{k\epsilon_{xy}^i - n\epsilon_{xy}^i}{1 + \exp(k\tau t)/(i-1)\Delta c} \right] \quad (1)$$

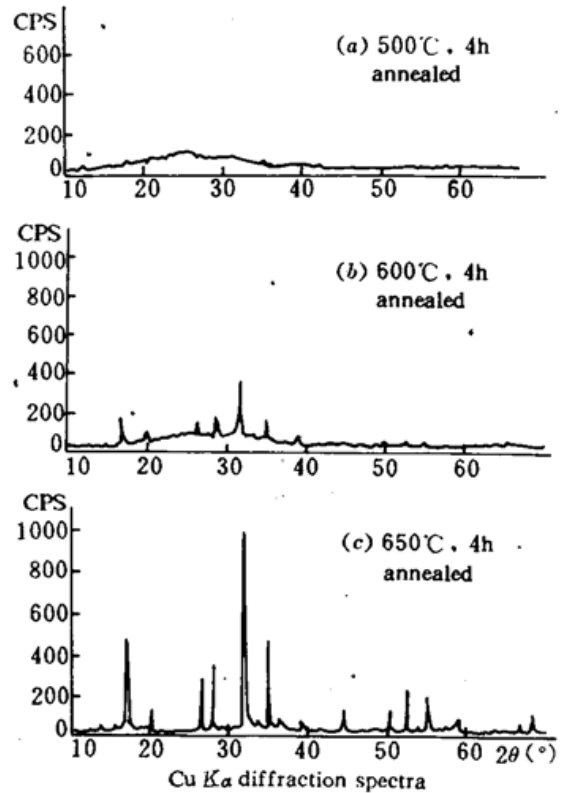


Fig. 1 The X-ray diffraction spectra at different annealing temperatures

其中, ϵ'_{xy} , ϵ''_{xy} 是介电张量非对角元实部和虚部, n, k 是完全晶化膜的折射率和消光系数, λ 是波长, i 是循环数, M 是总循环次数, k_r 是常数, t 是退火时间, Δc 是第 i 次和 $i - 1$ 次循环退火之间增加的空位浓度。

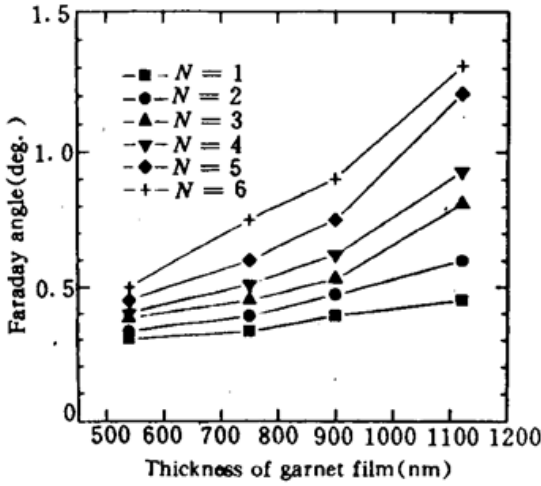


Fig. 2 The effective Faraday angle as a function of the double layer film thickness

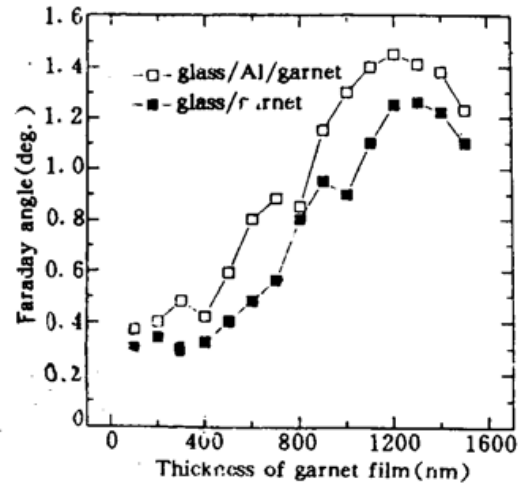


Fig. 3 Comparison of the variation of effective Faraday angle of the double and the signal layer films with thickness. The thickness of Al thinfilm is 100 nm and the laser wavelength is 632.8 nm

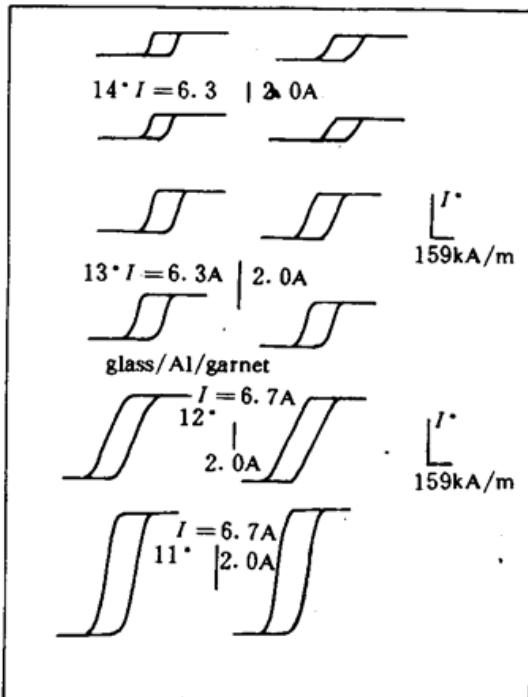


Fig. 4 The Faraday loops of the double layer film. The thickness of Al thin film is 100 nm and the laser wavelength is 632.8 nm

图 3 给出双层膜磁光法拉第角与单层膜法拉第角的比较结果。在膜厚度 $0.1 \sim 1.3 \mu\text{m}$ 范围, 双层膜有效法拉第角超过单层大约 0.25° 。这一结果解释为 Al 膜与石榴石膜之间的干涉增强效应及纳米晶粒的尺寸效应。相反, 在膜厚度大于 $1.3 \mu\text{m}$ 范围, 法拉第角迅速减小, 其原因是厚膜中存在非晶态相。用 RRTA 方法处理厚膜时, 若持温时间小于 1 min, 可能导致不均匀晶化现象, 酸蚀实验已证明这一事实。故此在使用 RRTA 方法晶化双层膜时, 石榴石膜厚度应小于 $1.3 \mu\text{m}$, 持温时间应大于 1 min。

图 4 给出双层膜不同厚度的法拉第磁滞回线测量结果。从这些测量结果可以确定出双层膜矫顽力范围在 $79.577 \sim 119.366 \text{ kA/m}$ 之间, 有效法拉第角在 $2.5 \sim 1.0^\circ$ 之间。图中 11°, 12°, 13°, 14° 依次对应石榴石膜厚度为 1200 nm, 750 nm, 540 nm 和 400 nm。

图 5 和图 6 给出法拉第角的温度特性。矫顽力随温度迅速减小, 从曲线可以确定出补偿温度小于 20°C 。有效法拉第角随温度升高而陡峭地减小, 在居里点为零, 且随持温时间延长, 从右手边向左手边移动 ($161^\circ\text{C} \sim 140^\circ\text{C}$)。这是由于在 $650 \sim 700^\circ\text{C}$ 温度下晶化膜时, 部分 Al^{3+}

离子将扩散到石榴石晶体的八面体和四面体次晶格位与 Ga^{3+} 离子一起替代 Fe^{3+} 离子 (Al 熔点是 $660^{\circ}C$), 使总磁矩降低, 因而居里温度减小。这也是选 Al 膜作内层的原因所在。随持温时间的延长, 扩散浓度及扩散替代量增大, 出现居里点左移现象。

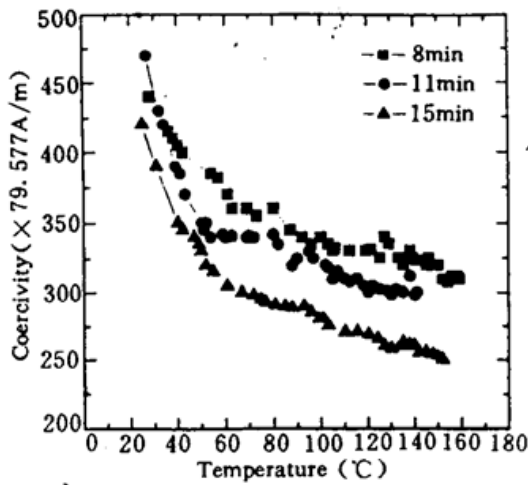


Fig. 5 The variation of the coercivity as a function of temperature for different annealing times

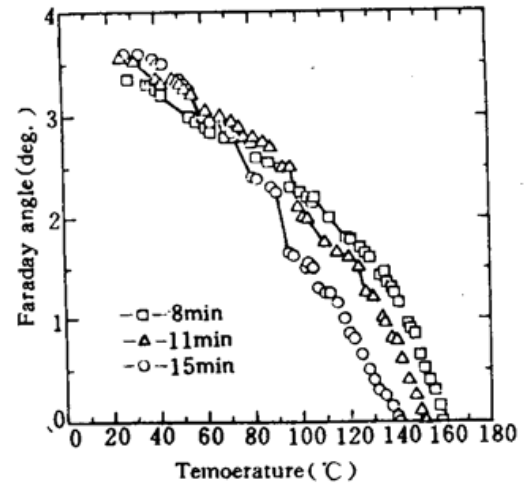


Fig. 6 The Faraday angle as a function of temperature for different annealing times

4 结 语

高 Bi 代 Al/BiGaDyIG 双层细晶粒膜的磁光性能分析表明, 该膜层在一定厚度范围有效法拉第角较普通单层膜大 0.25° , 且随循环晶化次数增大而增加。这一结果来源于细晶粒形成以及双层膜界面干涉增强效应。但用 RRTA 方法处理的膜厚度不宜太大, 持温时间应大于一分钟为好。由于部分 Al^{3+} 离子在退火期间扩散进入石榴石膜, 替代八面体和四面体位的 Fe^{3+} 离子, 使膜层总磁矩减小 (测量值为 $10\sim 20\text{ emu/cm}^3$), 居里温度随之降低 ($140\sim 160^{\circ}C$), 但退火温度及时间必须适度, 一般以 6 min, $670^{\circ}C$ 为宜。否则, 磁矩过小会导致记录畴体积增大和记录密度减小。另外, 从实用角度考虑, 双层盘片对信噪比有一定影响, 但用光两次透射来读出信号, 就能显示出双层膜的优点。这有待于进一步研究。

参 考 文 献

- 1 T. Suzuki, G. Zaharchuk, G. Gorman *et. al.*. Magnetic and MO properties and kinetics of rapid-thermally crystallized Bi-substituted garnet films. *IEEE. Tran. Magn.*, 1990, **26**(5): 1927
- 2 S. J. Zhang, H. W. Zhang. Effect of rapid recurrent annealing on structure and MO properties of garnet films. *J. Appl. Phys.*, 1993, **73**(10): 6832
- 3 J. X. Shen, K. W. Wierman, Y. B. Zhang. Magneto-optical and structural properties of BiGaDyIG/Fe multilayers. *J. Appl. Phys.*, 1994, **74**(10): 6670
- 4 Gerald. F. Dionne, Gary A. Allen. Spectral origins of giant Faraday rotation and ellipticity in Bi-substituted magnetic garnets. *J. Appl. Phys.*, 1993, **73**(10): 6127
- 5 H. W. Zhang, J. Magnetism. The magnetic and structure of fine grain garnet films. *Magnetic Materials*, 1995, **149**(10): 288

Magneto-optical Properties of Double Layer Glass/Al/BiGaDyIG Fine Grain Thin Film

Zhang Huaiwu Yang Shiqing Liu Yingli Wang Haocai

Institute of Materials and Information, University of Electronic Science and Technology, Chengdu 610054)

Zhang Sijun

(Southwest Institute of Applied Magnetism, Mianyang 621000)

Abstract The magneto-optical properties of a Al/BiGaDyIG double layer fine grain thin film crystalized with a rapid recurrent thermal annealing method has been investigated. The effective Faraday angle of the double layer film is over about 0.25 degree than that of the common single layer film, and its Faraday angle increases with the number of the rapid recurrent annealing increased, which is due to the fineness of the grains and the interface interference between the Al film and the garnet film. Meanwhile, the Al³⁺ ions diffuse into garnet film and substitute the Fe³⁺ ions in octahedral and tetrahedral sites, it results in a decrease of Curie temperature (140 ~ 161°C). These results are very promising for increasing the recording density and signal-noise-ratio.

Key words magneto-optical, double layer film, garnet, recording density, magneto-optical disk