



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本 (11)證書號數：TW I474348 B

(45)公告日：中華民國 104 (2015) 年 02 月 21 日

(21)申請案號：102121345

(22)申請日：中華民國 102 (2013) 年 06 月 17 日

(51)Int. Cl. : H01F41/22 (2006.01)

(71)申請人：國立清華大學(中華民國) NATIONAL TSING HUA UNIVERSITY (TW)  
新竹市光復路 2 段 101 號

(72)發明人：賴志煌 LAI, CHIH HUANG (TW)；王良瑋 WANG, LIANG WEI (TW)；吳允中 WU, YUN CHUNG (TW)；施文傑 SHIH, WEN CHIEH (TW)

(74)代理人：高玉駿；楊祺雄

(56)參考文獻：

TW 201021032A

TW 201111532A

CN 101308667A

JP 2004-14013A

審查人員：王欽彥

申請專利範圍項數：10 項 圖式數：15 共 35 頁

(54)名稱

磁性合金的序化方法

METHOD FOR ORDERING THE MAGNETIC ALLOY

(57)摘要

一種磁性合金的序化方法包含：(a)提供熱吸收底層；(b)在熱吸收底層上形成熱阻障底層；(c)在熱阻障底層上形成含非序化合金的磁性層，非序化合金具第一、二金屬，第一金屬是 Fe、Co 或 Ni，第二金屬是 Pt 或 Pd；及(d)直接對熱吸收底層施予快速熱退火使熱吸收底層迅速吸收熱能並產生一增加的體積膨脹量，從而令磁性層因增加的體積膨脹量而具一平面拉伸應力，以使非序化合金藉該平面拉伸應力轉變成一序化相。非序化合金具有熔點  $T_m$ 。步驟(d)的升溫速率足以使序化相體積比率於一退火溫度  $T_a$  下在一預定時間達到 0.70 以上，且  $T_a \leq 0.45T_m$ 。

A method for ordering a magnetic alloy comprises the following steps of (a) providing a thermal absorption underlayer; (b) forming a thermal barrier underlayer on an upper surface of the thermal absorption underlayer; (c) forming a magnetic layer containing a disordered alloy which has a first metal of Fe, Co, or Ni, and a second metal of Pt or Pd; and (d) subjecting rapid thermal annealing (RTA) to the thermal absorption underlayer directly such that the thermal absorption layer simultaneously absorbs the thermal energy rapidly and produces an increased amount of volume expansion so as to make the magnetic layer has an in-plane tensile stress by the increased amount of volume expansion and make the disordered alloy contained in the magnetic layer transfer to an ordered phase by the in-plane tensile stress. The disordered alloy has a melting point of  $T_m$ , and the RTA step has a heating rate that is sufficient to make the volume ratio of the ordered phase of the disorder alloy be higher than 0.70 at an annealing temperature of  $T_a$  under a predetermined time, wherein  $T_a \leq 0.45T_m$ .

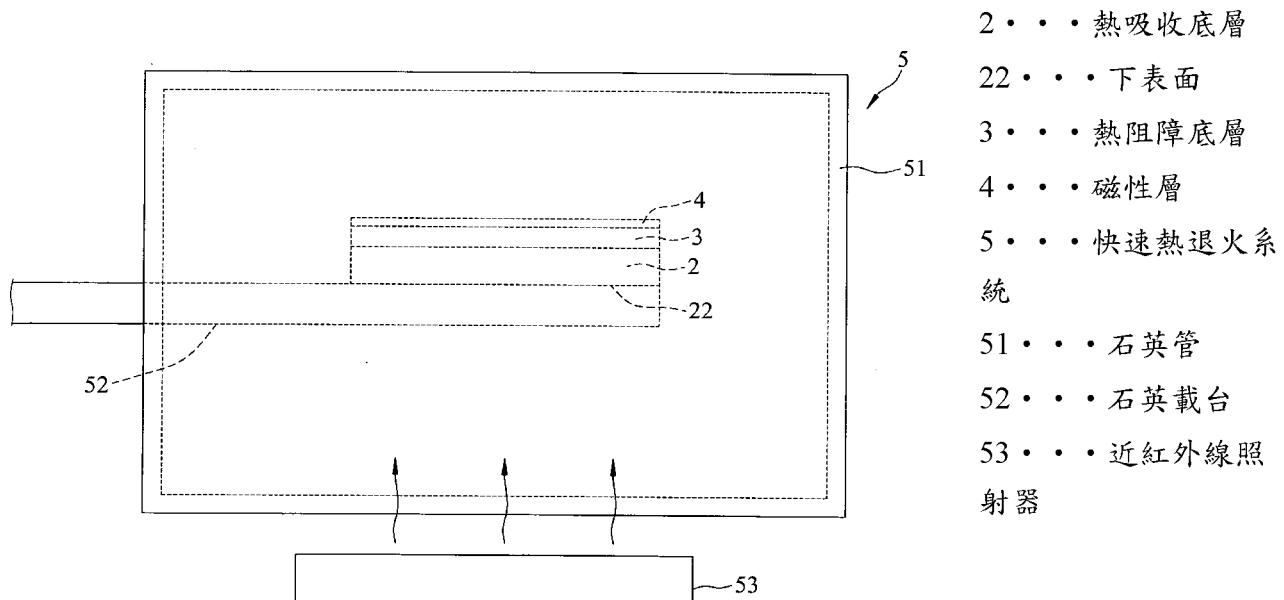


圖3

# 發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

**【發明名稱】 磁性合金的序化方法**

Method for ordering the magnetic alloy

**【技術領域】**

**【0001】** 本發明是有關於一種合金的序化(ordering)方法，特別是指一種磁性合金的序化方法。

**【先前技術】**

**【0002】** 為滿足高儲存密度之垂直磁性記錄媒體(perpendicular magnetic recording medium)所需的高溫熱穩定性，被應用於垂直磁性記錄媒體的磁性材料(如，FePt合金)除了必須具備有優異的磁晶異向性能(magnetocrystalline anisotropy energy, Ku)外，其亦必須滿足垂直矯頑場(out-of-plane coercive field,  $H_{c\perp}$ )高與水平(in-plane)矯頑場( $H_{c\parallel}$ )低等要求。熟悉此技術領域的相關技術人員皆知，可被拿來做為垂直磁性記錄層使用的FePt合金甚或是CoPt合金等磁性材料，不僅必須具備有面心正方(face-centered tetragonal, FCT)的晶體結構，一般又稱之為序化相(ordered phase, L<sub>1</sub>相)；此外，此FCT晶體結構中更應具有(001)晶面的優選方位(preferred orientation)，才可達到高垂直矯頑場( $H_{c\perp}$ )與低水平矯頑場( $H_{c\parallel}$ )等要求。

**【0003】** 然而，由於動力學上的限制，要使FePt合金由

非序化相轉變成序化相的序化溫度(ordering temperature,  $T_o$ )經常是高於 500°C。因此，為使得具有 L1<sub>0</sub> 相之 FePt 合金的製程可被整合至積體電路製程(ICs process)，此技術領域的相關技術人員無不朝此方向來開發出各種降低序化溫度的技術手段。

【0004】發明人曾於 Journal of Applied Physics 105, 07A713 (2009) 之 Ultrahigh-density (001)-oriented FePt nanoparticles by atomic-scale-multilayer deposition 一文中，公開一種 FePt 合金的序化方法(以下稱前案 1)。前案 1 主要是採用行星式濺鍍法(planetary sputtering)先在表面形成有一 200 nm 厚之 SiO<sub>2</sub> 層的三個矽晶圓(Si wafer)上，分別沉積一(Fe/Pt/SiO<sub>2</sub>)<sub>n</sub> 的多層膜；其中，每 Fe 層、Pt 層與 SiO<sub>2</sub> 層的厚度分別為 0.16 nm、0.18 nm 與 0.28 nm；n 分別等於 18、9 與 3；且 n 等於 18、9 與 3 者分別是試片 A、試片 B 與試片 C。後續，再利用快速熱退火(rapid thermal annealing, RTA)系統來對該等多層膜施予 700°C 持溫 2 秒鐘或 6 小時的 RTA 製程。

【0005】前案 1 的試片 A 雖然在 700°C 的條件下實施 2 秒鐘的 RTA 製程，已顯示有(001)晶面與(002)晶面的繞射訊號峰；然而，卻因為 FePt 磁性粒子的粒徑尺寸過大且粒徑分布過廣(約 112.3±33.6 nm)，而不適用於高密度記錄媒體。試片 C 在 700°C 的條件下實施 2 秒鐘的 RTA 製程，雖然其 FePt 磁性粒子的粒徑尺寸小且粒徑分布低(約 3.9±0.43 nm)，而有利於應用於高密度記錄，卻也只顯示出微弱的

(001)晶面與(002)晶面的繞射訊號峰，磁性質不佳。又，延長試片 C 在實施 RTA 製程時的時間至 6 小時，雖然可使其垂直矯頑場( $H_{c\perp}$ )獲得提升。然而，前案 1 所實施的製程溫度仍高達 700 °C。

**【0006】** T. Narisawa 等人在 Journal of Applied Physics 109, 033918 (2011) 之 [001]-oriented nonepitaxial growth in L<sub>1</sub>₀-ordered FePt thin film by SiO<sub>2</sub> addition and rapid thermal annealing 一文中，公開另一種 FePt 合金的序化方法(以下稱前案 2)。前案 2 主要是對 FePt-SiO<sub>2</sub> 施予升溫速率介於 10 K/sec 至 50 K/sec 的 RTA 製程；其中，FePt-SiO<sub>2</sub> 是輪流且重複地濺鍍 Fe、Pt 與 SiO<sub>2</sub> 等三靶材(target)在表面形成有熱氧化(thermal oxide)層的 Si 基板上所構成的一膜層結構，即，(Fe/Pt/SiO<sub>2</sub>)<sub>9~72</sub>/SiO<sub>2</sub>/Si，且每 Fe 層、Pt 層與 SiO<sub>2</sub> 層的厚度分別為 0.16 nm、0.18 nm 與 0~0.1 nm。前案 2 於實施 RTA 製程時的退火溫度是介於 723 K 至 1073 K 間(即，450 °C 至 800 °C)，且退火時間是介於 5 秒至 7200 秒間(即，5 秒至 2 小時)。前案 2 在實施 RTA 製程時主要是分成實驗 1、實驗 2 與實驗 3。

**【0007】** 前案 2 的實驗 1 是在 30 K/sec 的升溫速率下實施 973 K(即，700 °C)持溫 2 小時的 RTA 製程，並藉此了解 FePt-SiO<sub>2</sub> 內之 SiO<sub>2</sub> 含量對於 FePt 合金之 L<sub>1</sub>₀ 相的影響。實驗 1 結果顯示出，當 SiO<sub>2</sub> 含量越高時，(001)晶面繞射訊號峰的強度越強，並於 SiO<sub>2</sub> 含量達 10 vol% 時，(001)晶面繞射訊號峰的強度最大；當 SiO<sub>2</sub> 含量介於 12 vol%~15

vol%時，(001)晶面繞射訊號峰的強度則是大幅度地下滑。

【0008】前案 2 的實驗 2 是將  $\text{SiO}_2$  含量維持在 10 vol%，並在 46 K/sec 的升溫速率下實施 773 K(即，500°C)持溫 3600 秒(即，1 小時)的 RTA 製程。參圖 1 可知，實驗 2 的分析結果顯示出其  $\text{L1}_0$  相的體積比率短時間內(約 1~2 分鐘內)可迅速地提升至 0.23 左右；然而，在 500°C 之退火溫度的條件下持溫 1 小時後，其  $\text{L1}_0$  相的體積比率並不見有上升的趨勢。

● 【0009】前案 2 的實驗 3 大致上是相同於其實驗 2，不同處僅在於，其實驗 3 是在 30 K/sec 的升溫速率下實施 973 K(即，700°C)持溫 7200 秒(即，2 小時)的 RTA 製程。再參圖 1 可知，實驗 3 的分析結果顯示出  $\text{L1}_0$  相的體積比率短時間內(約 10 分鐘內)可提升至 0.85 左右；然而，在 700°C 之退火溫度的條件下，其  $\text{L1}_0$  相的體積比率提升至 0.95 左右也須持溫長達 2 小時。

● 【0010】前案 2 在提升 FePt 合金之  $\text{L1}_0$  相體積比率的退火溫度上，雖然有採用到 773 K(即，500°C)的退火溫度，但是最終所反應在  $\text{L1}_0$  相的成效( $\text{L1}_0$  相體積比率約 0.23)仍然不大。因此，前案 2 在提升 FePt 合金之  $\text{L1}_0$  相體積比率的退火溫度上，仍是傾向於操作在 973 K(即，700°C)的條件。然而，700°C 的退火溫度仍然無法將具有  $\text{L1}_0$  相之 FePt 合金的製程整合至積體電路製程。

【0011】經上述說明可知，在低溫的退火溫度下有效地提升磁性合金的序化相，以使磁性合金的製程被整合至積

體電路製程，是此技術領域的相關技術人員所需突破的課題。

### 【發明內容】

**【0012】**因此，本發明之目的，即在提供一種磁性合金的序化方法。

**【0013】**於是本發明磁性合金的序化方法，包含以下步驟：

- (a) 提供一熱吸收底層；
- (b) 於該步驟(a)後，在該熱吸收底層的一上表面上形成一熱阻障底層；
- (c) 於該步驟(b)後，在該熱阻障底層上形成一含有一非序化合金(disordered alloy)的磁性層，該非序化合金具有一第一金屬及一第二金屬，該第一金屬是Fe、Co或Ni，該第二金屬是Pt或Pd；及
- (d) 於該步驟(c)後，直接對該熱吸收底層施予快速熱退火，使該熱吸收底層迅速吸收熱能並產生一增加的體積膨脹量，從而令該磁性層因該增加的體積膨脹量而具有一平面拉伸應力(in-plane tensile stress)，以使該磁性層內的非序化合金藉該平面拉伸應力轉變成一序化相。

**【0014】**其中，該非序化合金具有一熔點  $T_m$ 。

**【0015】**其中，該步驟(d)具有一升溫速率，該升溫速率足以使該非序化合金之序化相體積比率，於一退火溫度  $T_a$ 的條件下在一預定時間達到 0.70 以上， $T_a \leq 0.45T_m$ 。

**【0016】** 本發明之功效在於：藉由足夠高的升溫速率使該熱吸收底層直接且迅速地吸收熱能從而產生體積膨脹增量，並相對造成磁性層產生平面拉伸應力，使磁性層之非序化合金在較低的退火溫度  $T_a$  下即可藉平面拉伸應力轉變成序化相( $L1_0$  相)，以提升合金之序化相( $L1_0$  相)體積比率。

### 【圖式簡單說明】

**【0017】** 本發明之其他的特徵及功效，將於參照圖式的實施方式中清楚地呈現，其中：

● 圖 1 是一序化相( $L1_0$  相)體積比率對退火時間關係圖，說明公開於前案 1 中之實驗 2 與實驗 3 的  $L1_0$  相體積比率；

● 圖 2 是一製作流程圖，說明本發明磁性合金的序化方法的一第一較佳實施例、一第二較佳實施例與一第三較佳實施例；

● 圖 3 是一正視示意圖，說明本發明該等較佳實施例於實施一步驟(d)時的狀態；

● 圖 4 是一 X 光繞射(X-ray diffraction, XRD)圖暨 X 光搖擺曲線圖(X-ray rocking curve)，說明經本發明之磁性合金的序化方法的一比較例 1(CE1)、一具體例 2(E2)與一具體例 3(E3)後所製得的 FePt 合金的晶體結構；

● 圖 5 是一序化相( $L1_0$  相)體積比率對升溫速率關係圖，說明本發明該比較例 1(CE1)、一比較例 2(CE2)、一具體例 1(E1)、該具體例 2(E2)與該具體例 3(E3)之  $L1_0$  相體積比率與升溫速率間的關係；

● 圖 6 是一磁滯曲線(hysteresis loop)，說明本發明該比

較例 1(CE1)、該具體例 2(E2)與該具體例 3(E3)之磁性質；

圖 7 是一垂直矯頑場( $H_{c\perp}$ )對升溫速率關係圖，說明本發明該比較例 1(CE1)、比較例 2(CE2)、該等具體例(E1~E3)之垂直矯頑場( $H_{c\perp}$ )與升溫速率間的關係；

圖 8 是一序化相(L<sub>10</sub> 相)對熱阻障底層(SiO<sub>2</sub>)厚度關係圖，說明本發明該具體例 3(E3)、一具體例 4(E4)、一具體例 5(E5)、一具體例 6(E6)與一具體例 7(E7)之序化相(L<sub>10</sub> 相)與熱阻障底層(SiO<sub>2</sub>)厚度間的關係；

圖 9 是一(001)強度/(002)強度對熱阻障底層(SiO<sub>2</sub>)厚度關係圖，說明本發明該等具體例(E3~E7)之(001)優選取向的程度；

圖 10 是一垂直矯頑場( $H_{c\perp}$ )對熱吸收底層(Si)厚度關係圖暨 X 光搖擺曲線之半高寬(FWHM)對熱吸收底層(Si)厚度關係圖，說明本發明一具體例 8(E8)、一具體例 9(E9)與一具體例 10(E10)之磁性質與熱吸收底層(Si)厚度間的關係，並說明該等具體例(E8~E10)之(001)晶面之 X 光搖擺曲線的半高寬與熱吸收底層(Si)厚度間的關係；

圖 11 是一磁滯曲線，說明本發明該具體例 10(E10)之磁性質；

圖 12 是一垂直矯頑場( $H_{c\perp}$ )對退火溫度  $T_a$  關係圖，說明本發明一比較例 3(CE3)、一比較例 4(CE4)、一具體例 11(E11)與一具體例 12(E12)之垂直矯頑場( $H_{c\perp}$ )與退火溫度  $T_a$  間的關係；

圖 13 是一磁滯曲線，說明本發明一具體例 14(E14)在

50°C/sec 的升溫速率與 250°C 的退火溫度  $T_a$  下實施 RTA 所取得的磁性質；

圖 14 是一磁滯曲線，說明本發明一具體例 16(E16)在 50°C/sec 的升溫速率與 300°C 的退火溫度  $T_a$  下實施 RTA 所取得的磁性質；及

圖 15 是一垂直矯頑場 ( $H_{c\perp}$ ) 對退火溫度  $T_a$  關係圖，說明本發明一具體例 13(E13)、該具體例 14(E14)、一具體例 15(E15) 與該具體例 16(E16) 之垂直矯頑場 ( $H_{c\perp}$ ) 與退火溫度  $T_a$  間的關係。

### 【實施方式】

<發明詳細說明>

**【0018】** 參圖 2 與圖 3，本發明磁性合金的序化方法的一第一較佳實施例，包含以下步驟：

- (a) 提供一熱吸收底層 2；
- (b) 於該步驟(a)後，在該熱吸收底層 2 的一上表面 21 上形成一熱阻障底層 3；
- (c) 於該步驟(b)後，在該熱阻障底層 3 上形成一含有一非序化合金的磁性層 4，該非序化合金具有一第一金屬及一第二金屬，該第一金屬是 Fe、Co 或 Ni，該第二金屬是 Pt 或 Pd；及
- (d) 於該步驟(c)後，直接對該熱吸收底層 2 施予快速熱退火(以下稱 RTA)，使該熱吸收底層 2 迅速吸收熱能並產生一增加的體積膨脹量，從而令該磁性層 4 因該增加的體積膨脹量而具有一平面拉伸應力，

以使該磁性層 4 內的非序化合金藉該平面拉伸應力轉變成一序化相( $L1_0$ 相)。

**【0019】** 其中，該非序化合金具有一熔點  $T_m$ ，且該步驟(d)具有一升溫速率，該升溫速率足以使該非序化合金之序化相體積比率，於一退火溫度  $T_a$  的條件下在一預定時間達到 0.70 以上，且  $T_a \leq 0.45 T_m$ 。

**【0020】** 較佳地，該升溫速率大於  $15^\circ\text{C/sec}$ ，該預定時間是 300 秒鐘以內；更佳地，該升溫速率是介於  $20^\circ\text{C/sec}$  至  $50^\circ\text{C/sec}$  間，該預定時間是 60 秒鐘以內； $0.13 T_m < T_a < 0.35 T_m$ 。

**【0021】** 較佳地，該熱吸收底層 2 是由矽(Si)所構成；該熱阻障底層 3 是由氧化矽( $\text{SiO}_2$ )所構成；該序化相具有一(001)的優選方位；更佳地，該熱吸收底層 2 的厚度是介於  $1.5 \mu\text{m}$  至  $650 \mu\text{m}$  間；該熱阻障底層 3 的厚度是介於  $10 \text{ nm}$  至  $400 \text{ nm}$  間。

**【0022】** 在本發明該第一較佳實施例中，該第一金屬是 Fe，該第二金屬是 Pt(即，該磁性層 4 之非序化合金是 FePt 合金，且  $T_m$  為  $1500^\circ\text{C}$ )；該熱吸收底層 2 的厚度是介於  $1.5 \mu\text{m}$  至  $450 \mu\text{m}$  間；該熱阻障底層 3 的厚度是介於  $10 \text{ nm}$  至  $200 \text{ nm}$  間； $0.26 T_m < T_a \leq 0.30 T_m$  (即， $390^\circ\text{C} < T_a \leq 450^\circ\text{C}$ )。

**【0023】** 此外，再參圖 3，在本發明該第一較佳實施例中，該步驟(d)是藉由一快速熱退火系統 5 來實施。形成有該磁性層 4 與該熱阻障底層 3 的熱吸收底層 2，是被設置在

該快速熱退火系統 5 的一石英管 (quartz tube) 51 內的一石英載台 52 上，使該石英管 51 內的真空度是維持在  $1 \times 10^{-5}$  Torr，並透過該快速熱退火系統 5 的一近紅外線照射器 (IR lamp) 53，對該熱吸收底層 2 的一下表面 22 照射一波長介於 700 nm 至 1100 nm 間的近紅外線。

【0024】此處需補充說明的是，矽的能隙 (energy gap) 是 1.1 eV，其僅吸收波長小於 1117 nm 的光能；特別是近紅線波段的光能。因此，本發明該第一較佳實施例之熱吸收底層 2 (即，Si) 是直接利用該近紅外線照射器 53 來照射該熱吸收底層 2 的下表面 22，該熱吸收底層 (即，Si) 2 可在數個微微秒 (picoseconds) 以內迅速升溫並在體積上產生巨大的熱膨脹量。相較於該熱阻障底層 3 (即， $\text{SiO}_2$ )，由於其能隙為 8.9 eV，以致於欲加熱該熱阻障底層 3 所需的波段則是短於 139 nm。因此，經前述說明可知，該熱吸收底層 (即，Si) 2 是直接經由其下表面 22 吸收近紅外線的光能而被加熱，該熱阻障底層 (即， $\text{SiO}_2$ ) 3 則是無法直接透過該近紅外線照射器 53 來加熱，且該熱吸收底層 2 內所產生的熱能隨後是經由熱傳導 (thermal conduction) 的途徑傳播 (propagate) 到該磁性層 (即，FePt 合金) 4，只有有限量的近紅外線的光能可以由該磁性層 4 所吸收。

【0025】此處更需進一步補充說明的是，熱能傳播通過該熱吸收底層 ( $\text{SiO}_2$ ) 3 的時間是遠久於將該熱吸收底層 (Si) 2 加熱的時間。因此，直到該近紅外線照射器 53 的電源被終止掉，該熱吸收底層 (Si) 2 的瞬間熱 (transient

temperature)總是高於該熱阻障底層( $\text{SiO}_2$ )<sub>3</sub> 與該磁性層4(即，FePt 合金)，導致本發明該第一較佳實施例在實施RTA 期間於各層間形成熱的不平衡(thermal non-equilibrium)。因此，該熱吸收底層(Si)<sub>2</sub>之熱的不平衡與較高的瞬間熱，導致該熱吸收底層(Si)<sub>2</sub>中的熱體積膨脹量相對大於該熱阻障底層( $\text{SiO}_2$ )<sub>3</sub> 與該磁性層(FePt 合金)4，並在該磁性層 4 產生該平面拉伸應力，從而使該非序化合物因該平面拉伸應力而轉變成該序化相，並藉此降低該非序化合物的序化溫度。

**【0026】** 再參圖 2，本發明磁性合金的序化方法的第一第二較佳實施例大致上是相同於該第一較佳實施例，其不同處是在於，該第二較佳實施例之該磁性層 4 還含有一氧化物。在本發明該第二較佳實施例中，該氧化物是  $\text{B}_2\text{O}_3$ ；該熱吸收底層 2 的厚度是介於 450  $\mu\text{m}$  至 650  $\mu\text{m}$  間， $0.18T_m < T_a \leq 0.20T_m$ (即， $270^\circ\text{C} < T_a \leq 300^\circ\text{C}$ )。

**【0027】** 再參圖 2，本發明磁性合金的序化方法的第一第三較佳實施例大致上是相同於該第二較佳實施例，其不同處是在於，該熱吸收底層 2 的厚度是介於 200  $\mu\text{m}$  至 300  $\mu\text{m}$  間， $0.13T_m < T_a \leq 0.20T_m$ (即， $195^\circ\text{C} < T_a \leq 300^\circ\text{C}$ )。

<比較例 1(CE1)>

**【0028】** 本發明之磁性合金的序化方法的比較例 1(CE1)是根據該第一較佳實施例來實施。相關製作流程，請參下段說明。

**【0029】** 首先，採用一厚度為 450  $\mu\text{m}$  的矽基板做為該比

較例 1(CE1)的熱吸收底層，在該矽基板上濺鍍(sputtering)一厚度為 30 nm 的 SiO<sub>2</sub>以做為該比較例 1(CE1)的一熱阻障底層，並於該熱阻障底層上共濺鍍(co-sputtering)一厚度為 5 nm 的 FePt 合金以做為該比較例 1(CE1)的一磁性層。最後，如圖 3 所示，設置上述膜層結構在該快速熱退火系統 5 的石英載台 52 上，並將該近紅外線照射器 53 的升溫速率設定為 10 °C / sec，使該熱吸收底層的一下表面直接吸收近紅外線光能；其中，當退火溫度 T<sub>a</sub>達 400 °C 時(即，10 秒後)立刻終止掉該近紅外線照射器 53 的電源。

#### <比較例 2、具體例 1~3(CE2、E1~E3)>

**【0030】** 本發明之磁性合金的序化方法的比較例 2(CE2)、具體例 1(E1)、具體例 2(E2)與具體例 3(E3)之實施方法大致上是相同於該比較例 1(CE1)，其不同處僅在於，於實施 RTA 時的升溫速率分別是 15 °C / sec、20 °C / sec、25 °C / sec 與 40 °C / sec。

**【0031】** 參圖 4 所顯示之 XRD 圖可知，本發明該比較例 1(CE)之 FePt 合金並未顯示有(001)面的繞射訊號峰，反觀本發明該等具體例(E2~E3)之 FePt 合金則是顯示有明顯的(001)面與(002)面的繞射訊號峰；此外，由圖 4 內右上角所顯示的 X 光搖擺曲線可知，本發明該具體例 2(E2)與具體例 3(E3)之 FePt 合金的(001)面的半高寬(FWHM)，分別僅約 3.2° 與 4.4°。初步證實本發明該等具體例(E2~E3)之 FePt 合金不僅已序化，亦具有(001)晶面的優選方位。

**【0032】** 參圖 5 可知，本發明該等比較例(CE1~CE2)在

10 °C /sec 與 15 °C /sec 之升溫速率下所取得的 L<sub>1</sub><sub>0</sub> 相體積比率，最高僅達 0.66；反觀本案該等具體例(E1~E3)，隨著升溫速率的提升，其 L<sub>1</sub><sub>0</sub> 相體積比率在 20 秒~10 秒的 RTA 實施時間內最高可達 0.90。

【0033】參圖 6，本發明之 FePt 合金的垂直矯頑場 (H<sub>c</sub><sub>⊥</sub>) 是隨著 RTA 之升溫速率的提升而增加，且該具體例 3(E3) 的水平磁滯曲線已趨近直線的態樣，代表著該具體例 3(E3) 之 FePt 合金的序化相 (L<sub>1</sub><sub>0</sub> 相) 具有 (001) 晶面之優選方位。此外，參圖 7 並配合參下段表 1. 可知，本發明該等比較例 (CE1~CE2) 之垂直矯頑場 (H<sub>c</sub><sub>⊥</sub>) 僅 0.1 kOe 與 1.1 kOe；反觀本發明該等具體例 (E1~E3) 的垂直矯頑場 (H<sub>c</sub><sub>⊥</sub>) 最高已達 8.6 kOe，且該具體例 3(E3) 之水平矯頑場 (H<sub>c</sub><sub>||</sub>) 也僅為 0.6 kOe。

【0034】表 1.

實施例	底層厚度		磁性層組成 <sup>a</sup>	RTA 條件		L <sub>1</sub> <sub>0</sub> 相 體積比率	H <sub>c</sub> <sub>⊥</sub> (kOe)	H <sub>c</sub> <sub>  </sub> (kOe)
	Si(μm)	SiO <sub>2</sub> (nm)		速率 (°C /sec)	Ta(°C)			
CE1	450.0	30	FePt	10	400	0.000	0.1	0.1
CE2	450.0	30	FePt	15	400	0.660	1.1	0.6
E1	450.0	30	FePt	20	400	0.790	3.4	0.8
E2	450.0	30	FePt	25	400	0.880	4.6	1.0
E3	450.0	30	FePt	40	400	0.900	8.6	0.6

<sup>a</sup> 經感應耦合電漿質譜儀(inductively coupled plasma-mass spectrometry, ICP-MS)量測結果，以原子百分比計為 Fe<sub>55</sub>Pt<sub>45</sub>，且厚度為 5 nm。

<具體例 4~7(E4~E7)>

【0035】本發明之磁性合金的序化方法的該等具體例 (E4~E7) 之實施方法大致上是相同於該具體例 3(E3)，其不同處僅在於，該具體例 4(E4)、該具體例 5(E5)、該具體例

6(E6)與該具體例 7(E7)之一熱阻障底層( $\text{SiO}_2$ )的厚度分別是 10 nm、60 nm、100 nm 與 200 nm。

**【0036】** 參圖 8 並配合下段表 2. 可知，本發明該等具體例(E3~E7)之  $\text{L1}_0$  相體積比率，是隨著該熱阻障底層( $\text{SiO}_2$ )厚度的增加而相對提升，並在 200 nm 厚的熱阻障底層( $\text{SiO}_2$ )時， $\text{L1}_0$  相體積比率在 10 秒之 RTA 實施時間內達最高(約 0.96)。

**【0037】** 表 2.

實施例	底層厚度		磁性層組成 <sup>a</sup>	RTA 條件		$\text{L1}_0$ 相 體積比率	$H_{c\perp}$ (kOe)	$H_{c\parallel}$ (kOe)
	$\text{Si}(\mu\text{m})$	$\text{SiO}_2(\text{nm})$		速率(°C/sec)	Ta(°C)			
CE1	450.0	30	FePt	10	400	0.000	0.1	0.1
CE2	450.0	30	FePt	15	400	0.660	1.1	0.6
E4	450.0	10	FePt	40	400	0.885	6.3	1.0
E3	450.0	30	FePt	40	400	0.900	8.6	0.6
E5	450.0	60	FePt	40	400	0.910	10.1	0.6
E6	450.0	100	FePt	40	400	0.930	13.6	0.6
E7	450.0	200	FePt	40	400	0.960	19.0	0.5

<sup>a</sup> 經 ICP-MS 量測結果，以原子百分比計為  $\text{Fe}_{55}\text{Pt}_{45}$ ，且厚度為 5 nm。

**【0038】** 又，參圖 9 可知，隨著該熱阻障底層( $\text{SiO}_2$ )厚度的增加，本發明該等具體例(E3~E7)之(001)晶面繞射峰強度對(002)晶面繞射峰強度的比值也增加。相對證實各具體例之熱阻障底層( $\text{SiO}_2$ )厚度的增加，使得熱能對應經過各具體例之熱阻障底層( $\text{SiO}_2$ )傳播至各 FePt 合金的時間相對變長。因此，各層間所形成之熱的不平衡增加、各熱吸收底層( $\text{Si}$ )的瞬間熱及其所對應的體積膨脹量，也隨著熱阻障底層( $\text{SiO}_2$ )厚度的增加而提升，導致 FePt 合金內的平面拉伸應力亦相對提高，且序化相( $\text{L1}_0$  相)的(001)晶面繞

射峰強度亦增加。再參表 2. 可知，本發明該等具體例(E3~E7)之垂直矯頑場( $H_{c\perp}$ )最高可達 19.0 kOe，且該等具體例(E3~E7)的水平矯頑場( $H_{c\parallel}$ )也僅介於 1.0 kOe~0.5 kOe，證實本發明該等具體例(E3~E7)之 FePt 合金具有優異的垂直磁異向性(perpendicular magnetic anisotropic)。

<具體例 8~10(E8~E10)>

**【0039】** 本發明之磁性合金的序化方法的該等具體例(E8~E10)之實施方法大致上是相同於該具體例 3(E3)，其不同處僅在於，該等具體例(E8~E10)主要是各在一玻璃基板上分別濺鍍一 1.5 μm、3.0 μm、6.0 μm 厚的 Si，以做為其熱吸收底層，且該等具體例(E8~E10)在實施 RTA 時的退火溫度  $T_a$  是設定為 450°C (見下段表 3.)。

**【0040】** 表 3.

實施例	底層厚度		磁性層組成 <sup>a</sup>	RTA 條件		$H_{c\perp}$ (kOe)	$H_{c\parallel}$ (kOe)
	Si(μm)	SiO <sub>2</sub> (nm)		速率(°C/sec)	$T_a$ (°C)		
E8	1.5	30	FePt	40	450	4.0	1.0
E9	3.0	30	FePt	40	450	9.5	1.2
E10	6.0	30	FePt	40	450	11.5	1.3

<sup>a</sup> 經 ICP-MS 量測結果，以原子百分比計為 Fe<sub>55</sub>Pt<sub>45</sub>，且厚度為 5 nm。

**【0041】** 參圖 10 並配合參上段表 3. 可知，隨著熱吸收底層(Si)厚度的增加，本發明該等具體例(E8~E10)之垂直矯頑場( $H_{c\perp}$ )是自 4.0 kOe 提升至 11.5 kOe；再者，該等具體例(E8~E10)之(001)晶面之 X 光搖擺曲線的半高寬則是自 4.7°下降至約 3.3°。此外，本案該等具體例(E8~E10)之水平矯頑場( $H_{c\parallel}$ )，雖然是隨著其熱吸收底層(Si)厚度的增加而略有提升；然而，由圖 11 所顯示之磁滯曲線可知，本發明

該具體例 10(E10)之水平磁滯曲線明顯是呈現出趨近封閉狀態樣的迴路，證實本發明該具體例 10(E10)之 FePt 合金具有優異的垂直磁異向性。

<比較例 3~4(CE3~CE4)、具體例 11~12(E11~E12)>

**【0042】** 本發明該等比較例(CE3~CE4)與該等具體例(E11~E12)之製作流程，是根據該第二較佳實施例來實施。

**【0043】** 配合參下段表 4.，本發明該等比較例(CE3~CE4)

● 與該等具體例(E11~E12)主要是各採用一  $650 \mu\text{m}$  厚的矽基板做為其熱吸收底層，分別在其熱吸收底層上濺鍍一  $30 \text{ nm}$  厚的  $\text{SiO}_2$  以做為其熱阻障底層。進一步地，在各熱阻障底層上分別濺鍍一  $5.9 \text{ nm}$  厚的  $\text{FePt-B}_2\text{O}_3$  以做為其磁性層。最後，將該比較例 3(CE3)、該比較例 4(CE4)、該具體例 11(E11)與該具體例 12(E12)之 RTA 的退火溫度  $T_a$ ，分別設定為  $200^\circ\text{C}$ 、 $250^\circ\text{C}$ 、 $280^\circ\text{C}$  與  $300^\circ\text{C}$ ，並以  $50^\circ\text{C/sec}$  之升溫速率分別直接對該等比較例(CE3~CE4)與該等具體例(E11~E12)之熱吸收底層之下表面施予 RTA。

**【0044】** 表 4.

實施例	底層厚度		磁性層組成	RTA 條件		$H_{c\perp}$ (kOe)	$H_{c\parallel}$ (kOe)
	Si(μm)	SiO <sub>2</sub> (nm)		速率(°C/sec)	T <sub>a</sub> (°C)		
CE1	450.0	30	FePt <sup>a</sup>	10	400	0.1	0.1
CE2	450.0	30	FePt <sup>a</sup>	15	400	1.1	0.6
CE3	650.0	30	FePt-B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>b</sup>	50	200	0.1	0.2
CE4	650.0	30	FePt-B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>b</sup>	50	250	1.0	1.2
E11	650.0	30	FePt-B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>b</sup>	50	280	7.0	1.7
E12	650.0	30	FePt-B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>b</sup>	50	300	8.5	3.7

<sup>a</sup> 經 ICP-MS 量測結果，以原子百分比計為 Fe<sub>55</sub>Pt<sub>45</sub>，且厚度為 5 nm。

<sup>b</sup> 經原子力顯微鏡(atomic force microscope, AFM)量測，單純 FePt 合金的厚度為 5 nm，含 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的總厚度為 5.9 nm 厚度，且量測後的厚度經體積百分比換算後，B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 為 15 vol%。

【0045】參圖 12 並配合參上段表 4. 可知，隨著退火溫度 T<sub>a</sub> 的增加，本發明該等比較例(CE3~CE4)與該等具體例(E11~E12)之垂直矯頑場( $H_{c\perp}$ )是自 0.1 kOe 提升至 8.5 kOe。本發明該等具體例(E11~E12)僅在 280°C 至 300°C 的退火溫度 T<sub>a</sub> 下，便可使得 FePt 合金之垂直矯頑場( $H_{c\perp}$ )最高提升至 8.5 kOe，證實本發明該等具體例(E11~E12)之磁性合金的序化方法非常適合被整合至積體電路製程中。

<具體例 13~16(E13~E16)>

【0046】本發明該等具體例(E13~E16)之製作流程是根據該第三較佳實施例來實施；此外，該等具體例(E13~E16)的細部製程參數，大致上是相同於該等比較例(CE3~CE4)與該等具體例(E11~E12)，其不同處是在於，該等具體例(E13~E16)是各採用一 250 μm 厚的矽基板以做為其熱吸收底層(見下段表 5.)。

【0047】表 5.

實施例	底層厚度		磁性層組成	RTA 條件		$H_{c\perp}$ (kOe)	$H_{c\parallel}$ (kOe)
	Si(μm)	SiO <sub>2</sub> (nm)		速率(°C/sec)	T <sub>a</sub> (°C)		
CE1	450.0	30	FePt <sup>a</sup>	10	400	0.1	0.1
CE2	450.0	30	FePt <sup>a</sup>	15	400	1.1	0.6
E13	250.0	30	FePt-B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>b</sup>	50	200	5.0	3.5
E14	250.0	30	FePt-B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>b</sup>	50	250	7.5	1.5
E15	250.0	30	FePt-B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>b</sup>	50	280	9.3	1.3
E16	250.0	30	FePt-B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>b</sup>	50	300	12.0	1.0

<sup>a</sup> 經 ICP-MS 量測結果，以原子百分比計為 Fe<sub>55</sub>Pt<sub>45</sub>，且厚度為 5 nm。

<sup>b</sup> 經原子力顯微鏡(atomic force microscope, AFM)量測，單純 FePt 合金的厚度為 5 nm，含 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的總厚度為 5.9 nm 厚度，且量測後的厚度經體積百分比換算後，B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 為 15 vol%。

【0048】參圖 13 與圖 14，並配合參表 5. 可知，本發明該具體例 14(E14)與該具體例 16(E16)之水平磁滯曲線所圈圍的面積，是隨著退火溫度 T<sub>a</sub> 的下降而減少，並在退火溫度 T<sub>a</sub> 達 300°C 時，其水平磁滯曲線已呈現出趨近封閉的迴路。證實本發明該等具體例(E13~E16)在磁性層底下引入熱吸收底層(Si)與熱阻障底層(SiO<sub>2</sub>)，並透過近紅外線波段所產生的輻射熱來對各熱吸收底層(Si)的下表面直接進行 50°C/sec 之升溫速率的 RTA，其熱吸收底層(Si)因瞬間熱所產生的體積膨脹增量相對造成各磁性層產生平面拉伸應力，不僅使各磁性層之 FePt 合金自非序化相轉變成序化相(L1<sub>0</sub> 相)，更明顯有利提升序化相(L1<sub>0</sub> 相)中之(001)晶面的優選方位。

【0049】參圖 15，再配合參表 5. 可知，本發明該具體例 13(E13)在 200°C 之退火溫度 T<sub>a</sub> 下所取得之磁性層的垂直矯頑場( $H_{c\perp}$ )已達 5.0 kOe，且該具體例 16(E16)在 300°C 之退火溫度 T<sub>a</sub> 下所取得之磁性層的垂直矯頑場( $H_{c\perp}$ )更高達 18.0 kOe。因此，本發明該等具體例(E13~E16)之磁性合金

的序化方法，確實非常適合被整合至積體電路製程中。

【0050】 綜上所述，本發明之磁性合金的序化方法在磁性層 4 底下引入熱吸收底層 2 與熱阻障底層 3，並透過近紅外線波段所產生的輻射熱來對熱吸收底層 2 的下表面 22 直接進行足夠高之升溫速率的 RTA，使熱吸收底層 2 因瞬間熱而產生體積膨脹增量，並相對造成磁性層 4 產生平面拉伸應力，不僅使磁性層 4 之非序化合金在較低的退火溫度  $T_a$  下 ( $\leq 450^{\circ}\text{C}$ ) 轉變成序化相 ( $\text{L1}_0$  相)，以提升合金之序化相 ( $\text{L1}_0$  相) 體積比率，更明顯有利提升序化相 ( $\text{L1}_0$  相) 中之 (001) 晶面的優選方位，故確實能達成本發明之目的。

【0051】 惟以上所述者，僅為本發明之較佳實施例與具體例而已，當不能以此限定本發明實施之範圍，即大凡依本發明申請專利範圍及專利說明書內容所作之簡單的等效變化與修飾，皆仍屬本發明專利涵蓋之範圍內。

**【符號說明】****【0052】**

2 .....	熱吸收底層	5 .....	快速熱退火系統
21 .....	上表面	51 .....	石英管
22 .....	下表面	52 .....	石英載台
3 .....	熱阻障底層	53 .....	近紅外線照射器
4 .....	磁性層		

**【生物材料寄存】**

● 國內寄存資訊【請依：寄存機構、日期、號碼順序註記】

● 國外寄存資訊【請依：寄存國家、機構、日期、號碼順序註記】

● 【序列表】(請換頁單獨記載)

## 發明摘要

公告本

※ 申請案號： 102121345

※ 申請日： 102.6.17

※ IPC 分類： H01F 41/22 (2006.01)

【發明名稱】 磁性合金的序化方法

Method for ordering the magnetic alloy

## 【中文】

一種磁性合金的序化方法包含：(a)提供熱吸收底層；(b)在熱吸收底層上形成熱阻障底層；(c)在熱阻障底層上形成含非序化合金的磁性層，非序化合金具第一、二金屬，第一金屬是 Fe、Co 或 Ni，第二金屬是 Pt 或 Pd；及(d)直接對熱吸收底層施予快速熱退火使熱吸收底層迅速吸收熱能並產生一增加的體積膨脹量，從而令磁性層因增加的體積膨脹量而具一平面拉伸應力，以使非序化合金藉該平面拉伸應力轉變成一序化相。非序化合金具有熔點  $T_m$ 。步驟(d)的升溫速率足以使序化相體積比率於一退火溫度  $T_a$  下在一預定時間達到 0.70 以上，且  $T_a \leq 0.45 T_m$ 。

## 【英文】

A method for ordering a magnetic alloy comprises the following steps of (a) providing a thermal absorption underlayer; (b) forming a thermal barrier underlayer on an upper surface of the thermal absorption underlayer; (c) forming a magnetic layer containing a disordered alloy which has a first metal of Fe, Co, or Ni, and a second metal

of Pt or Pd; and (d) subjecting rapid thermal annealing (RTA) to the thermal absorption underlayer directly such that the thermal absorption layer simultaneously absorbs the thermal energy rapidly and produces an increased amount of volume expansion so as to make the magnetic layer has an in-plane tensile stress by the increased amount of volume expansion and make the disordered alloy contained in the magnetic layer transfer to an ordered phase by the in-plane tensile stress. The disordered alloy has a melting point of  $T_m$ , and the RTA step has a heating rate that is sufficient to make the volume ratio of the ordered phase of the disorder alloy be higher than 0.70 at an annealing temperature of  $T_a$  under a predetermined time, wherein  $T_a \leq 0.45T_m$ .

## 申請專利範圍

1. 一種磁性合金的序化方法，包含以下步驟：
  - (a) 提供一熱吸收底層；
  - (b) 於該步驟(a)後，在該熱吸收底層的一上表面上形成一熱阻障底層；
  - (c) 於該步驟(b)後，在該熱阻障底層上形成一含有  
一非序化合金的磁性層，該非序化合金具有一  
第一金屬及一第二金屬，該第一金屬是 Fe、Co  
或 Ni，該第二金屬是 Pt 或 Pd；及
  - (d) 於該步驟(c)後，直接對該熱吸收底層施予快速  
熱退火，使該熱吸收底層迅速吸收熱能並產生  
一增加的體積膨脹量，從而令該磁性層因該增  
加的體積膨脹量而具有一平面拉伸應力，以使  
該磁性層內的非序化合金藉該平面拉伸應力轉  
變成一序化相；  
其中，該非序化合金具有一熔點  $T_m$ ；及  
其中，該步驟(d)具有一升溫速率，該升溫速率  
足以使該非序化合金之序化相體積比率，於一退火  
溫度  $T_a$  的條件下在一預定時間達到 0.70 以上， $T_a \leq 0.45 T_m$ 。
2. 如請求項 1 所述的磁性合金的序化方法，其中，該升溫速率大於  $15^\circ\text{C/sec}$ ，該預定時間是 300 秒鐘以內。
3. 如請求項 2 所述的磁性合金的序化方法，其中，該

升溫速率是介於  $20^{\circ}\text{C/sec}$  至  $50^{\circ}\text{C/sec}$  間，該預定時間是 60 秒鐘以內； $0.13T_m < T_a < 0.35T_m$ 。

4. 如請求項 3 所述的磁性合金的序化方法，其中，該步驟(d)是對該熱吸收底層的一下表面照射一波長介於 700 nm 至 1100 nm 間的近紅外線。
5. 如請求項 4 所述的磁性合金的序化方法，其中，該熱吸收底層是由矽所構成；該熱阻障底層是由氧化矽所構成；該序化相具有一(001)的優選方位。
6. 如請求項 5 所述的磁性合金的序化方法，其中，該熱吸收底層的厚度是介於  $1.5 \mu\text{m}$  至  $650 \mu\text{m}$  間；該熱阻障底層的厚度是介於 10 nm 至 400 nm 間。
7. 如請求項 6 所述的磁性合金的序化方法，其中，該第一金屬是 Fe，該第二金屬是 Pt。
8. 如請求項 7 所述的磁性合金的序化方法，其中，該熱吸收底層的厚度是介於  $1.5 \mu\text{m}$  至  $450 \mu\text{m}$  間；該熱阻障底層的厚度是介於 10 nm 至 200 nm 間； $0.26T_m < T_a \leq 0.30T_m$ 。
9. 如請求項 7 所述的磁性合金的序化方法，該磁性層還含有一氧化物；該熱吸收底層的厚度是介於  $450 \mu\text{m}$  至  $650 \mu\text{m}$  間， $0.18T_m < T_a \leq 0.20T_m$ 。
10. 如請求項 7 所述的磁性合金的序化方法，該磁性層還含有一氧化物；該熱吸收底層的厚度是介於  $200 \mu\text{m}$  至  $300 \mu\text{m}$  間， $0.13T_m < T_a \leq 0.20T_m$ 。





















**【代表圖】**

**【本案指定代表圖】：**圖(3)。

**【本代表圖之元件符號簡單說明】：**

2	..... 热吸收底層	5	..... 快速熱退火系統
22	..... 下表面	51	..... 石英管
3	..... 热阻障底層	52	..... 石英載台
4	..... 磁性層	53	..... 近紅外線照射器

**【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：**