

扫描探针显微镜 (SPM) 用于 CoCrFeNi 基高熵合金薄膜的磁畴结构表征

SPM-025

摘要： 本磁畴是指铁磁体材料在自发磁化的过程中为降低静磁能而产生分化的方向各异的小型磁化区域。磁畴的存在对铁磁材料的磁性具有重要影响。由于配位数、晶格常数和价电子分布等的差异，目前关于块状软磁高熵合金的理论推导结果不能直接应用于软磁高熵合金薄膜，因此需要深入的研究来揭示软磁高熵合金薄膜 (HEATFs) 的磁性。本文采用扫描探针显微镜 SPM-9700HT 的磁力模式测试了软磁高熵合金薄膜的磁畴结构，发现其呈现典型的迷宫状磁畴分布。这一方法直观地反映了薄膜厚度及成分对磁畴大小的影响。

关键词： 扫描探针显微镜 SPM 磁力模式 磁畴结构 软磁高熵合金薄膜

技术特点：

- ❖ SPM-9700HT 的磁力模式可方便表征软磁高熵合金薄膜的磁畴结构。
- ❖ 该方法可直观地反映薄膜厚度及成分对磁畴大小的影响。

磁性材料是指能对磁场作出某种方式反应的材料，常见的磁性材料有钕铁硼磁铁、钕钴磁铁、铝镍钴磁铁、铁氧体磁铁。磁性材料按磁化后去磁的难易可分为软磁性材料和硬磁性材料。其中，软磁材料易于磁化，也易于退磁，具有低矫顽力和高磁导率的特点，广泛用于变压器、交流发电机、继电器等电工设备和电子设备中。软磁薄膜因具有低磁损耗、高截止频率和高磁导率的独特优势而备受关注。近年来，研究人员发现软磁高熵合金薄膜 (HEATFs) 表现出比其他软磁薄膜更好的电阻率、热稳定性、耐腐蚀性和坚固的力学性能，有望拓宽现有软磁薄膜的组成范围。

目前，许多理论研究成果主要针对块状软磁高熵

合金 (HEAs)，其组成和相结构对其磁性能的影响非常大。然而，由于配位数、晶格常数 (特别是在垂直于表面的方向上) 和价电子 (3d, 4s) 分布的差异，块状软磁高熵合金的理论推导结果不能直接应用于 HEATFs；此外，在制造过程中产生的残余应力影响其磁性能，因此需要深入的研究来揭示 HEATFs 的磁性。CoCrFeNi 基高熵合金薄膜的磁性能随厚度和成分有很大变化，为了探究深层次的原因，本文采用岛津扫描探针显微镜 SPM-9700HT 的磁力模式对软磁高熵合金薄膜样品的磁畴进行了表征，发现其呈现典型的迷宫状磁畴分布。这一方法直观地反映了薄膜厚度及成分对磁畴大小的影响。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津扫描探针显微镜 SPM-9700HT



图 1 扫描探针显微镜 SPM-9700HT

功能模式：磁力模式

扫描环境：大气环境

探针：MFMR, 弹性系数 2.8 N/m

扫描范围：1 μm x 1 μm

1.3 样品

利用 JGP-450 射频磁控溅射系统在单晶 Si(100) 衬底上沉积了一系列 $\text{CoCrFeNi}_{\text{thin}}$ 、 $\text{CoCrFeNi}_{\text{thick}}$ 和 $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ ($x=0.1-0.5$) HEATFs。采用氩气弧熔法制备了直径为 75 mm 的等原子 Co-Cr-Fe-Ni 四元溅射靶材。通过在 CoCrFeNi 靶材溅射区粘附 Al 片 ($\Phi 8 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$)，设计了五元合金组合靶材，各成分纯度均不低于 99.9 wt%。在溅射过程中，通过改变 Al 片的数量 (1-5)，获得了不同成分的 HEATFs。背景真空度小于 3.0×10^{-4} Pa，衬底温度保持在 $\leq 323 \text{ K}$ 。基片以 10 r min^{-1} 的恒定速度旋转，工作距离 $\approx 10 \text{ cm}$ 。在溅射过程中，将纯度为 99.9999 体积 % (vol%) 的氩气充注至 $\approx 1.4 \text{ Pa}$ 的压力以增加亮度，并将流速设定为每分钟 30 标准立方厘米 (sccm)。预溅射时间为 40 min，然后进行 60 min 的正式溅射。在 110 W 射频电源下制备了一层厚的四元薄膜，而在 100 W 无偏置射频电源下制备了其他薄膜。

1.4 测试过程

将薄膜样品分别用双面胶固定在不锈钢样品台上，采用岛津扫描探针显微镜 SPM-9700HT 进行磁力模式测试，测试前用洁净气体轻吹样品表面。

■ 结果与讨论

随机选取样品的某一区域，使用 SPM-9700HT 的磁力模式分别对样品进行磁畴结构测试，获取了 $1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$ 样品的磁畴结构分布图。如图 2 所示，薄膜呈现圆形或拉长的迷宫状磁畴，主要原因是静磁能的减少以及总布洛赫壁面积的增加，这与薄膜具有的垂直各向异性相关。薄膜磁畴的尺寸要远远大于平均晶粒尺寸，这说明薄膜中许多相邻的晶粒其磁化方向在同一个方向上规整排列。对于 $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ 薄膜 ($x=0.1-0.5$)，具有相似的磁畴尺寸，其矫顽力与磁各向异性性能和饱和磁化强度的比值 (EA/MS) 正相关，进一步证实了薄膜磁各向异性对磁性能的影响。而 $\text{CoCrFeNi}_{\text{thick}}$ 薄膜与其 EA/MS 值有所偏离，这是因为其磁畴尺寸明显小于含 Al 薄膜。因此，通过 SPM 磁畴测试，确定了 CoCrFeNi 基高熵薄膜的矫顽力主要与复杂磁各向异性和磁畴尺寸有关。

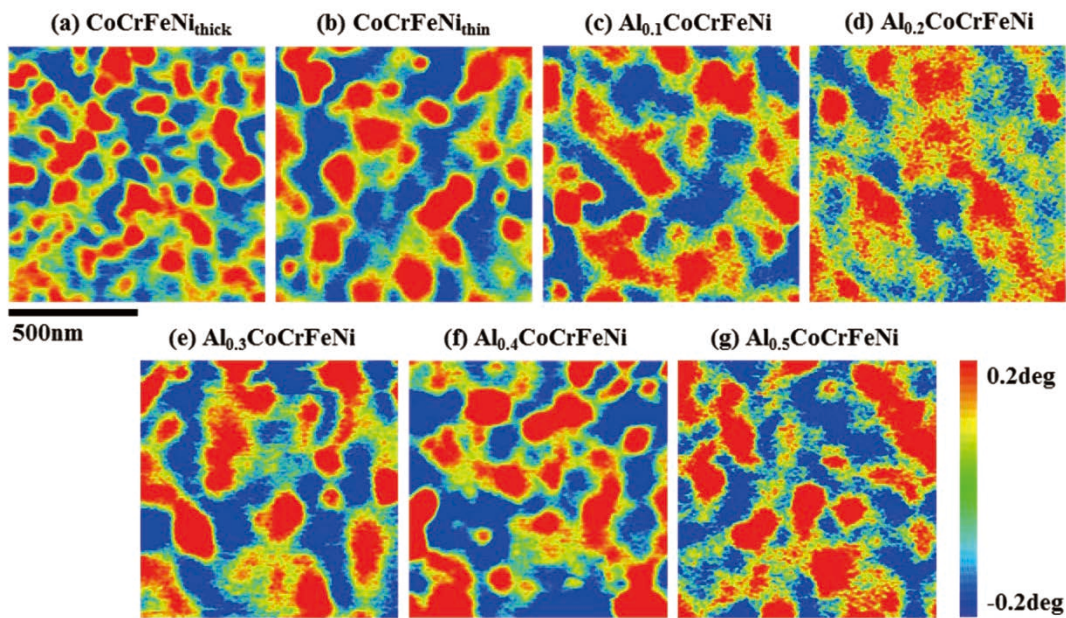


图 2 室温下 CoCrFeNi 基高熵薄膜的磁畴结构

■ 结论

岛津扫描探针显微镜 SPM 具有快速响应的高速扫描器、独特的头部滑移结构以及丰富的测量模式，除了普通的形貌扫描，还可拓展电流、电势、磁力以及纳米力学测量等功能。

本文采用岛津 SPM 技术表征了 CoCrFeNi 基软磁高熵合金薄膜 (HEATFs) 样品的磁畴分布情况，发现其呈现典型的迷宫状磁畴，直观地反映了薄膜厚度及成分对磁畴大小的影响。

以上内容来源于以下文章

[1] Junyi Zhang, Xiao Wang et al., Native Oxidation and Complex Magnetic Anisotropy Dominated Soft Magnetic CoCrFeNi-Based High-Entropy Alloy Thin Films [J], Advanced science, 9 (2022) 2203139.

岛津应用云

