

氧化物隔离对 Si 基片上生长  $L1_0$  相 FePt 薄膜磁性的影响

李丹 李国庆

Effects of oxide isolation layer on magnetic properties of  $L1_0$  FePt film grown on Si substrate

Li Dan Li Guo-Qing

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 67, 157501 (2018) DOI: 10.7498/aps.67.20180387

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.67.20180387>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2018/V67/I15>

---

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

过量 B 的 Ta/CoFeB/MgO 薄膜垂直各向异性和温度稳定性的增强

Large enhanced perpendicular magnetic anisotropy and thermal stability in Ta/CoFeB/MgO films with excess boron

物理学报.2017, 66(1): 017502 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.66.017502>

具有条纹磁畴结构的 NiFe 薄膜的制备与磁各向异性研究

Preparation and magnetic anisotropy of NiFe film with stripe domains

物理学报.2016, 65(21): 217501 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.217501>

基于时域有限差分法的各向异性铁氧体圆柱电磁散射分析

Finite-difference time domain method for the analysis of radar scattering characteristic of metal target coated with anisotropic ferrite

物理学报.2014, 63(13): 137501 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.137501>

CoFeB/ $\text{AlO}_x$ /Ta 及  $\text{AlO}_x$ /CoFeB/Ta 结构中垂直易磁化效应的研究

The research of the perpendicular magnetic anisotropy in CoFeB/ $\text{AlO}_x$ /Ta and  $\text{AlO}_x$ /CoFeB/Ta structures

物理学报.2013, 62(13): 137501 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.62.137501>

垂直场下磁性薄膜中的铁磁共振现象

Ferromagnetic resonance phenomenon of magnetic thin film under a perpendicular field

物理学报.2012, 61(16): 167501 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.167501>

# 氧化物隔离对Si基片上生长L1<sub>0</sub>相FePt薄膜磁性的影响\*

李丹 李国庆†

(西南大学物理科学与技术学院, 重庆 400715)

(2018年3月5日收到; 2018年4月13日收到修改稿)

用MgO和SiO<sub>2</sub>两种氧化物将FePt薄膜与Si(100)基片隔离, 分析隔离层在FePt层发生A1→L1<sub>0</sub>转变过程中的作用, 寻找用Si母材涂敷L1<sub>0</sub>-FePt磁性层来提高磁力显微镜针尖矫顽力的合理方案. 采用磁控溅射法在400 °C沉积FePt薄膜, 在不同温度进行2 h的真空热处理, 分析晶体结构和磁性的变化. 结果表明: 没有隔离层, Si基片表层容易发生扩散, 50 nm厚FePt薄膜的矫顽力最大只有5 kOe (1 Oe = 10<sup>3</sup>/(4π) A·m<sup>-1</sup>); 而插入隔离层, 矫顽力可以超过10 kOe; MgO在Si基片上容易碎裂, 热处理温度不能高于600 °C, 用作隔离层, FePt的最大矫顽力为12.4 kOe; SiO<sub>2</sub>与Si基片的晶格匹配更好, 热膨胀系数差较小, 能承受的最高热处理温度可以超过800 °C, 使得FePt的矫顽力可以在5 kOe到15 kOe范围内调控, 更适合用于制作矫顽力高并可控制的磁力显微镜针尖.

**关键词:** FePt薄膜, Si基片, 氧化物隔离层, 热处理

**PACS:** 75.30.Gw, 75.50.Bb, 75.50.Vv, 75.70.Ak

**DOI:** 10.7498/aps.67.20180387

## 1 引言

L1<sub>0</sub>相FePt合金的单轴磁晶各向异性性能高达约7 × 10<sup>7</sup> erg·cm<sup>-3</sup> (1 erg = 10<sup>-7</sup> J), 磁化强度M约为1200 emu·cm<sup>-3</sup> (1 emu = 10<sup>-3</sup> A·m<sup>2</sup>), 室温超顺磁临界尺寸不足3 nm, 晶粒尺寸即使进入10 nm以内, 也能稳定保持磁化状态, 在超高面密度磁记录介质、磁性隧道结、磁性随机存取存储器和磁性传感器等基于微小磁体工作的应用领域有重要应用价值<sup>[1-5]</sup>. 磁力显微镜(magnetic force microscope, MFM)用附着了磁性物质的针尖作为传感元件来探测磁场梯度, 是精细描绘磁性薄膜或磁性微粒漏磁场分布的有力工具, 可以由此获取磁性体内部的磁畴结构等信息<sup>[6-9]</sup>. 考虑价格成本和加工难度, MFM针尖大多用Si作为母材, 涂覆上磁性物质后使用, 分辨能力可达到约50 nm以上. 常见的磁性涂层有CoCr基或CoFe基等材

料<sup>[10-13]</sup>. 但用这些材料为涂层, 矫顽力都不够大( $H_c < 1$  kOe, 1 Oe = 10<sup>3</sup>/(4π) A·m<sup>-1</sup>). 如果被测材料的磁性很强, 针尖上磁性物质的磁化状态就容易受到影响, 所以使用中经常得不到稳定图像. 提高MFM针尖的H<sub>c</sub>, 需要磁性涂层具有更大的磁晶各向异性性能, 满足要求的主要有NdFeB以及FePt, FeCo, FePd等L1<sub>0</sub>相的合金. 但NdFeB的抗氧化性差, 居里温度也太低(~100 °C). 而L1<sub>0</sub>相磁性合金中, FePt的磁晶各向异性性能最大, 居里温度约为500 °C, 最适合用来制作H<sub>c</sub>高的MFM探针<sup>[14,15]</sup>. 但在常温条件得到的FePt薄膜通常处于软磁性的A1亚稳相(面心立方结构, 晶格常数为a = b = c = 0.3841 nm), 要经过高温热处理才能转变为稳定的L1<sub>0</sub>相(面心四方结构, 由面心立方的c轴缩短而来, Fe和Pt两种原子从随机分布在格点位置, 转变为按垂直于c轴的原子面交替有序排列, 晶格常数为a = b = 0.3905 nm,

\* 国家自然科学基金(批准号: 51071132)资助的课题.

† 通信作者. E-mail: gqli@swu.edu.cn

$c = 0.3735 \text{ nm}$ )<sup>[16-19]</sup>. 这增加了用Si母材制作L1<sub>0</sub>-FePt型MFM针尖的难度, 因为硬化磁性涂层需连同Si母材一起加热, 会导致母材/涂层界面混合和涂层形态发生变化. 采用多层膜结构及热处理时施加磁场等手段来调控涂层内晶粒形态及磁性的探索已经比较充分<sup>[20-26]</sup>. 但注意力集中在对FePt进行掺杂形成颗粒膜上, 对界面混合的影响以及在母材和涂层间插入隔离层方面, 还缺乏必要的关注.

本文从改善界面性质入手, 以Si(100)单晶为基片, 尝试在基片和FePt薄膜间加入MgO和SiO<sub>2</sub>两种耐高温的氧化物作为隔离层, 分析无掺杂FePt薄膜在热处理前后的性质变化, 为改善L1<sub>0</sub>-FePt型Si母材MFM针尖性能提供借鉴.

## 2 实验

使用单面抛光的Si(100)基片, 以MgO和SiO<sub>2</sub>为隔离层, 在其上生长FePt薄膜, 得到Si(100)/FePt, Si(100)/MgO/FePt和Si(100)/SiO<sub>2</sub>/FePt三种样品, 并在真空中进行热处理. 其中, MgO隔离层用在表面未做处理的Si(100)基片上溅射10 nm厚的MgO得到, 而SiO<sub>2</sub>隔离层则用对Si(100)表面进行过氧化处理的现成基片实现.

成膜采用磁控溅射镀膜法, 用Ar离子轰击Fe, Pt和MgO靶(纯度都优于99.9%). Fe和Pt两靶同时工作得到FePt膜, 通过调解溅射功率, 使Fe和Pt的原子个数比值为1:1. 薄膜厚度由溅射时间决定. 制膜设备内的背景真空为 $2 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ , 工作时通入的Ar气压强为2.8 Pa. MgO层和FePt层的生长温度分别为100 °C和400 °C, 前者为了去除基片表面的空气和水气附着, 后者为了让FePt发生结晶但仍处于A1相, 既避免形成非晶又保证薄膜在生长中不转变为L1<sub>0</sub>相, 方便在后续过程中把握薄膜性质的温度效应. 非晶会影响薄膜成分均匀, 因为用磁控溅射法生长金属薄膜的沉积速度较快, 到达基片的往往是原子团而不是单个原子, 造成合金内的原子不能充分混合. 成膜后, 将样品放入真空炉进行热处理, 升温前炉内真空度达到 $5 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ , 升温速率约为50 °C/min, 保温时间为2 h, 结束后在真空中自然冷却. 用X射线衍射仪(X-ray diffraction, XRD, 使用0.1542 nm波长的Cu-K<sub>α</sub>射线)分析晶体结构, 用振动样品磁强计测

量磁化曲线(磁矩分辨极限 $5 \times 10^{-5} \text{ emu}$ , 最大磁场 $\pm 20 \text{ kOe}$ ). 磁化强度按FePt的有效体积计算.

## 3 结果与讨论

### 3.1 在不同隔离层上生长50 nm厚FePt薄膜的结构和磁性对比

分别在Si(100), Si(100)/SiO<sub>2</sub>和Si(100)/MgO上溅射50 nm厚的FePt并在不同温度( $T_a$ )热处理2 h, 其XRD谱见图1. 测量采用 $\theta$ -2 $\theta$ 联动模式, 扫描速度为2°/min. 来自Si(100)基片的衍射, 只有(400)峰能够标注指数, 但位置与FePt的(220)峰重叠. 除了此峰, Si(100)基片的其他衍射峰在图中都不做标识, 以便清楚地说明FePt的结构变化.

在Si(100)基片上直接生长FePt(图1(a)),  $T_a = 400 \text{ °C}$ (即未进行热处理), 除了基片的Si(400)及其左侧的伴峰(有时在更左侧还有一条伴峰, 应该是分别由Cu-K<sub>β</sub>和灯丝的W-L射线引起, 是否出现取决于被镀薄膜对射线的吸收情况), 还能看到FePt较强的(111)峰和微弱的(200)峰, 都不是奇偶混合的指数(面心立方晶体对此有消光现象), 表明薄膜处于软磁性的A1相. FePt(111)峰强, 说明FePt薄膜主要以密堆积形式生长. 但同时也观察到很弱的FePt(200)峰, 说明也不是完全的密堆积取向.  $T_a = 500 \text{ °C}$ , 叠加在Si(400)上的FePt(220)峰(在 $2\theta = 69^\circ$ 附近)明显增强, 表明FePt薄膜内开始发生取向调整.  $T_a = 600 \text{ °C}$ , FePt(111)峰变弱, 说明密堆积取向开始瓦解. 同时, 对A1相消光的FePt(110)峰开始不能忽略(在 $T_a = 500 \text{ °C}$ 就已经出现, 只是峰强很弱), 说明FePt薄膜转变为硬磁性的L1<sub>0</sub>相.  $T_a = 700 \text{ °C}$ , FePt(111)峰消失, 说明密堆积取向彻底瓦解. 但也产生了杂峰, 以 $2\theta = 29^\circ$ 附近的最为突兀. 这说明Si/FePt界面有了显著变化. 基片表层存在严重的畸变或扩散, 已经发生变质. 另外, 还出现了FePt(100)峰, 这一方面说明薄膜确实转变为L1<sub>0</sub>相, 另一方面也说明薄膜中存在(100)和(110)两种取向. 两种取向的 $c$ 轴都平行于膜面, 所以薄膜会显示出面内磁晶各向异性. 虽然出现了FePt(100)峰, 但来自同族衍射面的FePt(200)峰右移, 似乎是因 $c$ 轴长度有变化, 导致[200]和[020]晶向上的原子间距也在调整. 最可能的原因是界面发生了扩散.

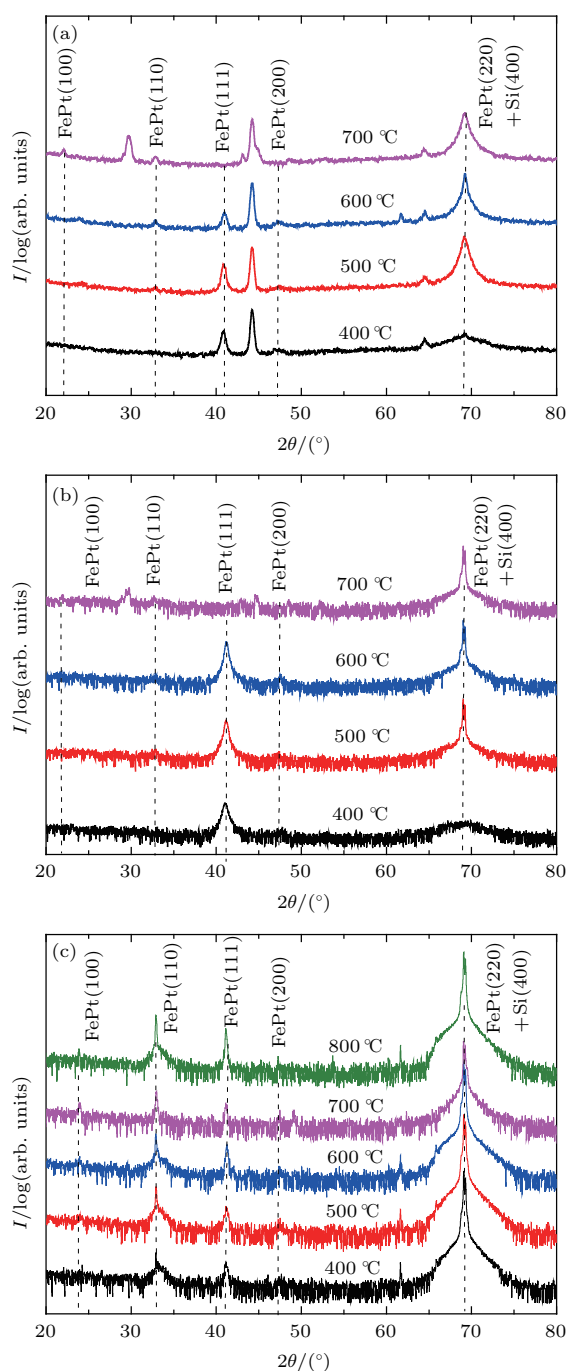


图1 FePt (50 nm) 薄膜经过热处理前后的XRD谱图 (a) 生长在Si(100)上; (b) 生长在Si/MgO上; (c) 生长在Si/SiO<sub>2</sub>上

Fig. 1. XRD spectra of annealed FePt (50 nm) deposited on different isolation layers: (a) Directly on Si(100) substrate; (b) on Si(100)/MgO; (c) on Si(100)/SiO<sub>2</sub>.

在生长FePt前先生长一层MgO隔离层(图1(b)), 与图1(a)相比, 最大的区别在于当 $T_a \leq 600$  °C, 位于FePt(111)与FePt(200)之间的不可标定指数峰没有出现。经过查对, 此峰与SiPt的(220)相似。这说明FePt直接与Si(100)基

片接触(图1(a)情况), Si/FePt界面会发生扩散。 $T_a = 400$  °C (未进行热处理), 能看到明显的FePt(111)和微弱的FePt(200), 说明FePt同样处于A1相, 并仍以密堆积生长为主。 $T_a = 500$  °C, FePt(220)峰同样明显增强, 即FePt薄膜内发生取向调整。FePt(110)也出现, 说明A1→L<sub>10</sub>转变已经开始。 $T_a = 600$  °C, 看不到衍射谱有明显变化, 但A1→L<sub>10</sub>转变应该更彻底。 $T_a = 700$  °C, FePt(111)峰消失, 密堆积取向也瓦解。同时,  $2\theta = 29^\circ$ 附近的杂峰和FePt(111)与FePt(200)之间不可标定指数的峰也都重新出现, 但后者强度明显比图1(a)中的弱。我们能够排除是MgO与FePt反应或扩散的可能。这说明Si基片的表层也发生了变化。与图1(a)不同的是, 应该是MgO层在高温发生了碎裂, 使得Si基片与FePt重新在MgO层的裂缝处接触而发生扩散。MgO也具有面心立方结构, 晶格常数为0.4203 nm。而Si具有金刚石结构, 晶格常数为0.5431 nm。除了晶格类型和晶格常数, 二者的热膨胀系数差别也很大, 分别为 $13.0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ 和 $2.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ 。所以在高温环境中MgO层容易碎裂是合理猜测。

对于Si(100)/SiO<sub>2</sub>/FePt(图1(c)), 位于FePt(111)与FePt(200)之间的不可标定指数峰一直到 $T_a = 800$  °C都没有出现, 另一方面FePt(111)却一直没有消失。这说明Si基片与FePt之间被完全隔离, 不再有FePt扩散进入Si, 即SiO<sub>2</sub>没有发生碎裂, 其原因可能在于: 与MgO相比, SiO<sub>2</sub>与Si基片的晶格常数更匹配, 有效缓解了界面应力。密堆积取向瓦解是Si基片与FePt接触引起的。与图1(a)和图1(b)不同, FePt(110)和FePt(220)在400 °C生长后就出现, 表明A1→L<sub>10</sub>转变已经发生。但FePt(110)峰左右不对称, 且在 $T_a = 500$  °C有明显增强, 说明转变在400 °C才开始。SiO<sub>2</sub>晶格是在Si晶体的最近邻原子间插入O原子, 再畸变为六方结构而来, 晶格常数为 $a = b = 0.4914$  nm,  $c = 0.5405$  nm, 与Si的晶格匹配要比MgO好得多。SiO<sub>2</sub>的膨胀系数只有 $0.55 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , 与Si的差值只有MgO与Si差值的1/5。所以SiO<sub>2</sub>层不易发生脆裂而产生缝隙, 能够将Si基片与FePt完全隔离。图1(a)—(c)的FePt(200)峰都在 $T_a = 700$  °C发生右移, 表明三种情况的A1→L<sub>10</sub>转变都是大约在此温度彻底结束。FePt块材的转变温度高达1300 °C, 但做成薄膜, 却能降低到700 °C, 是FePt受到额



外的界面应力造成的<sup>[27]</sup>. A1→L1<sub>0</sub>转变从界面处开始,由近及远向FePt层内推进,因此A1→L1<sub>0</sub>转变会表现出在某一温度区间内发生. 这为调控Si/L1<sub>0</sub>-FePt型MFM针尖的H<sub>c</sub>提供了方便. 薄膜内L1<sub>0</sub>相和A1相共存,形成交换弹簧(exchange spring),前者钉扎后者的磁矩,后者推动前者的磁矩反转,磁化曲线仍然能够呈现方形. 调整钉扎力和弹性力的强度,就可以让H<sub>c</sub>变化<sup>[28-31]</sup>. H<sub>c</sub>大,可以提高针尖的磁稳定性,有利于得到细节更清晰的图像,提高分辨能力. 但H<sub>c</sub>过大又会给使用前对针尖进行磁化带来难度. 所以,H<sub>c</sub>也不是越大越好. FePt与Si接触会产生表层扩散,对制作MFM针尖不利. 加入隔离层,可以通过控制热处理温度改变矫顽力.

从结构分析可知,因为要经历高温过程,在Si母材上获得硬磁性的L1<sub>0</sub>-FePt薄膜,隔离层是必要的. 图1(a)–(c)三种情况中FePt(200)峰的强度都远比FePt(220)峰弱,所以面内磁化曲线应主要由FePt(110)贡献.

图2是这些样品的磁化曲线,图2(a)–(c)分别为FePt(50 nm)薄膜生长在Si(100), Si/MgO和Si/SiO<sub>2</sub>上的情况,用空心圆和实心圆分别表示外磁场沿平行于膜面和垂直于膜面的方向施加. 热处理后,三种情况的磁化易轴确实都保持在面内方向,主要由(110)取向的FePt贡献. 根据图2确定的面内H<sub>c</sub>见表1. 可以看出,隔离层的作用相当明显.

表1 FePt (50 nm) 薄膜的H<sub>c</sub>  
Table 1. H<sub>c</sub> of FePt (50 nm) films.

T <sub>a</sub> /°C	基片		
	Si(100)	Si(100)/MgO	Si(100)/SiO <sub>2</sub>
400	1.5	2.3	5.7
500	2.4	10.7	10.5
600	5.1	12.4	11.8
700	—	—	12.0
800	—	—	15.0

在Si(100)基片上直接生长FePt(图2(a)),不经过热处理(T<sub>a</sub> = 400 °C),面内磁化曲线在磁场为零附近快速上升到饱和,H<sub>c</sub> = 1.5 kOe. 而垂直磁化曲线的变化要缓慢得多,最终与面内磁化曲线在高磁场段重合. 这是软磁性薄膜受到形状

各向异性影响的磁化特征,说明FePt还没有发生A1→L1<sub>0</sub>转变. T<sub>a</sub> = 500 °C,除了H<sub>c</sub>有所增大(2.4 kOe),曲线形状没有太大变化. T<sub>a</sub> = 600 °C,面内曲线和垂直曲线在高场段不再重合,H<sub>c</sub>达到最大值(5.1 kOe),说明FePt开始转变为L1<sub>0</sub>相. T<sub>a</sub> = 700 °C,磁化曲线已经没法测量,面内曲线和垂直曲线都经过原点,已经带有顺磁性特征. Si/FePt界面被破坏,导致FePt的磁性发生改变. 所以,在Si(100)基片上直接生长FePt,界面容易发生扩散,热处理温度不能超过600 °C,H<sub>c</sub>提高到5 kOe左右是极限.

在Si(100)/MgO上生长FePt(图2(b)),不经过热处理,H<sub>c</sub>比图2(a)的大了50%(2.3 kOe),但根据图1(b),薄膜同样处于A1相,这是MgO隔离层阻断了Si↔FePt扩散的结果<sup>[32,33]</sup>. T<sub>a</sub> = 500 °C,H<sub>c</sub>猛然增大到10.7 kOe,表明A1→L1<sub>0</sub>转变已经不能忽略,同时也表明MgO阻断扩散的效果相当显著. T<sub>a</sub> = 600 °C,H<sub>c</sub>进一步提高到12.4 kOe,是由于在MgO阻断扩散的基础上,FePt的A1→L1<sub>0</sub>转变更彻底. 不过,和图2(a)一样,磁化曲线在T<sub>a</sub> = 700 °C同样不可测,是MgO与Si基片的晶格类型和晶格常数相差都大,而且热膨胀系数差别巨大,使得MgO隔离层因界面应力会在高温发生脆裂造成. 因此,MgO可以作为Si的隔离层,能显著提高H<sub>c</sub>,但热处理温度不宜超过600 °C.

在Si(100)/SiO<sub>2</sub>上生长FePt(图2(c)),不经过热处理,H<sub>c</sub>(5.7 kOe)就已经超过图2(a)在T<sub>a</sub> = 600 °C才能出现的最大值. 这一方面说明隔离层确实重要,另一方面,根据图1(c),XRD谱中已经出现FePt(110)峰,而图1(a)和图1(b)中连FePt(220)峰都不明显,说明FePt已经开始发生A1→L1<sub>0</sub>转变,但不代表转变已经完成. 因为在T<sub>a</sub> = 500 °C,H<sub>c</sub>还要差不多倍增,达到10.5 kOe,与图2(b)相同热处理条件的结果相当. 加入MgO和SiO<sub>2</sub>两种隔层,H<sub>c</sub>显著的变化都发生在T<sub>a</sub> = 500 °C,而在Si(100)上直接生长FePt,则由于界面扩散,FePt层内受到的应力被部分消解,界面效应减弱,所以发生显著A1→L1<sub>0</sub>转变的温度要达到600 °C. 接下来,图2(c)的H<sub>c</sub>在T<sub>a</sub> = 600和700 °C还有小幅提高,分别为11.8和12.0 kOe. 需要注意的是,在Si(100)/SiO<sub>2</sub>上生长FePt,温度即使高到800 °C,XRD谱(见图1(c))和磁化曲线也

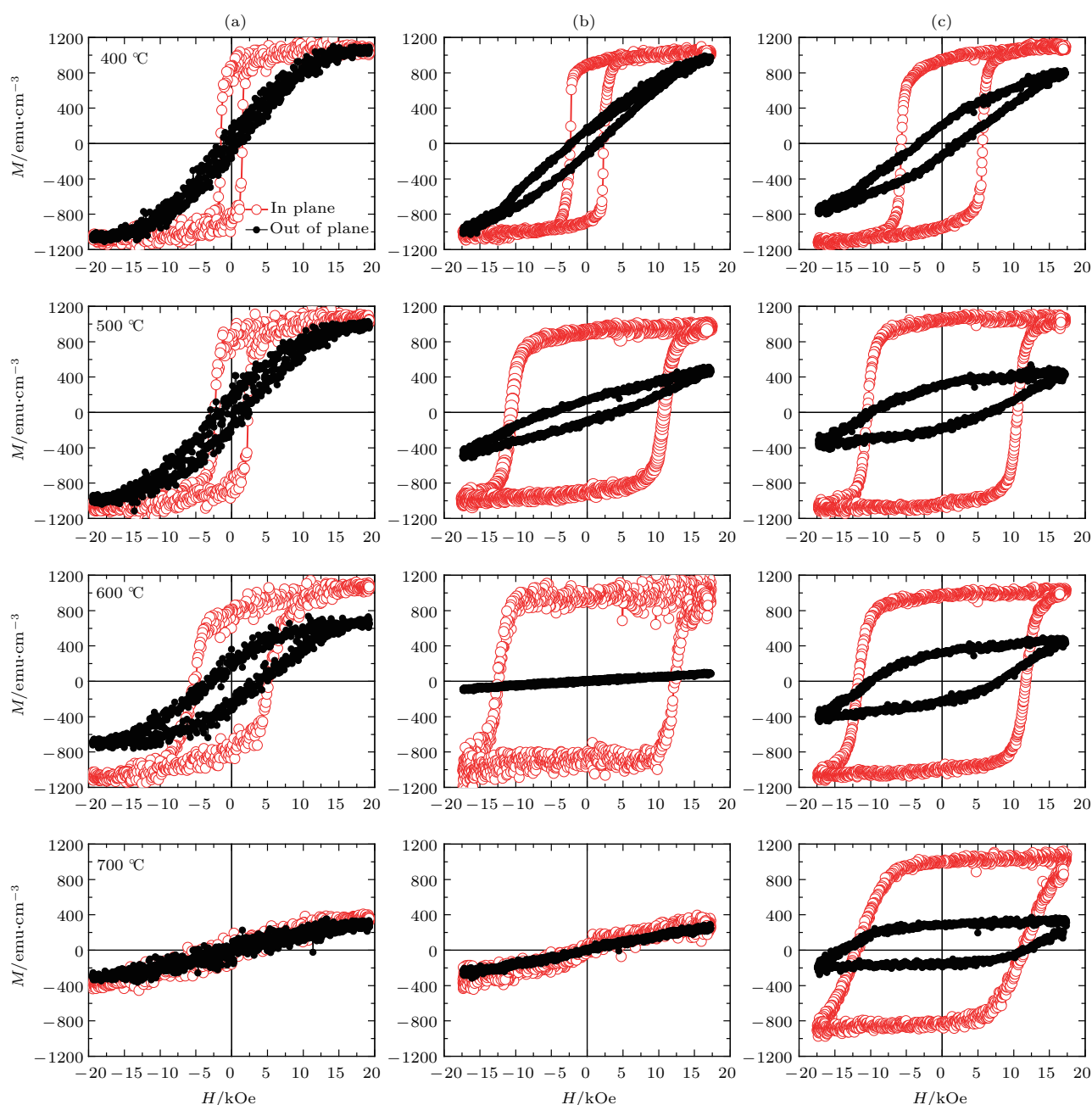


图2 FePt (50 nm) 薄膜经过热处理前后的磁化曲线, 空心圆和实心圆分别代表外磁场沿平行于膜面和垂直于膜面的方向施加 (a) 生长在 Si(100) 上; (b) 生长在 Si/MgO 上; (c) 生长在 Si/SiO<sub>2</sub> 上

Fig. 2. Magnetization curves of annealed FePt (50 nm) deposited on different isolation layers, with hollowed and filled circles to indicate in-plane and out-of-plane magnetic fields: (a) Directly on Si(100) substrate; (b) on Si(100)/MgO; (c) on Si(100)/SiO<sub>2</sub>.

没有出现图 1(a) 和图 1(b) 以及图 2(a) 和图 2(b) 在  $T_a = 700\text{ }^\circ\text{C}$  时不可测量的情况, 且  $H_c$  达到约 15 kOe (因设备能够提供的最大磁场不足,  $H_c$  只能根据磁化强度的变化趋势估读, 因此文中未给出此不完整的磁化曲线). 这说明, 用 SiO<sub>2</sub> 做隔离层, 比用 MgO 能承受更高的热处理温度而不引起 Si 表层发生破坏或变质. 最可能的原因在于晶格匹配程度和线膨胀系数有差异.

### 3.2 在 SiO<sub>2</sub> 隔离层上生长不同厚度 FePt 薄膜的结构与磁性对比

用 SiO<sub>2</sub> 做隔离层, Si(100) 基片表层更不易发生破坏或变质,  $T_a$  从 500 °C 到 700 °C,  $H_c$  变化不大. 因此, 接下来用 SiO<sub>2</sub> 做隔离层, 在其上生长不同厚度 ( $x$  nm) 的 FePt, 热处理温度都选定为 600 °C, 分析磁性薄膜的厚度效应, 更全面地评

价用来制作MFM针尖的合适条件. 其XRD谱见图3, 可以看出, 膜厚从10 nm增到50 nm, XRD谱都一样. 除了FePt(110)峰, 还能看到FePt(330)峰, 更清楚地表明FePt薄膜已经转变为L1<sub>0</sub>相. 从图1和图3都没有看到来自于隔离层的衍射峰, 可能是因为MgO和SiO<sub>2</sub>的晶粒太小, 又没有形成取向生长, 不足以形成强度超出背景噪声的衍射信号.

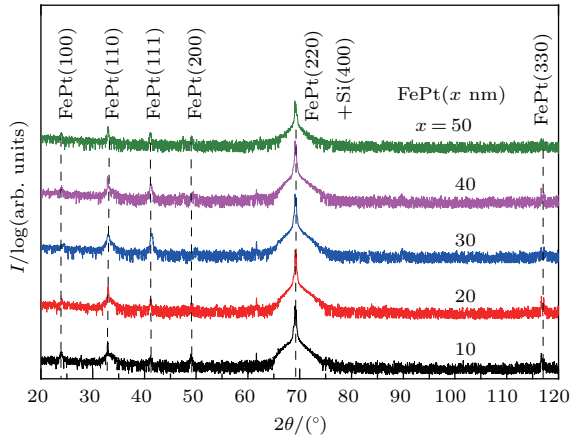


图3 Si(100)/SiO<sub>2</sub>上生长FePt (*x* nm)薄膜在600 °C热处理后的XRD图谱 (*x* = 10, 20, 30, 40, 50)  
Fig. 3. XRD spectra of annealed (at 600 °C) FePt (*x* nm) deposited on Si(100) /SiO<sub>2</sub>, (*x* = 10, 20, 30, 40, 50).

图4是*x* (nm) = 20 (图4(a)), 30 (图4(b)), 40 (图4(c))的磁化曲线. 受测量设备精度限制, *x* = 10的磁化曲线噪声较大, 文中没有给出, 但可以看出其对应的*H<sub>c</sub>*比*x* = 20的大. 与图2(c)相比, 这些曲线的形状没有大的差异. 根据曲线确定面内矫顽力, 结果见表2. 对比图4和表2可知, 当*x* ≥ 30, *H<sub>c</sub>*没有明显变化 (*x* = 30, 40和50的*H<sub>c</sub>*分别为11.6, 11.8和11.8 kOe). 但*x* ≤ 20, *H<sub>c</sub>*要突然变大1 kOe以上 (*x* = 20时为12.6 kOe). 这应该是FePt层的覆盖率变得不足100%, FePt膜开始分散造成的. 即如果用于制作MFM针尖, 要保证磁性涂层完全覆盖隔离层, FePt层的厚度不宜低于20 nm.

表2 Si/SiO<sub>2</sub>上生长FePt (*x* nm)薄膜的*H<sub>c</sub>* (*T<sub>a</sub>* = 600 °C)  
Table 2. *H<sub>c</sub>* of FePt (*x* nm) films deposited on Si/SiO<sub>2</sub> at *T<sub>a</sub>* = 600 °C.

	<i>x</i> /nm			
	20	30	40	50
<i>H<sub>c</sub></i> /kOe	12.6	11.6	11.8	11.8

MFM针尖在使用前要经过磁化, 磁场通常沿平行于针尖轴线的方向施加. 制作MFM针尖时,

磁性物质涂覆在针尖侧壁上, 可以正对针尖溅射(磁性物质包裹针尖)也可以从侧面斜向溅射(磁性物质只出现在针尖的一侧), 都是尖端最细处的漏磁场最强, 以此当作试探磁极. 所以, 磁化针尖时磁场是沿着磁性涂层的的面内方向施加的. 本研究

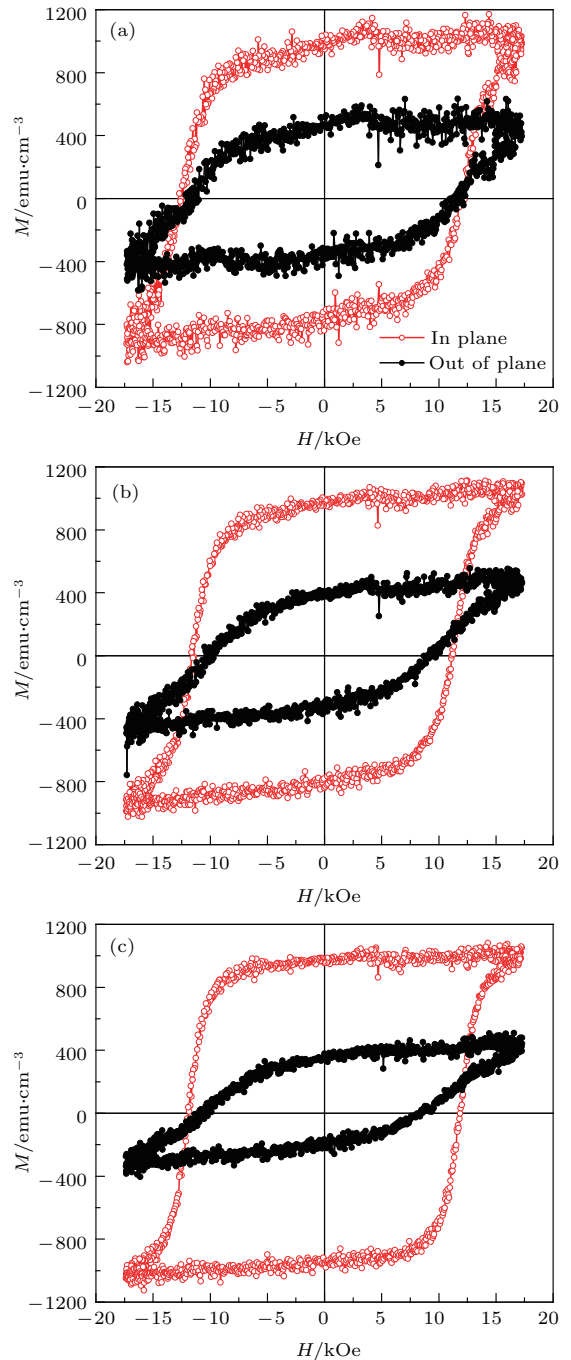


图4 Si(100) /SiO<sub>2</sub>上生长FePt (*x* nm)薄膜在600 °C热处理后的磁化曲线 (a) *x* = 20; (b) *x* = 30; (c) *x* = 40  
Fig. 4. Magnetization curves of annealed (at 600 °C) FePt (*x* nm) deposited on Si(100) /SiO<sub>2</sub>: (a) *x* = 20; (b) *x* = 30; (c) *x* = 40.

以MgO和SiO<sub>2</sub>作为隔离层, FePt出现面内磁晶各向异性, 正好适合于制作MFM针尖. 热处理温度为500 °C,  $H_c$ 即可达到10 kOe. 相比而言, 用SiO<sub>2</sub>作为隔离层,  $H_c$ 有更大的调控空间.

## 4 结 论

提高Si基片上L1<sub>0</sub>相FePt薄膜的矫顽力, 必须使用隔离层来阻止Si和FePt间的扩散. 厚度为50 nm的FePt薄膜, 如果与Si基片直接接触, 热处理温度不能超过600 °C, 矫顽力最大只有5.1 kOe. 用MgO做隔离层, 矫顽力最大可以达到12.4 kOe, 但因隔离层的晶格类型、晶格常数和热膨胀系数都与Si基片相差大而容易碎裂, 最高热处理温度也不能超过600 °C. 用SiO<sub>2</sub>做隔离层, 最高热处理温度可以超过800 °C, 最大矫顽力达15 kOe. 两种隔离层都能使矫顽力在处理温度为500 °C时达到10 kOe, 可用于制作L1<sub>0</sub>-FePt型Si母材MFM针尖. 但SiO<sub>2</sub>能够让矫顽力在更大范围调控. 用L1<sub>0</sub>-FePt作为MFM针尖的磁性涂层, 在使用隔离层的前提下, 要想保持FePt层连续, 厚度不宜低于20 nm.

## 参考文献

- [1] Weller D, Mcdaniel T 2006 *Advanced Magnetic Nanostructures-Media for Extremely High Density Recording* (Boston MA: Springer) pp295-324
- [2] Suzuki T, Honda N, Ouchi K 1999 *J. Appl. Phys.* **85** 4301
- [3] Moser A, Takano K, Margulies D T, Albrecht M, Sonobe Y, Ikeda Y, Sun S, Fullerton E E 2002 *J. Phys. D: Appl. Phys.* **35** R157
- [4] Piramanayagam S N, Srinivasan K 2009 *J. Magn. Magn. Mater.* **321** 485
- [5] Coffey K R, Parker M A, Howard J K 1995 *IEEE Trans. Magn.* **31** 2737
- [6] Gibson G A, Schultz S 1993 *J. Appl. Phys.* **73** 4516
- [7] Martin Y, Wickramasinghe H K 1987 *Appl. Phys. Lett.* **50** 1455
- [8] Sáenz J J, Garcia N, Grütter P, Meyer E, Heinzelmann H, Wiesendanger R, Rosenthaler L, Hidber H R, Güntherodt H J 1987 *J. Appl. Phys.* **62** 4293
- [9] Rugar D, Mamin H J, Guethner P, Lambert S E, Stern J E, McFadyen I, Yogi T 1990 *J. Appl. Phys.* **68** 1169
- [10] Saito H, Miyazaki K, Ishio S 2002 *J. Magn. Magn. Mater.* **240** 73
- [11] Saito H, Sunahara R, Rheem Y, Ishio S 2005 *IEEE Trans. Magn.* **41** 4394
- [12] Phillips G N, Siekman M, Abelmann L, Lodder J C 2002 *Appl. Phys. Lett.* **81** 865
- [13] Babcock K, Elings V, Dugas M, Loper S 1994 *IEEE Trans. Magn.* **30** 4503
- [14] Amos N, Lavrenov A, Fernandez R, Ikkawi R, Litvinov D, Khizroev S 2009 *J. Appl. Phys.* **105** 07D526
- [15] Amos N, Ikkawi R, Haddon R, Litvinov D, Khizroev S 2008 *Appl. Phys. Lett.* **93** 203116
- [16] Zhang Y, Wan J, Skumryev V, Stoyanov S, Huang Y, Hadjipanayis G C, Weller D 2004 *Appl. Phys. Lett.* **85** 5343
- [17] Luo C P, Liou S H, Gao L, Liu Y, Sellmyer D J 2000 *Appl. Phys. Lett.* **77** 2225
- [18] Breitling A, Goll D 2008 *J. Magn. Magn. Mater.* **320** 1449
- [19] Bauer U, Przybylski M, Kirschner J, Beach G S 2012 *Nano Lett.* **12** 1437
- [20] Seki T, Shima T, Takanashi K, Takahashi Y, Matsubara E, Hono K 2003 *Appl. Phys. Lett.* **82** 2461
- [21] Sun A C, Kuo P C, Chen S C, Chou C Y, Huang H L, Hsu J H 2004 *J. Appl. Phys.* **95** 7264
- [22] Takahashi Y K, Koyama T, Ohnuma M, Ohkubo T, Hono K 2004 *J. Appl. Phys.* **95** 2690
- [23] Kuo C M, Kuo P C, Wu H C, Yao Y D, Lin C H 1999 *J. Appl. Phys.* **85** 4886
- [24] Yan M L, Powers N, Sellmyer D J 2003 *J. Appl. Phys.* **93** 8292
- [25] Li G Q, Takahashi H, Ito H, Saito H, Ishio S, Shima T, Takanashi K 2003 *J. Appl. Phys.* **94** 5672
- [26] Speliotis T, Varvaro G, Testa A M, Giannopoulos G, Agostinelli E, Li W, Hadjipanayis G, Niarchos D 2015 *Appl. Surf. Sci.* **337** 118
- [27] Rasmussen P, Rui X, Shield J E 2005 *Appl. Phys. Lett.* **86** 191915
- [28] Suzuki T, Yanase S, Honda N, Ouchi K 1999 *J. Magn. Soc. Jpn.* **23** 957
- [29] Li G Q, Zhu Y Y, Zhang Y, Zhao H J, Zeng D F, Li Y H, Lu W 2015 *Appl. Phys. Lett.* **106** 082404
- [30] Li Y H, Zeng D F, Zhao H J, Du B, Wei J, Yoshimura S, Li G Q 2015 *IEEE Trans. Magn.* **51** 4800503
- [31] Kaushik N, Sharma P, Tanaka S, Makino A, Esashi M 2015 *Acta Phys. Pol. A* **127** 611
- [32] Makuta H, Iwama H, Shima T, Doi M 2017 *Jpn. J. Appl. Phys.* **56** 055504
- [33] Schilling M, Ziemann P, Zhang Z, Biskupek J, Kaiser U, Wiedwald U 2016 *Beilstein J. Nanotech.* **7** 591



# Effects of oxide isolation layer on magnetic properties of L1<sub>0</sub> FePt film grown on Si substrate\*

Li Dan Li Guo-Qing<sup>†</sup>

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

( Received 5 March 2018; revised manuscript received 13 April 2018 )

## Abstract

Magnetic force microscope (MFM) is a powerful tool to subtly detect the stray field distribution of magnetic film or particles on a sub-micrometer scale. Due to its huge uniaxial magnetocrystalline anisotropy ( $K_u \sim 7 \times 10^7 \text{ erg} \cdot \text{cm}^{-3}$ ) and high Currie temperature ( $T_C \sim 500 \text{ }^\circ\text{C}$ ), FePt alloy in an L1<sub>0</sub> phase is expected to be coated on the MFM tip to display high coercive force ( $H_c$ ) and to improve the magnetic stability and MFM resolution. A grain size of  $\sim 3 \text{ nm}$  will be enough to overcome the super paramagnetism. However, the growing fresh FePt films must experience a high temperature annealing (exceeding  $700 \text{ }^\circ\text{C}$ ) in order to transform their structures thoroughly from a soft A1 phase into the desired hard L1<sub>0</sub> phase. This brings the risk of diffusion between FePt coating layer and the underneath Si cantilever. Several admixtures have been attempted by other researchers to obtain granular films with FePt grains separated by oxides, with the purpose to prevent the diffusion from happening between FePt and Si. But apparently, it will be very difficult to fabricate a separated FePt grain exactly on the top of MFM tip. This is a critical factor to affect the MFM resolution. And discussion about the influence of the interface diffusion is avoided in most of published papers. Alternatively, some oxide isolation layers with higher melting temperature can be useful for separating the top FePt film from the bottom Si crystal. In this paper, MgO and SiO<sub>2</sub> are selected as isolation layers, deposited by magnetron sputtering. Subsequently, the FePt films are deposited at  $400 \text{ }^\circ\text{C}$  and annealed at different temperatures ( $500 \text{ }^\circ\text{C}$  to  $800 \text{ }^\circ\text{C}$ ) for 2 h. The experimental results indicate that the diffusion between FePt and Si substrate always occurs in the absence of any isolation layer, leading to a reluctant maximum  $H_c$  of  $\sim 5 \text{ kOe}$  for 50 nm FePt film. However, the coercive force could remarkably exceed 10 kOe if an isolation layer is used. In the case of MgO, a maximum  $H_c$  of  $\sim 12.4 \text{ kOe}$  for 50 nm FePt could be stably measured. However, the annealing temperature must be lower than  $600 \text{ }^\circ\text{C}$  to hold back the occurrence of brittle cracks in isolation layer. Because of the smaller lattice mismatch and expansion coefficient difference between SiO<sub>2</sub> isolation layer and Si substrate, the highest annealing temperature could exceed  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  when replacing MgO with SiO<sub>2</sub>. The  $H_c$  of FePt film could be adjusted in a range from  $\sim 5 \text{ kOe}$  to  $\sim 15 \text{ kOe}$  by changing the annealing temperature. These findings greatly benefit the fabrication of FePt-based MFM tips with high  $H_c$ . And it is expected to be able to effectively enhance the resolution of MFM image.

**Keywords:** FePt film, Si substrate, oxide isolation layer, annealing

**PACS:** 75.30.Gw, 75.50.Bb, 75.50.Vv, 75.70.Ak

**DOI:** 10.7498/aps.67.20180387

\* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 51071132).

<sup>†</sup> Corresponding author. E-mail: [gqli@swu.edu.cn](mailto:gqli@swu.edu.cn)