

Fabrication and Characterization of FePt-SiO₂ Nanogranular Films

Haiqin Hu, Li Zhang*, Jinwan Han, Juncheng Jiang, Hui He

College of Physics and Engineering, Taizhou University, Taizhou Zhejiang

Email: zhangli_cmu2005@aliyun.com

Received: Dec. 29th, 2015; accepted: Jan. 17th, 2016; published: Jan. 20th, 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

FePt-SiO₂ nanogranular film was fabricated on a silicon substrate by magnetron sputtering method. A MgO interlayer was applied to induce the L1₀ structure in the FePt thin film. The addition of silicon oxide helps 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 L1₀ order, and the squareness of MH loop is close to unity, with a high perpendicular coercivity of 21 kOe. The microstructure shows that it has small grain size of 8.8 nm with uniform distribution. This magnetic film is a promising candidate for magnetic recording media with ultra-high areal density.

Keywords

FePt Granular Film, Magnetron Sputtering Method

FePt-SiO₂纳米颗粒薄膜的制备和表征

胡海琴, 章黎*, 韩锦婉, 蒋俊程, 何慧

台州学院物理与电子工程学院, 浙江 台州

Email: zhangli_cmu2005@aliyun.com

收稿日期: 2015年12月29日; 录用日期: 2016年1月17日; 发布日期: 2016年1月20日

*通讯作者。

文章引用: 胡海琴, 章黎, 韩锦婉, 蒋俊程, 何慧. FePt-SiO₂ 纳米颗粒薄膜的制备和表征[J]. 材料科学, 2016, 6(1): 26-31. <http://dx.doi.org/10.12677/ms.2016.61003>

摘要

采用磁控溅射法在硅基片上生长FePt纳米颗粒薄膜。利用MgO籽层来引发FePt合金薄膜的fct结构，在薄膜中掺入氧化硅来减小其颗粒尺寸。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纳米颗粒进行表征，结果表明制备的样品具有优良的 $L1_0$ 相结构，磁滞曲线测量结果表明材料的方形度很好，而且垂直矫顽力高达21 kOe，颗粒大小为8.8 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

当代信息社会，计算机得到了广泛应用。作为核心数据存储部件的硬盘，目前的主流技术是采取磁性材料作为其存储媒质[1]。从上世纪五十年代开始，在过去的半个多世纪中，硬盘磁存储技术得到迅猛发展，存储密度大幅度提高，存储模式也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迫使磁存储媒质跟着改进、努力提升工作性能。目前，硬盘磁存储媒质材料通用为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降低，Co系合金将逼近其超顺磁极限[1]、失去磁性，从而无法再存储信息。由此，硬盘工业的研发人员必须开发新型高矫顽力的磁存储材料。

迄今为止，科研人员调研了很多种新型磁性材料，其中 $L1_0$ 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，掺入碳、氧化镁和二氧化硅这些非磁性材料将有助于分隔FePt材料、减小它的颗粒尺寸[7]-[10]。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生长过程中掺入氧化硅来降低其颗粒尺寸，这是因为氧化硅在CoCrPt薄膜中有较好的分隔材料表现[3]。通过XRD、SQUID和TEM的表征，来探讨掺氧化硅对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，掺氧化硅可有效降低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0.5 mm厚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 $2 \times 10^{-6} \text{ Pa}$ 。利用磁控溅射法在硅片上沉积MgO籽层和FePt-SiO₂膜层。第一步，生长MgO籽层：把硅基片加热到100℃，然后在MgO靶上加上交流电源，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-SiO₂膜层：在MgO籽层的基础上，把硅基片加温到500℃，利用Fe、Pt和SiO₂靶(纯度高于99.99%)把Fe、Pt和SiO₂三种物质同时溅射到硅基片上，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SiO₂的体积比为40%，

整个 FePt-SiO₂ 膜层的生长速率为 1.5 nm/min，溅射时间为 5 分钟，获得 7.5 nm 厚的纳米尺度薄膜。图 1 为该样品的膜层结构示意图。薄膜溅射完毕，让样品在真空腔中冷却到 150℃ 以下，冷却过程中保持高真空避免薄膜被氧化。然后，打开真空腔，取出样品，做下一步表征工作。

2.2. 薄膜表征

本实验中，利用 X 射线衍射仪(XRD, Bruker AXS D8 Advance, Cu K α 射线)表征 FePt 纳米薄膜的相结构，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-SiO₂ 纳米薄膜的 XRD 谱图。FePt 和 MgO 峰已经在图中标志出。显而易见，MgO (200) 峰($2\theta = 42^\circ$)来自 MgO 籽层，其主要功能是引发 L1₀-相 FePt 织构；标志 fct 结构的 FePt (001)峰(23°)和(002)峰(49.1°)非常尖锐，而标志 fcc 结构的 FePt (200)峰(47°)比较弱，几乎被(002)峰掩盖住，进一步发现标志各项同性的 FePt (111)峰(41° 位置)几乎没有出现。FePt 薄膜的 L1₀ 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 $S = 0.91$ ，非常接近“1”。XRD 实验结果显示该 FePt-SiO₂ 纳米薄膜具有很强的 L1₀ 相结构和优良的各向异性能力。

FePt 纳米薄膜的优良磁学性能还可以通过它的磁滞曲线来体现。本工作所用 SQUID 的最大磁场范围为 ± 55 kOe，测量精度可高达 10^{-9} emu。图 3 显示了 FePt-SiO₂ 纳米薄膜的垂直和平行磁滞曲线图。从图中可以看出，垂直 $M-H$ 曲线的方程度很好(表明剩余磁化强度 M_r 几乎与饱和磁化强度 M_s 相等，均为 800 emu/cc)，垂直矫顽力 $H_c = 21$ 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 $H_c = 4$ 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 $K_u = 3.8 \times 10^6$ J/m³，远大于现行 CoCrPt 合金薄膜(6.0×10^5 J/m³)，并且比较接近 FePt 合金薄膜的理论值(7.0×10^6 J/m³) [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。

为了研究该样品的微观形貌，采用了高分辨率 TEM 来观察 FePt 薄膜。图 4 给出了 FePt-SiO₂ 薄膜的透射电镜图(放大倍数为 10 万)。图中显示，掺入 SiO₂ 后，与不掺 SiO₂ 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直径大小，我们得出该 FePt-SiO₂ 纳米薄膜的平均尺寸为 8.8 ± 1.3 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 5 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 L1₀ 相取向优良。

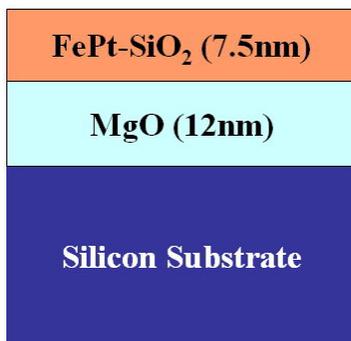


Figure 1. Film structure of FePt-SiO₂/MgO/Si (unit: nm)

图 1. FePt-SiO₂/MgO/Si 的膜层结构图(单位: nm)

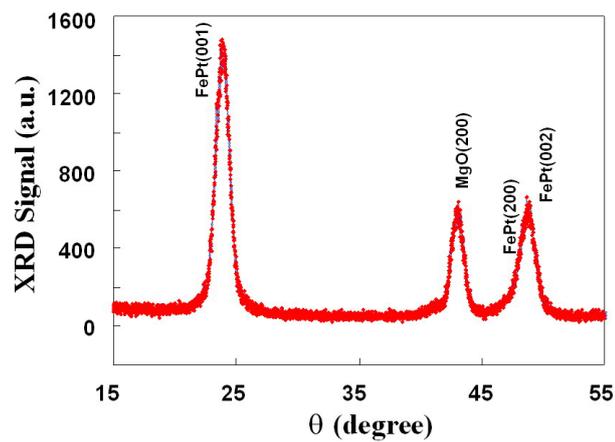


Figure 2. XRD patterns of FePt-SiO₂ granular film
图 2. FePt-SiO₂ 薄膜的 XRD 谱图

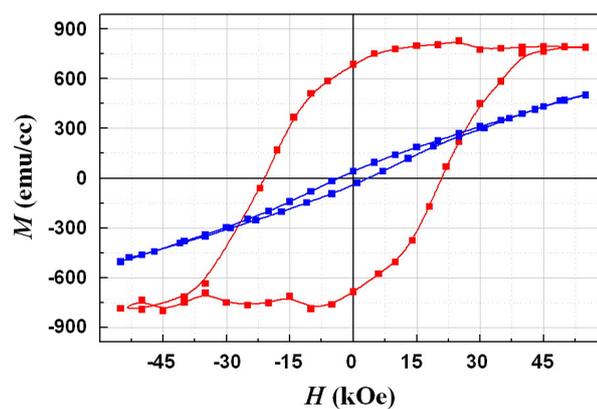


Figure 3. MH loops of FePt-SiO₂ granular film
图 3. FePt-SiO₂ 薄膜的磁滞曲线图

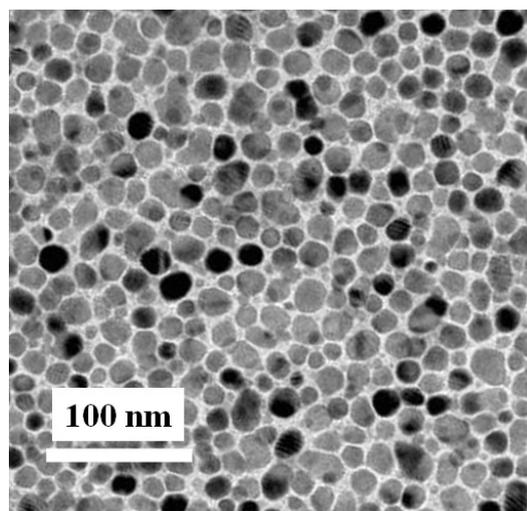


Figure 4. TEM image of FePt-SiO₂ granular film, displaying its microstructure, with average grain size of 8.8 nm
图 4. FePt-SiO₂ 薄膜的 TEM 电镜图, 显示其微观结构, 颗粒平均尺寸为 8.8 nm

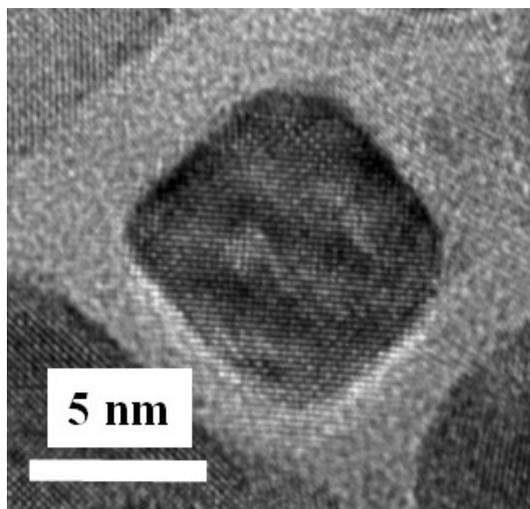


Figure 5. High resolution TEM image of FePt-SiO₂ film, displaying its fct structure in nanosize

图 5. FePt-SiO₂ 薄膜的高分辨 TEM 图, 显示其纳米尺寸的 fct 结构

4. 结论

利用磁控溅射法在热氧化硅基片上成功制成了 FePt-SiO₂ 纳米颗粒薄膜(以 MgO 作为籽层), 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 SiO₂ 后的 FePt 薄膜颗粒的尺寸明显降低, 并达到 8.8 ± 1.3 nm。一层 12 nm 厚的 MgO 籽层有助于帮助 FePt 薄膜形成 L1₀ 相结构, 获得优秀的磁学性能(垂直矫顽力高达 21 kOe, *M-H* 曲线的方形度很好; 各向异性能高达 3.8×10^6 J/m³)。这些性能远远优于现在使用的硬盘磁存储媒质 CoCrPt 合金薄膜。由此证明 FePt 纳米颗粒薄膜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应用前景。

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.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. <http://dx.doi.org/10.1063/1.373356>
- [2] Tanaka, Y. (2008) Perpendicular Recording Technology: From Research to Commercialization. *Proceedings of the IEEE*, **96**, 1754-1760. <http://dx.doi.org/10.1109/JPROC.2008.2004309>
- [3] Hirayama, Y., Tamai, I., Takekuma, I. and Nakatani, R. (2009) Role of Underlayer for Segregated Structure Formation of CoCrPt-SiO₂ Granular Thin Film. *Journal of Physics: Conference Series*, 165(5):012033. <http://dx.doi.org/10.1088/1742-6596/165/1/012033>
- [4] 吴建邦, 周民杰, 王雪敏, 等. 纳米 FePt 颗粒:MgO 多层复合薄膜的外延生长、微观结构与磁性研究[J]. 物理学报, 2014, 63(16): 166801.
- [5] 汪元亮, 顾正飞, 成钢, 马垒, 赵家成. Fe-Pt 纳米晶永磁合金薄膜研究现状[J]. 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 L1₀-FePt Granular Films. *Applied Physics Letters*, **93**, Article ID: 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)结构生长的影响. 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 L1₀ FePt-X(X=C, TiO₂, Ta₂O₅) (001) Nanocomposite Films Small Grain Size for High Density Magnetic Recording. *Journal of Applied Physics*, **105**, Article ID: 07B702.

-
- [9] Seki, T.O., Takahashi, Y.K. and Hono, K. (2008) Microstructure and Magnetic Properties of FePt-SiO₂ Granular Films with Ag Addition. *Journal of Applied Physics*, **103**, Article ID: 023910. <http://dx.doi.org/10.1063/1.2828032>
- [10] Yang, E. and Laughlin, D.E. (2008) L₁₀ FePt-Oxide Columnar Perpendicular Media with High Coercivity and Small Grain Size. *Journal of Applied Physics*, **104**, Article ID: 023904. <http://dx.doi.org/10.1063/1.2956691>