

耐高温垂直取向 FePt 连续薄膜的表面形貌与磁性

向晖, 莫小静, 郑远平, 吕庆, 谭兴文, 林跃强, 熊祖洪, 李国庆*

西南大学物理科学与技术学院, 重庆 400715

* 联系人, E-mail: gqli@swu.edu.cn

2011-01-07 收稿, 2011-03-01 接受

国家自然科学基金(51071132)、重庆市自然科学基金(CSTC2009BB8102)和中央高校基本科研业务费专项资金(XDJK2009C193)资助项目

摘要 用磁控溅射法在加热到 400 的 MgO(001)单晶基片上沉积了总厚度为 25 nm 的 $[\text{Fe}(0.6 \text{ nm})/\text{Fe}_{30.5}\text{Pt}_{69.5}(1.9 \text{ nm})]_{10}$ 多层连续薄膜, 总成分比为 $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$. 然后对其在 [500, 900] 温度范围进行真空热处理, 分析了热处理温度对薄膜表面形貌、晶体结构以及磁特性的影响. 结果表明, 在加热基片上生长的 FePt 薄膜, 层间已经发生扩散, 形成无序的 A1 相. 经过 700 以上的高温热处理, 薄膜转变为具有 (001) 织构的 $L1_0$ 相 FePt 合金, 易磁化轴沿垂直于膜面的方向, 有序度大于 0.85, 单轴磁晶各向异性能约 $2.7 \times 10^7 \text{ erg/cc}$. 利用扩散后残存的周期性微弱成分起伏, 可以使薄膜在 800 以下保持形貌连续. 用原子力显微镜对薄膜表面进行观察证实, 在 780 进行热处理, 薄膜的表面最平整. 这种优质的连续薄膜可以应用于微加工制作超高密度垂直磁记录阵列介质.

关键词

$L1_0$ 相 FePt
连续薄膜
热处理
表面形貌
磁性

具有面心四方(FCT)结构的 $L1_0$ 相有序化 FePt 合金具有极高的单轴磁晶各向异性能($K_u \sim 7 \times 10^7 \text{ erg/cc}$), 因而其超顺磁极限颗粒尺寸很小($\sim 3 \text{ nm}$, 磁化易轴沿 [001] 方向), 同时还表现出较高的居里温度($\sim 750 \text{ K}$)和大的饱和磁化强度($M_s \sim 1200 \text{ emu/cc}$), 且化学性质稳定, 在开发高密度垂直磁记录介质、垂直磁性隧道结以及磁传感器等方面具有潜在的应用前景^[1-3]. 由于(111)晶面为 FePt 的最致密堆积面, 因而在非晶基片(如玻璃)或晶格不匹配的单晶基片(如 Si)上沉积的 FePt 薄膜都容易出现(111)织构^[4]. 采用 MgO(001)单晶衬底可以有效控制 FePt 薄膜生长的取向, 形成(001)织构^[5]. 然而, 常温条件下沉积的 FePt 薄膜会形成 Fe 和 Pt 原子随机分布在晶格格点上的无序面心立方(FCC)结构(即 A1 相), 通常要通过对薄膜进行后续热处理或者成膜时直接对基片进行加热的方式, 来实现(001)晶面上的各原子层按 Fe 和 Pt 两种元素交替排列(即有序的 $L1_0$ 相)^[6,7]. 同时, 实现高密度垂直磁记录模式还面临介质的热稳定性、信噪比以及读写

能力等方面的困难. 人工加工的阵列介质是解决这一难题的可行途径^[8,9]. 自然生长的自组织 FePt 纳米微粒受热时会长大, 造成粒径的大小和均匀度都难以控制, 而通过激光干涉掩膜、电子束刻蚀或聚焦离子束刻蚀等微加工手段, 却可以将连续的薄膜加工成任意形状和尺寸的阵列^[10-12]. 目前, 通过离子束刻蚀法加工成的纳米点阵尺寸已经可以小于 60 nm ^[13,14]. 这对制备高质量的连续薄膜提出了更高的要求. 然而, 有序化需要的高温环境往往会破坏 FePt 薄膜的形貌连续. 通常, 热处理温度高于 400°C , 薄膜就会出现裂纹或孔洞^[11,15]. 热处理温度不足严重影响了磁晶各向异性能的提高. 最近, 我们报道了一种在薄膜内形成周期性微弱成分起伏的办法^[16], 用来促进薄膜内部成核, 同时依靠这种微弱的成分梯度还能抑制 Pt 的析出, 从而尽量避免形成晶界. 使薄膜在 800°C 环境温度中保温 3 h 后, 用扫描电子显微镜(SEM)观察, 仍然看到是连续的. 本文进一步缩短热处理时间, 对这种薄膜在经受不同温度的热处

英文引用格式: Xiang H, Mo X J, Zheng Y P, et al. Morphology and magnetic properties of vertically orientated continuous FePt films annealed at high temperature (in Chinese). Chinese Sci Bull (Chinese Ver), 2011, 56: 1188-1195, doi: 10.1360/972010-1424

理后的结构和磁性变化进行分析, 尤其是用更精细的原子力显微镜(AFM)来观察表面形貌的变化, 对此种薄膜的实用性进行评价.

1 实验

成膜采用磁控溅射法, 在加热到 400 °C 的 MgO(001)单晶基片上沉积了总厚度为 25 nm 的 [Fe(0.6 nm)/Fe_{30.5}Pt_{69.5}(1.9 nm)]₁₀ 多层膜, 设计成分配比为 Fe₅₀Pt₅₀. 成膜过程中层间发生了较为充分的扩散, 但没有形成有序相, 而薄膜内残存的周期性微弱成分起伏对在随后的热处理过程中薄膜的形貌保持连续至关重要. 溅射腔体内的本底真空度优于 8×10⁻⁶ Pa, 工作气体(Ar)的气压为 2.8 Pa, Fe 靶和 Pt 靶的纯度分别为 99.93%和 99.99%. Fe 和 Pt 的溅射速率分别为 0.1 nm/s 和 0.3 nm/s, 其中 Fe_{30.5}Pt_{69.5} 通过 Fe 靶和 Pt 靶共溅射获得. 制备好的样品在洁净的光聚焦加热真空快速热处理炉中进行热处理, 真空度优于 1×10⁻⁵ Pa, 热处理温度 T_a 分别为 500, 600, 700, 750, 780, 800 和 900 °C. 为了防止急速升温过程中因受热不均匀而在薄膜内产生额外的应力, 升温速率精确地控制为 50 °C/min, 保温时间为 90 min. 降温是在真空中进行自然冷却. 样品中 Fe 和 Pt 的成分比通过 X 射线光电子能谱(XPS)获得; 晶格结构通过 X 射线衍射仪(XRD, 使用 Cu-K α 射线源, 波长为 1.5406 Å)测定; 室温磁特性用振动样品磁强计(VSM, 可施加的最大磁场为±18 kOe, 1 Oe = (10³/4 π)A/m ≈ 79.5775 A/m)进行表征; 薄膜表面形貌用 AFM 和 SEM 观察, 并用磁力显微镜(MFM)分析了热消磁状态薄膜的畴结构.

2 结果与讨论

用 XPS 对经过 780 °C 热处理的薄膜进行成分分析, 测得薄膜表面附近 Fe 和 Pt 原子比例为 48:52. 由于在此温度进行热处理后, 薄膜内部的层间扩散已经相当均匀, 所以这一比例应该能够反映薄膜的总成分比. 图 1 给出了热处理前后 FePt 薄膜的 θ -2 θ 模式 XRD 图谱. 图中只标出了 FePt 的衍射峰指数, 其他没有标出的衍射峰主要来自于 MgO 基片, 表明 X 射线能够穿透薄膜到达基片表层. 由于 X 射线中同时存在 Cu-K α , Cu-K β 和 W-L α 多种波长成分, 所以来自于 MgO 基片的峰显得杂乱(见图 1 中对 MgO (002) 峰的注释). 在加热到 400 °C 的基片上沉积的样品经

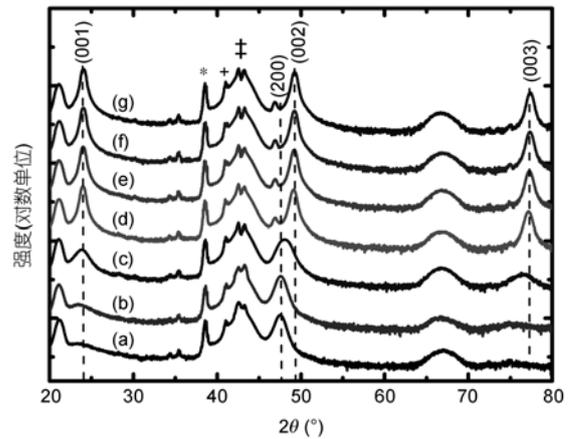


图 1 FePt 薄膜经过热处理前后的 XRD 图谱

$T_a = 400$ °C((a), 沉积后未经热处理), 500 °C(b), 600 °C(c), 700 °C(d), 750 °C(e), 780 °C(f), 800 °C(g). MgO (002)峰: “‡”由 Cu-K α 线产生, “+”由 Cu-K β 线产生, “*”由 W-L α 线产生

过 500 °C 热处理后, 其衍射谱没有显著的变化(图 1(a) 和(b)). 除了较宽的 FePt(200)峰外, 其他峰都不明显, 晶格常数 $c \approx 0.3829$ nm, 表明较充分的层间扩散使薄膜形成无序的 FCC 相. (200)峰较宽的半高宽说明薄膜内部还存在随深度变化的微弱成分起伏. 由于 θ -2 θ 模式检测的是垂直于膜面方向的织构, 所以 (200)峰的出现表明 FePt 薄膜是外延生长的. 这是 MgO(001)基片的重要作用. MgO(具有 FCC 结构)的晶格常数($a = b = c = 0.4203$ nm)与 FePt 的晶格常数接近, FePt 薄膜生长时, 其晶胞基矢 \bar{a} , \bar{b} , \bar{c} 与 MgO 的晶胞基矢 \bar{a} , \bar{b} , \bar{c} 分别平行(这里将垂直于膜面方向的基矢用 \bar{c} 表示, 以方便后面讨论 $L1_0$ 相 FePt 的取向). 但是, MgO 的晶格常数毕竟比 FePt 的晶格常数要大些, 因此 FePt 薄膜内沿膜面方向要受到拉伸的应力, 从而垂直于膜面的方向有收缩的趋势. 热处理温度为 600 °C 时(图 1(c)), 开始出现来自于超晶格衍射的 FePt(001)和(003)峰. 而(200)峰变得更宽并且中心点向大角度偏移, 这实际上是(200)峰(来自于 FCC 晶格的衍射)和(002)峰(来自于 FCT 晶格的衍射)的叠加, 表明此时的 FePt 薄膜由无序的 $A1$ 相和有序的 $L1_0$ 相混合而成, MgO(001)基片开始诱导薄膜形成 $L1_0$ 相的(001)织构. 经过 700 °C 热处理后(图 1(d)), FePt(001)峰和(003)峰显著增强, 同时(002)衍射峰也更加明显, (200)峰基本消失. 右移的(002)峰表明平行于膜面方向晶面的间距(反映晶格常数 c 的变化)缩小, 由此算得 $c \approx 0.3710$ nm, 形成了有序的 $L1_0$ 相.

在[700,780]℃温度范围内进行热处理(图 1(d)~(f)), FePt 衍射峰的中心位置仍有微弱的右移,表明还有微弱的有序化调整. 在 780℃以上进行热处理(图 1(g)),峰位不再变化. 样品在 800℃进行热处理后,(200)峰右移为(002)峰的角度变化为 $\Delta(2\theta) \approx 1.78^\circ$. 通常用有序化参数 S 来表征 FePt 薄膜的有序化程度. S 可用下式计算:

$$S^2 = \frac{(I_{001}/I_{002})_{\text{exp}}}{(I_{001}/I_{002})_{\text{cal}}}, \quad (1)$$

式中 $(I_{001}/I_{002})_{\text{exp}}$ 表示 FePt(001)峰与(002)峰的实验观测强度比值, $(I_{001}/I_{002})_{\text{cal}}$ 表示 FePt(001)峰与(002)峰的理论计算强度比值. 考虑 X 射线穿透强度随深度的衰减^[17]与 Debye-Waller 因子^[18],当 FePt 薄膜的厚度在 11~49 nm 范围内, $(I_{001}/I_{002})_{\text{cal}}$ 约为 1.9~2.0. 由此计算出薄膜在[700, 800]℃温度范围经过热处理后的有序度 S 约为 0.85~0.88,说明经过高温热处理后,薄膜形成了高度有序的 $L1_0$ 相. S 值比用共溅射法生长 FePt 单层薄膜的情况(0.90~0.95)要小些,可能是由于薄膜中 Pt 含量稍微偏多造成的.

图 2 给出了 FePt 薄膜在热处理前后分别沿平行于膜面方向和垂直于膜面方向施加磁场的磁滞回线(图中 $1 \text{ emu} = 10^{-3} \text{ A m}^2$). 图 2(a)~(e)包含初始磁化曲线,每个样品都首先测量垂直磁化曲线. 900℃热处理后的磁滞回线(图 2(f))是用不同的 VSM 测量的(最大磁场 $\pm 30 \text{ kOe}$). 没有经过热处理的无序 $A1$ 相薄膜表现为软磁特性,沿平行于膜面方向磁化时有矫顽力而沿垂直于膜面方向磁化时没有矫顽力,磁化易轴由形状各向异性决定,沿着平行于膜面的方向. 经过 500℃热处理后(图 2(b)),磁滞回线没有明显的变化,磁化易轴仍然沿面内方向,但最大垂直磁化强度增大而最大面内磁化强度减小. 面内初始磁化强度更为陡峭的上升说明薄膜变得更为连续. 由于从后面图 3(a)的 SEM 结果看到,没有经过热处理的薄膜内存在缺陷(空洞),而最大磁场强度不够大,还不足以使样品磁化到真正饱和(尤其是沿垂直于膜面方向磁化时,受退磁场的影响更难于饱和),所以未经热处理或热处理温度较低时,平行于膜面和垂直于膜面方向的饱和磁化强度相差较多. 热处理温度增加到 600℃(图 2(c)),沿平行于膜面方向和沿垂直于膜面方向磁化的回线都有较宽的矩形,矫顽力均达到最大,垂直最大磁化强度开始超过面内最大磁化强度,没有明显的磁化易轴方向,说明此时薄膜开始从

无序的 $A1$ 相向有序的 $L1_0$ 相过渡. $A1 \rightarrow L1_0$ 转变应该是伴随“成核”及“长大”过程的一级相变. 成核可以在多点同时发生. $L1_0$ 相的晶格常数 c 要缩短,因此成核后要在核的边缘产生应力. 应力的存在,使得边缘处的原子更有条件发生有序化跳跃,于是 $L1_0$ 相的晶核可以逐渐长大. $A1$ 相和 $L1_0$ 相之间应该有明显的分界面. 因为 FePt 薄膜沿膜面方向要受到拉伸的应力,垂直于膜面方向有收缩的趋势,所以沿垂直于膜面方向发生有序化, c 缩短,能量是降低的. 因此 $L1_0$ 相只要成核,就应该是(001)取向的. 垂直和面内初始磁化强度的变化都较为缓慢,是 $A1$ 相和 $L1_0$ 相相间存在所致. 面内矫顽力应该主要由软磁的 $A1$ 相所贡献. $A1$ 相具有立方晶格的三轴磁晶各向异性, $L1_0$ 相具有四方晶格的单轴磁晶各向异性. 由于 $A1$ 相也有取向,沿膜面方向被磁化时,发生磁化反转还是要经过两次能障,只是能障没有 $L1_0$ 相的能障大; $A1$ 相的区域和 $L1_0$ 相的区域相间分布,使得 $A1$ 相的区域不是连续的,相当于颗粒化薄膜的情况; $L1_0$ 相的区域充当了 $A1$ 相区域的缺陷,对 $A1$ 相内的畴壁移动产生钉扎作用($A1$ 相内的畴壁经过 $L1_0$ 相区域时要被“穿孔”,畴壁面积减小,能量变低). 以上这些原因使得薄膜此时沿膜面方向磁化也会产生较大的矫顽力($\sim 5 \text{ kOe}$). 热处理温度提高到 700℃(图 2(d)),磁化易轴转为沿垂直于膜面的方向,垂直矫顽力开始减小,沿垂直于膜面方向磁化时有磁滞而沿平行于膜面方向磁化时磁滞消失. 热处理温度在[700, 800]℃范围(图 2(d)和(e)),图 2(e)的热处理条件是 780℃,800℃条件的结果与图 2(e)没有明显差别),随着热处理温度的增加,其垂直磁化曲线表现出越来越好的矩形度,形成高有序度的 $L1_0$ FePt,这意味着薄膜的连续性没有被破坏. 垂直矫顽力在 780℃最小,说明此时薄膜的连续性最好. 当热处理温度增加到 900℃(图 2(f)),垂直磁化的最大饱和磁化强度减小,并且回线表现出明显的不对称(这是因为最大外加磁场还是不够大,薄膜不能被磁化到饱和状态),垂直矫顽力显著增加,表明热处理温度已经过高,薄膜的连续性被严重破坏. 将垂直磁化曲线的饱和直线和接近直线变化的面内磁化曲线外推延长,交点对应的磁场强度设为 H_k ,则根据 $K_u = \mu_0 M_s H_k / 2$ ^[19],式中 μ_0 为真空磁导率,得到 700℃热处理后 FePt 的磁晶各向异性能 $K_u \approx 2.7 \times 10^7 \text{ erg/cc}$.

图 3 为薄膜热处理前后的 SEM 图. 没有经过热

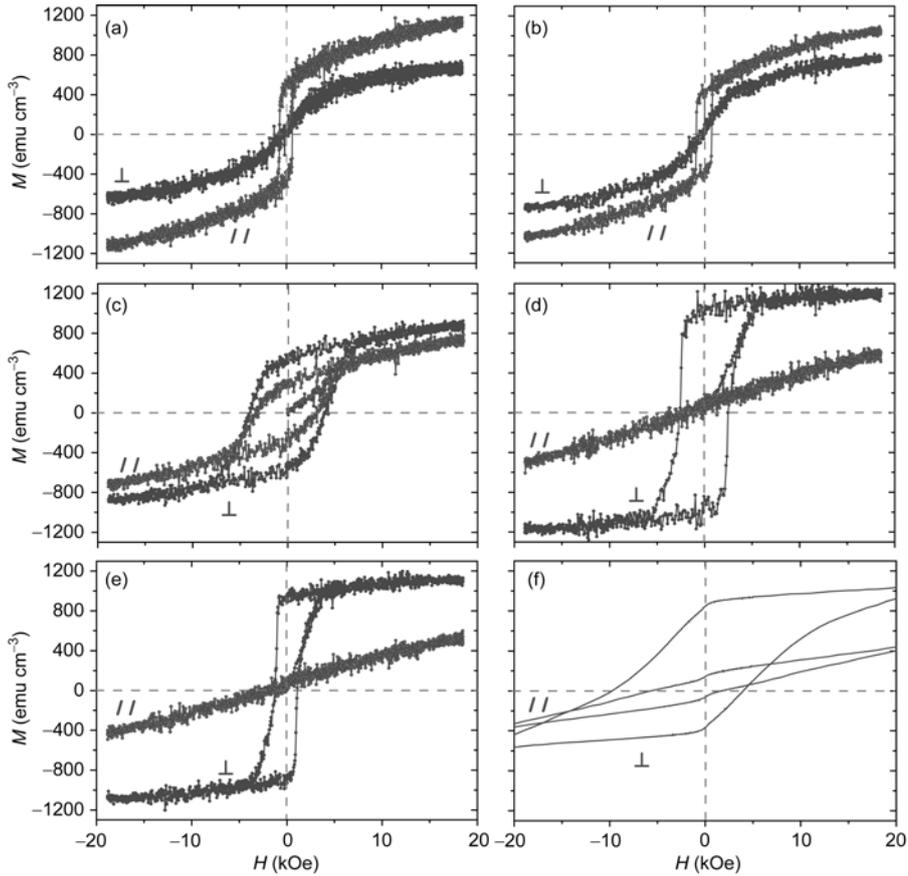


图 2 FePt 薄膜热处理前后的磁滞回线

“⊥”和“//”分别表示外加磁场垂直和平行于膜面的情况. $T_a = 400^\circ\text{C}$ (a), 500°C (b), 600°C (c), 700°C (d), 780°C (e), 900°C (f)

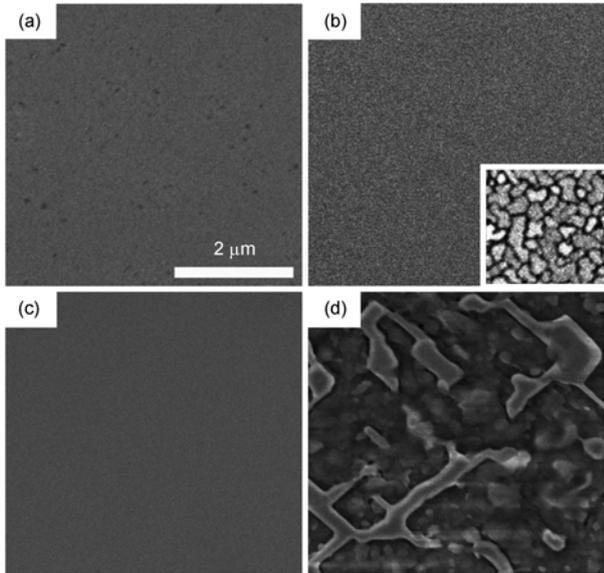


图 3 25 nm 厚 FePt 多层薄膜经热处理前后的 SEM 图

$T_a = 400^\circ\text{C}$ (a), 700°C (b), 插图为同样温度条件下用共溅射法获得的 FePt 单层薄膜的图像, 比例尺相同), 780°C (c), 900°C (d)

处理的薄膜(图 3(a))是连续的, 但表面有少量孔洞. 经过 700°C 热处理(图 3(b)), 薄膜保持连续, 而且孔洞消失, 表面更加平整. 图 3(b)的插图为同样温度条件下用共溅射法获得的 FePt 单层薄膜的图像, 厚度也是 25 nm. 可见, 多层结构设计明显地改善了薄膜的连续性. 热处理温度在 $780\sim 800^\circ\text{C}$ 范围(图 3(c)的热处理条件是 780°C , 800°C 条件的结果与此相似, 这里没有给出), 薄膜的表面形貌与在 700°C 进行热处理时基本一致. 但是温度增加到 900°C (图 3(d)), 薄膜的连续性被严重破坏, 图中迷宫状的部分为残存的连续薄膜, 其余部分则发生破碎形成岛状颗粒. 在以前的研究中^[16], 我们采用修正的半导体载流子扩散和复合模型, 解释了这种存在周期性成分差异的多层 FePt 薄膜在高温下保持形貌连续的机理, 认为通过多层膜方法沉积在加热基片上的 FePt 薄膜, 热扩散后其内部仍然残存微弱的周期性成分起伏, 这可以有效地阻止热处理过程中因相变而引起的 Pt 析出 (Pt 析出会形成晶界从而破坏薄膜的连续性). 当温度

升高至 900℃, 薄膜的周期性成分起伏已经完全消失, Pt 析出导致了晶界的形成, 而且过高的温度也会导致薄膜与基片表层发生混合. 这都会造成薄膜的不连续, 也导致薄膜的磁性发生明显变化(图 2(f)). 因此, 薄膜可以在 800℃以下保持连续, 这远高于共溅射单层薄膜能维持形貌连续的受热温度限制 (~400℃)^[20,21], 可以用来制作高质量的阵列介质或者磁性隧道结. 图 3(d)所示形貌与图 2(f)所示不对称垂直磁化曲线之间的关系见文献[22~24].

为了进一步分析连续薄膜的表面细节以及最佳热处理温度, 用原子力显微镜采用接触模式对薄膜的表面形貌进行了观察, 结果见图 4. 可以看到, 薄膜表面并不是理想的平整面, 而是分布着岛状平台. 在 MgO(001)基片上用共溅射法得到 FePt 单层膜, 在膜厚小于 45 nm 时由不规则的分离岛状颗粒构成^[6,25,26], 但图 4的情况与此完全不同. 图 4(a)的最大高低起伏约为 30 nm, 与膜厚接近, 说明薄膜有穿孔, 与图 3(a)中看到的孔洞相符合. 但热处理后最大高低

起伏都小于 15 nm(图 4(b)~(f)), 这说明表面的岛状颗粒是附加在连续薄膜表层上的, 并非相互隔绝. 未经热处理的薄膜(图 4(a)), 表面颗粒大小相当不均匀, 但具有规则的形状, 邻边倾向于成直角, 表明成膜过程中薄膜的生长方向受到基片晶格排列的控制, 呈现出沿[001]晶向的外延式取向生长. 在 500℃经过热处理后(图 4(b)), 颗粒边缘变得模糊, 说明下面的连续层从表层颗粒中吸收了一部分物质对孔洞进行了自修补, 形成了更连续的薄膜, 表面起伏变小(约为 12 nm). 热处理温度上升为 600℃(图 4(c)), 相变刚刚开始发生(见对图 1(c)和图 2(c)的分析), 因为孔洞已经修补完毕, 薄膜内原子的运动主要表现为表面颗粒相互吸收, 形成粒径较为均匀的方形颗粒, 尺寸有所增大, 表面起伏也略微增大到约为 15 nm. 热处理温度为 700℃时(图 4(d)), 相变已经基本完成(见图 1(d)和图 2(d)分析), 表面颗粒中的物质又开始继续向连续层表面扩散, 使得连续层变厚, 表面起伏回落为约 10 nm. 热处理温度达到 780℃(图 4(e)), 表面颗粒数量大为减少, 已经可以看到明显的平整平面, 起伏只有 3 nm 左右. 这一条件下得到的薄膜连续性最好, 更适合于进行微加工. 但温度再稍微增加到 800℃(图 4(f)), 由于薄膜内的周期性成分起伏已经衰竭, 不足以抑制 Pt 的析出, 表面颗粒又开始长大, 而且根据对比度差别来判断, 各个颗粒的高低已有明显的不同. 这意味着薄膜的连续性即将被破坏. 在 900℃进行热处理, 从图 3(d)的 SEM 图像看到薄膜的连续性已经被严重破坏. 图 5给出了与图 4相对应的表面颗粒尺寸统计分布图. 颗粒的大小用 $d = \sqrt{ab}$ 来表示, a 和 b 分别为测量得到的颗粒长和宽(见图 5(a)的插图所示). 由于 AFM 针尖有一定的尺寸(一般小于 30 nm), 使得测量出的颗粒尺寸应该比其实际尺寸要大一些. 400℃沉积未经过热处理的薄膜, 颗粒尺寸集中在 15~25 nm 和 30~50 nm 左右(图 5(a)), 大小是不均匀的. 经过 500℃的热处理后, 颗粒尺寸分布基本不变(图 5(b)), 但不再有明显的两种粒径分布峰, 反映了薄膜中孔洞的修补过程. 在 600℃进行热处理后, 粒径分布明显右移(图 5(c)), 是表面颗粒合并长大并引起表面起伏增加的结果. 热处理温度增加到 700℃, 尺寸分布没有明显变化, 只是平均粒径稍有增加(图 5(d)), 薄膜内发生了激烈的相变并且表面起伏开始减小. 经过 780℃的热处理, 颗粒平均尺寸明显减小, 并且大部分在 60 nm 以下(图 5(e)), 结

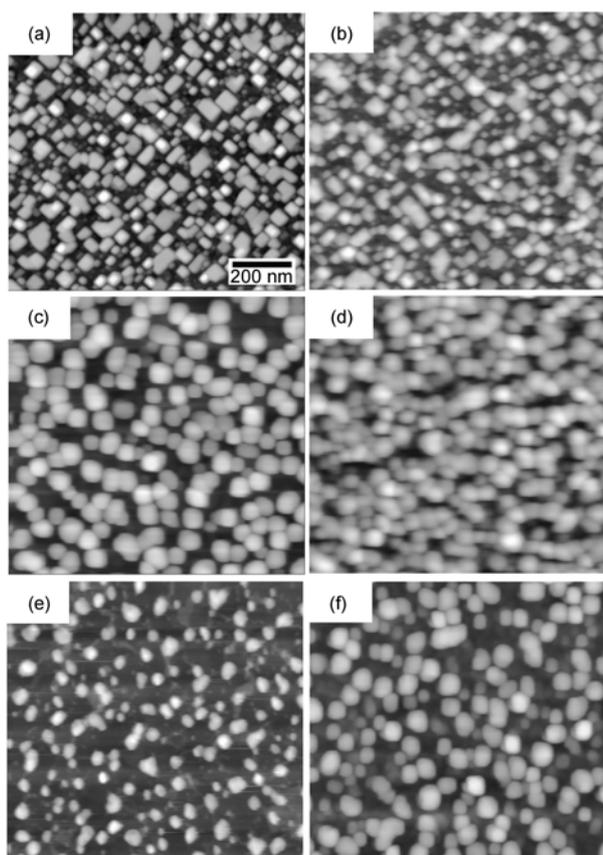


图 4 FePt 薄膜热处理前后的 AFM 图

$T_a = 400^\circ\text{C}$ (a), 500°C (b), 600°C (c), 700°C (d), 780°C (e), 800°C (f)

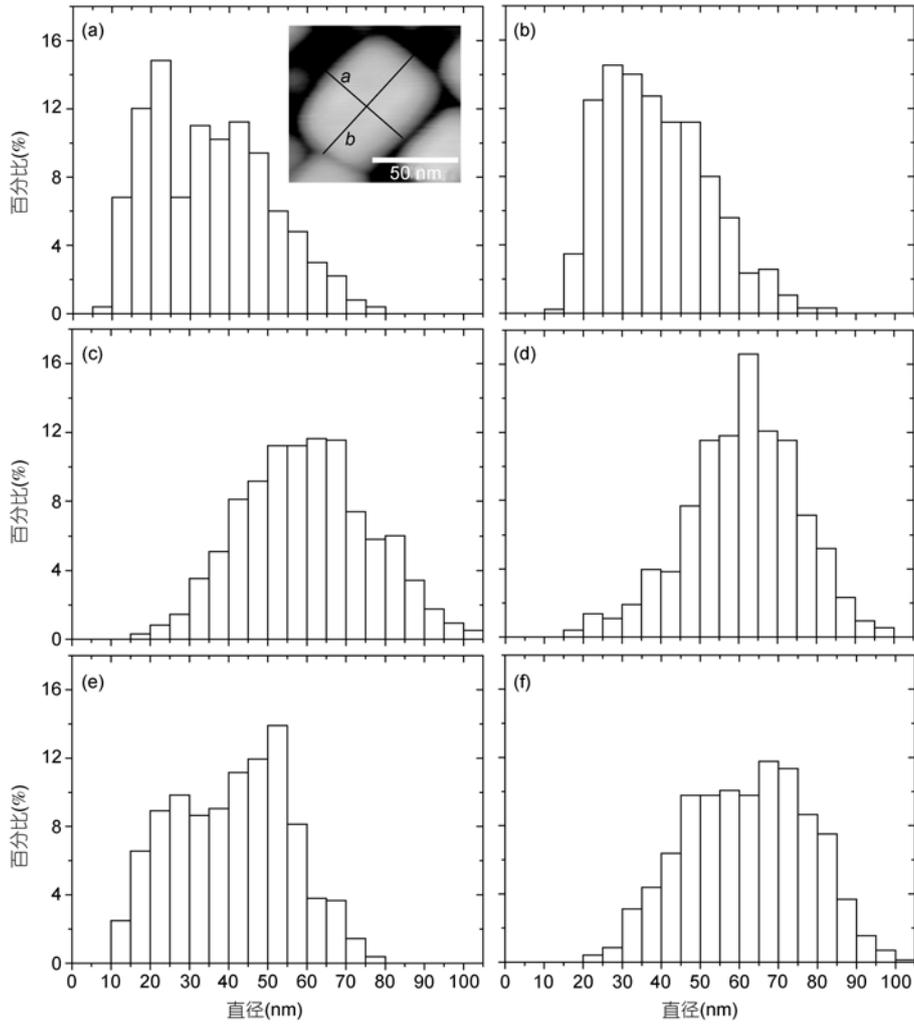


图 5 FePt 薄膜热处理前后表面颗粒的尺寸统计分布图

$T_a = 400^\circ\text{C}$ (a), 插图为颗粒尺寸测量示意图, 500°C (b), 600°C (c), 700°C (d), 780°C (e), 800°C (f)

合图 4(e)的表面形貌观察, 表面颗粒总数已经大为减少, 表明此时薄膜的表面平整度最高, 连续性最好. 然而, 热处理温度增至 800°C , 虽然从 SEM 图中看出此时仍然为连续的薄膜(图 3(c)), 但是尺寸在 $45\sim 75\text{ nm}$ 的表面颗粒达到 72%, 平均粒径变大(图 5(f)), 数量增多, 薄膜表面起伏也有所增加, 薄膜的连续性不再有所改善. 因此, 在 780°C 进行热处理, 这种耐高温 FePt 薄膜的连续性质量最佳, 并且形成了相当彻底的 $L1_0$ 相和(001)结构, 最适合于微加工应用.

通过观察薄膜的磁畴结构可以确认薄膜的连续性. 图 6 给出了薄膜经过 700°C 热处理后的 AFM 和 MFM 图像, AFM 和 MFM 图像是采用轻敲和抬起模式对薄膜相同区域进行观察的结果. MFM 图中的明

和暗分别表示磁矩垂直于膜面方向朝上和朝下. 从 AFM 图得知, 绝大多数颗粒的尺寸都小于 100 nm . 根据文献[25], 计算单磁畴颗粒的临界尺寸可用如下

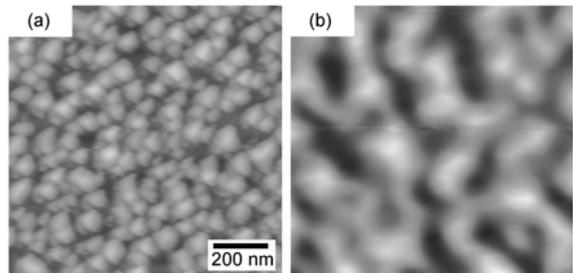


图 6 FePt 薄膜经过 700°C 热处理后的 AFM(a)和 MFM(b) 图像

公式(以椭球为颗粒模型):

$$d = \frac{24\sqrt{AK_u}}{NM_s^2}, \quad (2)$$

式中 A 和 N 分别表示交换常数和退磁因子. 对于 $L1_0$ 相 FePt, $A = 1 \times 10^{-6}$ erg/cm^[27], N 的数值取决于薄膜厚度(椭球高度). 计算可得厚度为 25 nm 的 $L1_0$ 相 FePt 薄膜中颗粒的单畴临界尺寸约为 160 nm^[25]. 图 6 中, 颗粒如果是相互分离的, 就应该都具有单磁畴结构, 但条形磁畴的宽度比颗粒尺寸要大得多, 表明磁畴结构是由连续薄膜形成的, 与文献[25]中用共溅射法在相同温度条件下制备的相同厚度不连续薄膜的磁畴结构完全不同. 由于薄膜比较薄, 薄膜表面颗粒造成薄膜的厚度起伏不能忽略, 再加上 MFM 观察时探针的磁性也可能对畴壁的位置产生较为明显的影响(针尖靠近连续薄膜时畴壁位置可能会移动), 因此图 6 看到的 MFM 图像有别于连续薄膜典型平行条形磁

畴结构的图像.

3 结论

用磁控溅射法在加热到 400°C 的 MgO(001)单晶基片上沉积了总厚度为 25 nm 的 [Fe(0.6 nm)/Fe_{30.5}Pt_{69.5}(1.9 nm)]₁₀ 多层膜, 并在 [500, 900]°C 的温度范围对样品进行了 90 min 的真空热处理. 对基片进行加热使得成膜过程中 Fe 和 Pt 原子发生了较为充分的层间扩散, 形成无序的 A1 相. 经过 700°C 及以上高温热处理, 转变为具有 (001) 织构的 $L1_0$ 相, 有序度大于 0.85, 单轴磁晶各向异性性能高于 2.7×10^7 erg/cc. 在 [700, 800]°C 范围内进行热处理, SEM, AFM, MFM 和 VSM 观察分析都说明薄膜能够保持形貌的连续. 热处理温度为 780°C 时, 薄膜的表面起伏最小, 连续性最佳, 可以用于制作垂直磁记录阵列介质.

参考文献

- Skomski R. Nanomagnetism. J Phys: Condens Matter, 2003, 15: R841–R896
- Weller D, Moser A, Folks L, et al. High K_u materials approach to 100 Gbits/in². IEEE Trans Magn, 2000, 36: 10–15
- Sun S. Recent advances in chemical synthesis, self-assembly, and applications of FePt nanoparticles. Adv Mater, 2006, 18: 393–403
- Ristau R A, Barmak K, Lewis L H, et al. On the relationship of high coercivity and $L1_0$ ordered phase in CoPt and FePt thin films. J Appl Phys, 1999, 86: 4527–4533
- Takahashi Y, Matsubara E, Kawazoe Y, et al. Reconstruction of atomic images from multiple-energy X-ray holograms of FePt films by the scattering pattern matrix method. Appl Phys Lett, 2005, 87: 234104
- Shima T, Takahashi K, Takahashi Y K, et al. High coercivity and magnetic domain observation in epitaxially grown particulate FePt thin films. J Magn Magn Mater, 2003, 266: 171–177
- Zhang Y, Wan J, Skumryev V, et al. Microstructural characterization of $L1_0$ FePt/MgO nanoparticles with perpendicular anisotropy. Appl Phys Lett, 2004, 85: 5343–5345
- Ross C A. Patterned magnetic recording media. Annu Rev Mater Res, 2001, 31: 203–235
- Lomakin V, Choi R, Livshitz B, et al. Dual-layer patterned media “ledge” design for ultrahigh density magnetic recording. Appl Phys Lett, 2008, 92: 022502
- Albrecht M, Ganesan S, Rettner C T, et al. Patterned perpendicular and longitudinal media: A magnetic recording study. IEEE Trans Magn, 2003, 39: 2323–2325
- Okamoto S, Kikuchi N, Kato T, et al. Magnetization behavior of nanomagnets for patterned media application. J Magn Magn Mater, 2008, 320: 2874–2879
- Murillo R, van Wolferen H A, Abelmann L, et al. Fabrication of patterned magnetic nanodots by laser interference lithography. Microelectr Eng, 2005, 78–79: 260–265
- Kikuchi N, Okamoto S, Kitakami O, et al. Sensitive detection of irreversible switching in a single FePt nanosized dot. Appl Phys Lett, 2003, 82: 4313–4315
- Okamoto S, Kikuchi N, Kitakami O, et al. Magnetization reversal process in FePt $L1_0$ nanoparticles. Scripta Mater, 2005, 53: 395–401
- Kikuchi N, Okamoto S, Kitakami O. The critical size between single domain and multidomain in $L1_0$ -FePt particles. J Appl Phys, 2008, 103: 07D511
- 莫小静, 向晖, 郑远平, 等. 在 MgO(001)基板上生长连续的 $L1_0$ -FePt 纳米薄膜. 中国科学: 物理学 力学 天文学, 2011, 41: 78–85

- 17 Okamoto S, Kitakami O, Shimada Y. Crystal distortion and the magnetic moment of epitaxially grown α'' -Fe₁₆N₂. *J Magn Magn Mater*, 2000, 208: 102–114
- 18 Thiele J U, Folks L, Toney M F, et al. Perpendicular magnetic anisotropy and magnetic domain structure in sputtered epitaxial FePt (001) *L*₁₀ films. *J Appl Phys*, 1998, 84: 5686–5692
- 19 Chen J S, Lim B C, Hu J F, et al. High coercivity *L*₁₀ FePt films with perpendicular anisotropy deposited on glass substrate at reduced temperature. *Appl Phys Lett*, 2007, 90: 042508
- 20 Seki T, Shima T, Yakushiji K, et al. Dot size dependence of magnetic properties in microfabricated *L*₁₀-FePt (001) and *L*₁₀-FePt (110) dot arrays. *J Appl Phys*, 2006, 100: 043915–043922
- 21 Seki T, Shima T, Yakushiji K, et al. Improvement of hard magnetic properties in microfabricated *L*₁₀-FePt dot arrays upon post-annealing. *IEEE Trans Magn*, 2005, 41: 3604–3606
- 22 Li G Q, Saito H, Ishio S, et al. Asymmetric initial magnetization process of elongated particles in nucleation-type *L*₁₀ FePt films. *J Magn Magn Mater*, 2007, 315: 126–131
- 23 莫小静, 向晖, 李国庆, 等. 垂直取向 *L*₁₀ FePt 纳米粒子的磁性. *科学通报*, 2010, 55: 534–540
- 24 Shima T, Takanashi K, Takanashi Y K, et al. Coercivity exceeding 100 kOe in epitaxially grown FePt sputtered films. *Appl Phys Lett*, 2004, 85: 2571–2573
- 25 Li G Q, Takahoshi H, Ito H, et al. Morphology and domain pattern of *L*₁₀ FePt films. *J Appl Phys*, 2003, 94: 5672–5677
- 26 Li G Q, Takahoshi H, Ito H, et al. Mechanism of magnetization process of island-like *L*₁₀ FePt films. *J Magn Magn Mater*, 2005, 287: 219–223
- 27 Okamoto S, Kikuchi N, Kitakami O, et al. Chemical-order-dependent magnetic anisotropy and exchange stiffness constant of FePt (001) epitaxial films. *Phys Rev B*, 2002, 66: 024413

Morphology and magnetic properties of vertically orientated continuous FePt films annealed at high temperature

XIANG Hui, MO XiaoJing, ZHENG YuanPing, LÜ Qing, TAN XingWen, LIN YueQiang, XIONG ZuHong & LI GuoQing

School of Physical Science and Technology, Southwest University, Chongqing 400715, China

By magnetron sputtering, [Fe(0.6 nm)/Fe_{30.5}Pt_{69.5}(1.9 nm)]₁₀ continuous multilayer films with nominal composition of Fe₅₀Pt₅₀ and total thickness of 25 nm were deposited on MgO(001) substrates heated to 400°C, and then subjected to a vacuum annealing at temperatures in the range of $T_a = [500, 900]^\circ\text{C}$. The morphology, crystallography as well as magnetic property dependences of T_a were investigated by scanning electron microscope, atomic force microscope, X-ray diffraction and vibrating sample magnetometer. Heating the substrate during sputtering resulted in interlayer diffusion, and the as-deposited multilayer film showed the soft magnetic behaviors of FePt alloy with disordered A1 phase. Annealed at $T_a \geq 700^\circ\text{C}$, the film became the ordered *L*₁₀ phase with significant (001) orientation; the ordering parameter was more than 0.85; the magnetocrystalline anisotropic energy exceeded 2.7×10^7 erg/cc. Due to the residual subtle periodical compositional fluctuation in the film, the ordering could nucleate interior the film and the Pt-enrichment boundaries were sufficiently suppressed. The continuity of morphology was maintained at $T_a \leq 800^\circ\text{C}$. The observation by atomic force microscope indicated that the film annealed at $T_a = 780^\circ\text{C}$ had the flattest surface with sparse swells lower than 3 nm. This kind of heat-resisting continuous film would fit the need for microfabrication of patterned arrays of *L*₁₀ FePt for applications such as the perpendicular magnetic recording media.

***L*₁₀ FePt, continuous film, anneal, morphology, magnetic properties**

doi: 10.1360/972010-1424