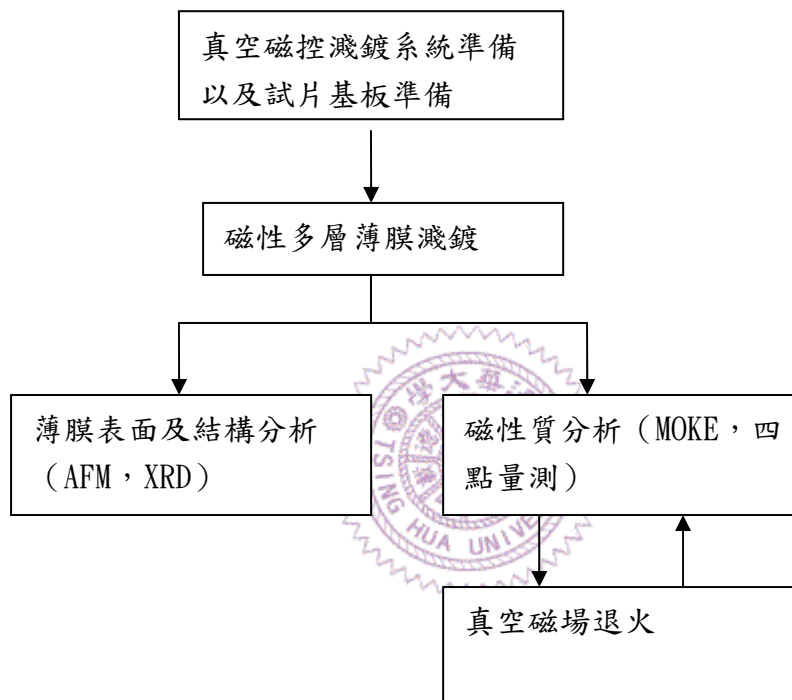


### 第三章 實驗方法與分析儀器

本章內容說明實驗流程設計、樣品製備過程及分析方法。實驗內容及結果將於第四章討論。

#### 3.1 實驗流程

圖 3.1 實驗流程圖



#### 3.2 樣品製備方法

本實驗皆以磁控濺鍍法製備多層超薄膜試片，底下介紹基板準備、鍍膜設備及試片製備方法。

##### 3.2.1 基板準備

本實驗以 p-type 的 Si (100)單晶片為基板，首先將購買來的四吋 Si 單晶片用鑽石刀切割成統一 1.5cm 見方的正方形試片，再將之

存放於防潮箱中。待需要鍍膜時，取出以無塵紙沾丙酮擦拭，再以氮氣槍吹乾，送入濺鍍機的 loading chamber 進行預抽氣。

### 3.2.2 濺鍍系統( Sputtering system )

#### 濺鍍設備

本實驗利用磁控五靶濺鍍系統來製備自旋閥多層薄膜，圖 3-2 為濺鍍儀器裝置圖。本系統主要分為成長薄膜的主腔體( growth chamber )，和具有預抽氣及產生電漿氣體功能的裝料腔( loading chamber )兩部分。主腔體中備有五支濺鍍槍( sputtering cathode )，可濺鍍五種不同的靶材。基板座( holder )可公轉使每個靶材均能正對著基板。鍍膜過程中，基板座可同時自轉使薄膜分佈更均勻。

在裝料腔中設有電漿產生器，可通入氬氣或氧氣，使產生氬氣或氧氣的電漿氣體，達到氧化薄膜的目的。另外設有加熱裝置( heater )，可在真空或氣氛中進行退火實驗。

為了達到高真空的環境，我們的抽氣及真空量測設備如下：

- a 冷凍邦浦( cryopump )：為高真空或超高真空用邦浦，其特點是乾淨、無油氣污染，工作壓力範圍為  $10^{-3} \sim 10^{-10}$  Torr。
- b 機械邦浦( mechanical pump )：為低真空抽氣或作為前級用邦浦，工作壓力範圍為  $760 \sim 10^{-3}$  Torr。
- c 渦輪分子幫浦( turbo molecular pump )：為高真空或超高真空用邦浦，其特點是乾淨、無油氣污染，工作壓力範圍為  $10^{-3} \sim 10^{-10}$  Torr。
- d 離子真空計( ion gauge )：為高真空系統中普遍使用的真空計，

優點是準確度高，工作壓力範圍為  $10^{-5} \sim 10^{-12}$  Torr。

e 熱偶真空計( thermocouple gauge )：量測範圍為  $760 \sim 10^{-3}$  Torr。

### 3.2.3 濺鍍材料

本實驗主要使用以下靶材作為濺鍍材料，其純度資料如下表所示：

靶材名稱	純度 (%)	尺寸 (in)
Ni <sub>80</sub> Fe <sub>20</sub>	99.99	3
Co	99.95	3
Cu	99.95	3
Fe <sub>0</sub>	99.95	3
Ta	99.95	3
Co <sub>90</sub> Fe <sub>10</sub>	99.95	3
Ir <sub>20</sub> Mn <sub>80</sub>	99.9	3

表 3.1 濺鍍靶材資料

自旋閥的性質會受到薄膜微結構的影響，其中鍍膜速率、工作氣體壓力、氣體流量、功率及靶材與基板的距離等鍍膜參數都會影響薄膜結構。表 3-3 是我們調變出可以得到良好薄膜性質，而且方便製作試片的鍍膜參數。

	Ni <sub>80</sub> Fe <sub>20</sub>	Co	Cu	Fe	Ta	Co <sub>90</sub> Fe <sub>10</sub>	Ir <sub>20</sub> Mn <sub>80</sub>
鍍膜參數	DC 40W						
	RF 80W	DC 30W	DC 15W	DC 40W	DC 40W	DC 30W	DC 30W
工作壓力							
(mTorr)	3	3	3	3	3	3	3
距離(cm)	12	12	12	12	12	12	12
濺鍍氣體	Ar	Ar	Ar	Ar	Ar	Ar	Ar
氣體流量							
(sccm)	20	20	20	20	20	20	20

表 3.2 鍍膜參數

### 3.2.4 NOL 成長條件

NOL 成長方式主要包含兩種方法，皆在裝料腔中進行。一種是使用 Turbo pump 抽氣，同時通入不同流量的氧氣，使試片暴露於氧分壓下自然氧化。另一方法是利用氧電漿離子轟擊。氧化參數如表 3-4 所示，氧電漿離子轟擊是以 RF 電源供應器提供功率 10 瓦的電源，產生氧氣電漿。當氧離子撞擊膜面與膜面原子發生反應而產生氧化動作，大部分的氧化是利用此種模式進行。

	Plasma 氧化	自然氧化
Ar 氣體流量(sccm)	--	--
O <sub>2</sub> 氣體流量(sccm)	20	2/9.5/21.5
總壓(mTorr)	60	--
氧分壓(mTorr)	~4	1/5/10
功率(W)	RF 10W	0

表 3.3 兩種氧化方法及其參數。

### 3.2.5 後退火處理

一般在 IrMn 系列自旋閥的研究中，在真空鍍製完畢後都會施加一後退火 (postanneal) 的動作以增加 IrMn 對 pinned layer 的交換場以及磁阻值。依據 Li<sup>3.1</sup> 的說法是後退火增進了自旋閥的 111 纖構。另外，鍍製磁性膜時往往會施加一外加場以建立薄膜的磁異向性，但是因為我們不希望試片周圍的外加磁場影響磁控濺鍍時電漿的均勻性，所以選擇在鍍完試片之後再予以真空磁場退火，建立其磁異向性。

我們使用另外一組獨立的真空加熱腔 (vacuum anneal chamber) 同時施加一磁場進行退火。其示意圖如下。我們使用一擴散幫浦 (diffusion pump) 擔任真空抽氣任務 (約  $5 \times 10^{-5}$  Torr)，同時在真空的石英管外架上一組鉭鐵硼磁鐵以提供一平行磁場，一般調整至 10000e 下進行退火。



## 3.3 分析與量測方法

### 3.3.1 磁性量測

本實驗以 LMOKE 量測薄膜的磁滯曲線，外加電場最大可達 600 0e，此系統與電阻量測系統共用一組電腦。

### 3.3.2 電性量測

本實驗使用四點量測 (4-point probe) 來量測薄膜在磁場下的電阻變化。四點量測是藉由直線等距排列的四根探針，針尖距離 2

mm，外加定電流 10 mA。量得電阻值再由圖 2-14 的形狀修正因子求得片電阻。

### 3.3.3 X 光繞射

X 光繞射使用的是清大貴儀的 RIGAKU X 光繞射儀，操作功率為 600 瓦，電壓 30 KV，電流 20 mA，以  $\theta / 2\theta$  方式掃描，每 0.02 度讀取一次訊號，每次讀取 2 至 4 秒。

### 3-3-4 表面粗糙度

本實驗室所使用的 AFM 型號為 DI3100，以輕敲式掃描薄膜表面。基本結構如下：

1. 觀察表面結構的懸臂(cantilever)及探針針尖。
2. 偵測懸臂高低偏移的偵測器。
3. 掃描系統，以壓電方式改變壓電陶瓷材料(PZT)伸縮量去移動樣品以達到掃描的目的。
4. 回饋系統(Feedback)以偵測及控制樣品與針尖之間的距離。
5. 顯像系統可將掃描所得的資料，經由電腦轉換成影像顯示。