

多层膜 $\text{Co}_{85}\text{Cr}_{15}/\text{Pt}_{20}$ 的磁性、垂直磁记录特性和微结构的关系*

黄 阔^{1,2)} 李宝河^{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⁾ 金日成综合大学物理系, 朝鲜平壤)

³⁾ 北京工商大学数理部 北京 100037)

(2004 年 9 月 21 日收到 2004 年 11 月 1 日收到修改稿)

采用磁控溅射法制备了性能优良的以 Pt 为缓冲层的 $\text{Co}_{85}\text{Cr}_{15}/\text{Pt}_{20}$ 多层膜, 研究了溅射气压对 $\text{Co}_{85}\text{Cr}_{15}/\text{Pt}_{20}$ 多层膜微结构和磁性的影响. 研究表明, Ar 溅射气压对 $\text{Co}_{85}\text{Cr}_{15}/\text{Pt}_{20}$ 多层膜的微结构、垂直磁各向异性 and 矫顽力有重要的影响. 所有样品的有效各向异性常数 $K_{\text{eff}} > 0$, 具有垂直磁各向异性. 随着 Ar 气压增加, 样品垂直膜面的矫顽力增加, 但样品有效磁各向异性常数减小. 在 1.6 Pa Ar 溅射的 $\text{P}(20 \text{ nm})[\text{Co}_{85}\text{Cr}_{15}(0.5 \text{ nm})\text{P}(1.5 \text{ nm})]_{20}$ 多层膜, 矫顽力达到 130 kA/m, 具有垂直各向异性, 可作为垂直磁记录介质. 原子力显微镜照片显示, 随着 Ar 气压增加, 表面平均晶粒尺寸和粗糙度均增加. 这是导致多层膜的垂直矫顽力增加和有效磁各向异性常数减小的原因.

关键词: 溅射气压, 多层膜, 垂直磁各向异性, 有效磁各向异性常数

PACC: 7550S, 7570F, 6150C

1. 引 言

目前普遍使用的纵向磁记录的介质为 CoCr 合金薄膜^[1-4], 例如纵向硬盘磁记录介质 CoCrPtB 已经达到 20.2 Gb/cm^2 的磁记录面密度^[1]. 要进一步提高磁记录面密度, 对磁介质需要提高磁各向异性 and 提高矫顽力, 以克服过小的晶粒尺寸引起的超顺磁性对记录热稳定性的影响. 另一方面, 采用垂直记录方式可以克服退磁场的影响, 理论预测可以使记录面密度再提高一个数量级^[2].

垂直磁记录方式是 20 世纪 70 年代 Iwasaki 提出的, 并且首次在 CoCr 合金薄膜观察到垂直磁各向异性^[3]. 但是较薄的 CoCr 单层合金薄膜中很难实现垂直磁各向异性, 因此在硬盘垂直磁记录中尚未得到采用. 20 世纪 90 年代, 在磁光记录介质的研究中发现 Co/Pt, Co/Pd 具有很大的垂直磁各向异性 and 很好的磁光特性, 可作为磁光记录介质^[5-9]. 但由于此类薄膜磁性颗粒间具有非常强的磁耦合作用, 如果用于磁记录介质很难提高记录面密度, 并且记录噪声

很大, 不宜做磁记录介质. 我们最近研究用 Pt 作为缓冲层的 $\text{P}(20 \text{ nm})[\text{Co}_{85}\text{Cr}_{15}(0.5 \text{ nm})\text{P}(1.5 \text{ nm})]_{20}$ 多层膜, 具有很好的垂直磁各向异性, 而且由于 Cr 偏聚在 Co 晶界上, 起到很好的隔离作用, 降低了 Co 颗粒间强的磁耦合作用, 但矫顽力的值偏低, 磁性能尚待提高^[10].

为了提高 CoCr/Pt 多层膜的矫顽力, 使之适合于更高密度的垂直磁记录介质, 本文主要报道 Ar 溅射气压对 $\text{CoCr}/\text{Pt}_{20}$ 多层膜的微结构、磁各向异性 and 矫顽力的影响, 结果表明, 高溅射气压可明显提高 CoCr/Pt 多层膜的垂直矫顽力.

2. 实 验

所有的样品都是采用 DV-502 型磁控溅射仪制备. 溅射前的本底真空度优于 $4 \times 10^{-5} \text{ Pa}$. 溅射气体为 99.99% 的高纯 Ar 气, Ar 溅射气压在 0.4—1.6 Pa 范围变化. 玻璃基片采用专用电子清洗液清洗. CoCr 层采用 Co 靶 (99.9%) 和 Cr 靶 (99.95%) 直流共溅

* 国家自然科学基金(批准号 50301002)和北京市科技新星计划(批准号 H020821290120)资助的课题.

射 ,Pt 层用 Pt 靶(99.95%)射频溅射 ,典型的溅射速率 :CoCr 为 0.15 nm/s ,Pt 为 0.13 nm/s. 沉积过程中 ,基片温度控制在 220 ℃. 为保证薄膜的均匀性 ,成膜时玻璃基片始终以 18 r/min 的速率旋转.

利用 x 射线衍射 (XRD) 仪分析多层膜的晶体结构 (Cu K α). 利用扫描电子显微镜的 x 射线能量色散光谱测量多层膜的成分 ,所有 CoCr 膜成分均为 Co₈₅Cr₁₅. 根据溅射时间控制薄膜厚度 . 选用 CoCr 层的厚度为 0.5 nm ,Pt 层的厚度为 1.5 nm ,Pt 缓冲层的厚度为 20 nm ,此时样品具有最优的垂直磁各向异性^[10]. 采用台阶仪测量薄膜厚度 . 磁性测量采用 MicroMag 2900 型交变梯度磁强计 (AGM) ,外场最大达到 1.5 \times 10⁶ A/m. 用 Dimention 3100 型原子力显微镜 (AFM) 观察样品的表面形貌.

3. 结果及讨论

图 1 所示为不同 Ar 溅射气压制备的 Pt(20 nm) [Co₈₅Cr₁₅(0.5 nm)Pt(1.5 nm)]₂₀ 多层膜的 XRD 谱 . 从图 1 可以看出 ,小角峰的位置都在 $2\theta \approx 4.5^\circ$ 位置上 ,并且峰很锐 ,说明多层膜有良好的周期性层状结构 . 小角峰并不随 Ar 气压的增加而移动 . 从界面处反射的 x 射线发生干涉时要满足布拉格衍射条件 ,也就是出现衍射的条件为 $2\Lambda \sin\theta = n\lambda$ ($n = 1, 2, \dots$) ,其中 Λ 为 CoCr/Pt 双层膜厚度 , λ 为 x 射线 (Cu K α) 的波长 . 由于实验设计的调制周期 Λ 为 2.0 nm ,所以衍射峰出现在小角范围内 . 实验设计 Λ 值与从小角衍射峰计算所得的 Λ 值 (1.97 nm) 十分接近 . Ar 气压增加时 ,膜层厚度及调制周期结构不变 . 从大角衍射谱上可以看到 ,Pt(111) 峰、CoCr/Pt(111) 峰、卫星峰 $-S_1$, $+S_1$, 分别对应 $2\theta = 39.7^\circ, 40.7^\circ, 35.7^\circ, 45.9^\circ$.

由图 1 看出 ,Pt(111) 峰是由 Pt 缓冲层产生的 . 多层膜中的 Pt(111) 峰和 CoCr(002) 峰已合并成一个 CoCr/Pt(111) 峰 ,这是因为 CoCr 的 (002) 面间距接近于 Pt 的 (111) 面间距 . 每个峰的位置不随 Ar 气压的增加而移动 . 这里 Pt(111) 峰和 CoCr/Pt(111) 峰最强 ,说明 CoCr/Pt 多层膜有良好的 (111) 结构 . 随 Ar 气压的增加 , $+S_1$ 卫星峰增强 .

图 2 是用 AGM 测量的不同 Ar 溅射气压制备的 Pt(20 nm) [Co₈₅Cr₁₅(0.5 nm)Pt(1.5 nm)]₂₀ 多层膜的磁滞回线 . AGM 的测量灵敏度为 10⁻¹¹ A \cdot m² (标准

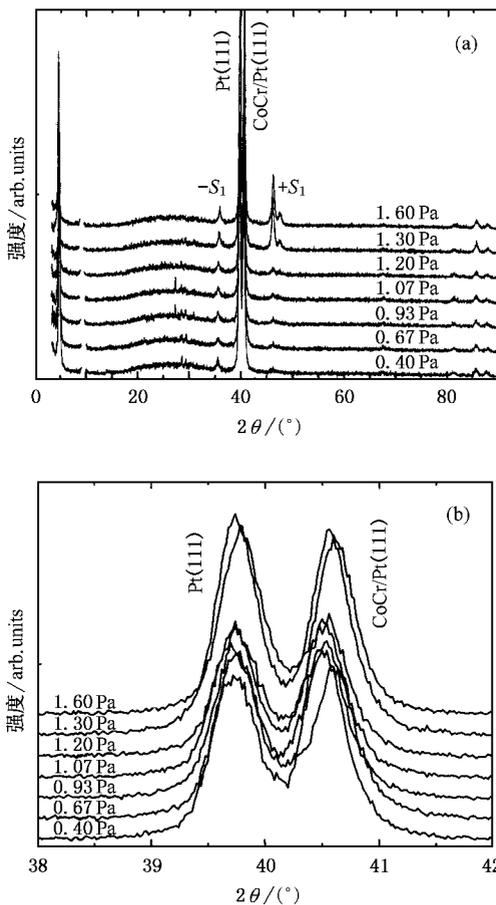


图 1 Ar 溅射气压在 0.4—1.6 Pa 范围内制备的 Pt(20 nm) [(Co₈₅Cr₁₅(0.5 nm)Pt(1.5 nm)]₂₀ 多层膜的 XRD 谱 (a)小角和大角衍射峰 (b)大角衍射峰

偏差) ,磁滞回线已扣除样品杆信号 . 从图 2 可见 ,所有的多层膜中 ,垂直方向都是易磁化方向 . 垂直磁滞回线的矩形比都在 0.91 左右 . 随着 Ar 气压的增加垂直矫顽力越来越大 ,在 Ar 气压达到 1.6 Pa 时 , [CoCr/Pt]₂₀ 多层膜的垂直矫顽力可达到 130 kA/m. He 等^[11]对 Co/Pt 多层膜的研究结果表明 ,随溅射气压的升高薄膜变得疏松 ,这意味着薄膜中的缺陷增加 ,从而增加了反磁化过程中磁畴壁的钉扎中心 ,使得 $H_{c\perp}$ 上升 .

有效磁各向异性常数 K_{eff} 反映单位体积的样品沿膜面和垂直于膜面方向磁化时的能量差 ,即把面内和垂直两个方向的磁化曲线与纵轴所包围面积的差定义为 K_{eff} . 当 K_{eff} 大于零时 ,垂直于膜面的磁化具有更低的能量 ,薄膜具有垂直磁各向异性 . 我们直接测得的是含有体和面各向异性贡献的 K_{eff} . K_{eff} 一般被唯象地表示为

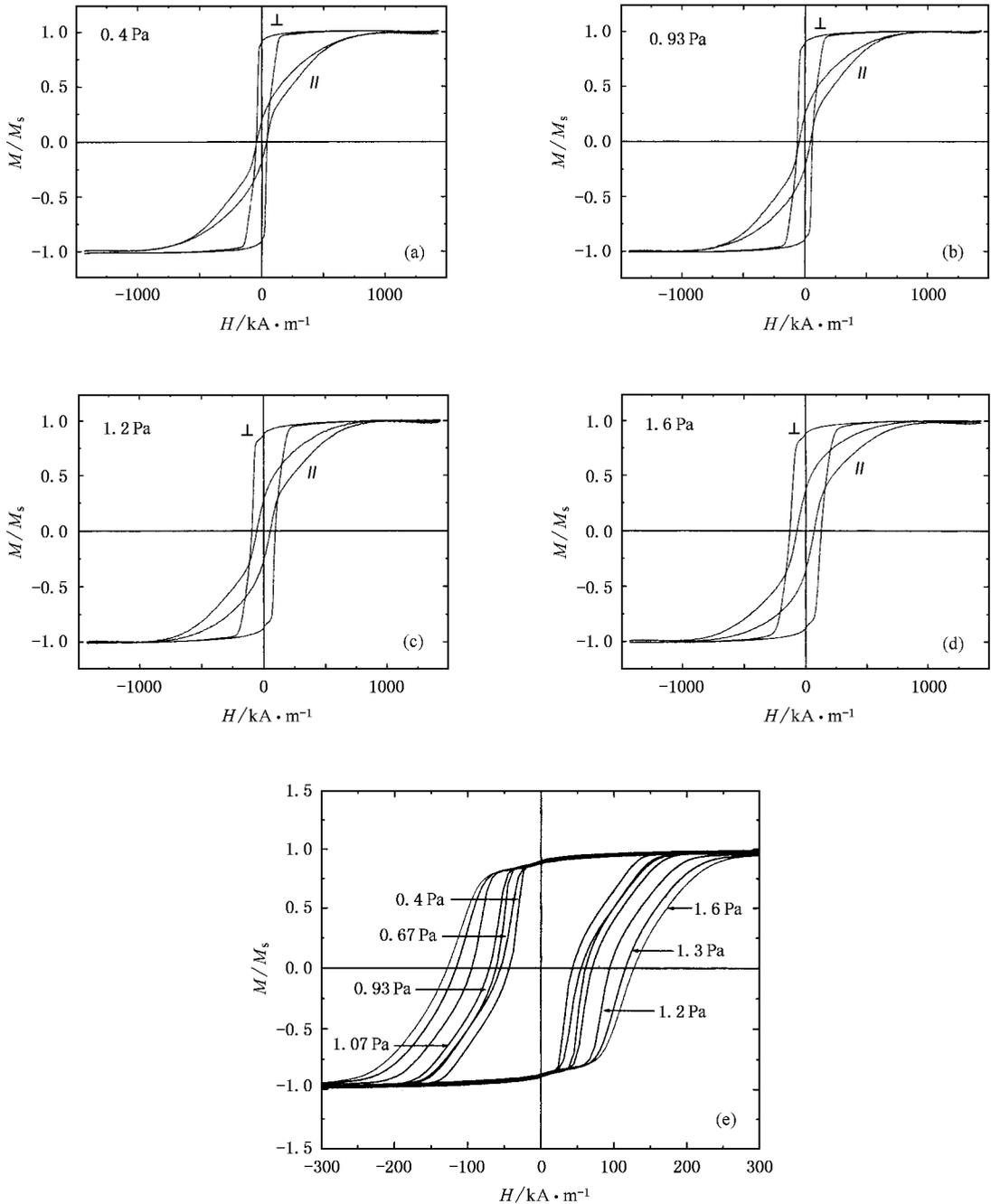


图 2 不同 Ar 溅射气压制备的 $\text{P}(20 \text{ nm})[\text{Co}_{85}\text{Cr}_{15}(0.5 \text{ nm})\text{YP}(1.5 \text{ nm})]_{20}$ 多层膜的平行和垂直磁滞回线 (a) 0.4 Pa (b) 0.93 Pa, (c) 1.2 Pa (d) 1.6 Pa (e) 不同 Ar 气压制备多层膜的垂直磁滞回线

$$K_{\text{eff}} = K_V + \frac{2K_S}{t_{\text{CoCr}}}, \quad (1)$$

式中, t_{CoCr} 是磁性层的厚度, K_V 和 K_S 分别代表体和界面对各向异性能的贡献, K_S 前的因子 2 表示磁性层有两个界面. 图 3 是多层膜的 K_{eff} 和垂直矫顽力 $H_{c\perp}$ 随 Ar 气压的变化关系. $H_{c\perp}$ 为用 AGM 测量得到垂直膜面的矫顽力. 从图 3 可以看出, 随着 Ar 气压

增加, $H_{c\perp}$ 增加. 该结果与 Wu 等^[8]对 Co/Pd 多层膜的结果在趋势上一致. 另一方面, 随着 Ar 气压的增加, K_{eff} 减小, 即平行方向和垂直方向的两条磁滞回线逐渐靠近, 这表示磁化易轴逐渐从垂直转向面内方向. 当 Ar 气压为 0.4 Pa 时, $K_{\text{eff}} = 3.9 \times 10^5 \text{ J/m}^3$, 当 Ar 气压为 1.6 Pa 时, $K_{\text{eff}} = 1.63 \times 10^5 \text{ J/m}^3$, 但所有样品的 K_{eff} 均大于零. 这说明所有样品仍然是

有垂直磁各向异性.

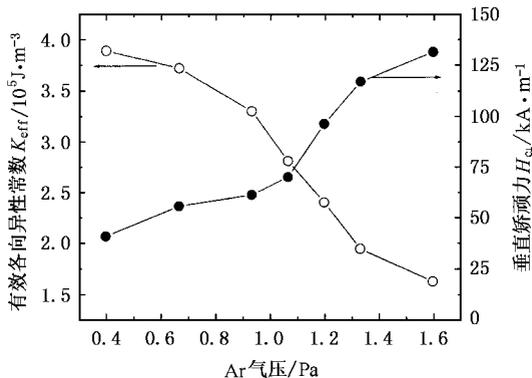


图 3 [CoCr/Pt]₂₀ 多层膜的 K_{eff} 和 $H_{c\perp}$ 随 Ar 气压的变化关系

$H_{c\perp} / H_{K\perp}$ 值和有效各向异性场 $H_{c\perp}$ 一样, 是磁记录介质的重要参数. $H_{K\perp}$ 可表示为

$$H_{K\perp} = \frac{2K_{\text{eff}}}{M_s} \quad (2)$$

式中 M_s 为 CoCr 层的饱和磁化强度. 图 4 为不同 Ar 气压时 [CoCr/Pt]₂₀ 多层膜的 $H_{K\perp}$ 和 $H_{c\perp} / H_{K\perp}$ 的变化情况. 随 Ar 气压增加, $H_{K\perp}$ 减小, 而 $H_{c\perp} / H_{K\perp}$ 增加. 当 Ar 气压为 1.6 Pa 时, $H_{K\perp} = 140 \text{ kA/m}$, $H_{c\perp} / H_{K\perp} = 0.93$.

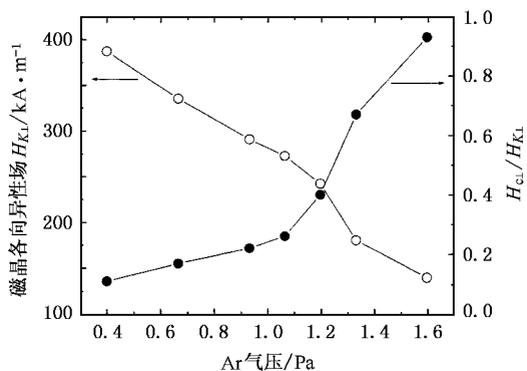


图 4 [CoCr/Pt]₂₀ 多层膜的有效磁各向异性场 $H_{K\perp}$ 和 $H_{c\perp} / H_{K\perp}$ 随 Ar 气压的变化

图 1 表明 [CoCr/Pt]₂₀ 多层膜的 x 射线小角峰位和大角峰位并不随 Ar 气压的增加而变化, 但图 2—图 4 都表明, Ar 溅射气压的变化已造成 [CoCr/Pt]₂₀ 多层膜磁学性能的变化. 为寻找影响这些磁学性能变化的微结构因素, 我们观察了用两种不同 Ar 气压时 [CoCr/Pt]₂₀ 多层膜表面的 AFM 像(图 5). 测量结果表明, 无论是 CoCr 层在表面还是 Pt 层在表面, 溅射气压为 0.67 Pa 时平均晶粒尺寸约为 54 nm, 表面

粗糙度约为 1.6 nm. 随着 Ar 气压的增加, 表面平均晶粒尺寸和粗糙度均增加. 当溅射气压为 1.6 Pa 时, 平均晶粒尺寸约为 180 nm, 表面粗糙度约为 10.4 nm. 为了验证 AFM 对晶粒尺寸的测量结果, 我们用扫描电子显微镜测量了 [CoCr/Pt]₂₀ 多层膜表面的晶粒尺寸, 在误差范围内结果与 AFM 一致. 当 Ar 气压增加时, 从靶材溅射出来的原子与 Ar 原子碰撞的概率增加, 其平均自由程减小, 所以溅射出来的原子到达膜表面时动能减小, 并且沉积速率降低, 这样就减少了形核中心, 容易形成较大晶粒. 而晶粒增大则相应地增加了表面粗糙度. 由此可以推断, 较高溅射气压下 [CoCr/Pt]₂₀ 多层膜界面较为粗糙, 也就是局域界面实际上不平行于膜面, 因此减小了界面各向异性的垂直分量. 所以, K_{eff} 随着 Ar 气压的增加而减小.

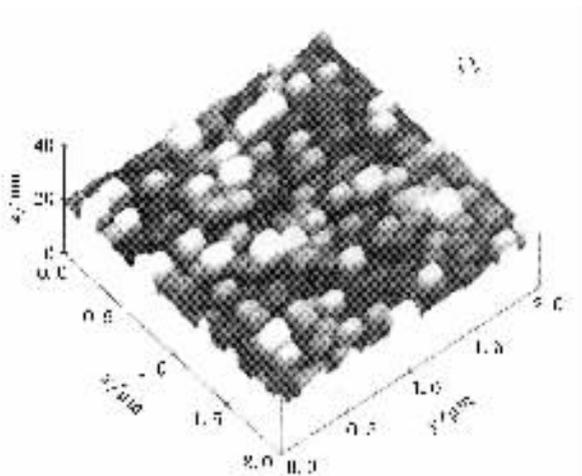
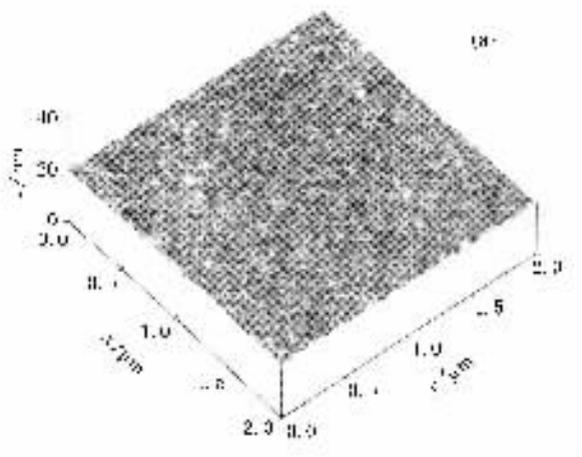


图 5 不同 Ar 气压制备的 [CoCr/Pt]₂₀ 多层膜的 AFM 像 (a) 0.67 Pa, (b) 1.6 Pa

4. 结 论

Ar 溅射气压在 0.4—1.6 Pa 范围内制备的 $\text{Pt}(20 \text{ nm})[\text{Co}_{85}\text{Cr}_{15}(0.5 \text{ nm})/\text{Pt}(1.5 \text{ nm})]_{20}$ 多层膜的垂直方向都是易磁化方向(即 $K_{\text{eff}} > 0$),垂直磁滞回线的矩形比都在 0.91 左右.随着 Ar 气压的增加垂直矫

顽力增加,但有效磁各向异性常数减小.当 Ar 气压达到 1.6 Pa 时, $\text{Pt}(20 \text{ nm})[\text{Co}_{85}\text{Cr}_{15}(0.5 \text{ nm})/\text{Pt}(1.5 \text{ nm})]_{20}$ 多层膜的垂直矫顽力可达到 130 kA/m,可以用作垂直磁记录介质.高 Ar 气压溅射的薄膜样品,由于溅射中形成的缺陷增加,这样增加了反磁化过程中磁畴壁的钉扎中心,使得 $H_{c\perp}$ 上升.

-
- [1] Choe G, Zhou J N, Demczyk B *et al* 2003 *IEEE Trans. Magn.* **39** 633
- [2] Iwasaki S 2002 *IEEE Trans. Magn.* **38** 1609
- [3] Iwasaki S, Nakamura Y 1977 *IEEE Trans. Magn.* **13** 1272
- [4] Honda N, Yanase S, Ouchi K *et al* 1996 *J. Appl. Phys.* **79** 5362
- [5] Zhou X, Liang B Q, Wang H *et al* 2003 *Acta Phys. Sin.* **52** 492 (in Chinese)[周 勋、梁冰青、王海等 2003 物理学报 **52** 492]
- [6] Zhou X, Liang B Q, Wang H *et al* 2003 *Acta Phys. Sin.* **52** 2616 (in Chinese)[周 勋、梁冰青、王海等 2003 物理学报 **52** 2616]
- [7] Zhang A G, Wang Y J, Han X F *et al* 2004 *Chin. Phys.* **13** 12
- [8] Wu L, Yanase S, Honda N *et al* 1997 *J. Magn. Soc. Japan* **21** 301
- [9] Huang J C A, Chen M M, Lee C H *et al* 2002 *J. Magn. Magn. Mater.* **239** 326
- [10] Hwang P, Li B H, Yang T *et al* 2004 *J. Univ. Sci. Tech. Beijing* **11** 319
- [11] He P, Nafis S, Sequeda F *et al* 1991 *J. Appl. Phys.* **70** 6044

Correlation among magnetic properties , perpendicular magnetic recording properties and microstructure of $[\text{Co}_{85}\text{Cr}_{15}/\text{Pt}]_{20}$ multilayers

Hwang Pol^{1,2)} Li Bao-He^{1,3)} Yang Tao¹⁾ Zhai Zhong-Hai¹⁾ Zhu Feng-Wu¹⁾

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

²⁾Department of Physics , Kim Il Sung University , Pyongyang , DPRK)

³⁾Department of Mathematics and Physics , Beijing Technology and Business University , Beijing 100037 , China)

(Received 21 September 2004 ; revised manuscript received 1 November 2004)

Abstract

The $[\text{Co}_{85}\text{Cr}_{15}/\text{Pt}]_{20}$ multilayers with Pt underlayers were prepared by magnetron sputtering and the effects of sputtering Ar gas pressure on microstructure and magnetic properties of $[\text{Co}_{85}\text{Cr}_{15}/\text{Pt}]_{20}$ multilayers were studied. The results show that sputtering Ar gas pressure has a great effect on the microstructure , perpendicular magnetic anisotropy and the coercivity of $[\text{Co}_{85}\text{Cr}_{15}/\text{Pt}]_{20}$ multilayers. For all samples , we have the effective magnetic anisotropy constant $K_{\text{eff}} > 0$, and all samples showed perpendicular magnetic anisotropy. With increasing sputtering Ar gas pressure , the perpendicular and in-plane coercivity of the samples increase , but the effective magnetic anisotropy constant decreases. The coercivity of $\text{Pt}(20\text{ nm})/[\text{Co}_{85}\text{Cr}_{15}(0.5\text{ nm})/\text{Pt}(1.5\text{ nm})]_{20}$ multilayers sputter-deposited at 1.6 Pa Ar gas pressures is increased to 130 kA/m. The $\text{Pt}(20\text{ nm})/[\text{Co}_{85}\text{Cr}_{15}(0.5\text{ nm})/\text{Pt}(1.5\text{ nm})]_{20}$ multilayers display perpendicular magnetic anisotropy and can be used as perpendicular magnetic recording media. The images of atomic force microscopy show that both average grain size and the surface roughness increase with increasing sputtering Ar pressure , which leads to the enhancement of perpendicular coercivity and the decrease of effective magnetic anisotropy constant.

Keywords : sputtering pressure , multilayers , perpendicular magnetic anisotropy , effective magnetic anisotropy constant

PACC : 7550S , 7570F , 6150C

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 50301002) and the Science and Technology Nova Program of Beijing , China (Grant No. H020821290120).