

Si (001) 基片插入 MgO 隔离层对 FePt 薄膜磁性的影响

杨真艳 杨文韬* 祝 昆

(六盘水师范学院物理与电气工程学院, 贵州 六盘水 553000)

摘要: Si (001) 基片上直接生长 FePt 薄膜, 高温热处理容易使薄膜相互扩散, 从而导致薄膜的结构、磁性和表面形貌发生变化。插入 MgO 作为中间隔离层可以有效防止 FePt 与 Si 基片间的相互扩散。经过不同高温热处理后, 两相间的硬磁-软磁交换作用能保证磁化曲线为方形, 薄膜中 L10-FePt 与 A1-FePt 两相的比例对应变化, 从而有效调控矫顽力。用 X 射线衍射仪、振动样品磁强计和原子力显微镜分析了薄膜的结构和磁性, 结果表明, 加入非磁性 MgO 隔离层薄膜性质变化明显。

关键词: FePt 薄膜; 矫顽力; 热处理; 交换耦合

由于社会快速发展的需求, 对超高精度磁记录介质的需求也日益增高。对比之前和现有的记录介质, 需要改进更多的参量来达到更大效益的需求, 就必须采用具有高各项异性性能的材料。面心四方的 FePt 薄膜结构的各向异性场可达 $7 \times 10^7 \text{ erg/cm}^3$ 。常温的临界超顺磁尺寸可小至 3-4 nm, 最高可达 100 kOe 的矫顽力, 且具有高温稳定性的。

热辅助磁记录 (HAMR) 是一种将数据写入磁介质的技术, 它能比当代计算机硬盘驱动器存储更高的信息密度。这项技术需要精确的纳米尺度加热来校准磁性介质, 同时也需要纳米尺度的磁性单元来承受在消费设备上的持续使用。颗粒状 FePt 纳米结构薄膜是一种很有前途的磁介质, 主要是由于抗退磁的能力。但是早期的 FePt 薄膜实验已经揭示了一些缺陷, 比如它们的磁性能有很大的变化。现在, 人们利用扫描透射原子力显微镜和 x 射线衍射技术对不同厚度的超薄 FePt 薄膜成像, 从而更仔细地研究了这些变化。研究人员发现, 晶粒尺寸在决定单个晶粒的 FePt 晶格结构中起着主要作用, 发现较小的晶粒具有较少的晶格有序, 因此也就不那么有利的磁性能。有研究发现测量几个与晶界杂质相关的分析光谱参数, 并认为它们可能会导致晶粒周围的氧化, 从而进一步降低磁性能。基于此前的数据, 在此提出了一个 FePt 颗粒模型, 该模型可以解释一些关键的磁参数, 包括形貌特征和磁各向异性。

一、实验

成膜方法采用磁控溅射, 真空条件优于 $2 \times 10^5 \text{ Pa}$, 成膜

环境需通入压强为 2.8 Pa 的 Ar 气。MgO 靶、Fe 靶和 Pt 靶高达 99.9% 的纯度, 3 个靶材轴线成一定角度, 薄膜厚度由溅射功率和溅射时长决定。先在室温下交替使用酒精和丙酮各两次清洁 Si (100) 基片得到衬底, 100℃时在衬底上溅射 10nm 的 MgO 隔离层, 将腔内温度升至 400℃, 再生长 50nm 的 FePt。得到 Si (100) /FePt、Si (100) /MgO/FePt 两种样品并在真空热处理炉子进行热处理。

二、结果与讨论

图 1 是 Si (001) /FePt (50nm) 薄膜不同温度热处理的 XRD 图。为了对比明显, 在图上给出单独扫描 Si (100) 基片的图谱。XRD 的测量速度大小是 $2^\circ /\text{min}$, 采用 $\theta - 2\theta$ 联动模式。Si (100) 单晶基片在 $2\theta = 69^\circ$ 附近出现 (400) 衍射峰, 但强度比较微弱, 且半高宽比较大。

在加热到 400℃的 Si (100) 基片上生长 50 nm 厚 FePt 薄膜, 确实出现了很强的 FePt (111) 峰, 是 FePt 逐层密堆积生长的表现。但在展宽的 Si (400) 衍射峰中心位置附近, 观察到有额外凸起, 是 FePt (220) 峰叠加的结果。这表明, 除了密堆积, 还有 (110) 织构形成, 应该是成膜时对基片加热的结果。除此之外, 没有观察到更多来自 FePt 的明显衍射峰。因 FCC 晶格要对奇偶混合指数的衍射峰消光, 根据出现的衍射峰可以断定 FePt 薄膜处于 A1 相。在 500℃热处理后, FePt (220) 峰明显增强, 说明 (110) 织构在加强。与此同时, 在 $2\theta = 33^\circ$ 附近出现了微弱的 FePt (110) 峰。在 600℃热处理之后, FePt (111) 峰明显减弱, 说明 (111) 织构开始瓦解。同时, FePt (110) 峰变得更明显, 显示相转变在继续。在 $2\theta = 61.6^\circ$ 附近出现一个新峰, 可能是其他波长的 X 射线导致 (射线中可能存在射线靶的 Cu-K β 或灯丝的 W-L 成分)。不过, 是伴随 FePt (110) 而来, 而非 Si 基片。在 700℃进行热处理, FePt (111) 峰完全消失, 即 (111) 织构彻底瓦解。但在 $2\theta = 22^\circ$ 和 30° 附近又出现了 2 个未知峰, 我们认为这是 FePt 薄膜与 Si 基片之间发生了扩散导致, 即 FePt 与 Si 之间相互扩散。FePt 在发生 A1 相转化为 L10 过程中会有 Pt 析出。所以, Pt 原子最可能会进入基片, 造成 Si 晶格内出现异类原子, 而 FePt 的原子配比发生改变, 从而引起出射的 X 射线有差异, 导致衍射峰异常。

综上，可以得出，在单晶 Si 基片上所生长的 FePt 薄膜，高温热处理温度不能超过 600℃，否则薄膜性质被破坏。

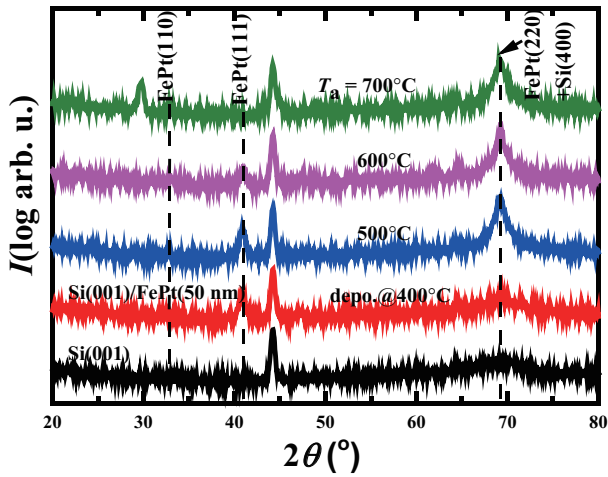


图 1 Si (100) 基片上生长 50 nm 厚 FePt 单层薄膜并进行热处理的 XRD 图谱

图 2 是在 Si (001) /FePt (50 nm) 薄膜的 M-H 曲线，实心点和空心点所在曲线分别为磁场沿垂直于膜面和平行于膜面方向施加。几条曲线都给出磁化易轴是在平行于膜面的方向。

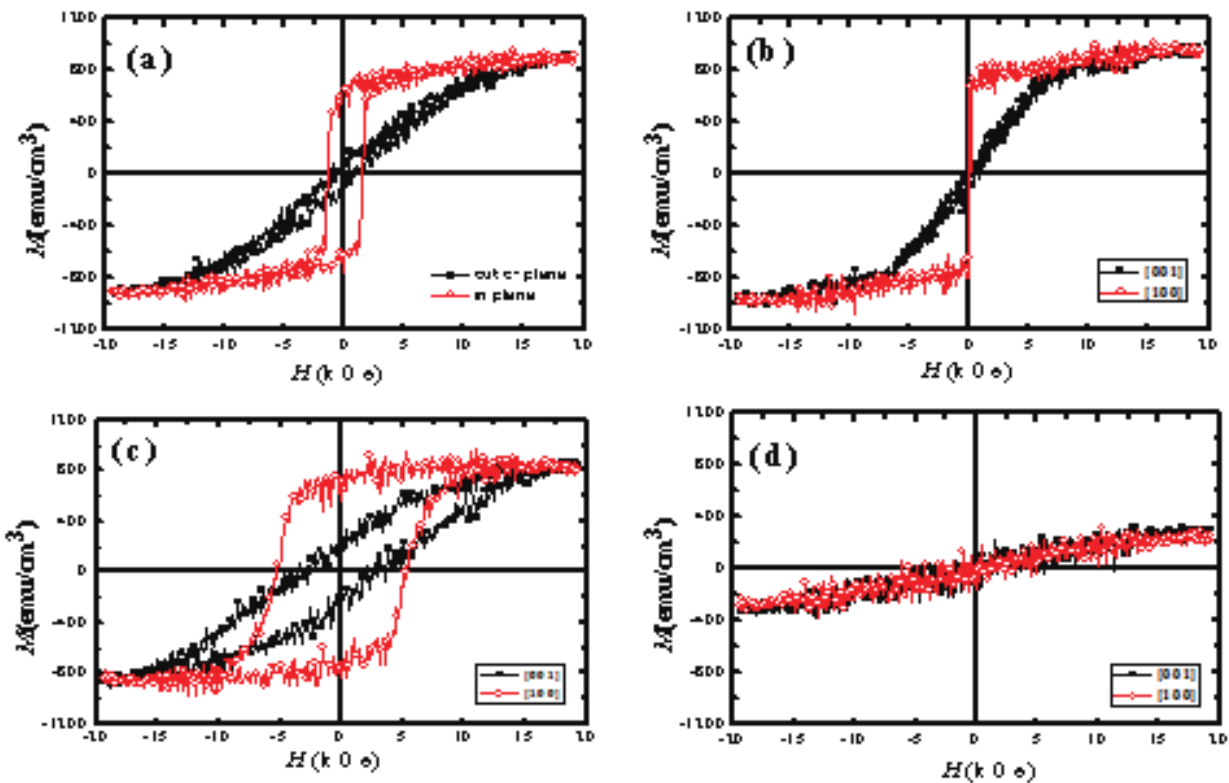


图 2 Si (100) /FePt (50 nm) 薄膜热处理后的 M-H 曲线， T_a (°C) = 400 (a, 未经热处理) ， 500 (b) ， 600 (c) ， 700 (d)

由于薄膜尚处于 A1 相，不显示硬磁性，易轴方向是由形状各向异性决定的（面内方向的退磁因子为 0，垂直方向退磁因子为 1）。在 500℃ 热处理后（图 2b），沿面内方向磁化的矫顽力增大到 2.40 kOe，是薄膜开始发生 A1 → L10 转变，而 L10-FePt (110) 织构的易轴沿面内方向造成。磁场沿垂直于膜面方向施加，虽然仍表现出沿难轴方向磁化的行为，但矫顽力也在增大，是由于薄膜内 (110) 织构和 (111) 织构并存，而 L10-FePt (111) 的易轴方向既不在面内方向也不在垂直方向（与基片表面成 45° 角）。在 600℃ 热处理后（图 2c），面内矫顽力进一步增大到 5.45 kOe。但垂直矫顽力也增大到 3.48 kOe，是由于 (111) 织构还没有彻底瓦解，但 A1 → L10 转变程度却在加深。图 1 中此种情况的 (110) 峰明显增强，表明 A1 → L10 转变确实在继续。在 700℃ 热处理后（图 2d），在设备能提供的最大磁场范围内，无法测量出完整的磁滞回线。结合前面图 1 可知，虽然 (111) 织构已经彻底瓦解，易轴方向完全转向面内，但由于 FePt 薄膜的形貌被严重破坏，岛状 L10-FePt 片相互完全分离，矫顽力实在太太，导致磁化曲线在实验能施加的磁场范围内不能区分难轴和易轴。不管原因是否如此，这种薄膜都已经没有应用价值。

图3是在Si(100)/MgO(10 nm)/FePt(50 nm)薄膜热处理后的XRD图谱。与没有MgO垫层相比,所有样品都在 $2\theta = 47.3^\circ$ 附近观察到FePt(200)峰,代表(001)织构。此峰在 $T_a = 700^\circ\text{C}$ 峰值尖锐,并在 $2\theta = 64.5^\circ$ 附近出现明显的FePt(001)峰,是形成应硬磁相L10相的体现,FePt(220)峰和代表L10相的FePt(110)峰也明显增强,在 $2\theta = 61.6^\circ$ 处的伴有未知峰出现。这说明A1 \rightarrow L10转变会在此温度突然加速。FePt(110)峰在成膜后不进行热处理就存在,但是很弱,说明L10相即使已经存在也还不是主相。

FePt(111)峰一直没有消失。由此证明,图1中(111)织构的瓦解与Si/FePt界面扩散有关。有了MgO垫层, $2\theta = 61.6^\circ$ 处的伴峰在 $T_a = 700^\circ\text{C}$ 时才出现,而图1在 $T_a = 600^\circ\text{C}$ 时出现,在 $T_a = 700^\circ\text{C}$ 时消失。消失是由于薄膜形态发生了质的变化。这说明MgO垫层起到了隔断作用,但由于阻碍热量从Si向FePt传递,延缓了A1 \rightarrow L10转变。

再看FePt(220)峰的变化。图1(无MgO垫层)在 $T_a = 500^\circ\text{C}$ 就增强,而图3(有MgO垫层)要到 $T_a = 700^\circ\text{C}$ 。即

MgO垫层一方面能让FePt(110)峰在低到 400°C 就显现,另一方面又能把FePt(220)峰显著变化的温度抬高 200°C 。这相当于放宽了A1 \rightarrow L10转变的温度区间,有望在更大范围方便地调控转变进程,从而调控矫顽力。如果还能改善薄膜保持原有形态的承受温度,就有利于应用。

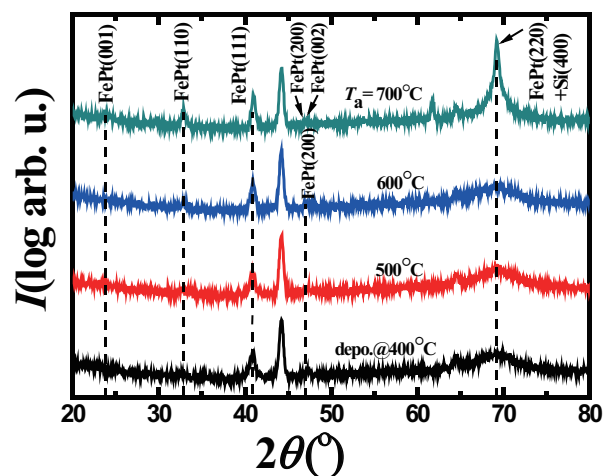


图3 Si(100)/MgO(10 nm)/FePt(50 nm)薄膜热处理前后的XRD图谱

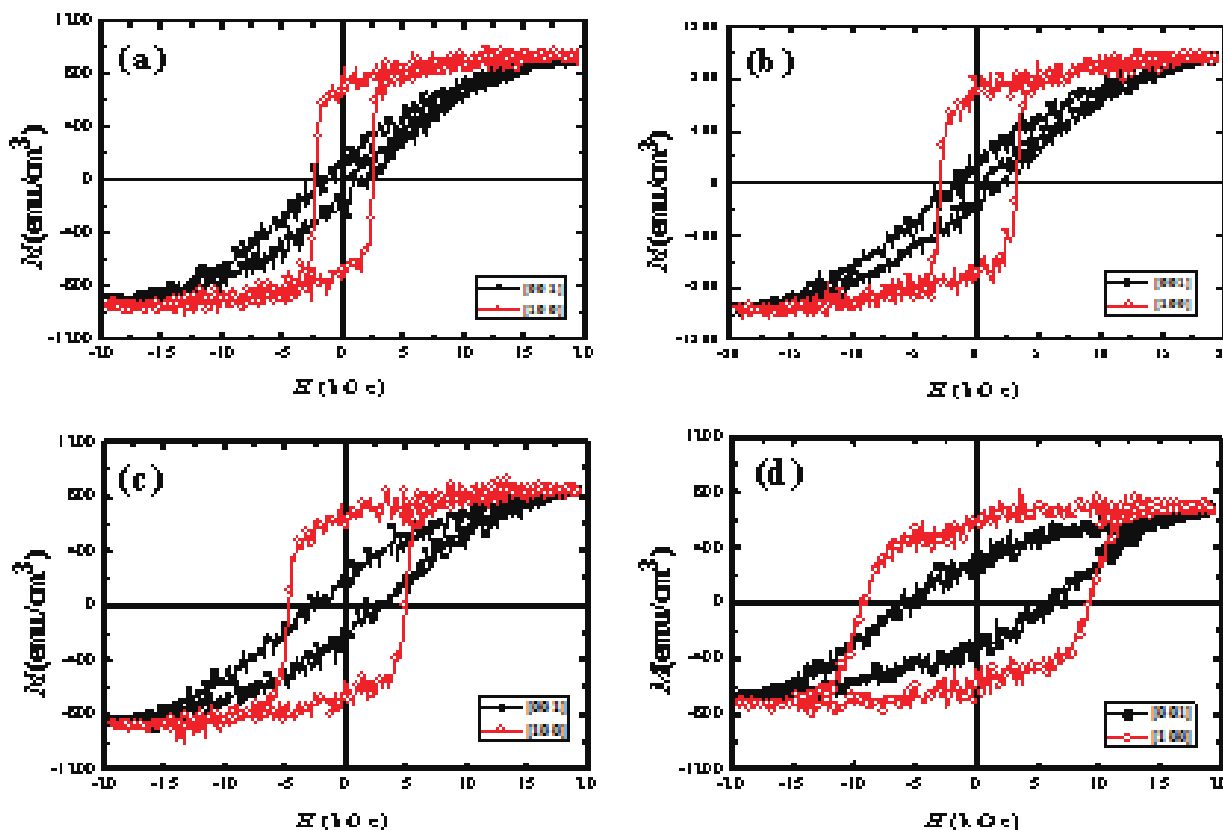


图4 Si基片沉积MgO(10 nm)/FePt(50 nm)薄膜不同温度热处理后的M-H曲线;
 T_a ($^\circ\text{C}$) = 400 (a, 未经热处理), 500 (b), 600 (c), 700 (d)

图4是Si(100)/MgO(10 nm)/FePt(50 nm)薄膜的M-H曲线。磁化易轴仍然在平行于膜面的方向(Si基片的[100]方向)。不经过热处理的薄膜(图4a),沿面内方向磁化的矫顽力为2.40 kOe,相比于图2a并没有发生明显的变化。在500℃进行热处理后(图4b),面内矫顽力为3.16 kOe,稍有增大。热处理温度为600℃(图4c),矫顽力增大到4.92 kOe,与图2c相比差异不大。在700℃热处理后(图4d),面内矫顽力为9.50 kOe。这与图2d情况完全不同,一方面表明在该温度进行热处理,有序化推进速度加快,另一方面也反映了隔离层的作用。隔离层的存在阻碍了FePt与Si之间的扩散和混合,没有使FePt薄膜破碎。沿面内方向磁化的矫顽力由FePt(110)织构所贡献。而由于FePt(001)和FePt(111)的存在,使得沿垂直方向磁化的矫顽力并不为零。

Si(001)的晶格常数是0.543 nm,而MgO的晶格常数分别是0.441 nm,FePt在有序化之前(处于A1相)的晶格常数为0.3816 nm。所以,在Si(001)基片上直接生长FePt,晶格失配更大,在热处理过程中,除了扩散,FePt层还容易碎裂。而插入MgO隔离层后,两者都可避免,从而可以提高热处理温度,在更宽的温区对矫顽力进行更细致的控制。用于制作MFM针尖,由于磁性层生长在针尖侧面,磁化时磁场沿针尖轴方向施加,所以只需要关注薄膜的面内矫顽力,不必理会FePt(001)和FePt(111)的影响。通过控制热处理温度改变FePt薄膜中A1相与L10相的比例,利用软磁相与硬磁相之间的交换弹性作用,就可以得到所需的矫顽力。

三、结语

直接在Si上沉积FePt薄膜,FePt与Si会在热处理过程中发生扩散,容易破坏薄膜形态。而加入MgO隔离层,能阻断层间混合。有没有隔离层,磁化易轴都平行于膜面。可以通过控制热处理温度的途径来调控FePt薄膜中A1相与L10相的占比。两相间的硬磁-软磁交换作用能保证磁化曲线为方形。没有中间隔离层MgO,FePt的矫顽力最大只能达到5 kOe,而插入隔离层,矫顽力能够达到10 kOe,并可具体需要调控。

参考文献:

Takahashi Y K, Ohkubo T, Ohnuma M, et al. Size effect on the ordering of FePt granular films[J]. Journal of Applied Physics, 2003, 93(10): 7166-7168.

Miyazaki T, Kitakami O, Okamoto S, et al. Size effect on the ordering of L10 FePt nanoparticles[J]. Physical Review B,

2005, 72(14): 144419-144423.

Shima T, Takanashi K, Takahashi Y K. Coercivity exceeding 100 kOe in epitaxially grown FePt sputtered films[J]. Applied Physics Letters, 2004, 85(13): 2517-2573.

T. Kobayashi and Y. Nakatani and Y. Fujiwara. Media Design for Three-Dimensional Heat-Assisted Magnetic Recording: Magnetic Recording[J]. Journal of the Magnetics Society of Japan, 2020, 44(5): 122-128.

Alnough Wajdi et al. Impact of calcite surface roughness in wettability assessment: Interferometry and atomic force microscopy analysis[J]. Journal of Petroleum Science and Engineering, 2021, 203.

Basumatary Himalay et al. Understanding thickness dependent magnetic properties of Tb-Fe thin films[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2021, 869.

J.P. Liu, C.P. Luo, Y. Liu, and D.J. Sellmyer, Appl. Phys. Lett. 72, 483 (1998)

李丹, 李国庆. 氧化物隔离对Si基片上生长L1₀相FePt薄膜磁性的影响[J]. 物理学报, 2018, 67(15): 372-379.

项目基金: 贵州科技厅联合基金项目(黔科合LH字[2014]7456号); 六盘水师范学院重点专业建设项目(LSZDZY2018-03); 六盘水师范学院重点学科建设项目(LPSSYZDXK201801); 六盘水师范学院实验教学示范中心立项项目(LPSSYsyjxsfxz 201801); 六盘水师范学院硕士培育点(LPSSYSSDPY201704)

作者简介: 杨真艳(1995-),女,贵州六盘水人,硕士,讲师,主要从事磁性材料与磁存储技术研究,

通讯作者: 杨文韬(1976-),男,四川蓬安人,硕士,教授,主要从事光电智能仪器仪表技术方面的研究。