

### 第三章 實驗方法與分析儀器

#### 3-1 實驗流程

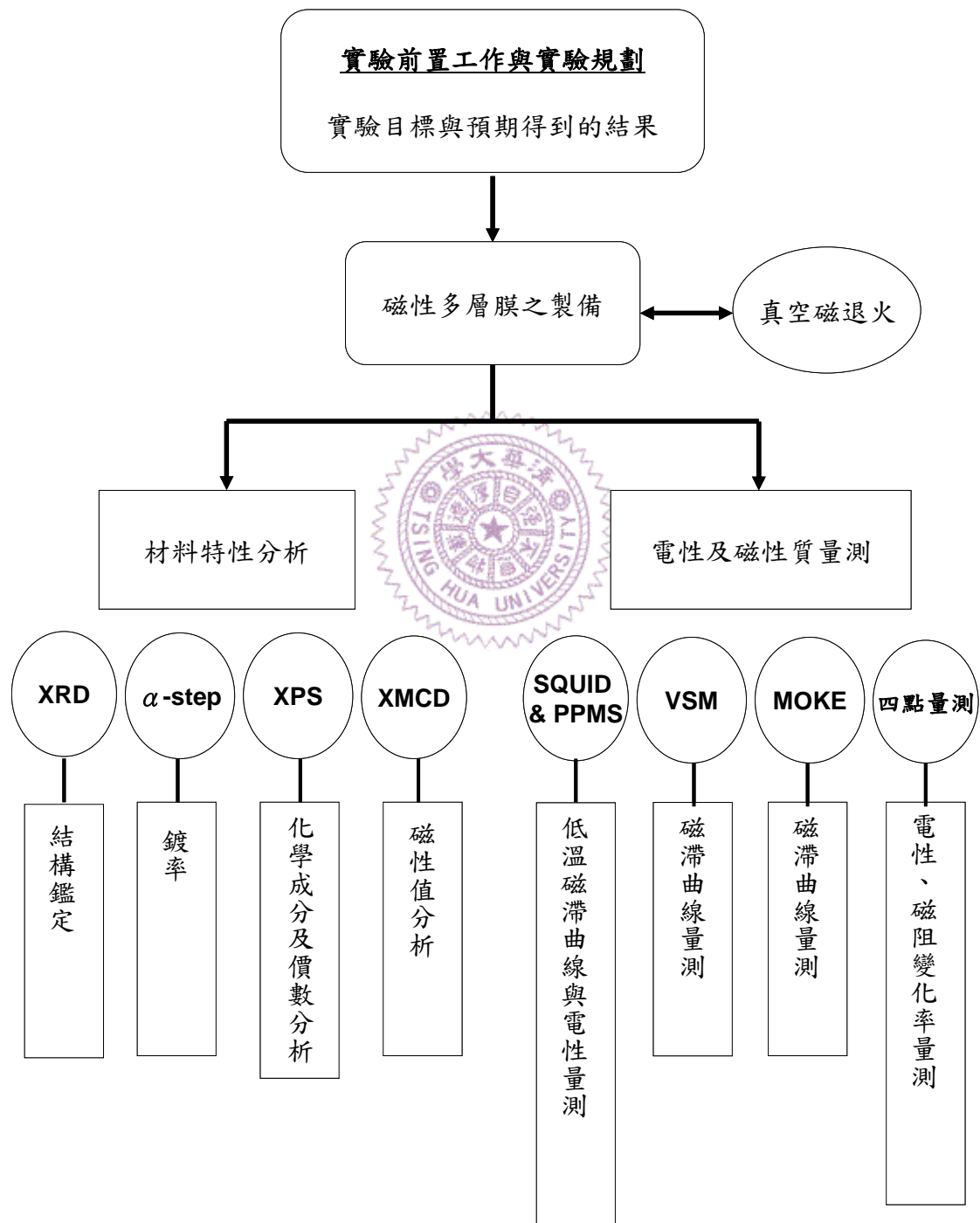


圖 3-1 實驗流程圖

## 3-2 樣品製備

本實驗是以磁控濺鍍法製備多層薄膜試片，以下內容主要則是介紹基板準備、鍍膜機器設備及試片的製備方法等。

### 3-2.1 基板：

本實驗是以 p-type 的 Si (100)單晶片以及 SiO<sub>2</sub> 為基板為主，首先將購買來的四吋基板用鑽石刀切割成統一 1.5cm 見方的正方形試片，再將其存放於防潮箱中，待需要鍍膜時，取出以無塵紙沾丙酮擦拭，再以氮氣槍吹乾，送入濺鍍機的裝載腔體進行抽氣。

### 3-2.2 濺鍍系統 (圖 3-2)

#### A. 腔體(Chamber)：



##### ◎主腔體(Main Chamber)：

在主腔體中總共包含了五支濺鍍槍來鍍製不同的膜層材料，而其抽氣系統則是以機械幫浦粗抽至  $10^{-3}$ Torr 而後利用渦輪分子幫浦抽氣以及冷凍幫浦抽氣至約  $1 \times 10^{-6}$ Torr，同時腔體內亦具有熱偶式真空計以及離子真空計來隨時監測腔體內的真空度狀況；而腔體內亦具有公轉以及自轉的功能來得到較佳的膜層均勻度。

##### ◎裝載腔體>Loading Chamber)：

此裝載腔體主要是為了在進入高真空的主腔體前先做預先抽氣的動

作，並且由於本實驗系統需要進行氧化的動作，因此在進行氧化時即是將基板一至此裝載腔體後在利用自然及電漿的方式來做氧化的動作。

## B. 真空抽氣裝置(Pump)：

◎機械幫浦(Mechanical Pump)：藉幫浦真空室中轉子(rotor)和靜子(stator)連續接觸進行進氣、壓縮及排氣之行程將腔體內的氣體排出。為低真空抽氣或作為分子渦輪幫浦之前端用幫浦，工作壓力約 760 Torr  $\sim 10^{-3}$  Torr。

◎分子渦輪幫浦(Turbo Molecular Pump)：為高真空或超高真空用幫浦，其特點是乾淨、無油氣污染，工作壓力範圍為  $10^{-3} \sim 10^{-10}$  Torr。

◎冷凍幫浦(Cryo-pump)：利用低溫冷凝作用以及低溫吸附作用在高真空下捕捉剩餘的粒子。且乾淨、無油氣污染、抽氣速率快。工作壓力範圍  $10^{-3} \sim 10^{-10}$  Torr。

## C. 真空槍(Gun)

在靶材上加上一偏壓，因此在靶材處所產生之氬氣電漿會被吸引而撞擊靶材，被撞擊出來之靶材原子便會因而鍍附在下方之基板上。

#### D. 真空計(Gauge)

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

◎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。

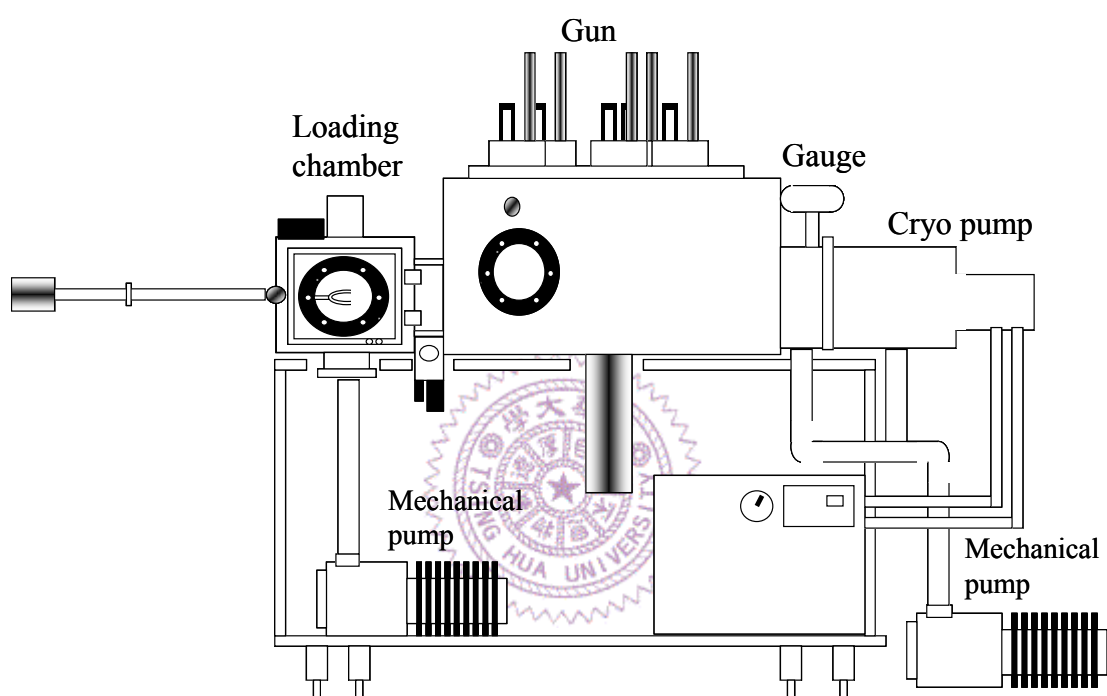


圖 3-2 五槍濺鍍機機台

#### 3-2.3 靶材與鍍膜參數：

在鍍製薄膜時，鍍膜的參數如工作氣壓、鍍膜功率、偏壓等均是影響試片性質的重要參數。而我們在工作氣氛下均是通入 3mTorr 的 Ar，且為求能更精確控制膜厚的準確度，因此在鍍膜功率的控制上都是利用 DC 電源供應器保持在 30w，且由於對銅間隔層膜厚對磁阻變化率更為明顯，因此瓦數更是降低之 15w。

	純度	尺寸	工作瓦數	偏壓
Ta	99.95%	3 in.	40w	
Ir <sub>20</sub> Mn <sub>80</sub>	99.9%	3 in.	30w	-100V
Cu	99.995%	3 in.	15w	-100V
Co	99.95%	3 in.	30w	
Co <sub>90</sub> Fe <sub>10</sub>	99.95%	3 in.	30w	
Ni <sub>80</sub> Fe <sub>20</sub>	99.99%	3 in.	30w	
Fe	99.95%	3 in.	30w	

### 3-2.4 奈米級氧化層成長條件

本實驗製備奈米級氧化層主要是在裝載腔體中進行以避免氧氣污染主腔體，因此當鍍製奈米級氧化層時，將試片送至裝載腔體，通入流量 20sccm 的氧氣至 1 Torr，然後利用機械幫浦抽氣至約 150mTorr。

◎電漿氧化法：利用 RF 電源供應器提供不同瓦數的電源(主要以 10 瓦為主)，產生氧氣電漿；使氧離子猛烈撞擊試片表面產生反應，進而形成較緻密之氧化層。

◎自然氧化法：當機械幫浦抽氣至穩定 150 mTorr 時，開始計算氧化時間(約 5min.)；利用自然氧化法所得到之氧化層較不緻密，但對提升磁阻變化率卻有著比電漿氧化法更佳的效果。

### 3-2.5 磁退火系統

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) 的動作以定義 IrMn 對被固定層的交換場。其

原理乃是在一外加磁場下升溫至反鐵磁的 Blocking Temp. 以上 ( $\sim 200^{\circ}\text{C}$ )，持溫約 15 分鐘，使得此時 IrMn 混亂排列後，降溫至室溫，而此時由於鐵磁層沿外加磁場排列，而降溫下來之 IrMn 則會受到鐵磁層的作用而沿著外加磁場方向排列，此即定義為零度之位置。

### 3-3 分析系統

在做磁性多層膜樣品的分析中，主要分為材料特性分析、磁性質以及電性的分析為主。

#### 3-3.1 X 光晶體繞射儀 XRD

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。藉由 XRD 的使用便可以鑑定出材料所成長的結構，而在本實驗系統中主要是觀察反鐵磁層 IrMn 的結構。

#### 3-3.2 XPS & SPEM 圖 3-3

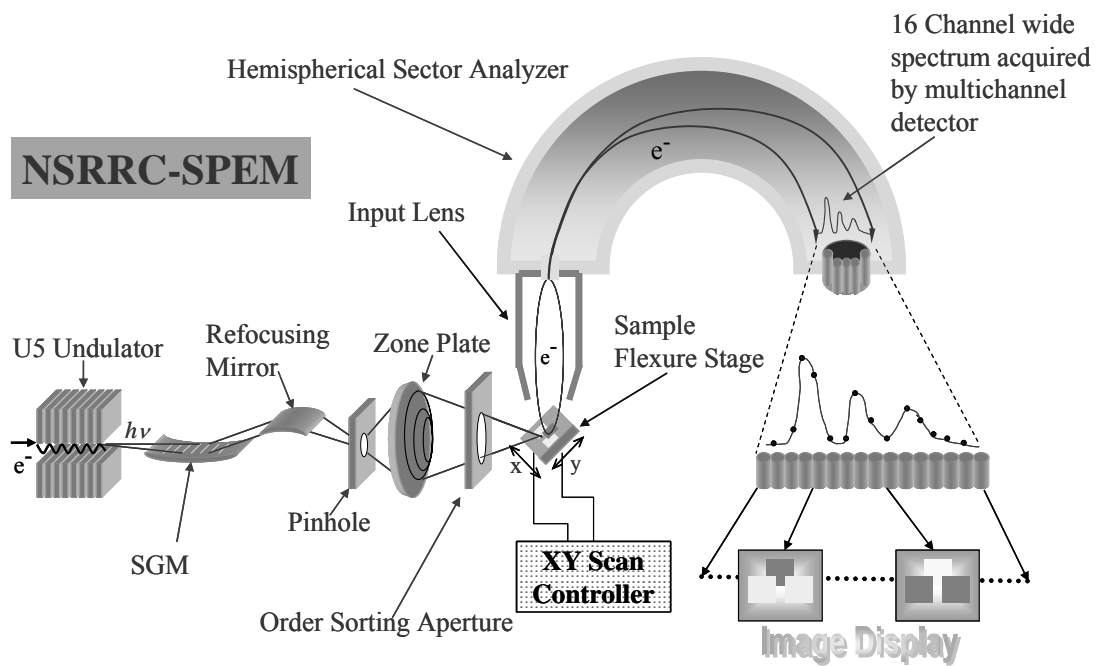


圖 3-3 SPEM 儀器示意圖 (From 同步輻射中心)

### 3-3.3 X-Ray Magnetic Circular Dichroism Measurement (XMCD)

如下圖 3-4，利用極化後的 X 光，打入磁性薄膜厚，由於其反射之極化光與磁性薄膜內之磁矩之夾角即會反映出反射厚的極化光強度。

XMCD intensity  $I = I_0 \cos\theta$ ， $\theta$  為磁矩與極化光之夾角。因此利用極化後之 X 光可以反映出磁矩的排列情形。

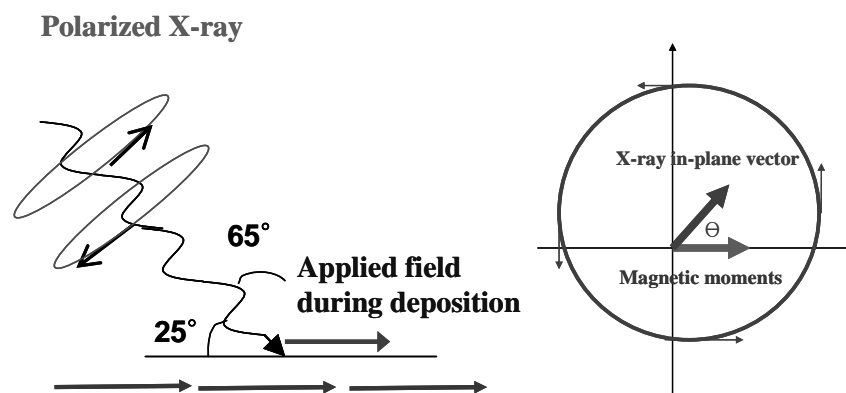


圖 3-4 XMCD 運作原理示意圖

### 3-3.4 震盪樣品磁測儀(VSM) 圖 3-5

基本裝置為一電磁鐵，利用通入不同電流大小來改變磁場，並使用冷卻機進行保護過熱等問題；而量測磁矩量方面，則是在電磁鐵前端裝置感應線圈，利用試片在震盪時所造成外漏磁力線的差異與標準樣品之比較反應樣品此時的磁矩量大小。如此一來便可以在不同磁場大小下量測當時的磁矩值，而反映出磁滯曲線圖形。

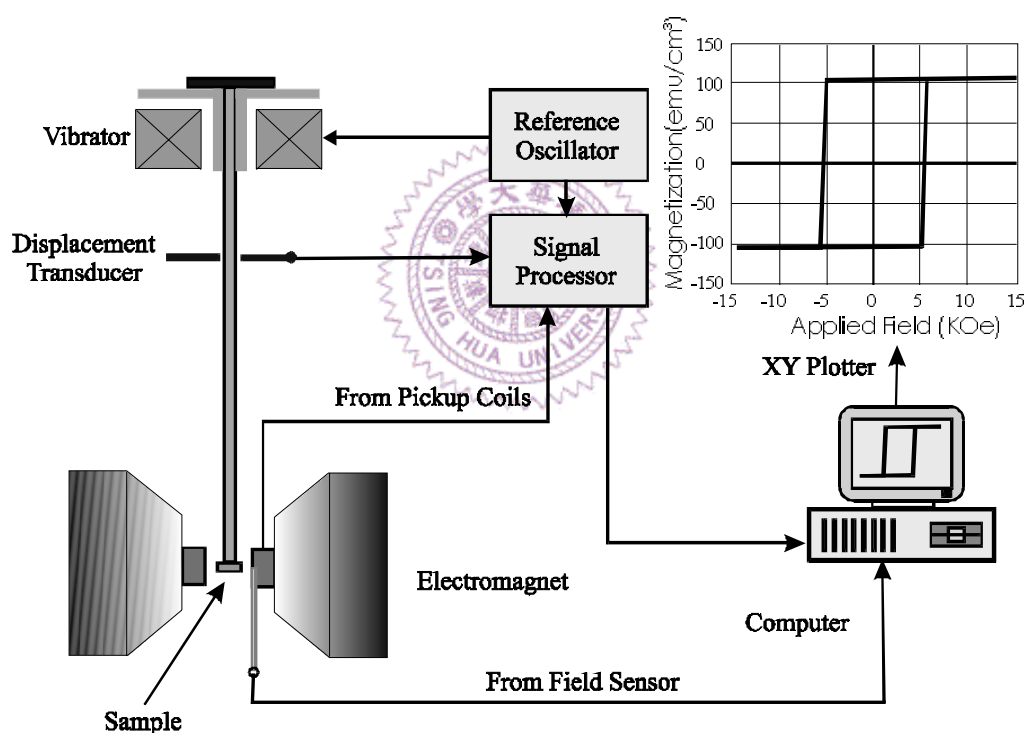


圖 3-5 VSM 示意圖

### 3-3.5 磁光柯爾效應量測儀(MOKE)

MOKE 量測系統如下圖 3-6 所示，整個系統主要分成雷射光源、偏振片、樣品固定座、電磁鐵及訊號量測等系統。



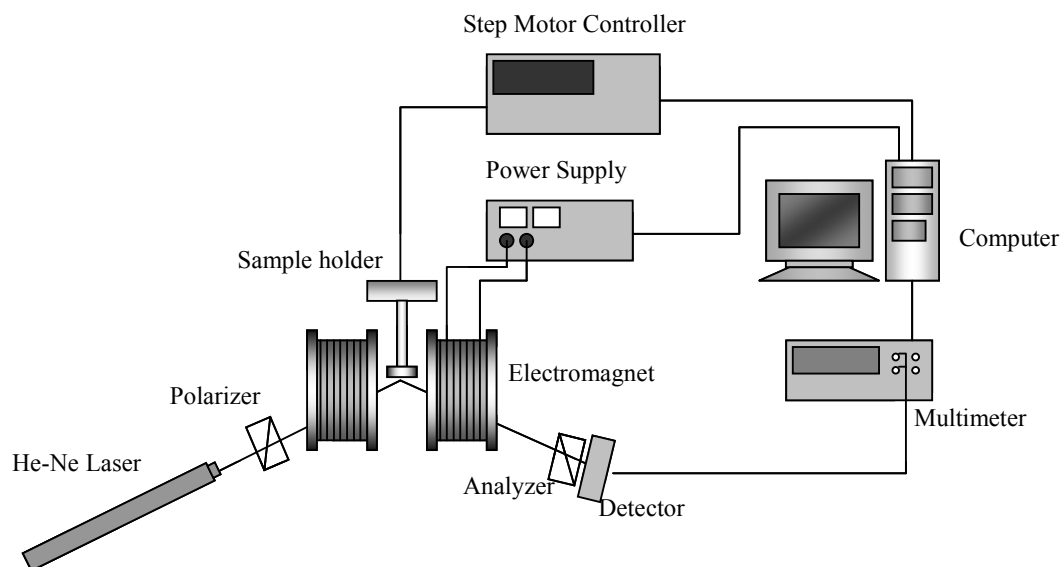


圖 3-6 MOKE 示意圖

而其工作原理乃是當雷射通過線性偏振片而成線偏振光，而後當線偏振光經過一磁性介質反射後，其反射光會變成橢圓偏振光，且其長軸相對於入射光的偏振面會偏轉一小角度，此一偏轉角度稱為柯爾旋轉角( $\phi_k$ , Kerr rotation angle)，而我們即可藉由此柯爾旋轉角的變化情形與外加磁場的關係反應出薄膜的性質，及磁矩的翻轉行為。

### 3-3.6 四點探針量測 (4-point probe measurement)

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。量得電阻值再由形狀修正因子求得片電阻。