

# Study on FePt Granular Film for Perpendicular Magnetic Recording (PMR) Media with Ultra-High Density

Jinwan Han, Li Zhang\*, Juncheng Jiang, Chenlu Zheng, Haiqin Hu

College of Physics and Engineering, Taizhou University, Taizhou Zhejiang  
Email: \*zhangli\_cmu2005@aliyun.com

Received: Jun. 29<sup>th</sup>, 2016; accepted: Jul. 23<sup>rd</sup>, 2016; published: Jul. 26<sup>th</sup>, 2016

Copyright © 2016 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

Magnetron sputtering was applied to grow FePt granular film on a silicon substrate. A MgO interlayer was in-between the film and substrate to induce the  $L1_0$  structure in the FePt alloy film with fct texture. The carbon addition helps reduce the grain size of the film. 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 26 kOe. The microstructure shows that it has small grain size of 8.3 nm with uniform distribution. High-resolution TEM image shows extremely excellent superlattice structure in the  $L1_0$  phase. This film is expected to be a promising candidate for ultra-high density magnetic recording in the future.

## Keywords

FePt Granular Film, Magnetron Sputtering Method, Perpendicular Magnetic Recording

# 高密度垂直磁存储FePt颗粒薄膜媒质的研究

韩锦婉, 章黎\*, 蒋俊程, 郑晨露, 胡海琴

台州学院物理与电子工程学院, 浙江 台州  
Email: \*zhangli\_cmu2005@aliyun.com

\*通讯作者。

文章引用: 韩锦婉, 章黎, 蒋俊程, 郑晨露, 胡海琴. 高密度垂直磁存储 FePt 颗粒薄膜媒质的研究[J]. 材料科学, 2016, 6(4): 251-255. <http://dx.doi.org/10.12677/ms.2016.64032>

收稿日期：2016年6月29日；录用日期：2016年7月23日；发布日期：2016年7月26日

## 摘要

本文采用磁控溅射法在硅基片上生长FePt颗粒薄膜。FePt膜层下面为MgO籽层，以此引发薄膜的 $L1_0$ 相fct织构。在FePt薄膜中掺入C可减小其颗粒尺寸。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26 kOe，颗粒大小为8.3 nm。高分辨透射电镜表征表明其优良的fct超晶格结构。该磁性薄膜有望应用于下一代高密度磁存储媒质。

## 关键词

FePt颗粒薄膜，磁控溅射法，垂直磁存储

## 1. 引言

当代信息社会，电脑广泛普及使用，其存储部件——硬盘主要采取磁性材料作为它的存储媒质[1]。在过去的六十多年里，硬盘磁存储技术发展进步迅速，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改进。现在的硬盘主要采取磁存储媒质材料为CoCrPt合金薄膜做磁存储媒质材料[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]、失去铁磁性，变为顺磁，不能再做合格的存储媒质。我们必须开发新型高矫顽力的磁存储材料来取代它。

在各种新型的磁性材料中， $L1_0$ 相的FePt合金因其在室温下具有极高的磁晶各向异性能( $K_u$ 最高可达 $7.0 \times 10^6 \text{ J/m}^3$ )和矫顽力(最高 $H_C$ 能有100 kOe)，并在晶粒尺寸小到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织构，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有助于降低FePt薄膜的颗粒大小。高分辨TEM图像显示颗粒内部也呈现出优良的fct晶格结构。

## 2. 实验材料与方法

### 2.1. 薄膜制备

在实验中，我们将一500  $\mu\text{m}$ 厚的多晶硅片用乙二醇溶液超声清洗干净，置入磁控溅射仪腔中，真空度达 $1.3 \times 10^{-6} \text{ Pa}$ 。磁控溅射仪型号为沈阳科仪TRP-450。利用磁控溅射法在硅片上前后沉积MgO籽层和FePt-C膜层。第一步，生长MgO籽层：把硅基片加热到100 $^\circ\text{C}$ ，然后在MgO靶上加150 w的交流电源，通入0.2 Pa的氩气流，薄膜的生长速率为2 nm/min，溅射6 min，生长厚度为12 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500 $^\circ\text{C}$ ，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来生长FePt薄膜。这些靶材都购自合肥科晶，纯度为99.99%。氩气流也是0.2 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 40%,整个 FePt-C 膜层的生长速率为 1.25 nm/min,溅射时间为 4 分钟,膜厚为 5 nm。薄膜溅射完毕,让样品在真空环境中冷却到 100℃ 以下,然后从腔中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 $\alpha$  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和超晶格结构。

## 3. 结果与讨论

图 1 显示了 XRD 表征结果。在该谱图中,FePt 和 MgO 峰已经在图中标志出。我们观察到 MgO(200)峰( $2\theta = 42^\circ$ )来自 12 nm 厚的 MgO 籽层,用来引发  $L1_0$ -相 FePt 织构;标志 fct 结构的 FePt(001)峰( $23^\circ$ )和(002)峰( $49.1^\circ$ )比较尖锐,标志 fcc 结构的 FePt(200)峰( $47^\circ$ )相对较弱,几乎被(002)峰掩盖住,而标志各项同性的 FePt(111)峰( $41^\circ$ )几乎没看到。通过 FePt(001)和(002)峰的强度比值可以计算该薄膜的  $L1_0$  相有序度  $S$  [4],计算得  $S = 0.85$ ,非常接近“1”。这一切显示出该 FePt 薄膜具有优质各向异性。

下一步实验是测量 FePt 薄膜的磁滞曲线。本工作中所用 SQUID 的最大磁场范围为  $\pm 55$  kOe,测量精度可达  $10^{-8} \sim 10^{-9}$  emu。图 2 显示了 FePt 薄膜的垂直和平行磁滞曲线图。从图中可以看出,垂直  $M-H$  曲线的方形度比较好(剩余磁化强度  $M_r$  几乎与饱和磁化强度  $M_S$  相等,均为 480 emu/cc),垂直矫顽力  $H_c = 26$  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,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性能  $K_u = 3.8 \times 10^6$  J/m $^3$  (近似为饱和磁化强度和矫顽力的乘积),远大于现行 CoCrPt 合金薄膜( $6.0 \times 10^5$  J/m $^3$ ),并且比较接近 FePt 合金薄膜的理论值( $7.0 \times 10^6$  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。

为了研究该薄膜的微观形貌,我们采用高分辨率 TEM 来观察 FePt 薄膜(最小分辨尺度可达 1~2 nm)。图 3 给出了 FePt 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,得出该 FePt-C 颗粒薄膜的平均尺寸为  $8.3 \pm 1.2$  nm,显示出优良的均匀性。之后,我们利用 TEM 的超高分辨率模式(放大 100 万倍)来观察单个颗粒的内部结构,如果图 4 显示。颗粒内部显示出清晰的 fct 晶格结构,表明该 FePt 纳米颗粒薄膜的  $L1_0$  相取向优良。

除了垂直矫顽力和各向异性,还有其他重要的参数比如说垂直磁记录媒质性能如垂直和平行矫顽力之比  $H_{c\_perp}/H_{c\_inp}$ ,还有它的方形度  $L$  (定义为剩余磁化强度和饱和磁化强度之比  $M_r/M_S$ )。高品质的垂直磁记录媒质要求要有高的垂直矫顽力和平行矫顽力之比和方形度。高方形度意味着垂直磁记录媒质的性能十分出色。理想的垂直磁记录媒质需要  $L = 1$ 。进一步实验结果指出,随着 C 含量从 0 到 50% 的增加,方形度  $L$  随之减小。这意味着掺碳到 FePt 薄膜中有助于减小水平矫顽力对垂直磁记录媒质的影响,有利于垂直磁记录媒质的提高,主要原因是 FePt 颗粒度减小,并且分布均匀。薄膜颗粒的分离对垂直磁记录媒质也很重要,理论上讲,有良好的  $L1_0$  有序度的 FePt 磁性颗粒的最小尺寸可为 1.5 nm,但是由于纳米粒子表面效应,在实验中它只能达到 4 nm [4]。因此,  $L1_0$  相 FePt 薄膜的磁存储密度可达到 1 Tbits/in $^2$  及以上,还有很大提升空间。

## 4. 结论

利用磁控溅射法在热氧化硅基片上成功制成了 FePt 颗粒薄膜(其中有 MgO 籽层),并利用 XRD、SQUID 和 TEM 分别表征其织构、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,

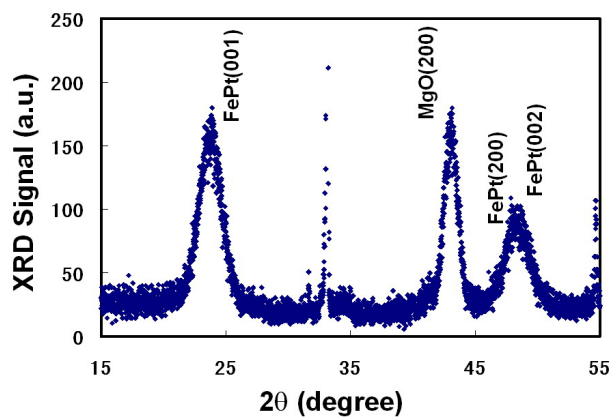
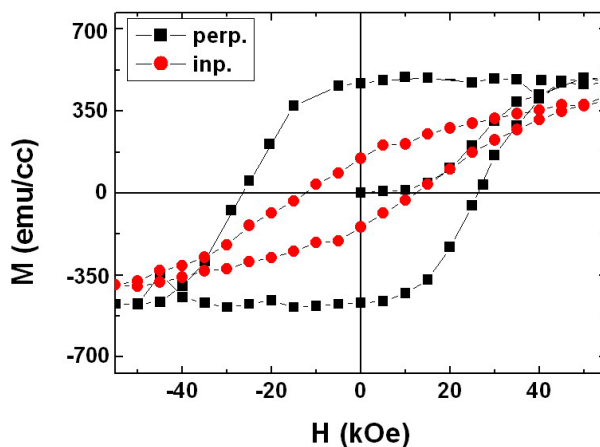


Figure 1. XRD patterns of FePt granular film

图 1. FePt 薄膜的 XRD 谱图



黑色方块、近方形的为垂直方向，红色圆点、近线性的为平行方向

Figure 2. MH loops of FePt granular film

图 2. FePt 薄膜的磁滞曲线图

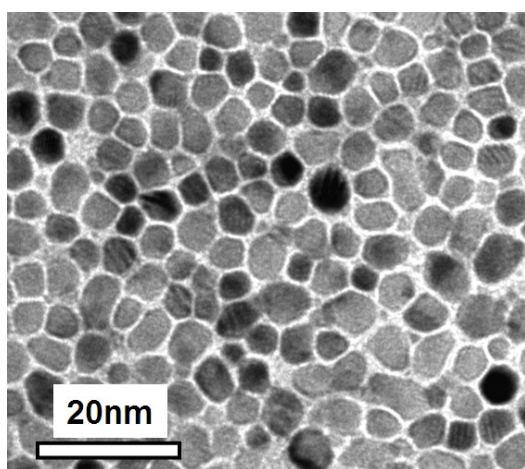
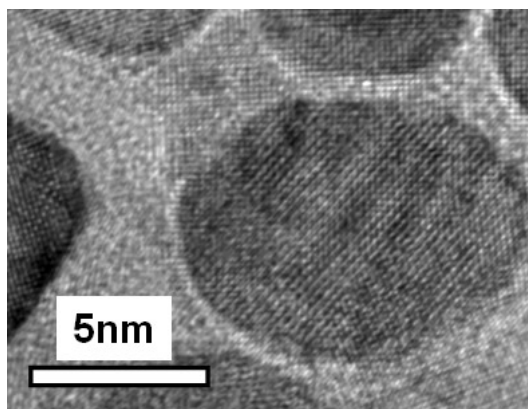


Figure 3. TEM image of FePt film, displaying its microstructure, with average grain size of 8.3 nm

图 3. FePt 薄膜的 TEM 电镜图, 显示其微观结构, 颗粒平均尺寸为 8.3 nm



**Figure 4.** High resolution TEM image of FePt film, displaying its fct structure in nanosize

**图 4.** FePt 薄膜的高分辨 TEM 图, 显示其纳米尺寸的 fct 结构

并达到  $8.3 \pm 1.2$  nm。一层 12 nm 厚的 MgO 籽层有助于帮助 FePt 薄膜形成  $L1_0$  相结构, 获得优秀磁学性能(垂直矫顽力高达 26 kOe,  $M-H$  曲线的方形度很好; 各向异性能高达  $3.8 \times 10^6$  J/m<sup>3</sup>)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。

## 基金项目

浙江省大学生科技创新活动计划(暨“新苗人才计划”), 代号 2015R430010。

## 参考文献 (References)

- [1] Ruigrok, J., Coehoorn, R., Cumpson, S., *et al.* (2000) Disk Recording beyond 100 Gb/in.<sup>2</sup>: Hybrid Recording? (Invited). *Journal of Applied Physics*, **87**, 5398-5403. <http://dx.doi.org/10.1063/1.373356>
- [2] Varaprasad, B., Takahashi, Y.K., Wang, J., *et al.* (2014) Mechanism of Coercivity Enhancement by Ag Addition in FePt-C Granular Films for Heat Assisted Magnetic Recording Media. *Applied Physics Letters*, **104**, 222403. <http://dx.doi.org/10.1063/1.4880655>
- [3] Hirayama, Y., Tamai, I., Takekuma, I., *et al.* (2009) Role of Underlayer for Segregated Structure Formation of CoCrPt-SiO<sub>2</sub> Granular Thin Film. *Journal of Physics: Conference Series*, **165**, 012033. <http://dx.doi.org/10.1088/1742-6596/165/1/012033>
- [4] 冯春, 李宝河, 滕蛟, 等. Ag 和 Ti 底层对[Fe/Pt]<sub>n</sub> 多层膜有序化的影响. *物理学报*, 2005, 54(10): 4898-4902.
- [5] 汪元亮, 顾正飞, 成钢, 等. Fe-Pt 纳米晶永磁合金薄膜研究现状. *电工材料*, 2006(3): 29-33.
- [6] Xu, Z., Liu, X.D., Gao, R.X., *et al.* (2008) Photoinduced Magnetic Softening of Perpendicularly Magnetized  $L1_0$ -FePt Granular Films. *Applied Physics Letters*, **93**, 162509. <http://dx.doi.org/10.1063/1.3007977>
- [7] 刘梅, 陈芳慧, 王永红等. C 底层厚度对 FePt(001) 织构生长的影响. *兵器材料科学与工程*, 2011, 34(4): 9-12.
- [8] Chen, J.S., Lim, B.C., Ding, Y.F., *et al.* (2009) Granular  $L1_0$  FePt-X(X=C, TiO<sub>2</sub>, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) (001) Nanocomposite Films Small Grain Size for High Density Magnetic Recording. *Journal of Applied Physics*, **105**, 07B702.
- [9] Perumal, A., Ko, H.S. and Shin, S.C. (2003) Perpendicular Thin Films of Carbon-Doped FePt for Ultrahigh-Density Magnetic Recording Media. *IEEE Transactions on Magnetics*, **39**, 2320-2324. <http://dx.doi.org/10.1109/TMAG.2003.816284>

**期刊投稿者将享受如下服务：**

1. 投稿前咨询服务 (QQ、微信、邮箱皆可)
2. 为您匹配最合适的期刊
3. 24 小时以内解答您的所有疑问
4. 友好的在线投稿界面
5. 专业的同行评审
6. 知网检索
7. 全网络覆盖式推广您的研究

投稿请点击：<http://www.hanspub.org/Submission.aspx>