

# Co/W 双层膜的结构和磁各向异性研究\*

吴小山<sup>1;1)</sup> 张爱梅<sup>1</sup> 游彪<sup>1</sup> 胡安<sup>1</sup> 吴忠华<sup>2</sup>

1 (南京大学固体微结构物理国家重点实验室 南京大学物理系 南京 210093)

2 (中国科学院高能物理研究所同步辐射实验室 北京 100049)

**摘要** 用直流磁控溅射的方法制备了 3 个系列含有不同厚度的 Co/W 的双层膜. 用铁磁共振和振动样品磁强计测量了 Co/W 双层膜的磁学性质. 用镜面 X 射线反射和高角 X 射线衍射表征了样品的结构. Co 层的饱和磁化强度随厚度的增加而增大但比六角结构块材 Co 的饱和磁化强度小. 大的界面粗糙度和核磁共振宽度表明 Co/W 薄膜中不均匀的 Co/W 层.

**关键词** Co/W 双层膜 磁各向异性 X 射线反射

## 1 引言

合理结构的磁性薄膜或多层膜能使传统的磁性材料适用于高密度的磁记录<sup>[1, 2]</sup>. 垂直磁记录材料必须具有大的垂直磁各向异性. Co 合金的薄膜或磁性多层膜就具有很大的垂直磁各向异性. 薄膜和磁性多层膜的磁性质强烈依赖于它们的结构和组成, 这已成为近几十年来研究的热点<sup>[3]</sup>. 磁各向异性直接受到结构和形貌的影响<sup>[4, 5]</sup>, 以及磁弹性耦合所导致的应力的影响<sup>[6-9]</sup>. 多层膜的磁性质强烈依赖于结构和组成, 而结构和组成又受生长条件的影响. 例如, 相邻层间的扩散程度决定了薄膜中 Co 对磁性质的贡献大小以及各层的晶体织构. 结合表面磁各向异性就可以决定整个多层膜的磁各向异性. 为了能够制备出具有应用价值的磁性质的薄膜, 必须确定薄膜结构和磁性质之间的关系.

磁性/非磁性双层膜不仅能够改变系统的磁性质, 还可以组成各种多层膜和超晶格. 很多磁性/过渡金属薄膜间的反铁磁耦合显示出随中间层厚度振荡的特点<sup>[10]</sup>. 在 Co/W 磁性多层膜中, 尽管反铁磁耦合的振荡周期为 10Å, 只能观察到第 1 个反铁磁耦合峰<sup>[11]</sup>, 对 Co 层很薄的 Co/W 系统的磁性强烈依赖于样品的结构(比如层厚, 应力, 衬底取向和表面粗糙度等)<sup>[9-16]</sup>. 在本文中, 我们用 X 射线来测量 Co/W 双层膜的结构, 用铁磁共振的方法来测量它的磁各向异性.

## 2 实验

实验所用的 Co/W 双层膜样品是在室温下在玻璃衬底上采用直流和射频磁控溅射制备的<sup>[17, 18]</sup>. 实验的背底真空度为  $5 \times 10^{-4}$  Pa, 溅射气压为 1.0 Pa. Co 层和衬底间没有缓冲层. Co 层 ( $20\text{Å} \leq t_{\text{Co}} \leq 500\text{Å}$ ) 和 W 层 ( $28\text{Å} \leq t_{\text{W}} \leq 700\text{Å}$ ) 的溅射速率分别为  $2\text{Å/s}$  和  $2.8\text{Å/s}$ . 实验共制备了 3 个系列的样品: 第 1 个系列样品 (Co-I) Co 和 W 的溅射时间相同, 它们的厚度关系为  $t_{\text{W}} \approx 1.4t_{\text{Co}}$ ; 第 2 个系列样品 (Co-II) Co 的厚度相同,  $t_{\text{Co}} = 50\text{Å}$ , W 层的厚度在 56Å 到 280Å 之间变化; 第 3 个系列样品 (Co-III) W 的厚度相同  $t_{\text{W}} = 140\text{Å}$ , Co 的厚度在 40Å 到 200Å 之间变化. 所有样品都用 W 作为覆盖层. X 射线衍射是在北京同步辐射衍射/散射实验站上完成的, 用小角 X 射线镜面反射来测量各层的实际厚度, 用高角 X 射线衍射来探测样品结构. 磁测量是在室温下用振动样品磁强计完成的. 铁磁共振是选择工作频率为 9780 Hz 的电子顺磁共振波谱仪上完成的.

## 3 结果和讨论

图 1 给出了样品 Co(50Å)/W(70Å) 的镜面反射和拟合曲线. REFS4.0 软件包(英国 Bede 公司)通过遗传

\* 国家自然科学基金(90201039, 10474031)和教育部博士点基金(20020284029)资助

1) E-mail: xswu@nju.edu.cn

算法进行迭代可以对样品的厚度  $t$ , 界面和表面平均粗糙度 ( $\sigma^2$ ) 以及各层材料的密度  $\rho$  进行拟合<sup>[19]</sup>. 结构模型可以从实验室<sup>[20]</sup>或者同步辐射 X 射线反射的数据中获得<sup>[21]</sup>. 对 Co/W 的拟合结果列于表 1. 从表 1 我们可以看出, 除了  $t_{Co} < 50\text{\AA}$  的样品, 其他样品各层的拟合厚度和实验设计厚度在 5% 范围内是吻合的. 为了使拟合曲线和实验曲线更加吻合, 我们假设在每块样品的表面存在一层氧化物  $WO_3$ . 对第 1 系列的样品, 除了  $t_{Co} = 500\text{\AA}$  的样品表面的  $WO_3$  的厚度为  $18\text{\AA}$ , 这可能是由于  $WO_3$  表面的粗糙度较大(表 1), 大的粗糙度可能导致被氧化 W 的量增大, 所以  $WO_3$  层较厚, 其他样品表面的  $WO_3$  厚度约为  $3\text{--}10\text{\AA}$ . 但拟合得到的  $WO_3$  的密度比块材  $WO_3$  小很多, 这可能是由于表面的 W 并未完全被氧化或者表面不完整. X 射线反射只对于膜内和界面的电子密度敏感, 所以拟合得到的 Co 的界面粗糙度包含了化学粗糙度 (Co 和 W 的扩散) 和高低起伏粗糙度 (真实粗糙度). Co 和 W 在界面处的扩散将在界面形成 Co 和 W 的质量密度梯度, 甚至形成二者的固熔物或合金. 我们注意到 Co 和 W 界面的粗糙度比衬底表面的粗糙度 (一般为  $5\text{--}7\text{\AA}$ , 干净的玻璃衬底表面粗糙度约为  $3\text{--}4\text{\AA}$ ) 大的多. 我们认为 Co/W 界面的粗糙度是由于高低起伏和二者的互扩散造成的. 可以用 Miedema 模型来计算 W-Co 二元系统的生成热. 对各种组成, W-Co 系统的生成热都是负值. Co 和 W 负的生成热表明界面处 Co 和 W 是可以互溶的, 而 Co 和 W 的互扩散降低了界面能. Co/W 界面处的原子密度梯度导致界面处的化学粗糙度.

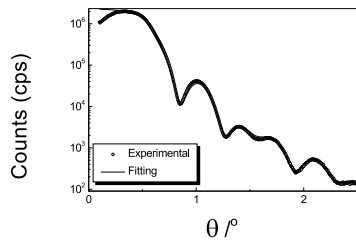


图 1 X 射线镜面反射曲线的实验和拟合曲线

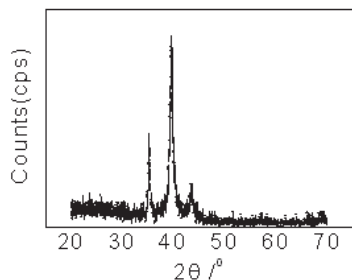


图 2 Co(500Å)/W(700Å) 的 XRD 谱线

从 X 射线反射的拟合结果(表 1), 我们看出, 较薄

层的拟合厚度相对实验设计厚度的偏离很明显. 考虑到界面的化学粗糙度, Co 层的有效厚度比设计厚度要小. 界面处 Co-W 的固熔物可能是非磁的或弱磁性. 因此 Co/W 多层膜中 Co 的层间耦合是很难控制的, 这就是为什么看不到 Co/W 多层膜的磁电阻振荡效应.

表 1 X 射线的拟合参数: 厚度  $t$ 、粗糙度  $\sigma$

Co-I: Co( $t$ )/W(1.4 $t$ )								
$t/\text{\AA}$	20	30	40	50	80	100	200	500
$t_{Co}/\text{\AA}$	15.4	26	36	45	80	102	196	501
$\sigma_{Co}/\text{\AA}$	9.2	10.3	11.1	9.9	8.6	11.4	15.6	11.6
$t_W/\text{\AA}$	18.1	28	46	71	122	149	275	696
$\sigma_W/\text{\AA}$	11.3	10.2	12.4	5.4	1.0	5.4	7.8	6.1
$t_{WO_3}/\text{\AA}$	5.9	5.7	2.6	4.0	5.8	6.9	10.7	18.2
$\sigma_{WO_3}/\text{\AA}$	4.4	4.7	2.8	3.7	3.9	3.9	3.1	5.4
Co-II: Co(50Å)/W( $t$ )								
$t/\text{\AA}$	56	84	112	140	210	280		
$t_{Co}/\text{\AA}$	43	46	45	41	52	49		
$\sigma_{Co}/\text{\AA}$	11.4	11.0	8.8	9.7	10.0	13.2		
$t_W/\text{\AA}$	52	81	108	147	192	297		
$\sigma_W/\text{\AA}$	6.7	5.4	7.6	4.9	6.2	5.9		
$T_{WO_3}/\text{\AA}$	5.2	4.7	3.5	3.2	6.8	8.6		
$\sigma_{WO_3}/\text{\AA}$	4.1	3.4	3.7	3.9	2.9	1.9		
Co-III: Co( $t$ )/W(140Å)								
$t/\text{\AA}$	40	60	80	150	200			
$t_{Co}/\text{\AA}$	29	50	76	146	199			
$\sigma_{Co}/\text{\AA}$	9.8	10.5	11.4	13.2	11.8			
$t_W/\text{\AA}$	160	145	143	153	148			
$\sigma_W/\text{\AA}$	6.4	7.8	5.2	6.3	5.5			
$T_{WO_3}/\text{\AA}$	5.6	3.7	4.6	6.2	5.0			
$\sigma_{WO_3}/\text{\AA}$	5.0	5.2	2.7	4.2	3.0			

图 2 给出了样品 Co(500Å)/W(700Å) 的 XRD 谱线. 从块材 W(110) 衍射峰的位置  $2\theta \sim 40.26^\circ$ , 可以得到 W(110) 的衍射峰在  $2\theta \sim 40^\circ$ . 谱线中没有出现其它衍射峰说明 W 是 (110) 取向的. 图 2 中出现 Co 的 (100) 峰 ( $2\theta \sim 35.8^\circ$ ) 和 (002) 峰 ( $2\theta \sim 43.8^\circ$ ), 二者的强度比约为 2, 这表明 Co 层具有很好的 (100) 结构.

用 VSM 测得室温下每个样品的 Co/W 饱和磁化强度  $M_s$  (单位体积 Co 薄膜的磁矩).  $M_s$  和  $t_w$  或者  $t_{Co}$  之间的关系曲线示于图 3. 所有的样品在面内都有一个易磁化轴. 样品 I (Co-I) 的饱和磁化强度小于块材 Co 的饱和磁化强度 (约为  $1424\text{Oe}$ ), 而且随 Co 和 W 厚度的增加而增大. 样品 II (Co-II) 的饱和磁化强度随覆盖层 W 的厚度增加而减小. 样品 III (Co-III) 的饱和磁化强度随 Co 厚度的增加而增大. Co 薄膜中的杂质和应变都将影响其磁畴结构从而降低饱和磁化强度<sup>[9]</sup>.  $M_s$  随 Co 层厚度增大而增大表明 Co 薄膜中存在由于杂质而导致的  $M_s$  的降低和界面的扩散, 这是由于随 Co 层厚度增大, 体效应增强, 杂质的影响相对减

小. Co 的饱和磁化强度随覆盖层 W 的厚度增加而减小可能是由于 Co 和 W 间的晶格失配所造成的, 也可能是 Co 层相对厚度变小所致. 随覆盖层 W 厚度的增加, Co 薄膜中的弹性增加, Co 的晶格应变增加<sup>[9]</sup>. 从 X 射线衍射的拟合结果看出, 见表 1, 含较薄 Co 层样品的界面粗糙度和拟合厚度的比值远大于较厚 Co 层样品的粗糙度和厚度的比值, 可以估计出 Co 膜中的缺陷情况.

图 4 表示出外磁场在膜面内和垂直于膜面两种情况下  $t_{\text{Co}} = 20\text{\AA}$  和  $40\text{\AA}$  的 Co-I 样品的 FMR 谱. 从图可见, 较薄的膜共振峰较宽. 宽的共振峰表明较薄的膜中缺陷较多. 这个结论和上面的 X 射线衍射的结果一致.

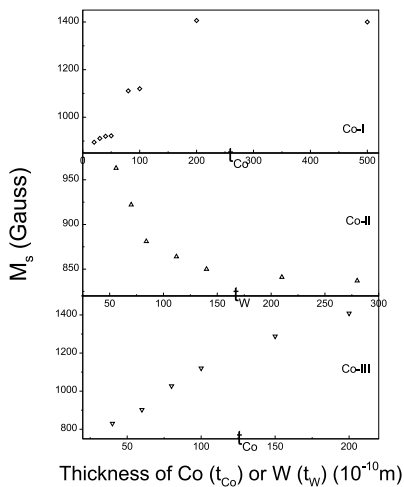


图 3  $M_s$  和  $t_w$  或者  $t_{\text{Co}}$  之间的关系曲线

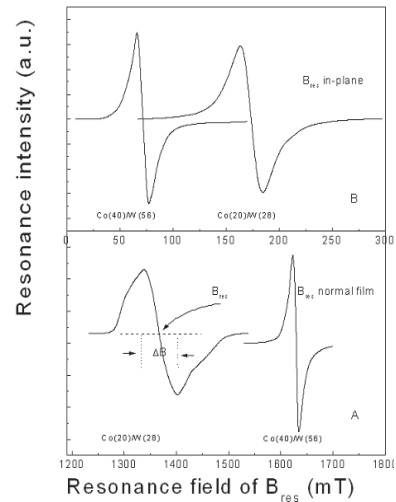


图 4 外磁场在膜面内和垂直于膜面两种情况下  $t_{\text{Co}} = 20\text{\AA}$  和  $40\text{\AA}$  的 Co-I 样品的 FMR 谱

## 4 结论

利用磁控溅射的方法, 通过改变 Co 或/和 W 的厚度, 我们制备了 3 个系列的 Co/W 双层膜样品. 用高角 X 射线衍射的方法测得了六角结构 Co(100) 的晶格常数. VSM 的测量结果表明饱和磁化强度和磁各向异性随 Co 或/和 W 层厚度的变化而变化, 这可能和薄膜的质量, 界面粗糙度以及晶格失配有关. 所有样品的 X 射线反射和衍射结果表征了样品的结构并解释了 Co/W 双层膜的磁性质.

## 参考文献(References)

- Stao N, Habu K, Oyama T. IEEE Trans. Magn. Mag., 1987, **23**(3-6): 2614
- Dirne F W A, Tolboom J A M, de Wit H J et al. J. Appl. Phys., 1989, **66**(8): 3626—3634
- Ultrathin Magnetic Structures, Edited by Bland J A C and Heinrich B. 1994, Vols. 1 and 2. Berlin: Springer-Verlag
- CHEN J, Erskine J. Phys. Rev. Lett., 1992, **68**(8): 1212—1215
- Berger A, Linke U, Oepen H P. Phys. Rev. Lett., 1992, **68**(6): 839—842
- Huang F, Kief M T, Mankey G J et al. Phys. Rev., 1994, **B49**(6): 3962—3971
- Wulfhchel W, Zavaliche F, Porrati F et al. Europhys. Lett., 2000, **49**(5): 651—657
- Sander D, Enders A, Kirschner J. J. Magn. Magn. Mater., 1999, **200**(1-3): 439—455
- Wulfhchel W, Gutjahr-Loser T, Zavaliche F et al. Phys. Rev., 2001, **B64**(14): 144422—144430
- PU F C, WANG Y J, SHANG C H. Aspects of Modern Magnetism, Singapore: World Scientific, 1995
- Parkin S S P. Phys. Rev. Lett., 1991, **67**(25): 3598—3601
- Ociepa J G, Schultz P J, Griffiths K et al. Surf. Sci., 1990, **225**(1-2): 281—291
- Garreau G, Farle M, Beaurepaire E et al. Phys. Rev., 1997, **B55**(1): 330—335
- Fritzsche H, Kohlhepp J, Gradmann U. Phys. Rev., 1995, **B51**(22): 15933—15941
- Spasova M, Wiedwald U, Ramchal R et al. Phys. Stat. Sol. (b) 2001, **225**(1-2): 449—457
- Ohkoshi M, Watanabe N, Tsushima K. J. Magn. Magn. Mater., 1992, **113**(1-3): 92
- WU X S, BIE Q S, LIN Z S et al. Mod. Phys. Lett., 1999, **B13**(9-10): 325—336
- JIANG S S, ZOU J, Cockayne J D et al. J. Appl. Phys., 1995, **77**(1): 167—171
- Wormington M, Pannactione C, Matney K M et al. Philos. Trans. R. Soc., 1999, **357**(1961): 2827—2848
- Tanner B K, Allwood D A, Mason N J. Mater. Sci. Eng., 2001, **B80**(1-3): 99—103

21 Hase T P A, Pape I, Tanner B K et al. Phys. Rev., 2000,

**B61**(6): R3792—R3795

## Structure and Magnetic Anisotropy Studies on Co/W Bilayers<sup>\*</sup>

WU Xiao-Shan<sup>1;1)</sup> ZHANG Ai-Mei<sup>1</sup> YOU Biao<sup>1</sup> HU An<sup>1</sup> WU Zhong-Hua<sup>2</sup>

<sup>1</sup> (Lab of Solid State Microstructures, Center for Advanced Studies in Science and Technology of Microstructures, Department of Physics, Nanjing University, Nanjing 210093, China)

<sup>2</sup> (BSRF, Institute of High Energy Physics, CAS, Beijing 100049, China)

**Abstract** Three sets of Co/W bilayers with varying Co and/or W layer thickness were prepared by d.c. magnetosputtering technique. The magnetic properties of Co/W bilayers have been investigated using ferromagnetic resonance (FMR) and vibrating sample magnetometer. Specular X-ray reflectivity and high angle X-ray diffraction were used to characterize the structure of the deposited samples. The saturation magnetization of Co increased with Co thickness but was smaller than that of bulk hcp Co. The larger interface roughness and FMR line-width for the thinner Co/W films indicate the inhomogeneity of Co and/or W layers.

**Key words** Co/W bilayers, magnetic anisotropy, X-ray reflectivity

---

<sup>\*</sup>Supported by NSFC (90201039, 10474031) and Special Doctoral Funding from Education Ministry Department of China (20020284029)

1) E-mail: xswu@nju.edu.cn