

Fabrication and Characterization of FePt-C Granular Thin Films

Jinwan Han, Li Zhang*, Yuqi Li, Juncheng Jiang, Shijin Wu, Jie Zheng

College of Physics and Engineering, Taizhou University, Taizhou
Email: [*zhangli_cmu2005@aliyun.com](mailto:zhangli_cmu2005@aliyun.com)

Received: May 26th, 2014; revised: Jun. 21th, 2014; accepted: Jun. 29th, 2014

Copyright © 2014 by authors and Hans Publishers Inc.
This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).
<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

Abstract

FePt-C granular thin film was fabricated on a thermally-oxidized silicon substrate by magnetron sputtering method. A MgO interlayer was applied to induce the $L1_0$ structure in the FePt alloy film. The addition of carbon can reduce the grain size of FePt. XRD, SQUID and TEM were applied to measure its structure, magnetic properties, and microstructures, respectively. Results show that the film has excellent $L1_0$ order, and the squareness of MH loop is close to unity, with a high perpendicular coercivity of 12 kOe. The microstructure shows that it has small grain size of 8 nm with uniform distribution. This magnetic film is a promising candidate for magnetic recording media with ultra-high areal density.

Keywords

FePt-C Granular Film, Magnetron Sputtering Method

FePt-C颗粒薄膜的制备和表征

韩锦婉, 章黎*, 邴宇琦, 蒋俊程, 吴世锦, 郑洁

台州学院物理与电子工程学院, 台州
Email: [*zhangli_cmu2005@aliyun.com](mailto:zhangli_cmu2005@aliyun.com)

收稿日期: 2014年5月26日; 修回日期: 2014年6月21日; 录用日期: 2014年6月29日

*通讯作者。

摘要

本文采用磁控溅射法在热氧化硅基片上生长FePt颗粒薄膜。利用MgO籽层来引发FePt合金薄膜的fct结构,采取加入C的方法来减小其颗粒尺寸。采用X射线衍射仪(XRD)、超导量子干涉仪(SQUID)和透射电镜(TEM)对FePt颗粒进行表征,结果表明制备的样品具有优良的 $L1_0$ 相结构,其磁滞曲线表明方形度很好,而且垂直矫顽力能有12 kOe,颗粒大小为8 nm。该磁性薄膜非常适合用做下一代高密度磁存储媒质,能大幅度提高磁存储密度。

关键词

FePt颗粒薄膜, 磁控溅射法

1. 引言

当代电脑的存储部件——硬盘主要采取磁性材料作为其存储媒质[1]。在过去的半个多世纪中,硬盘磁存储技术得到了迅猛发展,其存储密度大幅度提高、而且存储模式从传统的平行存储更新为垂直存储[2]。存储模式的更新换代使得磁存储媒质也要紧跟着进步、提升性能。现行硬盘磁存储媒质材料为CoCrPt合金薄膜[3]。但是,随着硬盘存储密度的进一步提高、单个记录单元的尺寸进一步减小,Co系合金将逼近其超顺磁极限[1]、失去磁性,而无法作为存储媒质。所以我们必须开发新型高矫顽力的磁存储材料。

在众多新型磁性材料中, $L1_0$ 相的FePt合金因其在室温下具有极高的磁晶各向异性能(K_u 最高为 $7.0 \times 10^6 \text{ J/m}^3$)和矫顽力(最高 H_C 可达100 kOe),并且在晶粒尺寸小到3 nm的时候仍能保持优良的磁性和热稳定性[4]-[6],由此成为超高密度磁存储介质的最佳候选材料。但是,符合高密度磁存储要求的FePt合金薄膜的生长工艺条件比CoCrPt苛刻太多,成本更高,在将FePt作为磁存储媒质应用于电脑硬盘领域、实现产业化之前,还必须进一步降低其颗粒大小。前人研究表明,掺入C元素将有助于分隔FePt材料、减小它的颗粒尺寸[7]-[9]。但是,他们工作的不足是FePt薄膜的磁学性能不好,尚需进一步改进。

本文将采用磁控溅射方法制备FePt合金薄膜,利用MgO籽层来引发FePt薄膜中的fct结构,在FePt生长过程中掺入C来降低其颗粒尺寸。通过XRD、SQUID和TEM的表征,来探讨掺C对FePt薄膜的磁性和颗粒形貌的影响。结果表明MgO籽层能够提升FePt薄膜的磁学性能,掺C可有效降低FePt薄膜的颗粒大小。

2. 实验材料与方法

2.1. 薄膜制备

实验中,将一片表面有热氧化硅层的多晶硅片用丙酮溶液超声清洗干净,置入磁控溅射仪的腔体中,真空度达 $1 \times 10^{-6} \text{ Pa}$ 。利用磁控溅射法在硅片上沉积MgO籽层和FePt-C膜层。第一步,生长MgO籽层:把硅基片加热到 100°C ,然后在MgO靶上加200 w的交流电源,通入0.1 Pa的氩气流,薄膜的生长速率为2 nm/min,溅射5 min,生长厚度为10 nm。第二步,生长FePt-C膜层:在MgO籽层的基础上,把硅基片加温到 400°C ,利用单质Fe、Pt和C靶同时把Fe、Pt和C材料溅射到硅基片上,氩气流也是0.1 Pa,在三个靶上调控不同的功率,使得Fe和Pt的配比为1:1(原子比),而C的体积比为50%,整个FePt-C膜层的生长速率为1 nm/min,溅射时间为6分钟,我们获得6 nm膜厚。图1显示了该样品的膜层结构。薄膜溅射完毕,让样品在真空腔中冷却到 100°C 以下,然后取出做下一步表征工作。

2.2. 薄膜表征

利用 X 射线衍射仪(XRD, Bruker AXS D8 Advance, Cu K α 射线)表征 FePt 薄膜的相结构, 利用超导量子干涉仪(SQUID MPMS XL, Quantum Design)来测量薄膜的磁滞(M-H)曲线, 利用透射电子显微镜(TEM, Technai 30)来表征样品的微观形貌。

3. 结果与讨论

图 2 给出 FePt-C 薄膜的 XRD 谱图。FePt 和 MgO 峰已经在图中标志出。由图中看出, MgO(200)峰($2\theta = 42^\circ$)来自 MgO 籽层, 其主要功能是引发 $L1_0$ -相 FePt 织构; 标志 fct 结构的 FePt(001)峰(23°)和(002)峰(49.1°)非常尖锐, 标志 fcc 结构的 FePt(200)峰(47°)比较弱, 几乎被(002)峰掩盖住, 而标志各项同性的 FePt(111)峰(41° 位置)几乎没有出现。FePt 薄膜的 $L1_0$ 相有序度可通过 FePt(001)和(002)峰的强度比值来体现[4], 经计算得出该薄膜有序度 $S = 0.95$, 非常接近“1”。这一切显示出该 FePt-C 薄膜具有很强的 $L1_0$ 相和优质各向异性。

FePt 薄膜的优良磁学性能还可以通过它的磁滞曲线来体现。实验中所用的 SQUID, 其最大磁场范围为 ± 55 kOe, 测量精度可达 10^{-9} emu。图 3 显示了 FePt-C 薄膜的垂直和平行磁滞曲线图。从图中可以看出, 垂直 $M-H$ 曲线的方形度很好(剩余磁化强度 M_r 几乎与饱和磁化强度 M_s 相等, 均为 900 emu/cc), 垂直矫顽力 $H_c = 12$ kOe, 要高于现行的电脑硬盘磁存储媒质 CoCrPt 合金薄膜(5 kOe) [3]。此外, 薄膜的平行 $M-H$ 曲线表明其 M 和 H 大致遵守线性关系, 平行矫顽力 $H_c = 3$ kOe, 这样的性质将增强其磁存储性能[1]。从 $M-H$ 曲线中还可以计算出该磁性材料的各向异性能 $K_u = 3.4 \times 10^6$ J/m 3 , 远大于现行 CoCrPt 合金薄膜(6.0×10^5 J/m 3), 并且比较接近 FePt 合金薄膜的理论值(7.0×10^6 J/m 3)[3] [8]。这些参数表明该薄膜的磁学性能优良, 有助于将来应用作硬盘存储媒质。

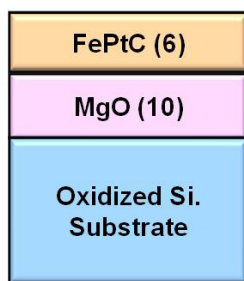


Figure 1. Film structure of FePt-C/MgO/Si (unit: nm)

图 1. FePt-C/MgO/Si 的膜层结构图(单位: nm)

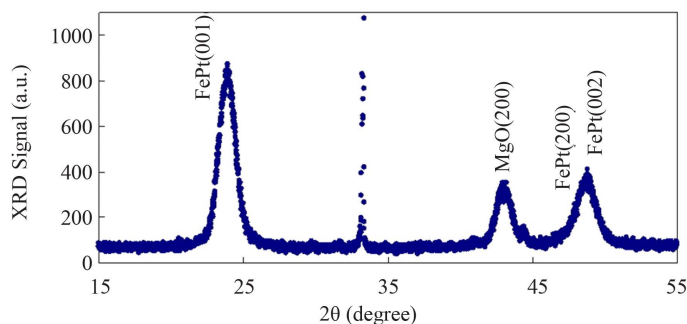


Figure 2. XRD patterns of FePt-C granular film

图 2. FePt-C 薄膜的 XRD 谱图

为了研究该样品的微观形貌，采用了高分辨率 TEM 来观察 FePt 薄膜(最小分辨尺度可达 1~2 nm)。图 4 给出了 FePt-C 薄膜的透射电镜图。图中显示，掺入 C 元素后，与不掺 C 工作相比，FePt 薄膜很好的被分割成小颗粒[9]。进一步测量这些颗粒的尺寸，然后做平均和分布图，显示在图 5 中。我们得出，该 FePt-C 颗粒薄膜的平均尺寸为 8.0 ± 1.8 nm，显示出优良的均匀性。

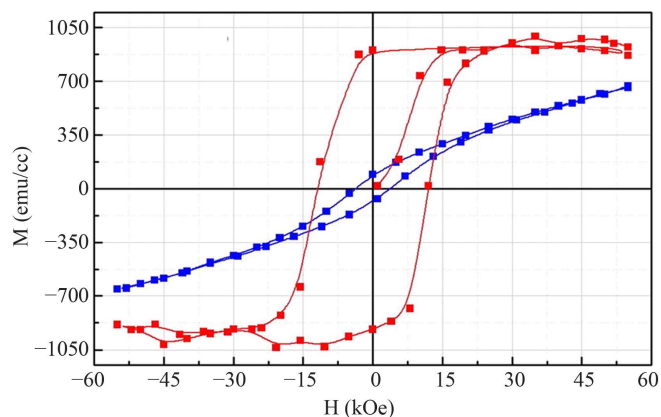


Figure 3. MH loops of FePt-C granular film

图 3. FePt-C 薄膜的磁滞曲线图

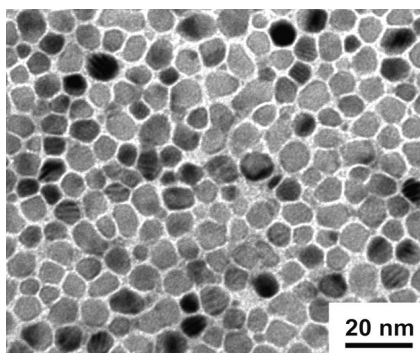


Figure 4. TEM image of FePt-C granular film, displaying its microstructure, with average grain size of 8 nm

图 4. FePt-C 薄膜的 TEM 电镜图，显示其微观结构，颗粒平均尺寸为 8 nm

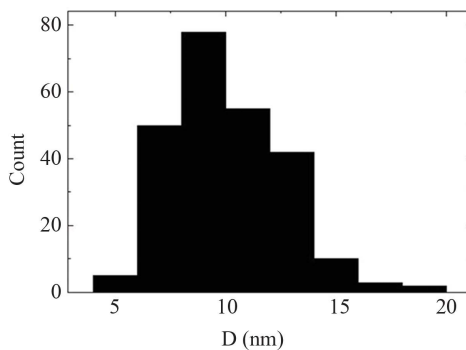


Figure 5. Grain size distribution of FePt-C film

图 5. FePt-C 薄膜的颗粒尺寸分布图

4. 结论

利用磁控溅射法在热氧化硅基片上成功制成了 FePt-C 颗粒薄膜(其中有 MgO 籽层), 并利用 XRD、SQUID 和 TEM 分别表征其结构、磁性和微观形貌。结果表明, 掺 C 后的 FePt 薄膜颗粒的尺寸明显降低, 并达到 8.0 ± 1.8 nm。一层 10 nm 厚的 MgO 籽层有助于帮助 FePt 薄膜形成 $L1_0$ 相结构, 获得优秀的磁学性能(垂直矫顽力高达 12 kOe, M-H 曲线的方形度很好; 各向异性性能高达 3.4×10^6 J/m³)这些性能远远优于现行的硬盘磁存储媒质 CoCrPt 合金薄膜。结果显示, FePt 是一种优异的磁存储材料, 在下一代电脑硬盘产品中将有光明的前景用途。

参考文献 (References)

- [1] Ruigrok, J.J.M., Coehoorn, R., Cumpson, S.R. and Kesteren, H.W. (2000) Disk recording beyond 100 Gb/in.²: Hybrid recording? (invited). *Journal of Applied Physics*, **87**, 5398-5403.
- [2] Zeng, Y., Huang, X.Y., Zhou, W.D. and Yu, S.K. (2013) Numerical study of thermal-induced lubricant depletion induced on an anisotropic multilayer disk in a heat assisted magnetic recording system. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, **60**, 322-333.
- [3] Hirayama, Y., Tamai, I., Takekuma, I., et al. (2009) Role of underlayer for segregated structure formation of CoCrPt-SiO₂ granular thin film. *Journal of Physics: Conference Series*, **165**, 012033.
- [4] 冯春, 李宝河, 滕蛟, 杨涛, 于广华 (2005) Ag 和 Ti 底层对[Fe/Pt]_n 多层膜有序化的影响. *物理学报*, **10**, 4898-4902.
- [5] 汪元亮, 顾正飞, 成钢, 马垒, 赵家成 (2006) Fe-Pt 纳米晶永磁合金薄膜研究现状. *电工材料*, **3**, 29-33.
- [6] Xu, Z., Liu, X.D., Gao, R.X., Chen, Z.F., Lai, T.S., Hu, H.N., et al. (2008) Photoinduced magnetic softening of perpendicularly magnetized $L1_0$ -FePt granular films. *Applied Physics Letters*, **93**, 162509.
- [7] 刘梅, 陈芳慧, 王永红, 张玉梅, 李海波 (2011) C 底层厚度对 FePt(001)结构生长的影响. *兵器材料科学与工程*, **4**, 9-12.
- [8] Chen, J.S., Lim, B.C., Ding, Y.F., et al. (2009) Granular $L1_0$ FePt-X(X=C, TiO₂, Ta₂O₅) (001) nanocomposite films small grain size for high density magnetic recording. *Journal of Applied Physics*, **105**, 07B702.
- [9] 李小丽, 许小红, 武海顺 (2005) [FePt/C]_n 多层膜的结构和磁学性能. *稀有金属材料与工程*, **9**, 1509-1512.