真空退火 Fe/Pt 多层膜的结构和磁性*

李宝河[1,2] 黄 阀[1,3] 杨 涛[1] 翟中海[1] 朱逢吾[1]

(1 北京科技大学材料物理与化学系，北京 100083)
(2 北京工商大学数理部，北京 100037)
(3 金日成综合大学物理系，平壤 朝鲜)

摘要：采用直流磁控溅射方法制备了 Fe/Pt 多层膜和 FePt 单层薄膜，并在不同温度下真空热处理得到了有序相 $L1_0$-FePt 薄膜. 研究表明，Fe/Pt 多层膜化可以降低 FePt 薄膜有序相的转变温度. $[Fe(1.5nm)/Pt(1.5nm)]_{13}$ 薄膜在 350℃ 热处理后，有序度已经增加到 0.6，而且矫顽力达到了 501kA/m. 多层膜化促进有序化在较低的温度下进行，这主要是因为原子在多层膜界面扩散更快.

关键词：$L1_0$-FePt 有序相；磁控溅射；有序度；Fe/Pt 多层膜
PACC：7550S；7570F
中图分类号：O469 **文献标识码**：A **文章编号**：0253-4177(2005)S0-0032-04

1 引言

超高密度硬盘驱动器(HDD)近年来得到快速发展，在 2003 年报道实验室演示的最高磁记录面密度达到 20.25Gb/cm^2[1]. 但随着记录密度的进一步提高，磁记录单畴颗粒尺寸必然减小，当磁记录面密度达到 155.7Gb/cm^2 时，晶粒尺寸要小于 5nm，此时由于热稳定性的需要，磁记录材料必需具有更高的磁晶各向异性才能克服由于超顺磁效应引起的热退磁现象. $L1_0$-FePt 有序合金具有极高的单轴各向异性能($k_U=7\times10^6$ J/m^3)[2]，可满足超高密度磁记录对热稳定性的需要，成为下一代磁记录介质的首选材料.

但是 FePt 有序相的形成需要较高的基片温度或热处理温度，一般高于 500℃[3]. 这对于磁记录介质的实用化是一个很大的困难. 因此研究 FePt 低温有序化成为一个重要的研究方向. 研究表明，可以通过 Fe/Pt 单原子层交替沉积[4]、Ag 为底层[5]或者加入第三元素[6]等方法降低有序化温度.

本文利用磁控溅射方法，在玻璃基片上制备 Fe/Pt 多层膜，然后在不同温度下真空热处理，Fe/Pt 多层膜磁性和结构与利用 UHV 设备在单晶基片上外延生长的 Fe/Pt 单原子层交替多层膜的结果类似[4]，在较低的温度实现了 FePt-$L1_0$ 有序相的形成.

2 实验

Fe/Pt 多层膜采用直流磁控溅射方法，Fe 靶(99.95%)和 Pt 靶(99.95%)交替溅射沉积在玻璃基片(esco microscopy cover glass)上形成. 溅射时基片不加热，溅射前本底真空优于 4×10^{-5} Pa，溅射时 Ar 工作气压为 0.4Pa. Fe 和 Pt 的沉积速率分别为 0.076 和 0.079nm/s. 玻璃基片预先采用严格的清洗程序进行清洗烘干，溅射时基片以 18r/min 的速率旋转. 为便于比较，采用完全相同的溅射条件，利用 Fe 和 Pt 靶共溅射的方法制备了总厚度与多层膜相同的 FePt 单层膜.

直接溅射的 Fe/Pt 多层膜经过 300～550℃ 真空热处理，热处理时真空度优于 5×10^{-5} Pa，热处理时间为 20min.

利用 X 射线衍射(Cu-Kα)分析样品的结构，利用扫描电镜的 X 射线能谱分析样品的成分. 利用梯

* 国家自然科学基金资助项目(批准号：50301002)
李宝河 男，1972 年出生，从事磁记录薄膜的研究.
2004-10-19 收到，2004-12-03 定稿

度磁强计(MicroMag2900 型 AGM)和振动样品磁强计(Lakeshore-7410 型 VSM)测量样品的磁性. 薄膜厚度由台阶仪来确定.

3　结果与讨论

图 1 是 FePt(40nm)单层膜在不同温度下真空热处理 20min 的 X 射线衍射谱. 可以看出,在 300～500℃真空热处理后基本仍为无序面心立方(fcc)结构,在 550℃真空热处理后,出现了超晶格衍射峰(001)、(110)和(002)等,特别是一些衍射峰发生了分裂:fcc 无序结构的(200)峰分裂为(200)和(002)峰;(202)峰分裂为(220)和(202)峰. 这意味着晶格参数 c 发生了变化,晶体结构由 fcc 向 fct 转变,形成了 FePt-$L1_0$ 有序结构. (002)、(202)峰出现在原衍射峰的大角度方向,表明晶格参数 c 减小. 由 XRD 谱可以看出 FePt 单层膜的有序化转变温度在 500～550℃之间.

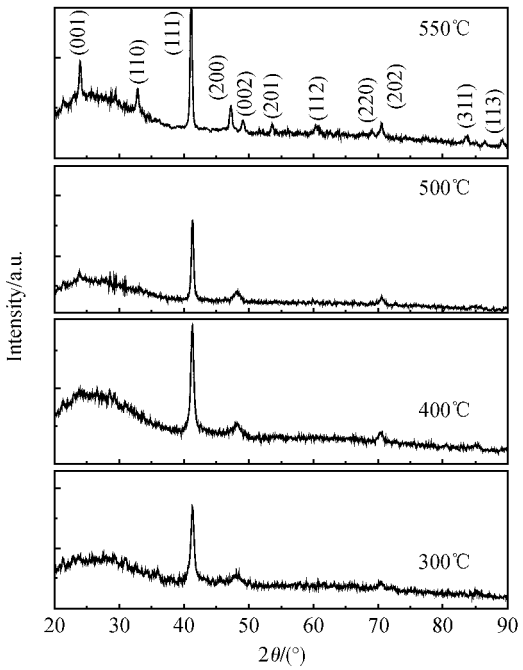

图 1　FePt(40nm)薄膜的 XRD 谱

Fig. 1　XRD patterns for FePt(40nm) thin films

图 2 给出了[Fe(1.5nm)/Pt(1.5nm)]$_{13}$多层膜在 300～400℃热处理后的 X 射线衍射谱. 其中插入的小图为样品的小角 X 射线衍射谱. 结果表明在 350℃热处理后,出现了(001)和(110)衍射峰,而且(200)和(002)峰有分开的迹象. 这说明在 350℃热处理时,Fe/Pt 多层膜已经开始向有序 fct 结构转变. 400℃热处理后,样品基本表现为 FePt-$L1_0$ 有序结构.

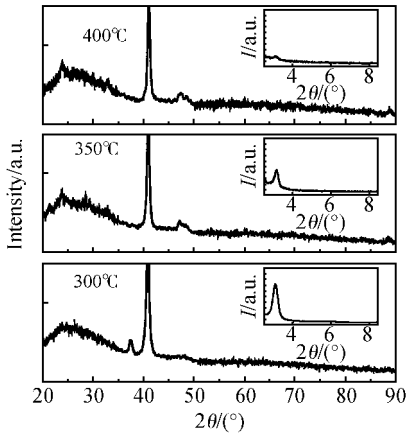

图 2　[Fe(1.5nm)/Pt(1.5nm)]$_{13}$多层膜的 XRD 谱

Fig. 2　XRD patterns for [Fe(1.5nm)/Pt(1.5nm)]$_{13}$ multilayer films

利用布拉格公式:

$$\Lambda = \frac{\lambda}{2\sin\theta} \tag{1}$$

其中　Λ 为多层膜一个周期的厚度;λ 为 Cu-Kα 射线波长 0.154nm;θ 为小角衍射第一级衍射峰的位置. 由此计算出[Fe(1.5nm)/Pt(1.5nm)]$_{13}$多层膜的周期厚度为 2.96nm. 与实验设计的 3.00nm 非常接近,说明多层膜的周期性很好,而且也验证了磁控溅射靶的溅射速率测量比较准确.

从小角衍射谱图还可以看出,在 400℃热处理后,小角衍射峰几乎看不到了,说明 Fe 和 Pt 原子已经完全互扩散,多层膜的结构消失.

图 3 为[Fe(1.5nm)/Pt(1.5nm)]$_{13}$多层膜和 FePt(40nm)单层薄膜在不同温度热处理后的磁滞回线(外场平行膜面). 由图可以看出 FePt 单层膜在 400℃处理后矫顽力仅为 23.9kA/m,表现为软磁行为,说明此时样品中处于完全无序的状态. 当在 500℃热处理后,样品的矫顽力有所增加但还是很小,只有 263kA/m. 550℃热处理后的样品表现出非常强的硬磁行为,矫顽力高达 1035kA/m,说明在这个温度下热处理样品基本上完全有序化. 由此可知,对于 FePt 单层膜,有序化转变温度在 500～550℃之间,这与 XRD 图显示的结果是一致的. 对于[Fe(1.5nm)/Pt(1.5nm)]$_{13}$多层膜,在 350℃热处理后,样品的矫顽力就达到 501kA/m,说明 Fe/Pt 多层膜化,有利于有序化的过程在较低的温度下启动.

在 400℃ 热处理后，样品的矫顽力达到 740kA/m，已经表现出非常强的硬磁行为. 也说明有序化的程度已经比较高了.

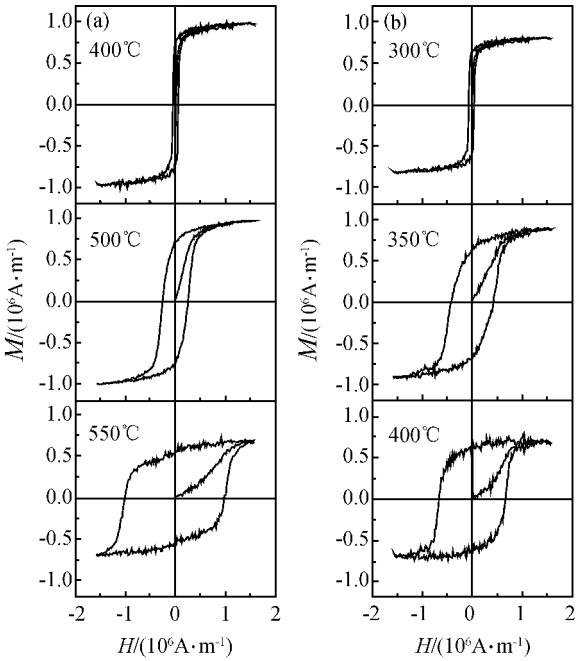

图 3 [Fe(1.5nm)/Pt(1.5nm)]$_{13}$ 多层膜和 FePt(40nm) 单层薄膜在不同温度热处理后样品的磁滞回线

Fig. 3 Hysteresis loops for [Fe(1.5nm)/Pt(1.5nm)]$_{13}$ multilayers and FePt(40nm) thin films at various annealing temperatures

图 4 是 [Fe(1.5nm)/Pt(1.5nm)]$_{13}$ 多层膜和 FePt(40nm) 单层薄膜有序化参数 S 以及矫顽力与样品热处理温度之间的关系. 有序度参数的定义为[7]：

$$S^2 = \frac{1-(c/a)}{1-(c/a)_{S_f}} \qquad (2)$$

$(c/a)_{S_f}$ 为完全有序的 fct 结构的晶格参数之比. 由图可以看出，随着热处理温度的升高，样品的有序化参数和矫顽力增大，有序化参数和矫顽力的变化一致. 说明有序化程度越高，样品的矫顽力也越大. [Fe(1.5nm)/Pt(1.5nm)]$_{13}$ 多层膜的有序化转变温度比 FePt 单层膜低 150℃ 以上. 多层膜化可以降低 FePt-L1$_0$ 有序相的形成温度. 这是由于 Fe 和 Pt 原子在多层膜的界面扩散更快的缘故.

利用同样的实验条件，直流磁控溅射方法制备了 [Fe(x)/Pt(x)]$_n$. 其中 $x=0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5$nm，对应 $n=40, 20, 13, 10, 8$. 所有样品在 350℃ 热处理 20min.

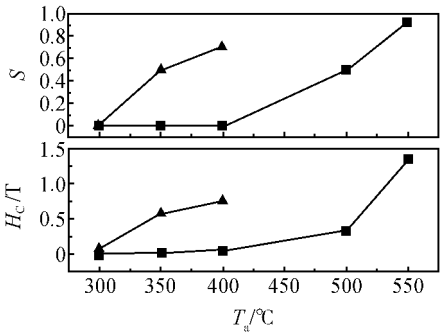

图 4 [Fe(1.5nm)/Pt(1.5nm)]$_{13}$ 多层膜和 FePt 单层膜的有序度(S)和矫顽力(H_C)随热处理温度(T_a)的变化

Fig. 4 Annealing temperature (T_a) dependence of the ordering parameter (S) and coercivity (H_C) for [Fe(1.5nm)/Pt(1.5nm)]$_{13}$ multilayer and FePt thin films

图 5 给出了样品的矫顽力随 [Fe(x)/Pt(x)]$_n$ 多层膜中 Fe 层(或 Pt 层)厚度 x 的变化关系. 由图可知，当 $x=1.5\sim2.0$nm 时，样品的矫顽力最大；当 $x=0.5$nm 时，样品的矫顽力只有 23.9kA/m，说明样品在 350℃ 热处理后，未发生有序化转变，可能是由于磁控溅射方法，无法保证得到层厚较薄的连续原子层. 因此当周期厚度很小时，样品的性能接近于单层膜. 相反，当周期厚度较大时，由于单位厚度内界面的减少，多层膜效应减弱，矫顽力减小.

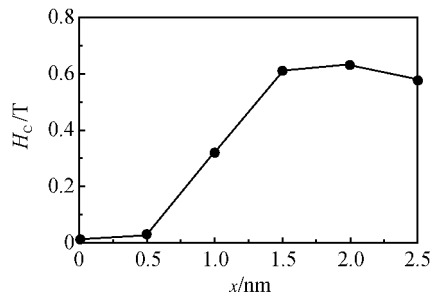

图 5 [Fe(x)/Pt(x)]$_n$ 多层膜在 350℃ 热处理后的矫顽力

Fig. 5 Coercivity of [Fe(x)/Pt(x)]$_n$ multilayers at 350℃ annealing temperature

4 结论

采用直流磁控溅射方法制备了 Fe/Pt 多层膜和 FePt 单层薄膜. Fe/Pt 多层膜化可以降低 FePt 薄膜有序相的转变温度. [Fe(1.5nm)/Pt(1.5nm)]$_{13}$ 薄膜在 350℃ 热处理后，有序度已经增加到 0.6，而且矫顽力达到了 501kA/m. 多层膜化促进有序化在较低的温度下进行主要是原子在多层膜界面扩散更

快的结果. 当多层膜的周期在 3.0～4.0nm 时，350℃热处理后，可以得到较高的矫顽力.

参考文献

[1] Choe G, Zhou J N, Demczyk B, et al. Highly In-plane oriented CoCrPtB longitudinal media for 130-Gb/in^2 recording. IEEE Trans Magn, 2003, 39(2): 633

[2] Weller D. High Ku materials approach to 100Gb/in^2. IEEE Trans Magn, 2000, 36(1): 10

[3] Yang T, Kang K, Yu G H, et al. Structural and magnetic properties of (001) oriented FePt/Ag composite film. J Phys D: Appl Phys, 2002, 35: 2897

[4] Shima T, Monriguchi T, Mitani S, et al. Low-temperature fabrication fo $L1_0$ ordered FePt alloy by alternate monatomic layer deposition. Appl Phys Lett, 2002, 80(2): 288

[5] Hsu Y N, Jeong S, Laughlin D E, et al. Effects of Ag underlayers on the microstructure and magnetic properties of epitaxial FePt thin films. J Appl Phys, 2001, 89(11): 7068

[6] Maeda T, Kai T, Kikitsu A, et al. Reduction of ordering temperature of an FePt-ordered alloy by addition of Cu. Appl Phys Lett, 2002, 80(12): 2147

[7] Endo Y, Kikuchi N, Kitakami O, et al. Lowering of ordering temperature for fct Fe-Pt in Fe/Pt multilayers. J Appl Phys, 2001, 89(11): 7065

Structure and Magnetic Properties of Vacuum Annealed Fe/Pt Multilayers*

Li Baohe[1,2], Hwang Pol[1,3], Yang Tao[1], Zhai Zhonghai[1], and Zhu Fengwu[1]

(1 *Department of Material Physics and Chemistry, University of Science and Technology Beijing, Beijing* 100083, *China*)

(2 *Department of Mathmatics and Physics, Beijing Technology and Business University, Beijing* 100037, *China*)

(3 *Department of Physics, Kim Il Sung University, Pyongyang, DPRK*)

Abstract: Fe/Pt multilayers and FePt thin films are prepared by DC magnetron sputtering. The as-prepared samples are subjected to vacuum annealing at temperature in the range of 300～550℃. The multilayered structure is an effective approach for reducing the ordering temperature of FePt. The ordering parameter S is evaluated to be 0.6, and the coercivity is evaluated to be 501kA/m in $[Fe(1.5nm)/Pt(1.5nm)]_{13}$ multilayers at 350℃ annealing temperature. This appreciable reduction is correlated with rapid diffusion at the interface of Fe/Pt.

Key words: $L1_0$-FePt order phase; magnetron sputtering; ordering parameter; Fe/Pt multilayer

PACC: 7550S; 7570F

Article ID: 0253-4177(2005)S0-0032-04

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China(No. 50301002)

Li Baohe male, was born in 1972, associate professor. He is engaged in research on magnetic recording media films.

Received 19 October 2004, revised manuscript received 3 December 2004