

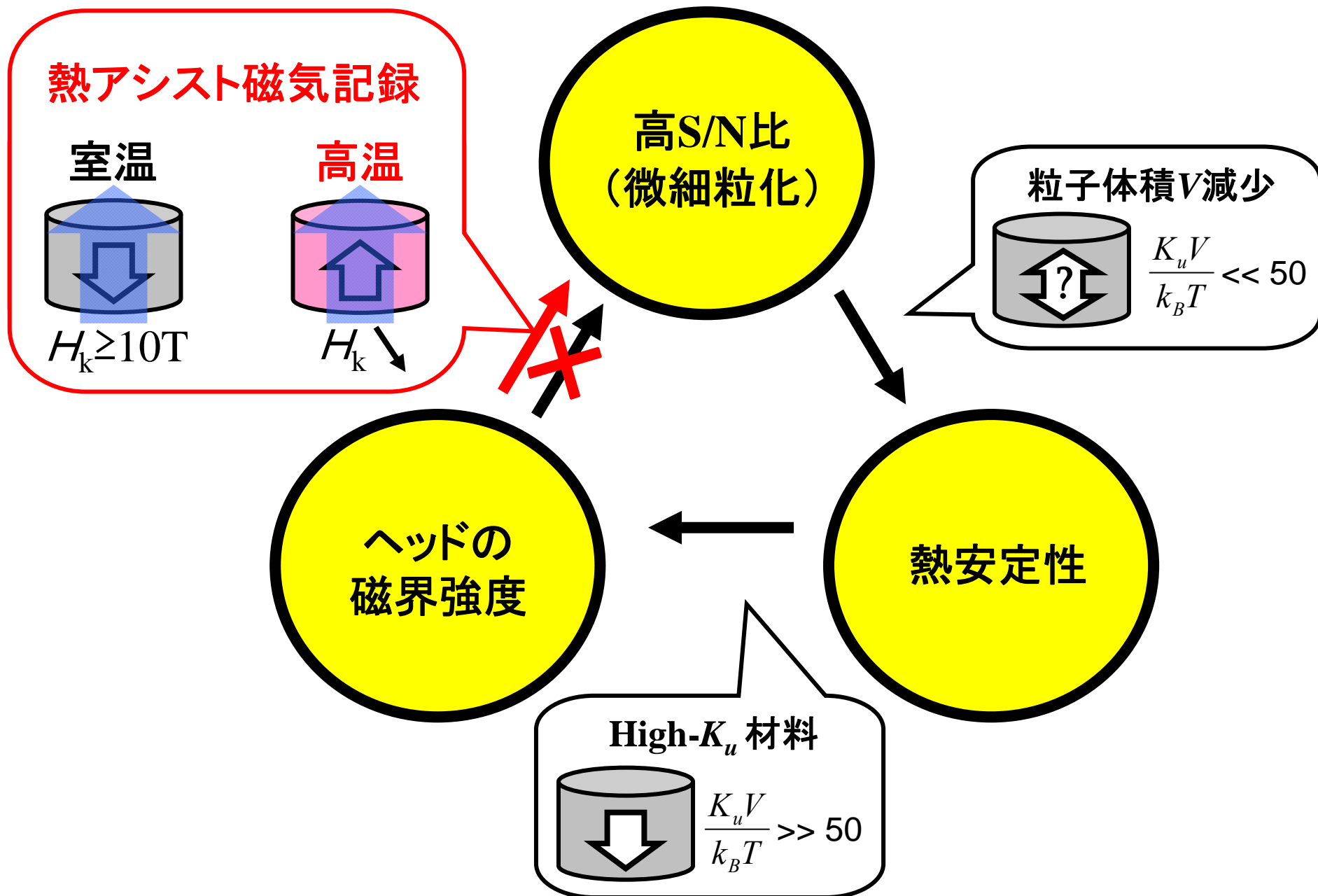
SPring-8利用推進協議会 先端磁性材料研究会 第3回研究会  
「パターン媒体の先端技術開発とナノ磁気イメージングからのアプローチ」

# 熱アシスト記録媒体用 FePt系合金薄膜の作製と磁化過程解析

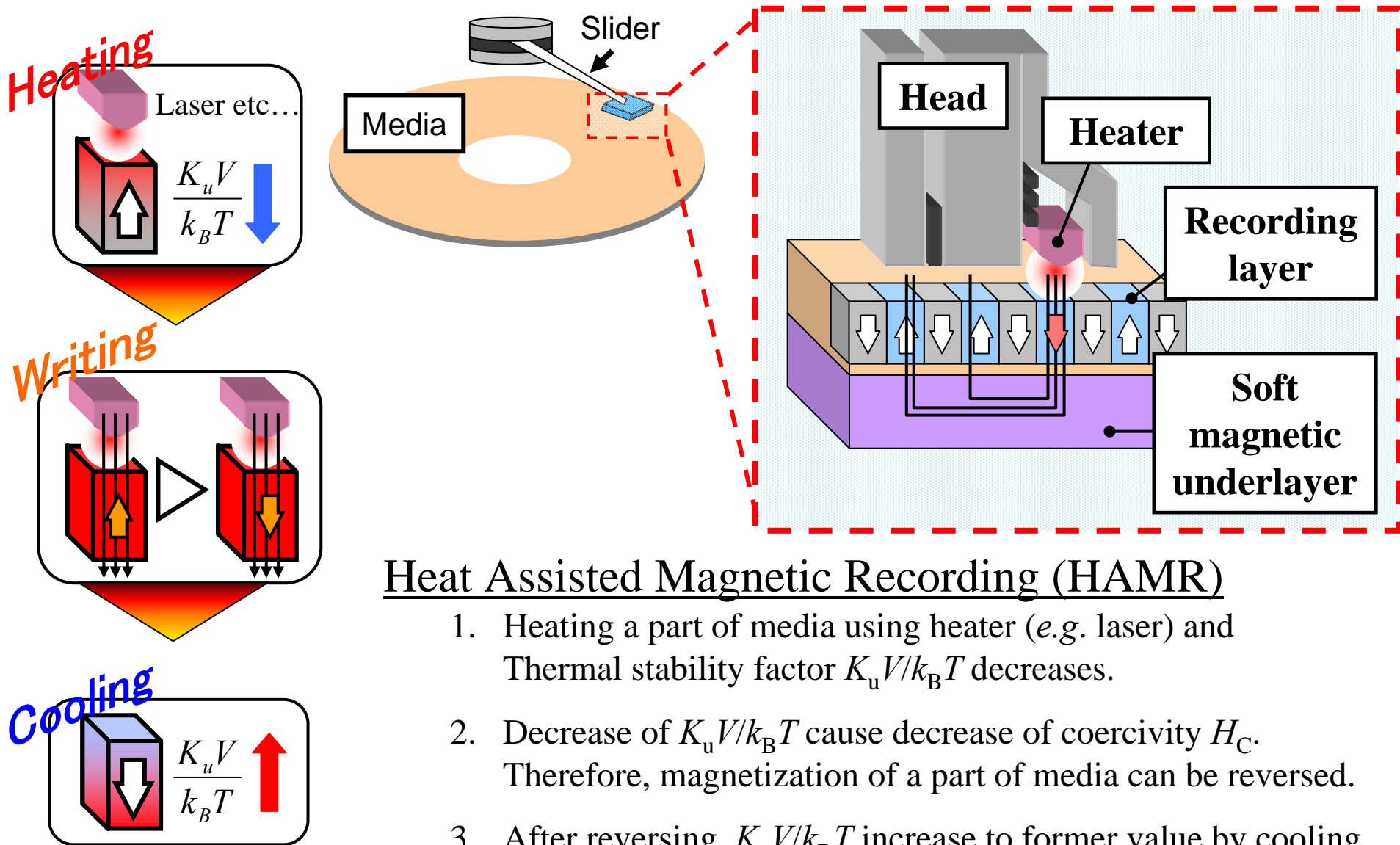
中川 茂樹

緒方 祐史, 今井 康晴

東京工業大学大学院  
理工学研究科電子物理工学専攻



### 3 熱アシスト磁気記録 (HAMR)



#### Heat Assisted Magnetic Recording (HAMR)

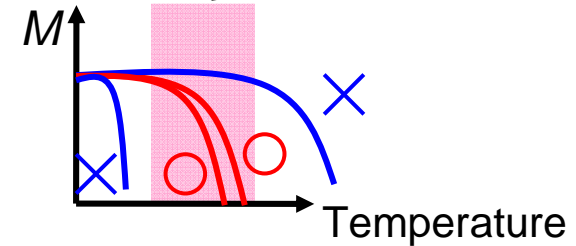
1. Heating a part of media using heater (e.g. laser) and Thermal stability factor  $K_u V/k_B T$  decreases.
2. Decrease of  $K_u V/k_B T$  cause decrease of coercivity  $H_C$ . Therefore, magnetization of a part of media can be reversed.
3. After reversing,  $K_u V/k_B T$  increase to former value by cooling

# 熱アシスト磁気記録媒体に求められる物性

## ① 熱アシスト領域のキュリー温度

- ✓ 熱アシスト加熱温度:  $\sim 200^\circ\text{C}$ 
  - ➡ 200  $^\circ\text{C}$  付近で十分小さな保磁力
  - 200  $^\circ\text{C}$  付近のキュリー点

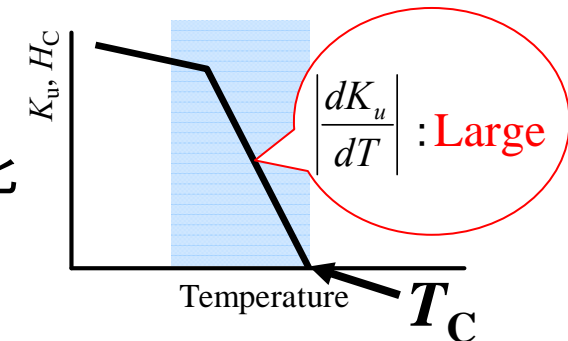
熱アシスト加熱領域 ( $\sim 200^\circ\text{C}$ )



## ② キュリー温度近傍の急峻な熱応答性

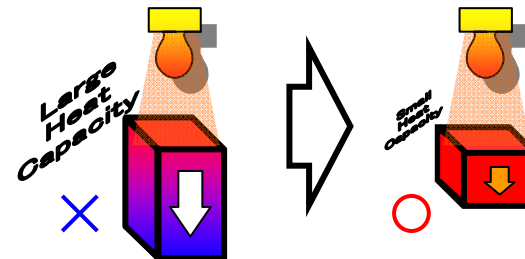
- ✓ 熱擾乱が顕著な領域を最小にする
  - ➡ 急峻な熱応答により熱揺らぎ時間を最小化
- ✓ 短時間照射効果による熱擾乱の最小化

Ref : Kikitsu, T et al. IEEE Trans.Magn. n37, (2001). 1250



## ③ 熱容量小(薄膜)

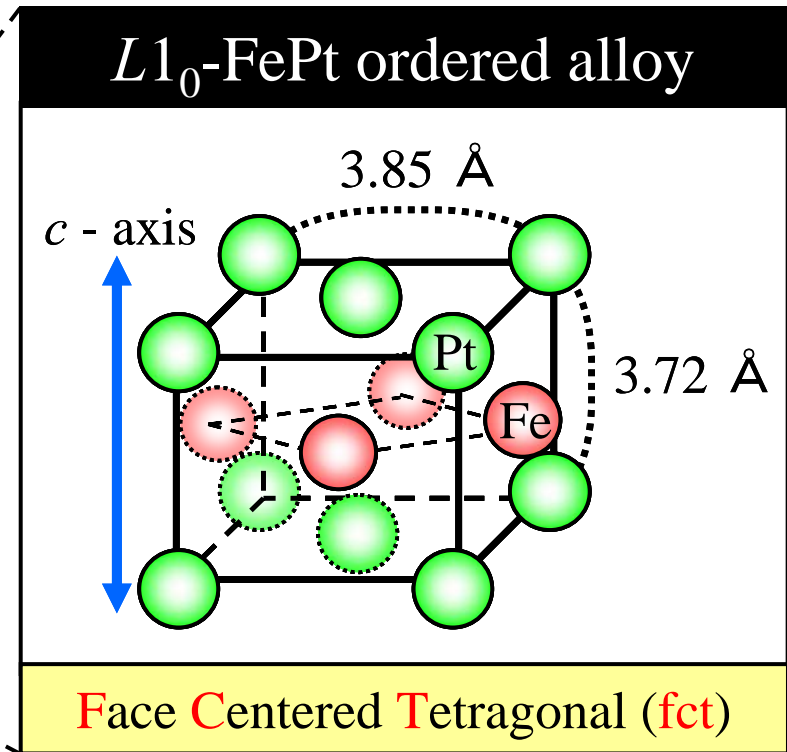
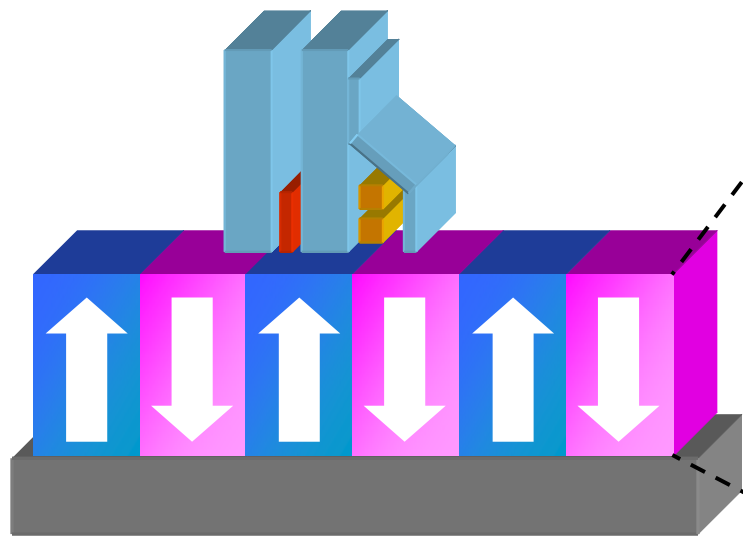
- ✓ 最小限の加熱時間
- ✓ 十分な温度上昇



- 1 Fe/Pt二層膜によるc-軸配向FePt規則合金膜
- 2 Fe/Pt/X三層膜による第三元素の添加効果
- 3 異常Hall効果によるFePt合金膜の磁化過程解析と裏打ち軟磁性層との磁気結合評価

# 6 $L1_0$ -FePt規則合金

HDD(垂直磁気記録)



● 高い一軸磁気異方性

$$K_u = 7.0 \times 10^7 \text{ (erg/cc)}$$

➡ 現存のCo系合金  $2.0 \times 10^6 \text{ (erg/cc)}$

● 第三元素添加による特性制御性

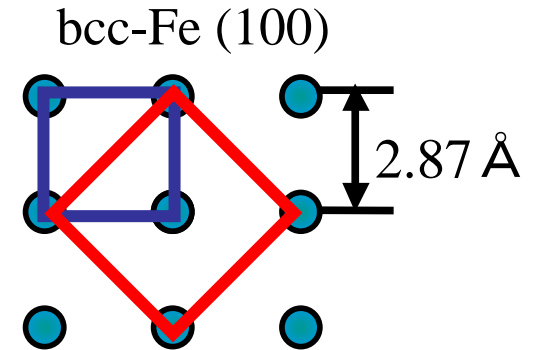
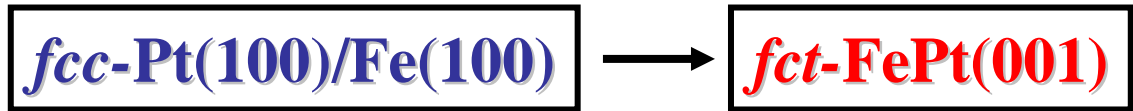
Cu, Ag, SiO<sub>2</sub> etc.

➡ キュリー一点制御やグラニューラー化

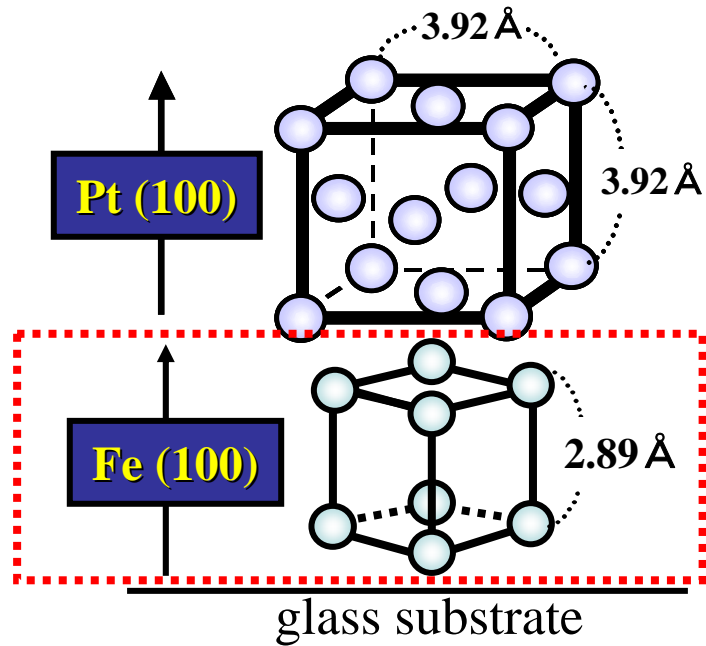
7

# We can get (001) orientation of FePt ordered alloy

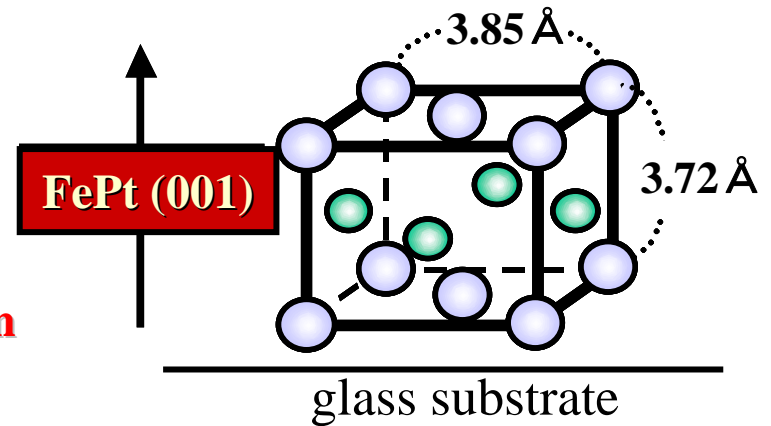
Ordering from Fe(100)/Pt(100) bilayer structure



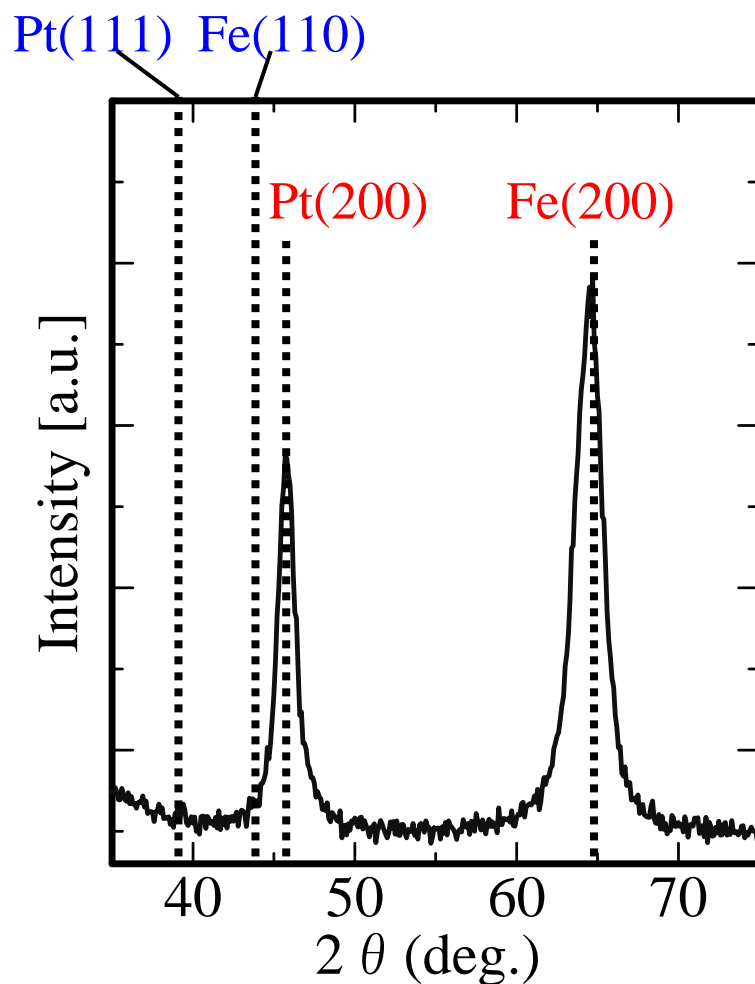
fcc-Pt (100)  
misfit : 3.3 %



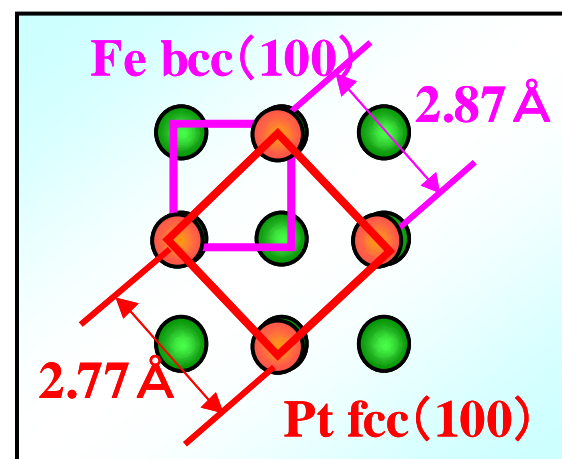
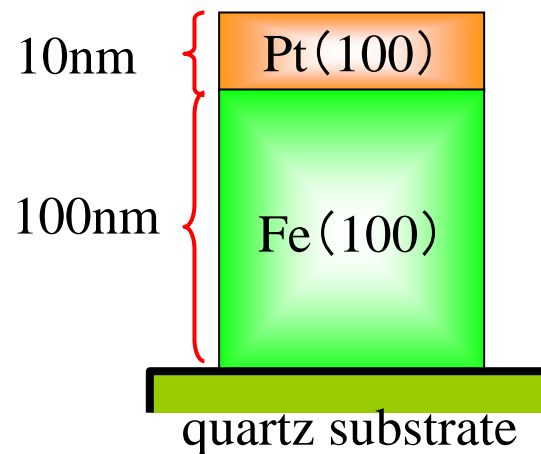
Inter diffusion



# Pt(100)/Fe(100) epitaxial relationship



As-deposited

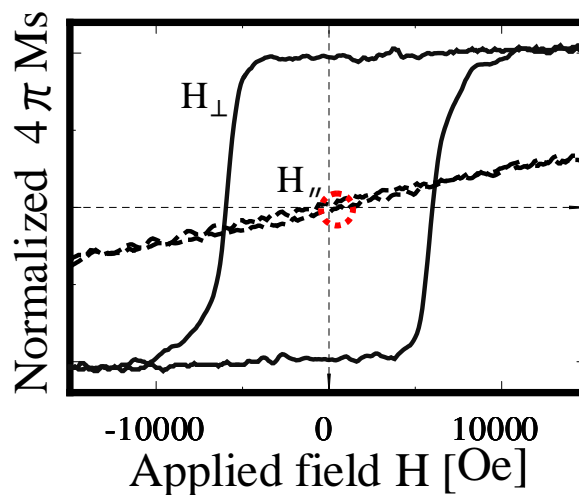
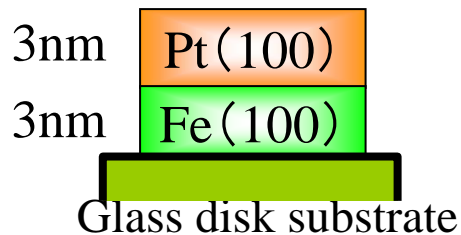


Epitaxial growth relationship with Fe(100)/Pt(100)

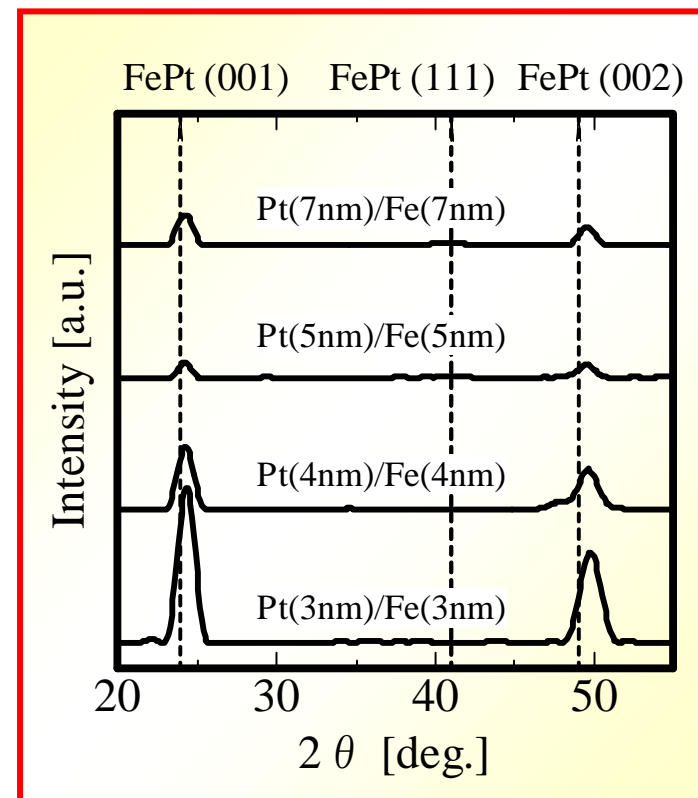
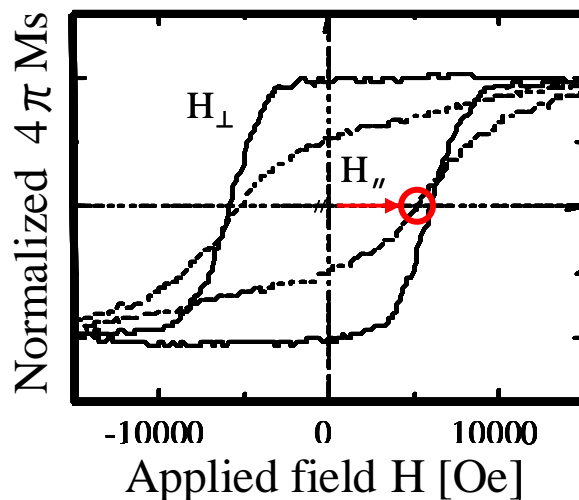
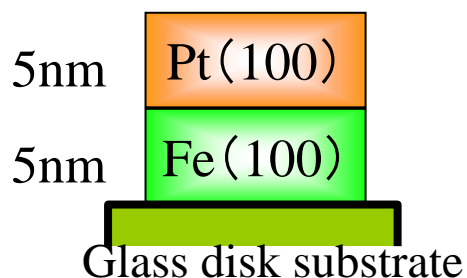


## 9 Film thickness-dependence

After annealed



After annealed

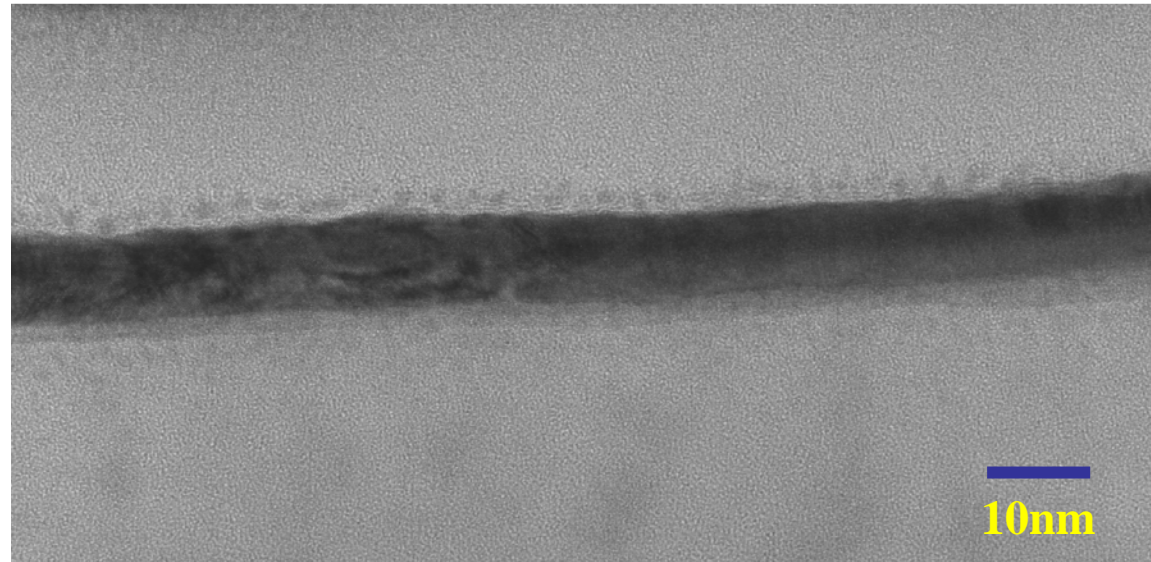
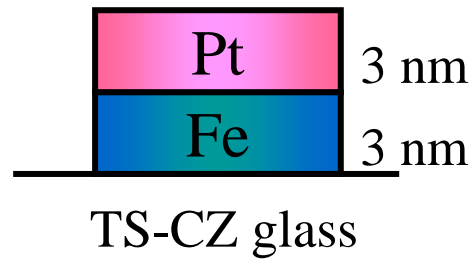


M-H characteristic deteriorates with increase of film thickness

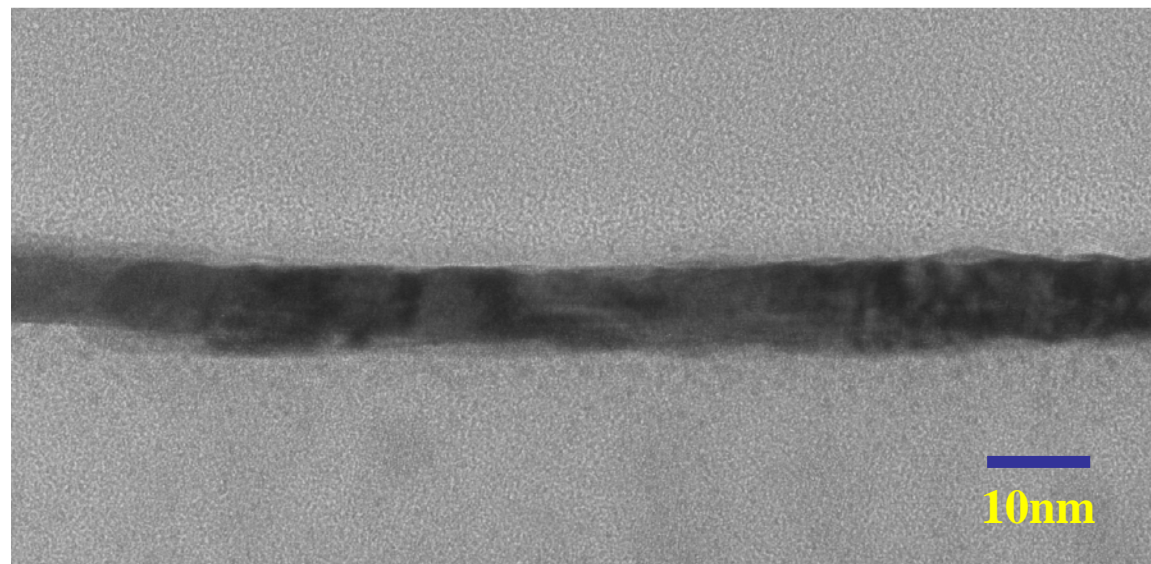
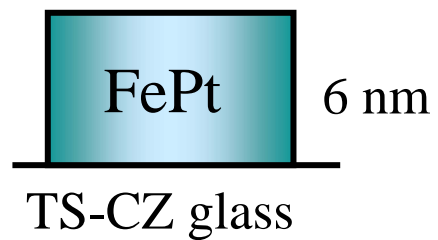
10

# Cross sectional TEM views of bilayers

As-deposited



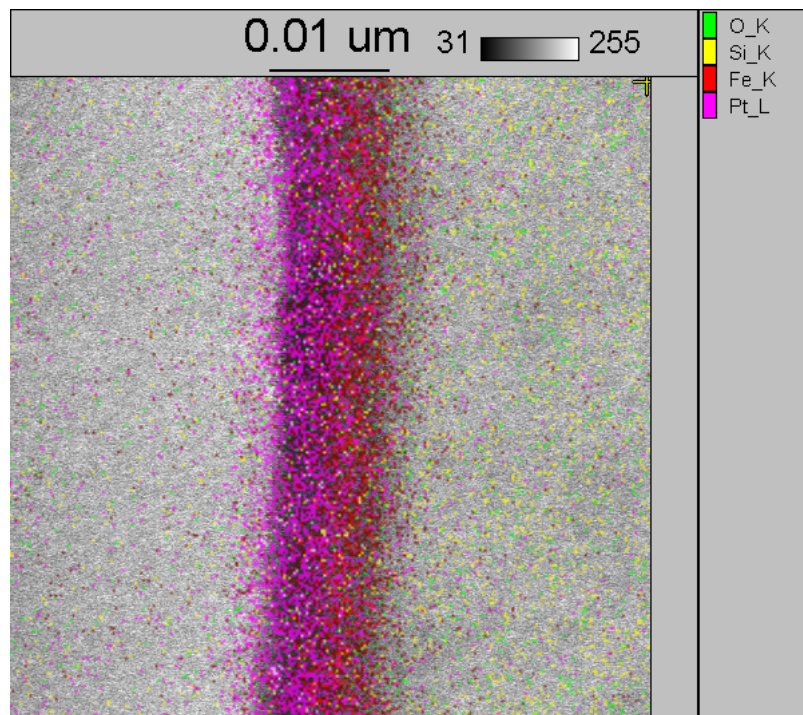
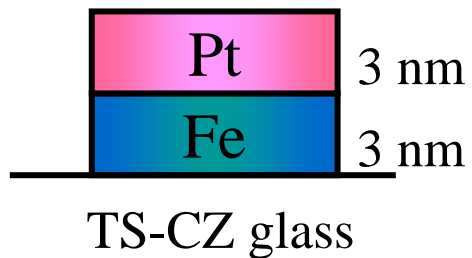
Annealed at 600°C in H<sub>2</sub>



11

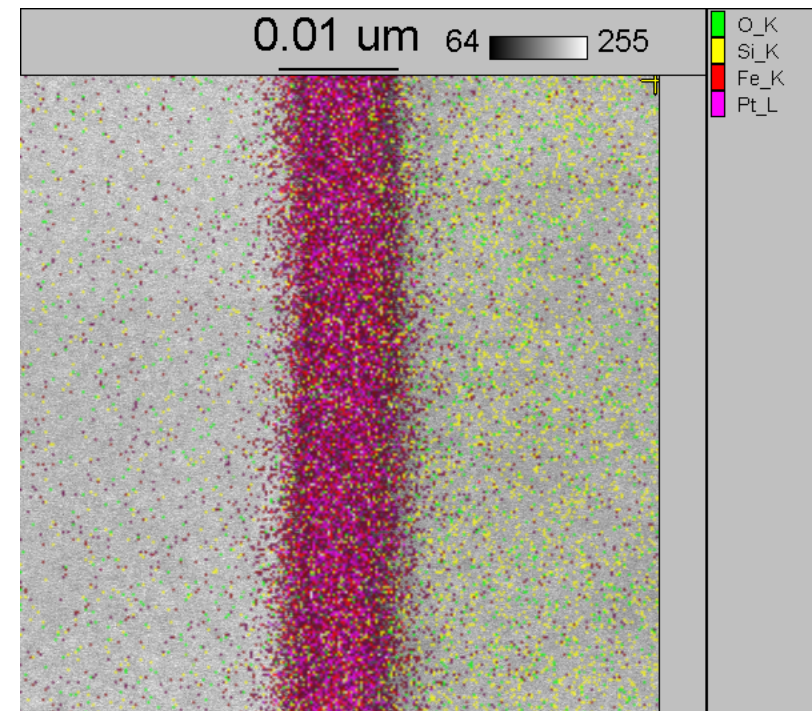
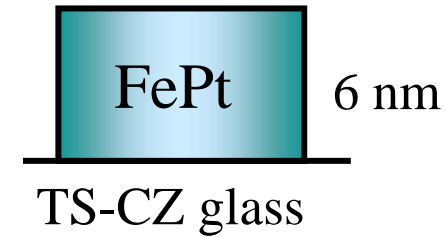
# FePt alloyed film by inter-diffusion by post annealing

As-deposited



Pt/Fe bilayer

Annealed at 600°C in H<sub>2</sub>



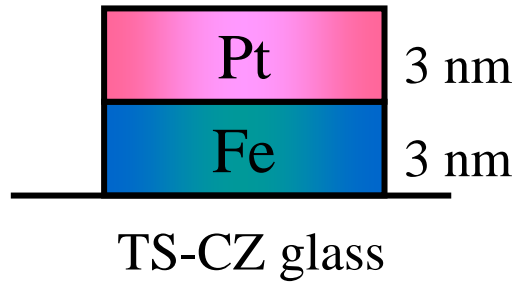
alloyed by inter-diffusion



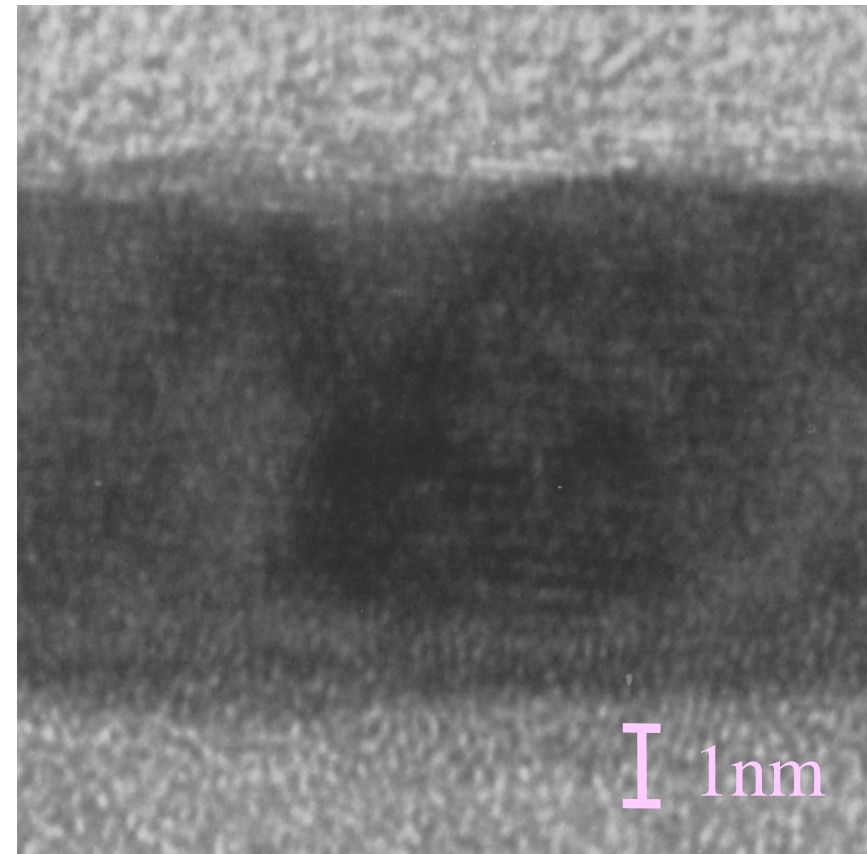
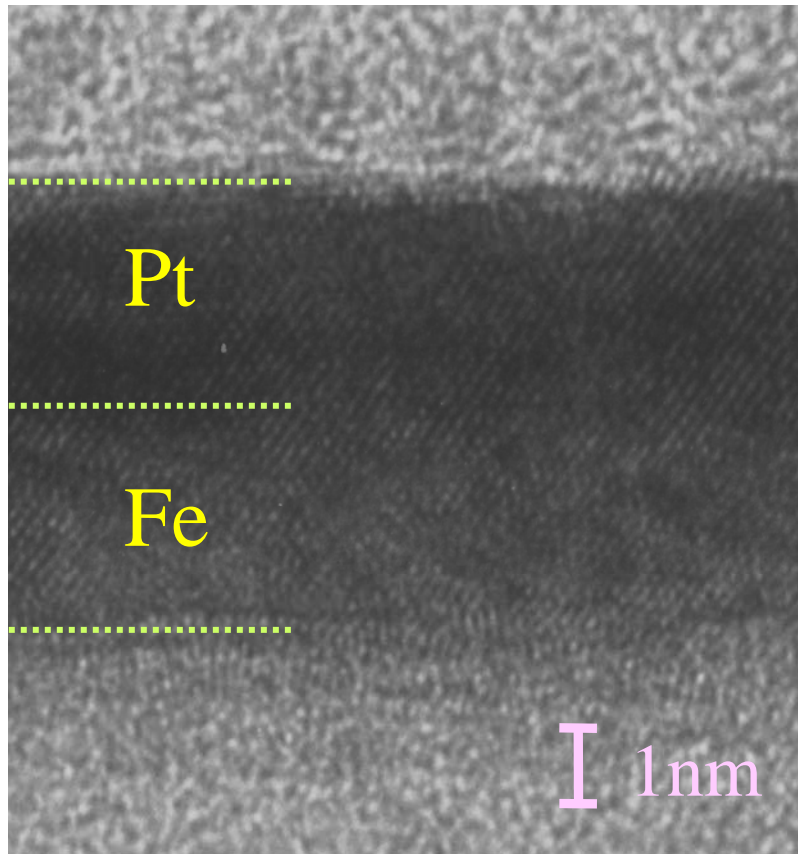
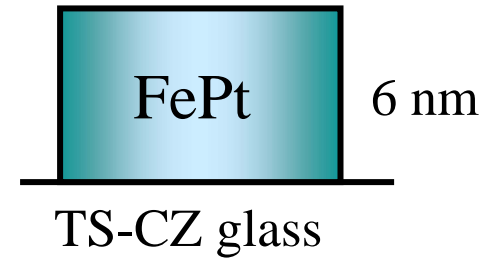
12

# Cross sectional TEM views of bilayers (enlarged)

As-deposited



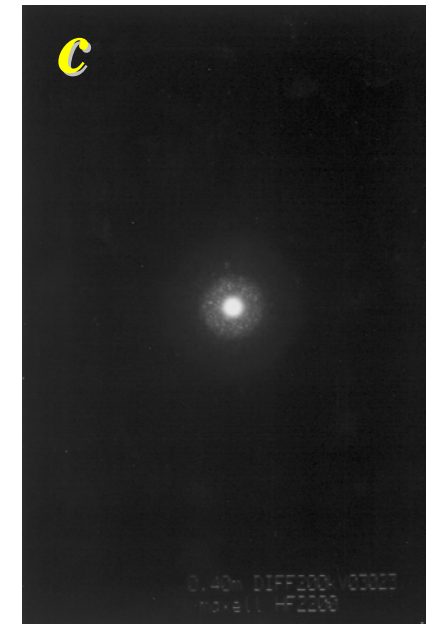
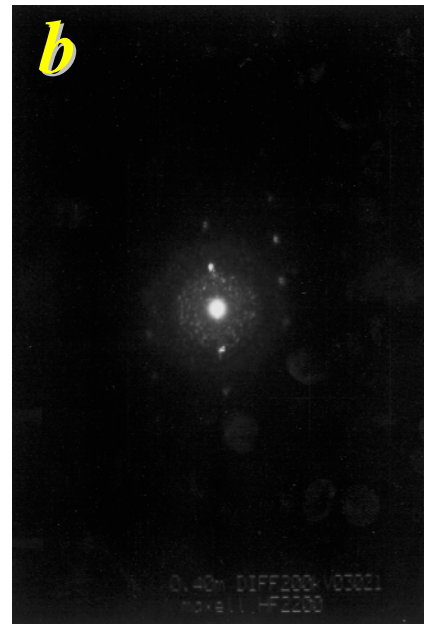
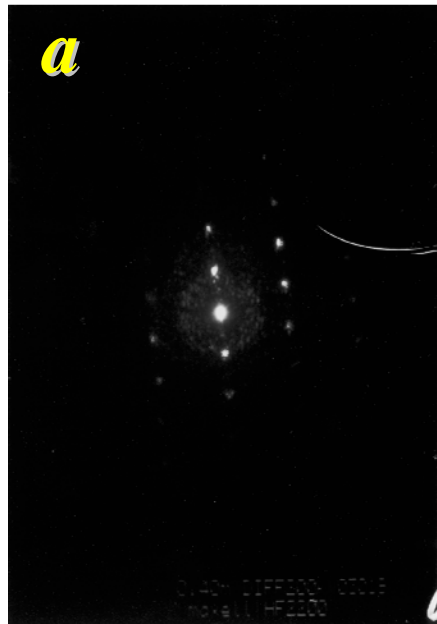
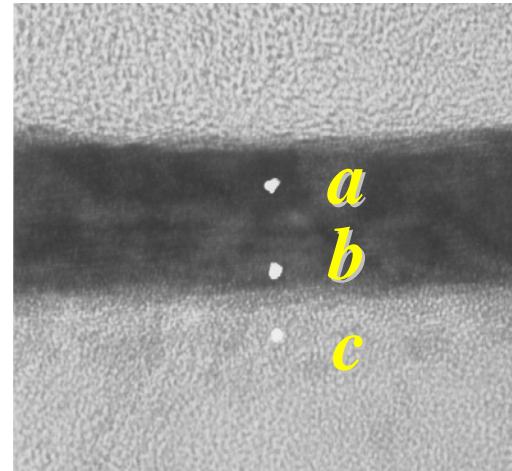
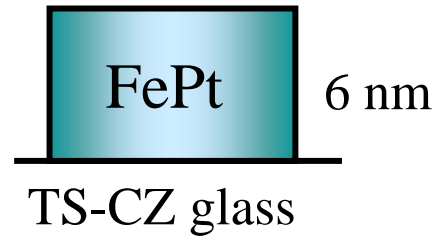
Annealed at 600°C in H<sub>2</sub>



13

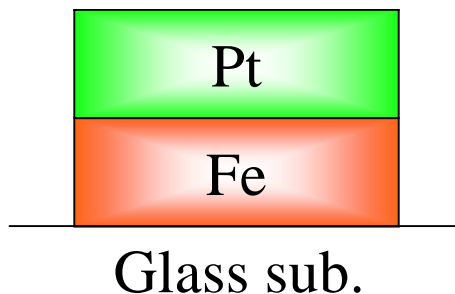
# Cross sectional ED patterns of bilayer after annealing

Annealed at 600°C in H<sub>2</sub>



- 1 Fe/Pt二層膜によるc-軸配向FePt規則合金膜
- 2 Fe/Pt/X三層膜による第三元素の添加効果
- 3 異常Hall効果によるFePt合金膜の磁化過程解析と裏打ち軟磁性層との磁気結合評価

応用上の課題

高キュリー温度 ( $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ )高規則化温度 ( $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ )

Cu

キュリー点制御



熱アシスト磁気記録媒体用

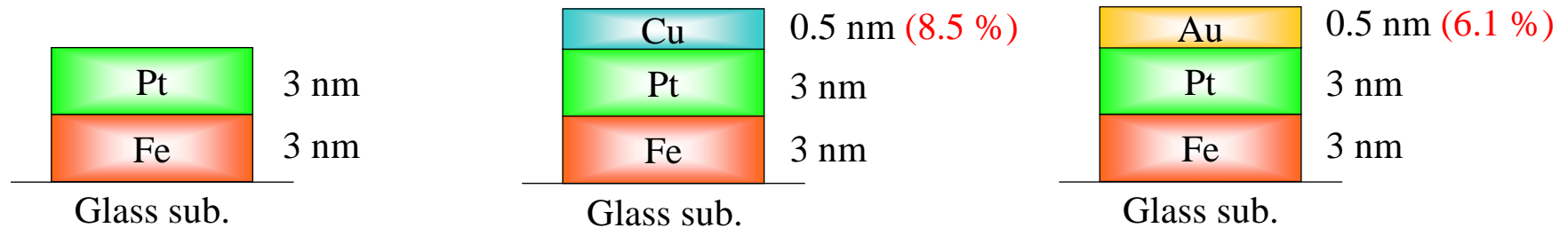
Au

規則化促進効果

L<sub>10</sub>-FePtの低温形成

Purpose

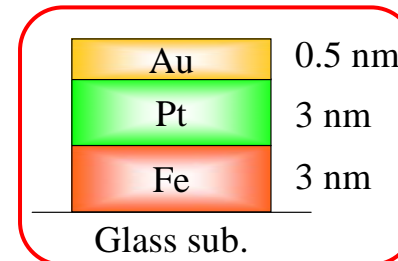
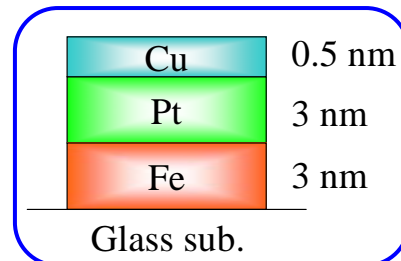
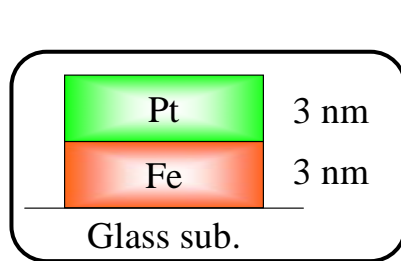
第三元素添加による特性制御



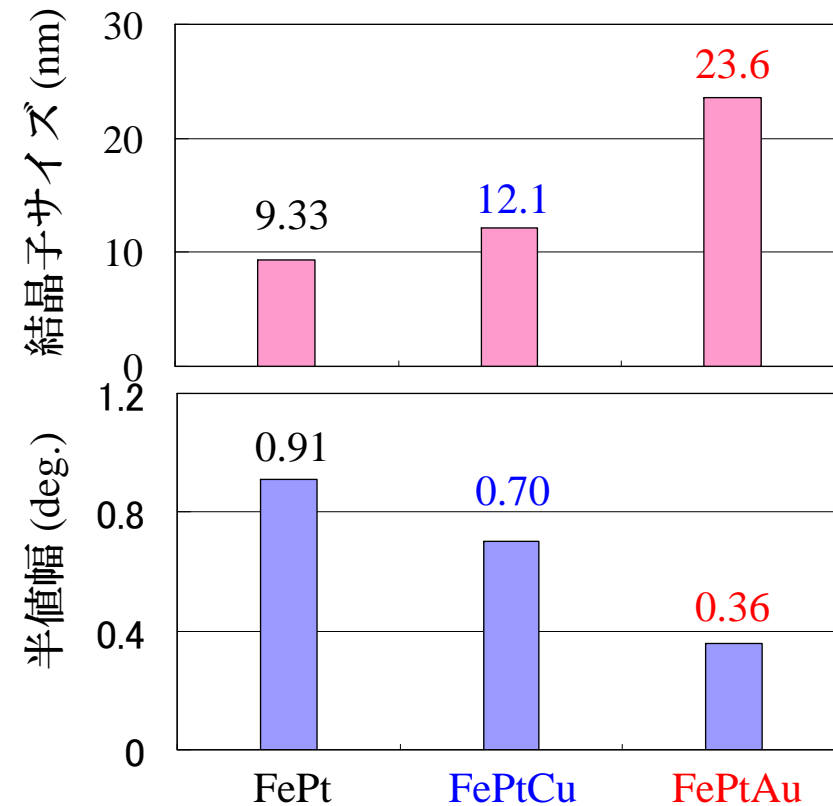
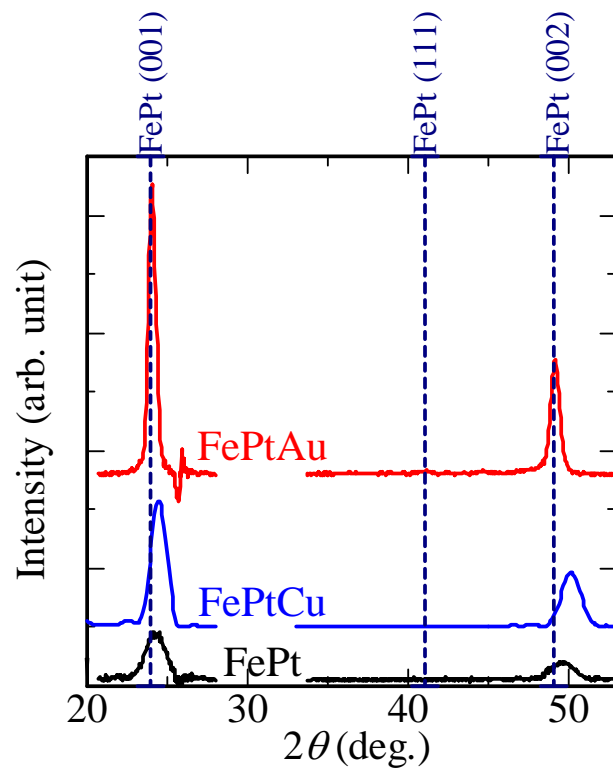
- ▶ 基板 結晶化ガラス基板 (OHARA : TSCZ)
- ▶ 試料堆積速度 0.5 nm/min
- ▶ スパッタリングガスAr 0.4 mTorr
- ▶ 水素アニール 2時間、600 °C



## X線回折図(600 °Cアニール)

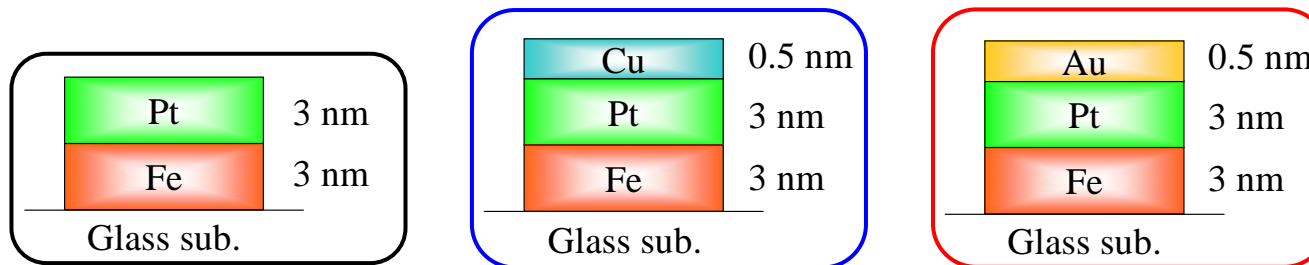


水素アニール  
2時間、600 °C

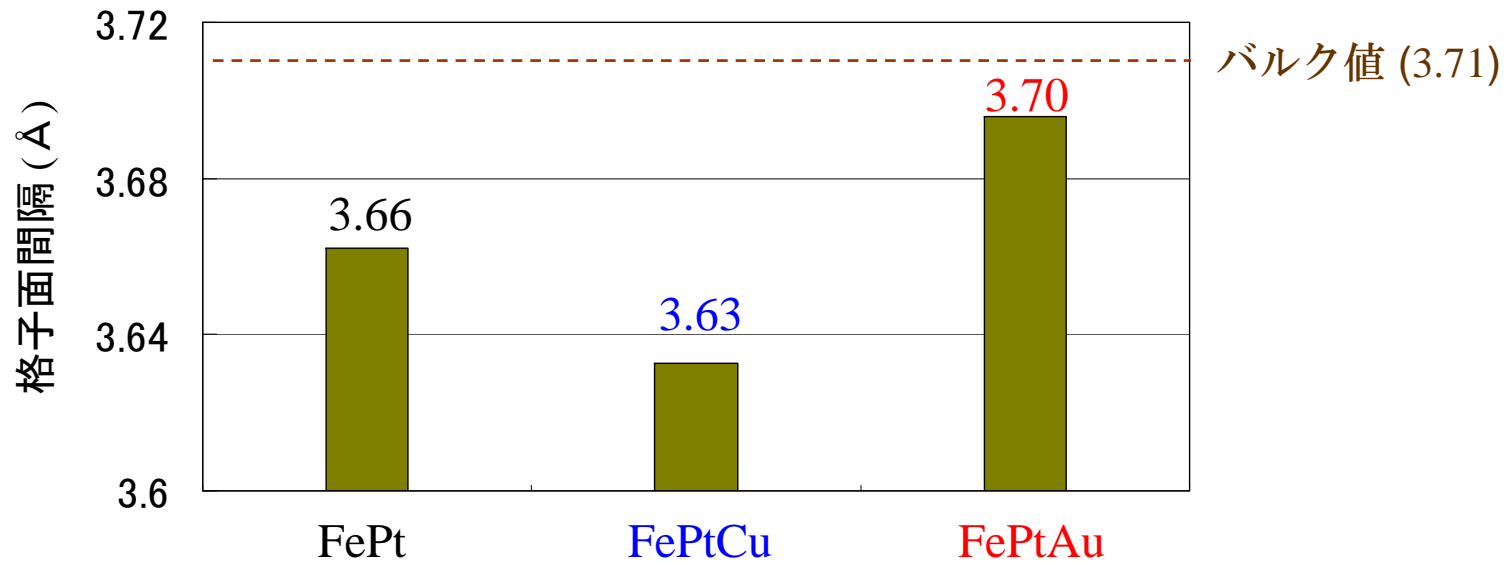


第三元素添加膜は非常に高いFePt(001)積分強度

# FePt(001)面の格子面間隔



水素アニール  
2時間、600 °C



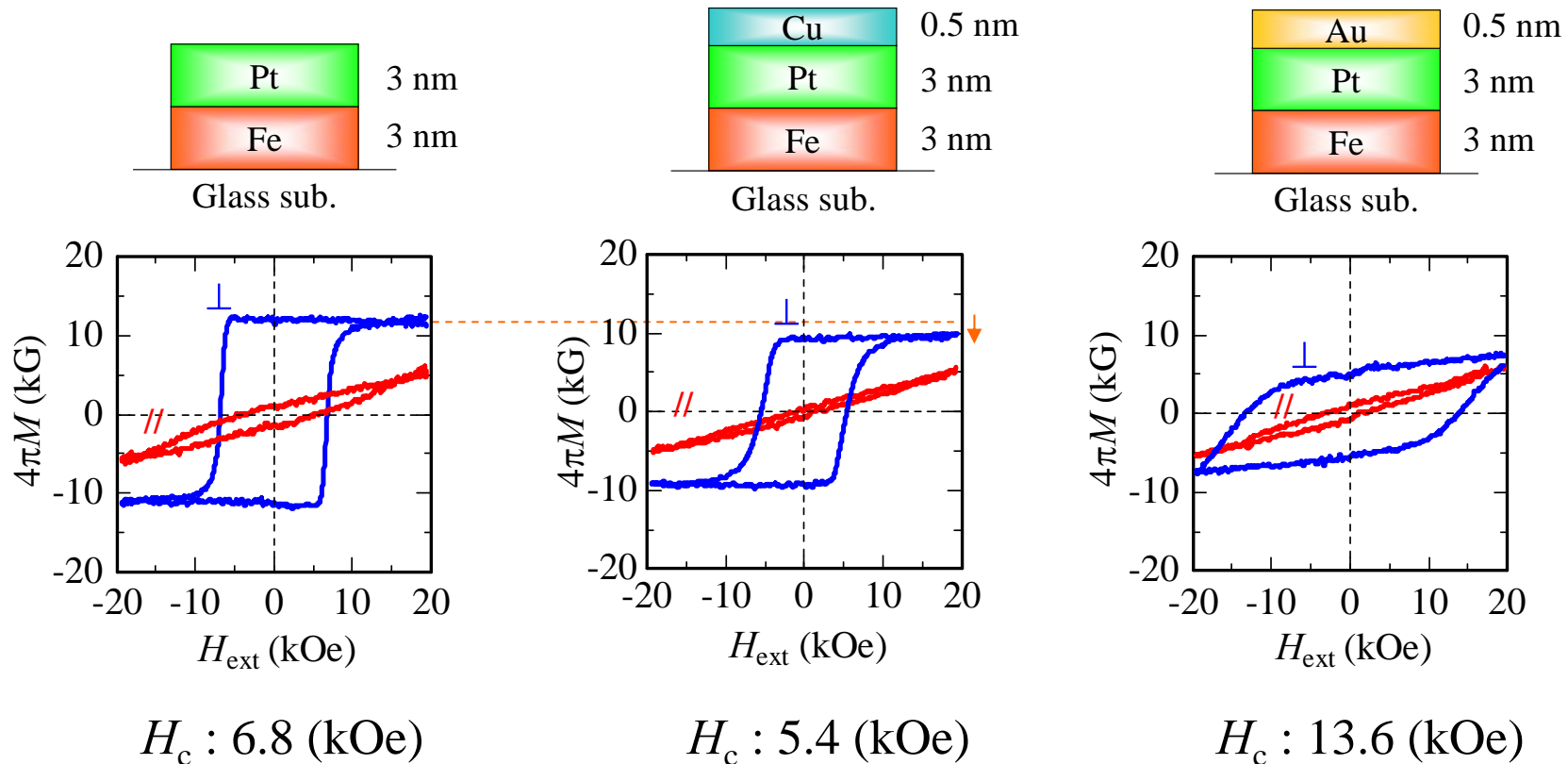
FePt :  $c$ 軸方向への圧縮応力

FePtCu : CuがFeと置換することにより $c$ 軸方向へ圧縮

FePtAu : 圧縮応力の解放

# M-Hカーブ(600 °Cアニール)

水素アニール  
2時間、600 °C



FePtCuの飽和磁化が減少

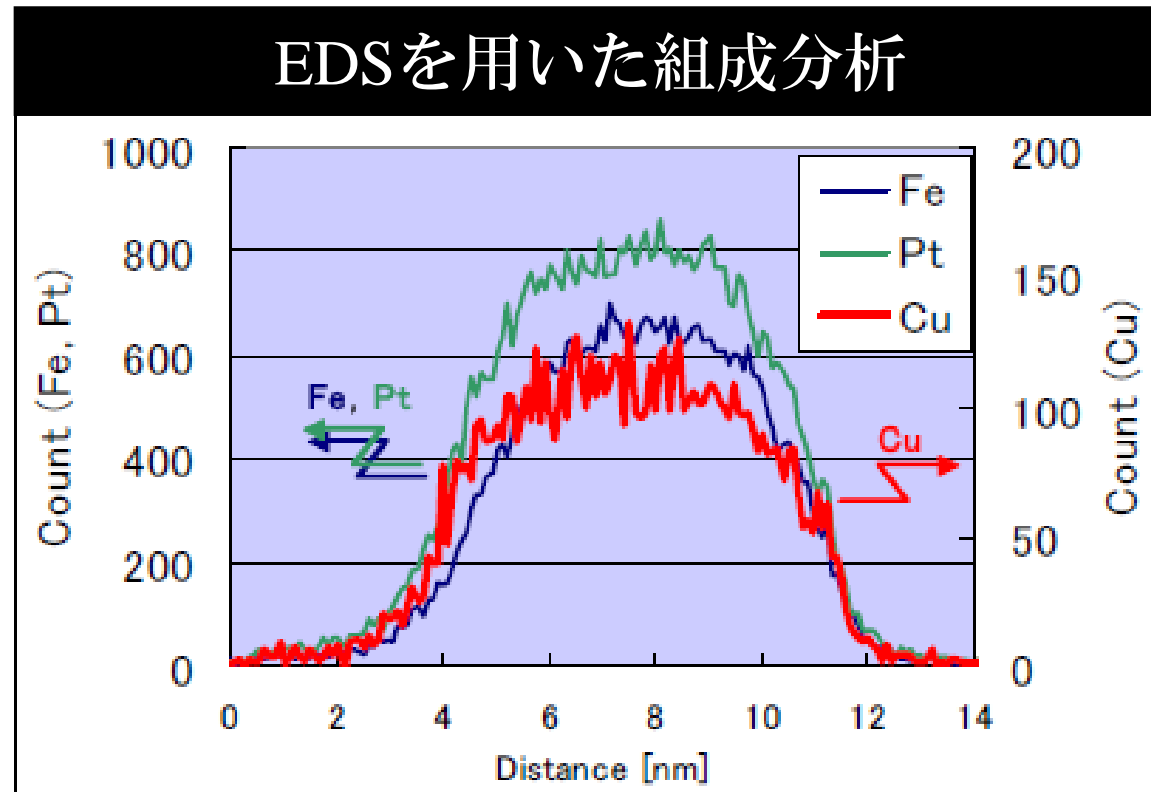
FePtAuの垂直保磁力が増加

## FePtCuの膜厚方向における組成分布

Cu	0.5 nm
Pt	3 nm
Fe	3 nm

Glass sub.

水素アニール  
2時間、600 °C



基板

試料表面

Cu が膜全体で均一に拡散

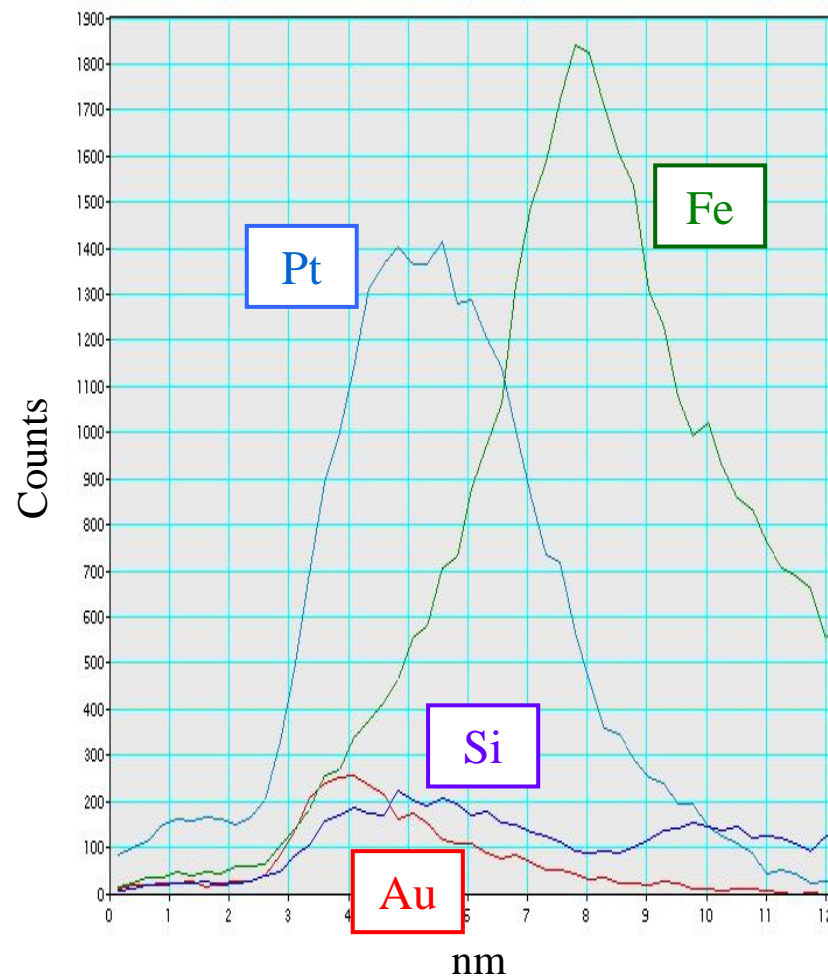
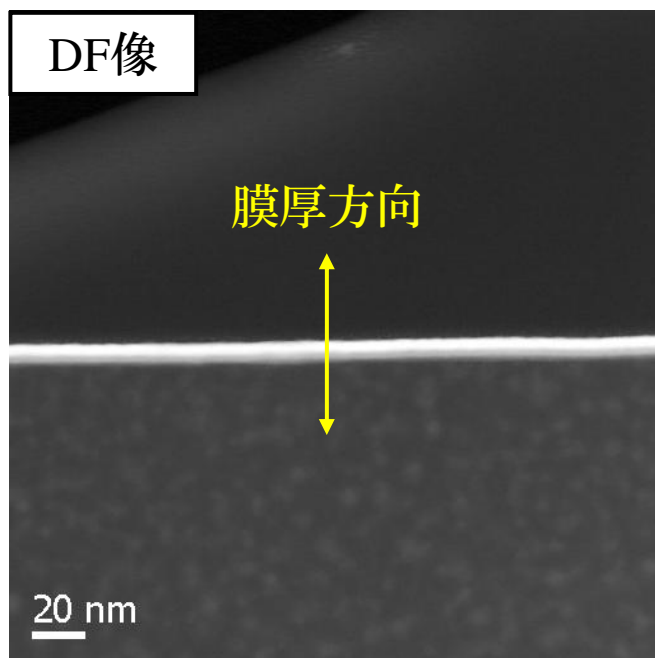
21

# FePtAuの膜厚方向の組成分布(アニール前)

Au	0.5 nm
Pt	3 nm
Fe	3 nm

Glass sub.

アニール前  
膜厚方向



試料表面

基板

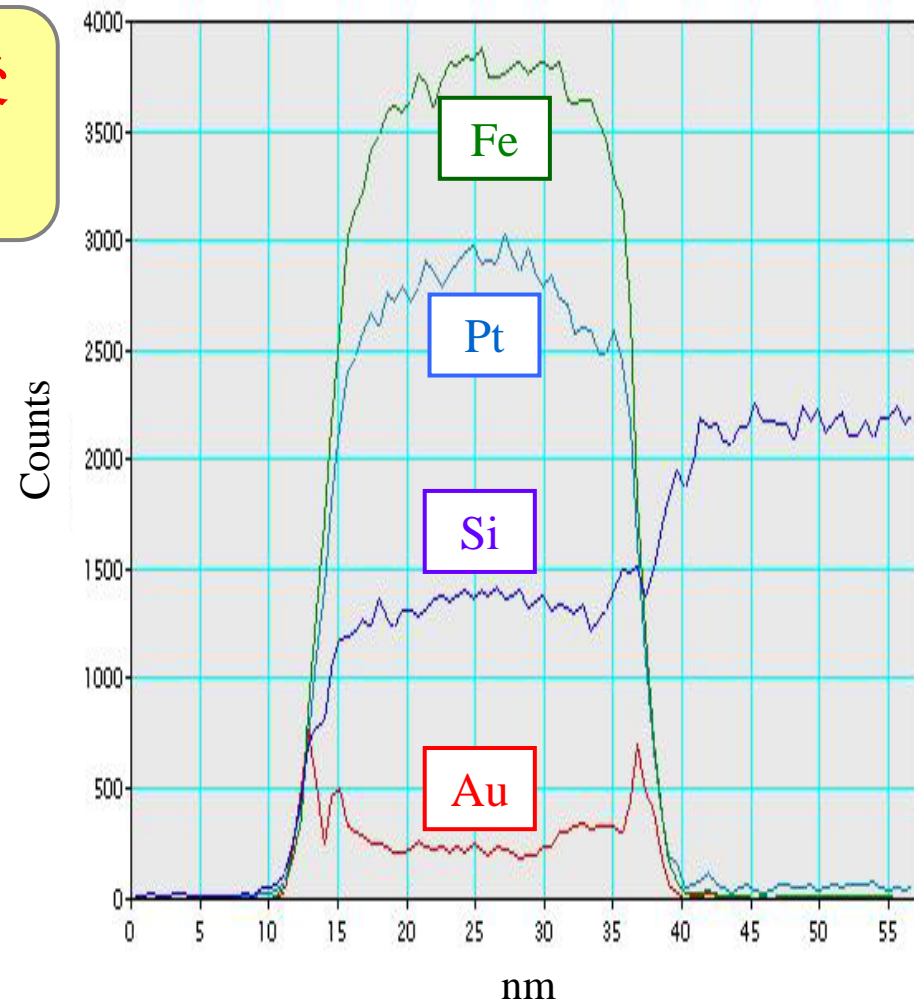
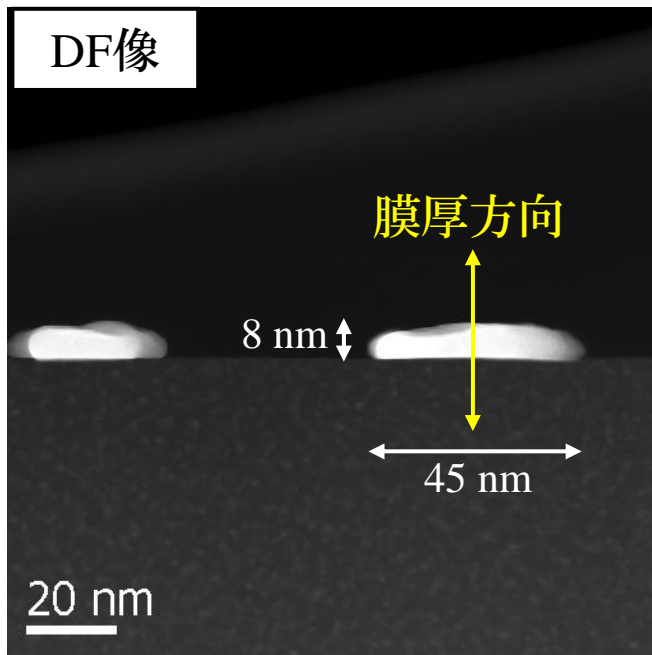
EDS組成分布より予想通りの膜構成

# FePtAuの膜厚方向の組成分布(アニール後)

Au	0.5 nm
Pt	3 nm
Fe	3 nm

Glass sub.

アニール後  
膜厚方向



試料表面

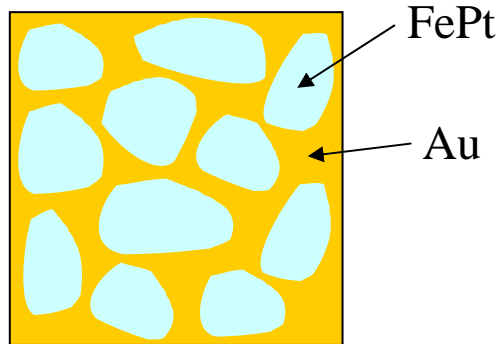
基板

膜が島状に凝集(膜厚増加)

Auが膜の上下に偏析  
Siも膜中に拡散

# Au添加時の保磁力増加メカニズム

AuはFePtの格子に入り込まず  
マトリックス構造をとる



● AuはFeとPtに対して非固溶

● 粒界への析出は磁壁の  
ピン止め作用がある

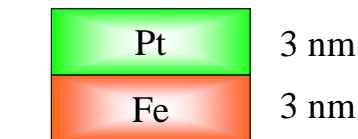
非磁性のAuによってFePtが粒分離される



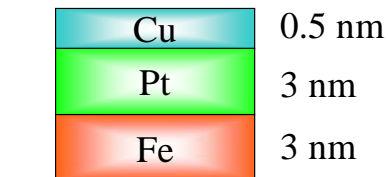
微粒子性磁化反転機構による保磁力の増大？

# 温度に対する磁気特性

水素アニール  
2時間、600 °C



Glass sub.



Glass sub.

Temperature (°C)

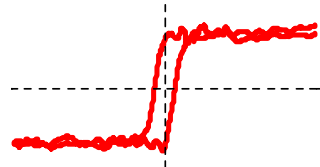
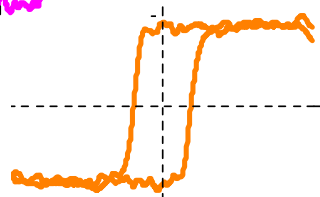
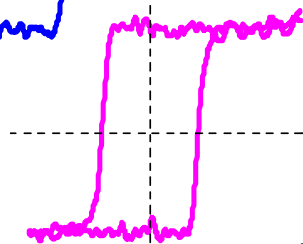
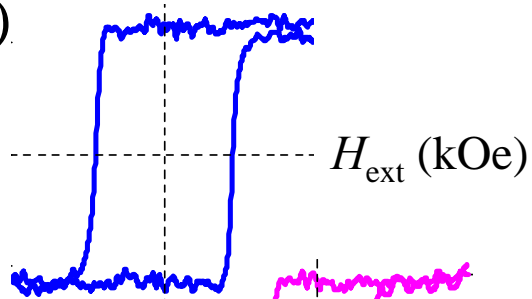
R.T.

150

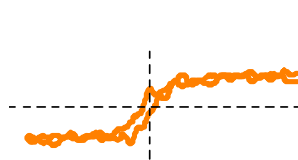
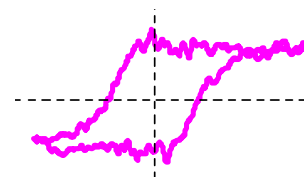
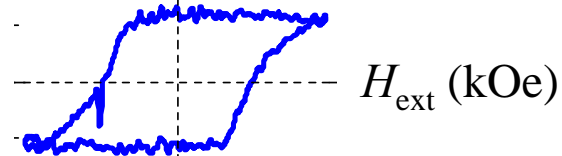
240

300

$4\pi M$  (kG)

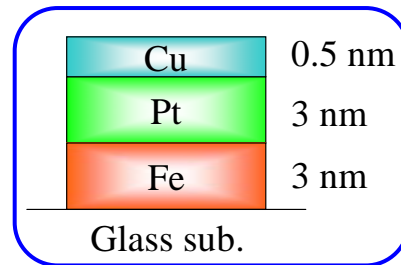
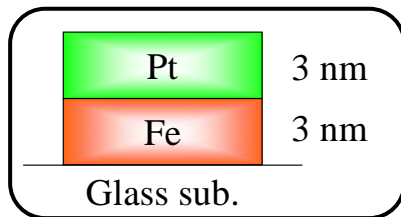


$4\pi M$  (kG)

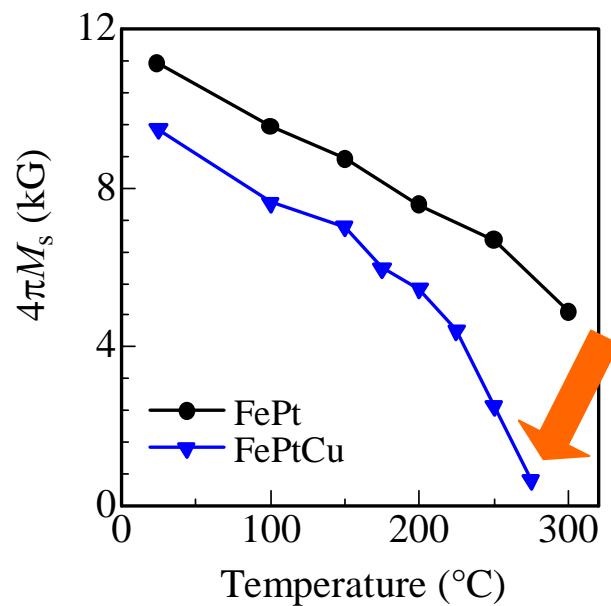




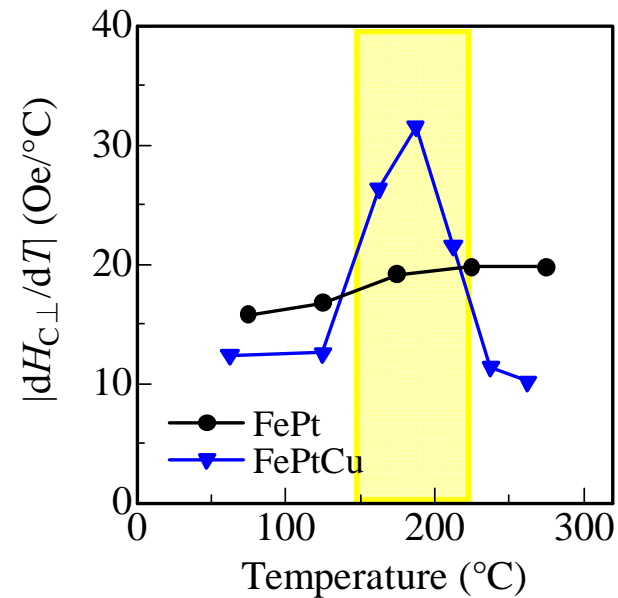
# 温度に対する磁気特性



水素アニール  
2時間、600 °C

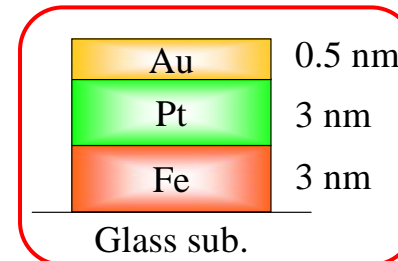
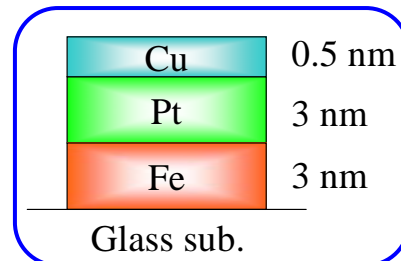
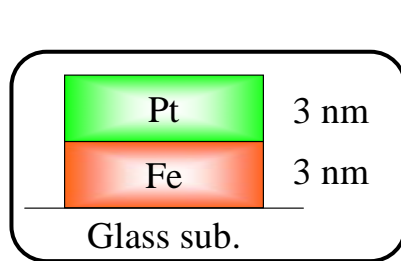


キュリー温度の減少

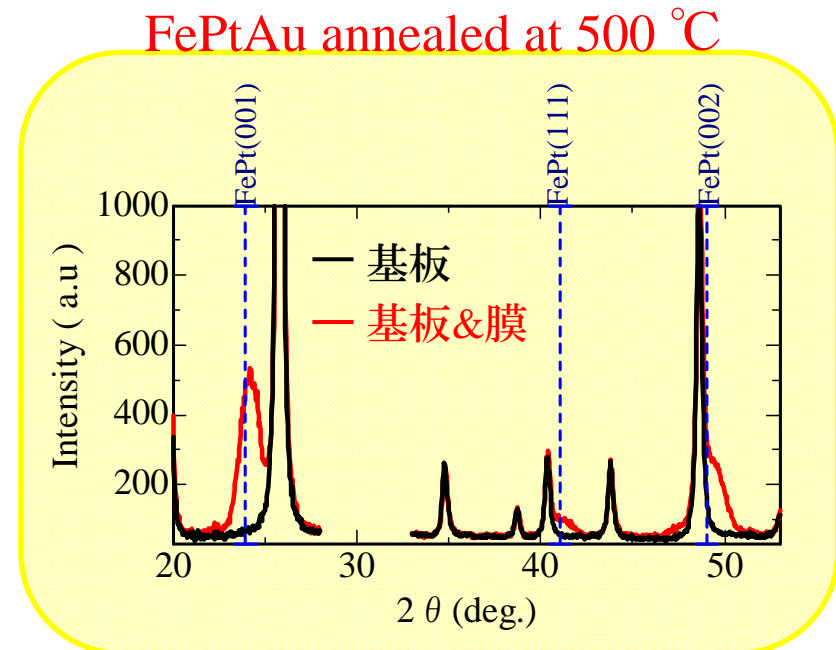
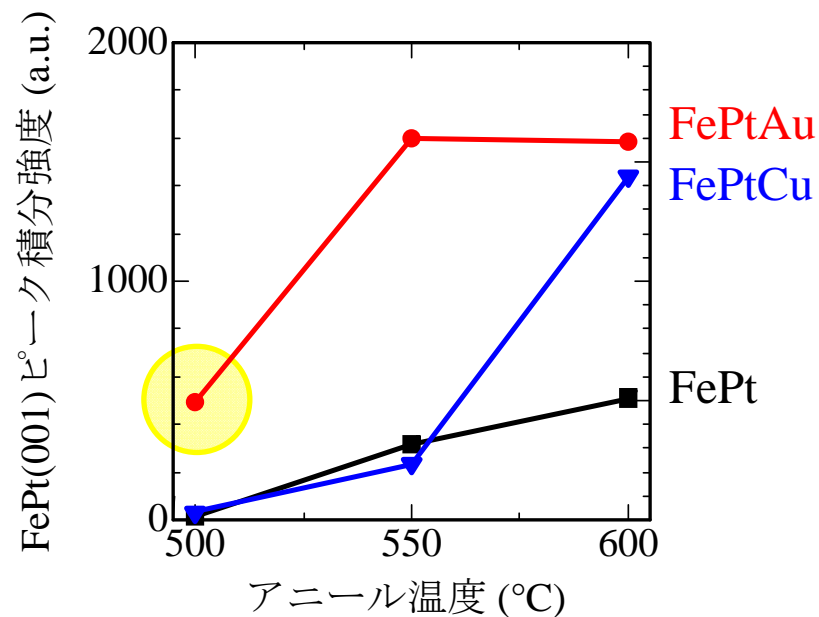


200 °C付近における  
急峻な温度変化

# FePt(001)ピーク積分強度(アニール温度変化)

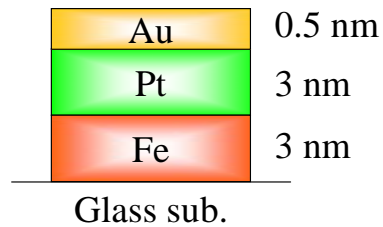


水素アニール  
2時間、 $X^{\circ}\text{C}$



Au添加膜において規則化温度を500 °Cに下げること成功

# アニール温度変化時のFePtAuのAFM画像

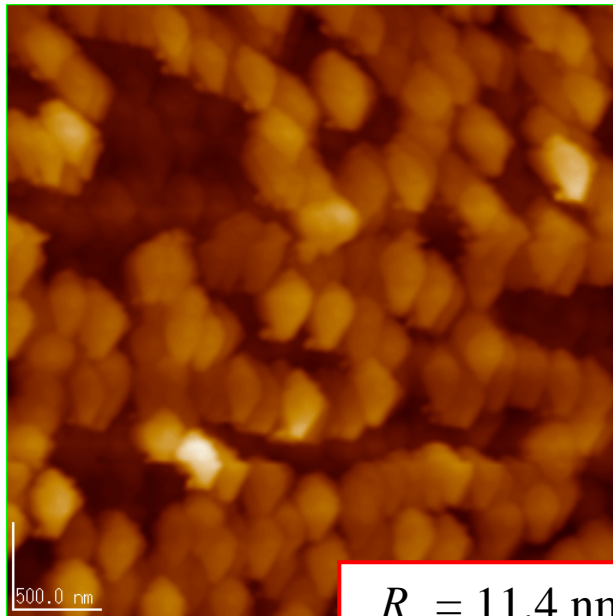


水素アニール  
2時間、 $X^{\circ}\text{C}$

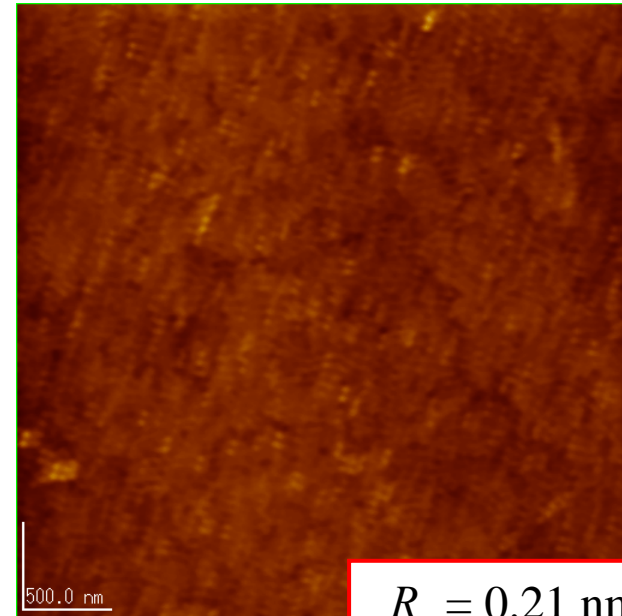
スケール

$3.5 \times 3.5 \mu\text{m}$

$600^{\circ}\text{C}$

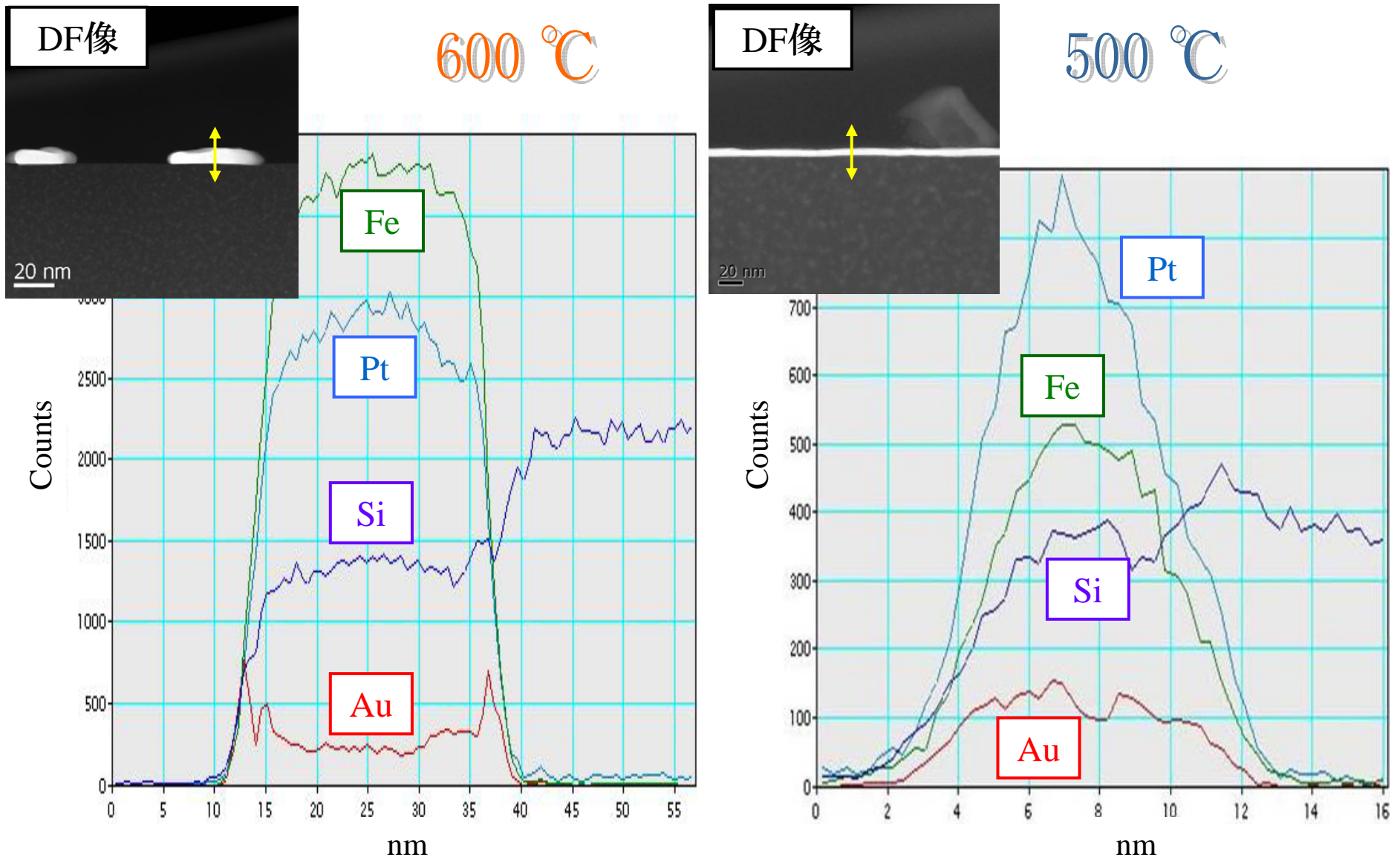


$500^{\circ}\text{C}$



500°Cアニール時において表面粗さが激減

# アニール温度変化時のFePtAuの膜厚方向の組成分布



500 °Cにおいては島状構造やAuの膜上下への偏析は見られない

## ● Fe/Pt/X三層膜による第三元素の添加効果を確認

- ▶ 第三元素を添加した膜のFePt(001)ピーク積分強度が増加
- ▶ FePtAuにおいて23.6 nmという結晶子サイズを実現
- ▶ Au添加膜の垂直保磁力は他の2つの膜に比べて増加
- ▶ Cu添加によりキュリー温度の低減と急峻な熱応答性を実現

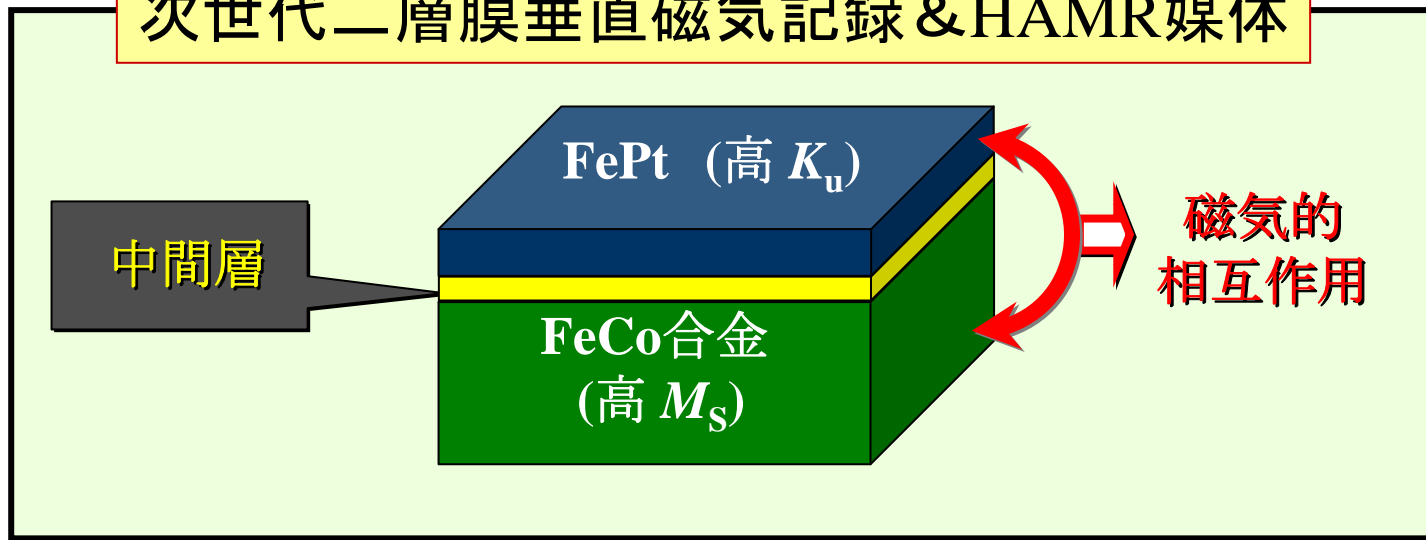
## ● アニール温度変化時のFePtXの特性変化

- ▶ Au添加により規則化温度を500 °Cに低減させることに成功
- ▶ アニール温度を500 °Cに下げることにより $R_a$ 低減を実現

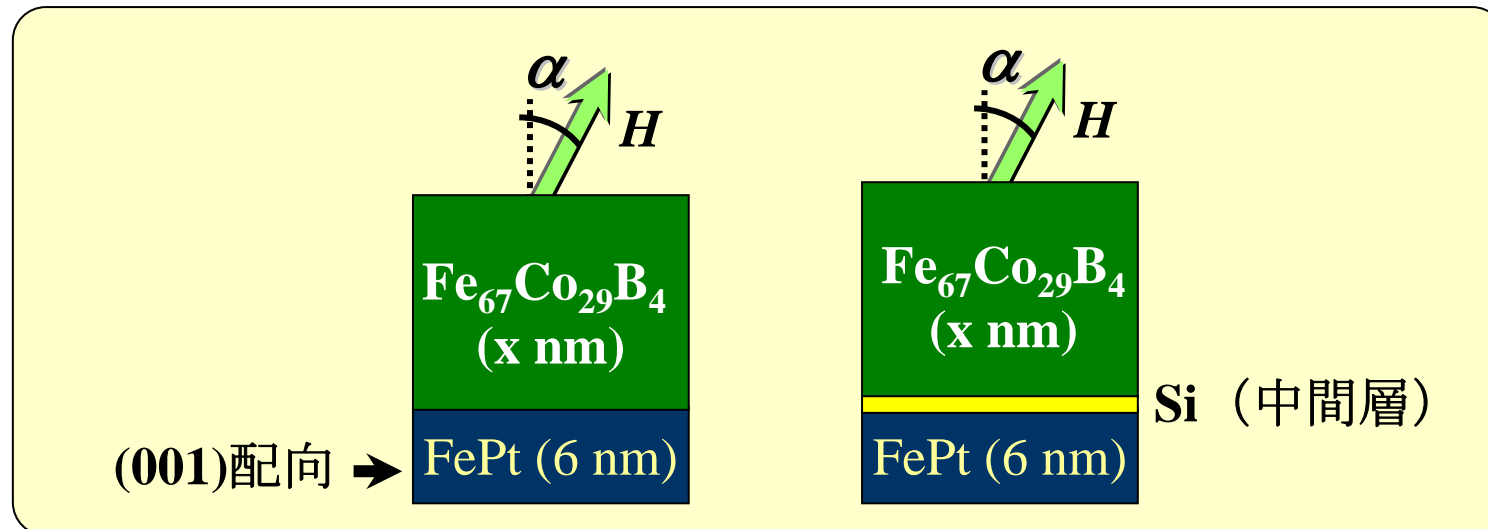
- 1 Fe/Pt二層膜によるc-軸配向FePt規則合金膜
- 2 Fe/Pt/X三層膜による第三元素の添加効果
- 3 異常Hall効果によるFePt合金膜の磁化過程解析と裏打ち軟磁性層との磁気結合評価

## 層間の磁氣的相互作用評価

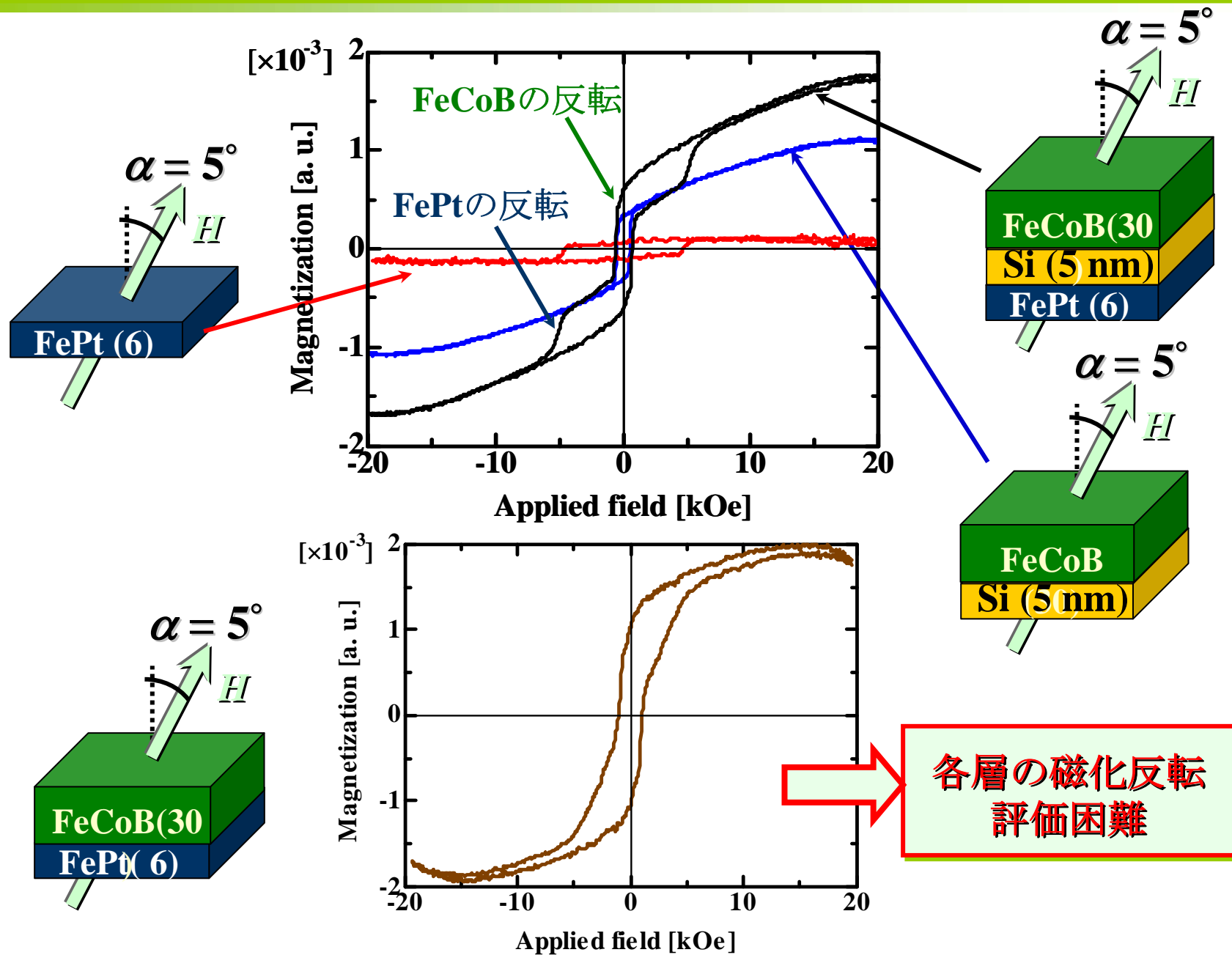
## 次世代二層膜垂直磁気記録 &amp; HAMR媒体



## 軟磁性層付与によるスイッチング磁界制御の基礎実験

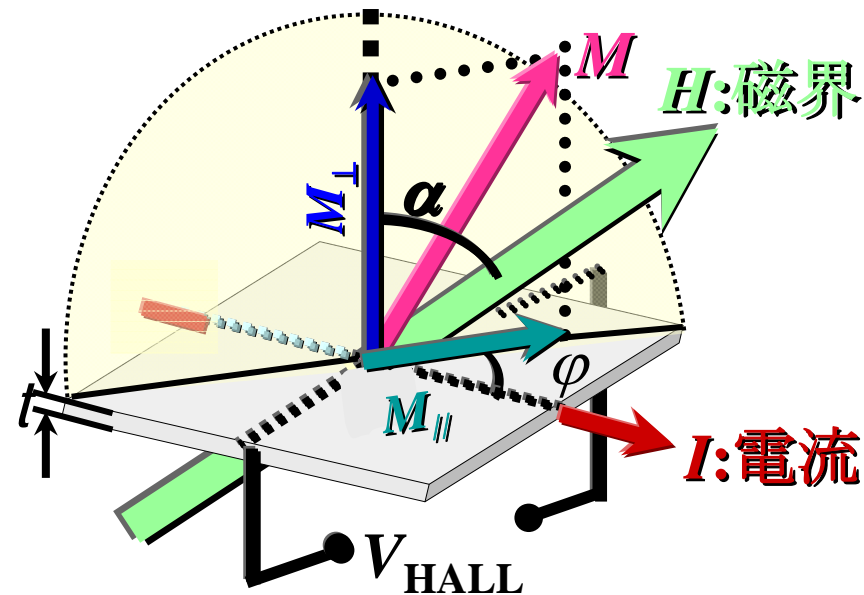


# FeCoB層からFePt層への影響(VSMによる評価)





# 強磁性薄膜のホール効果



$$V_{\text{HALL}} = R_{\text{AHE}} \frac{IM_{\perp}}{t} + R_{\text{PHE}} \frac{I(M_{\parallel})^2 \sin(2\varphi)}{t}$$

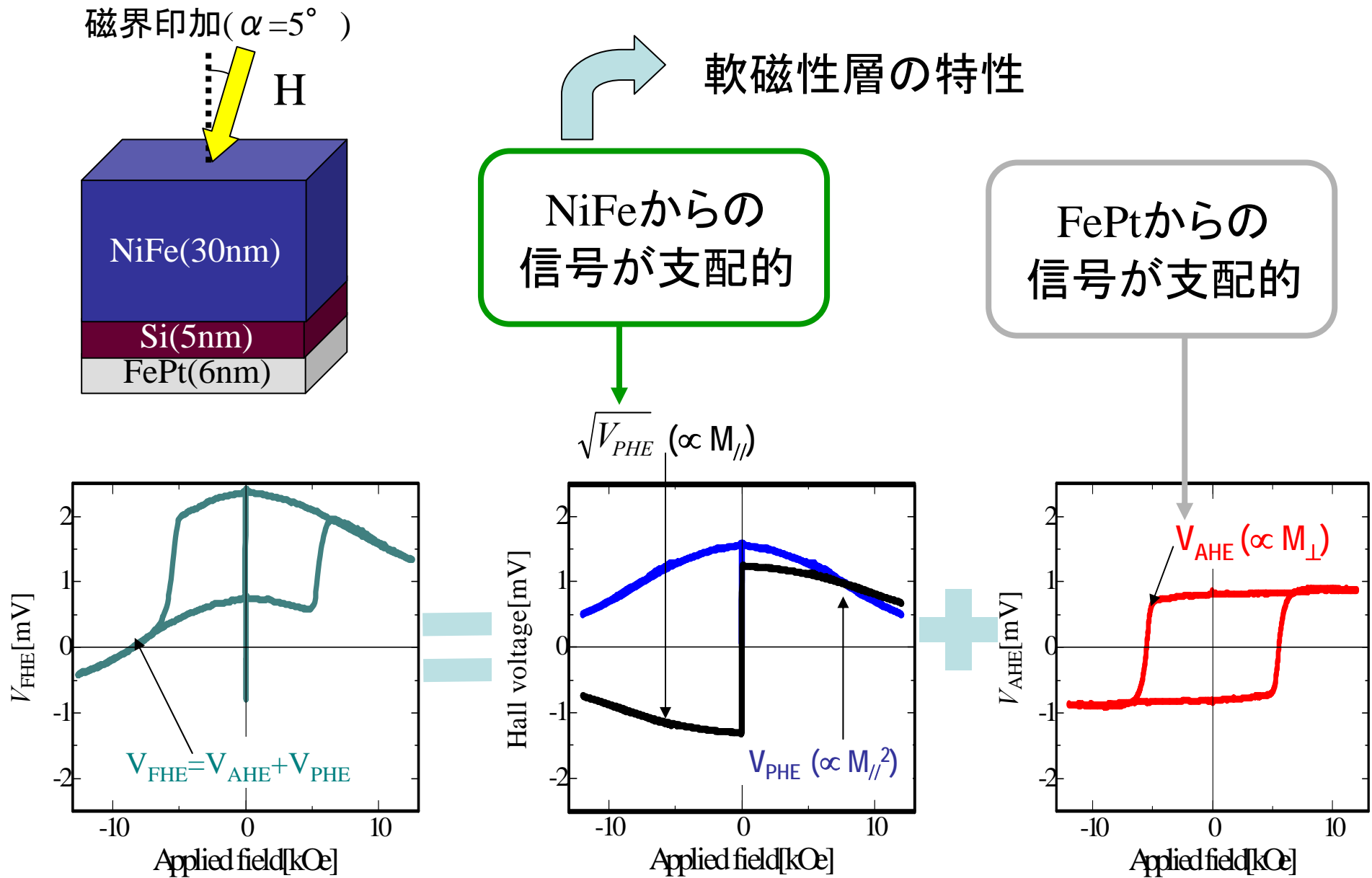
異常ホール電圧 ( $V_{\text{AHE}}$ )
面内ホール電圧 ( $V_{\text{PHE}}$ )

膜厚に反比例

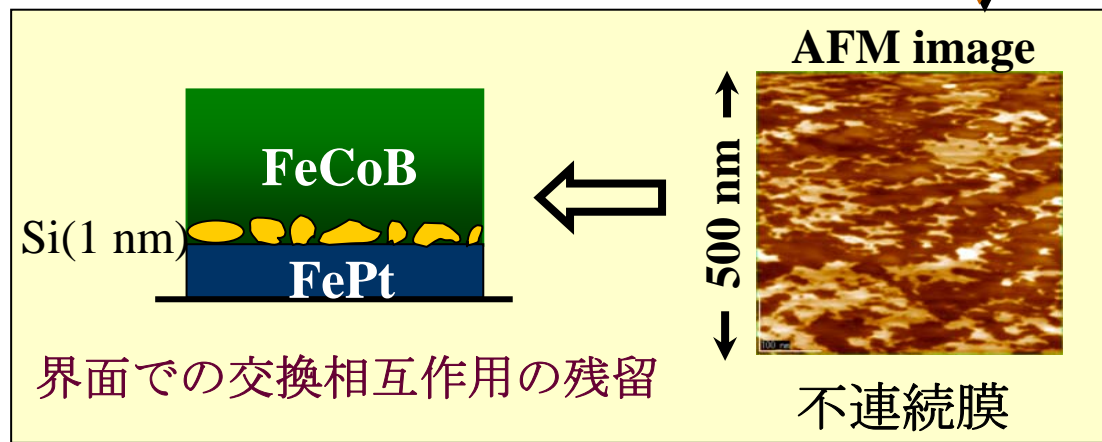
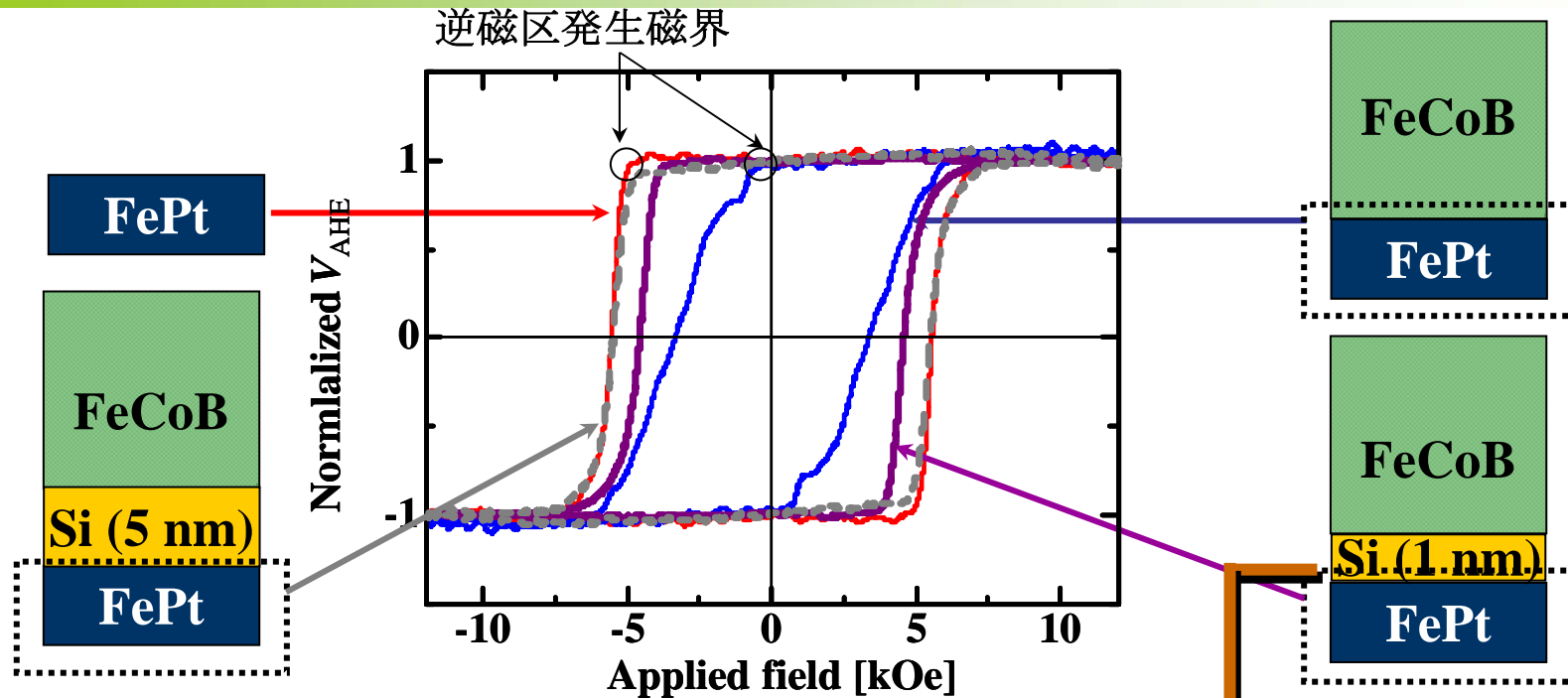


極薄膜測定に有効

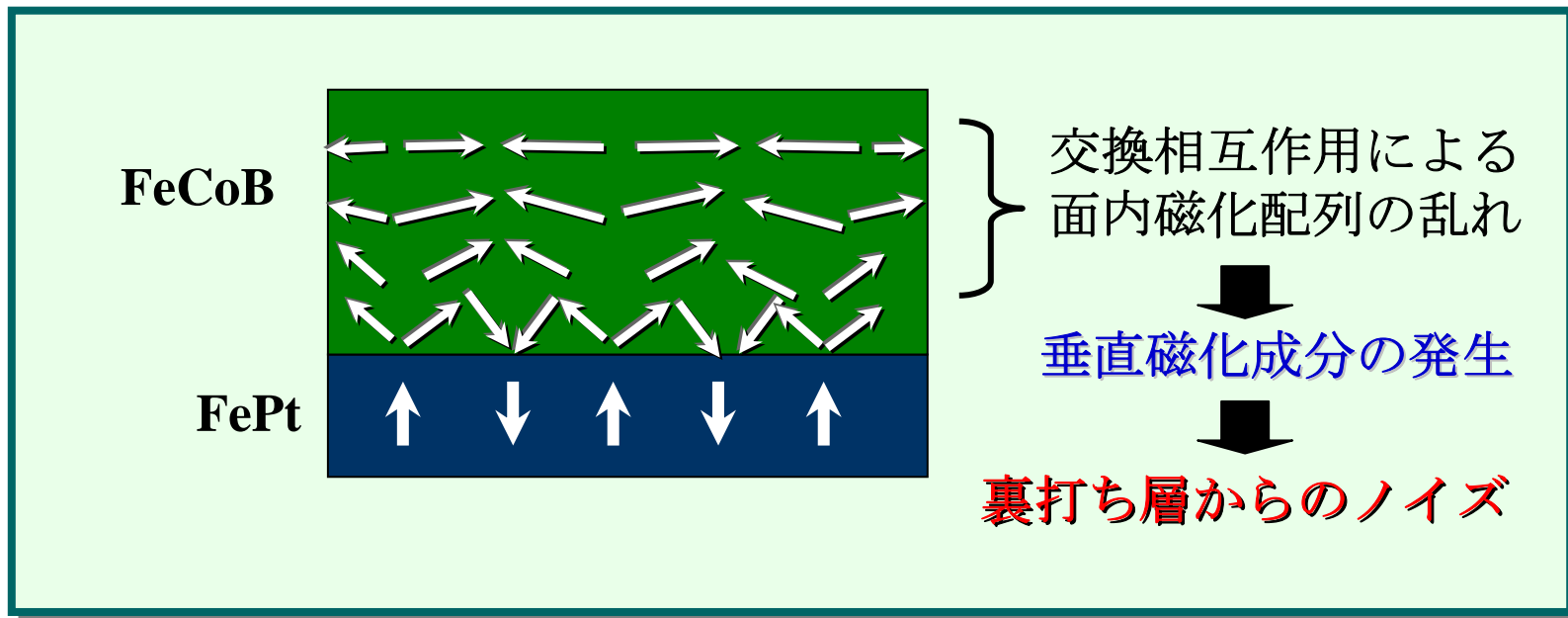
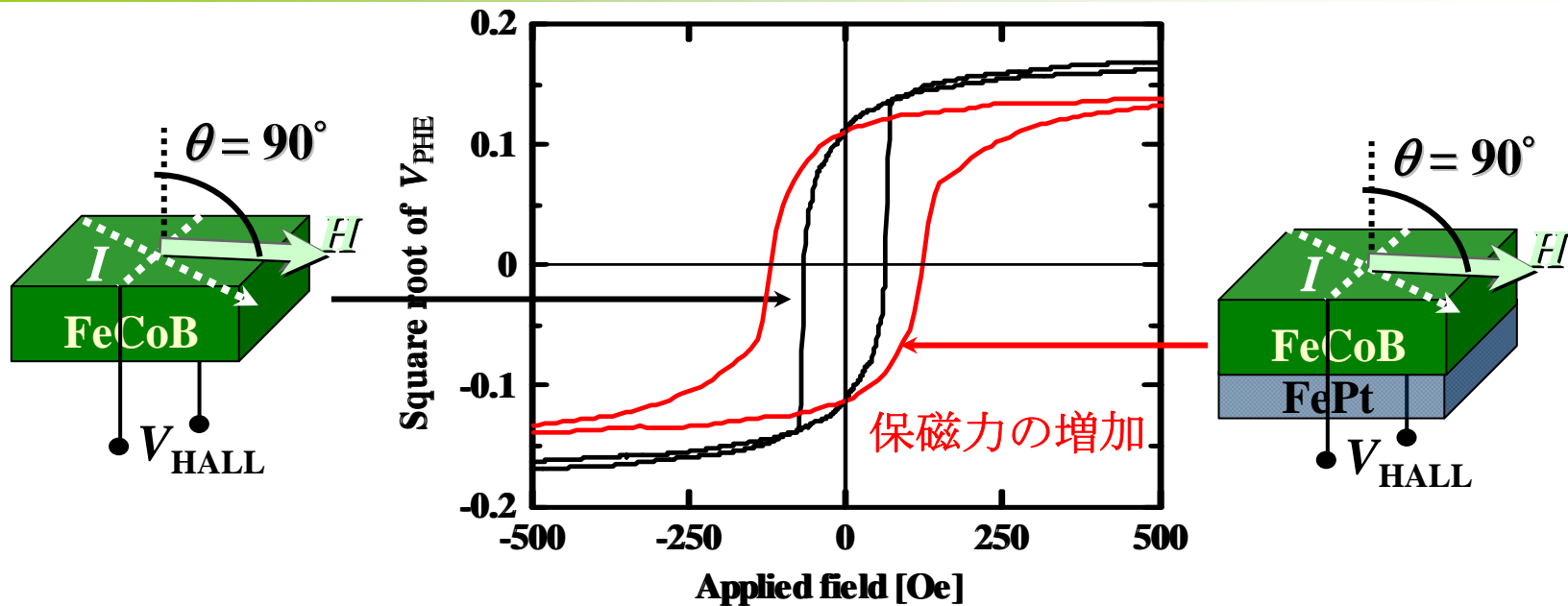
# 強磁性Hall効果による軟磁性層の特性の抽出



# FeCoB層からFePt層への影響



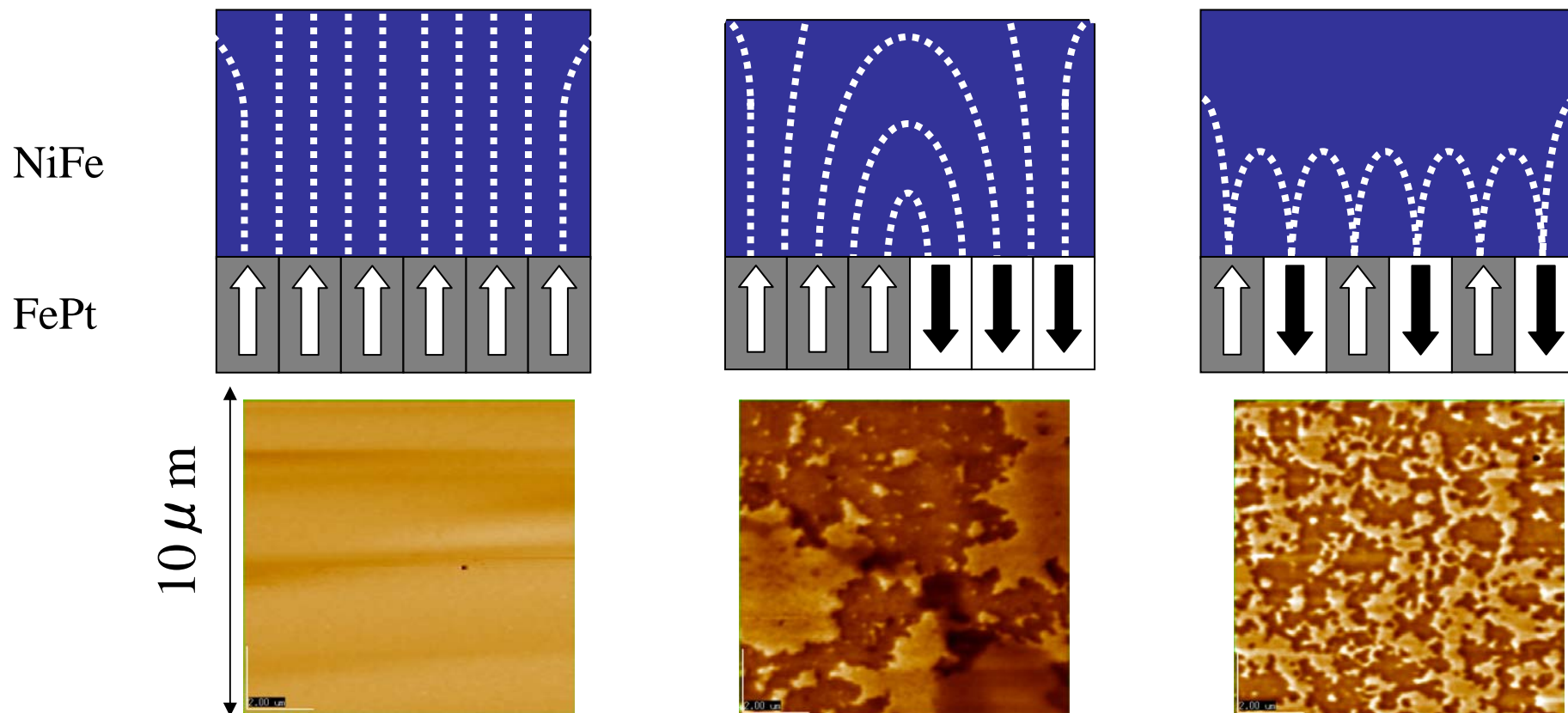
# FePt層からFeCoB層への影響



飽和

DC消磁

AC消磁

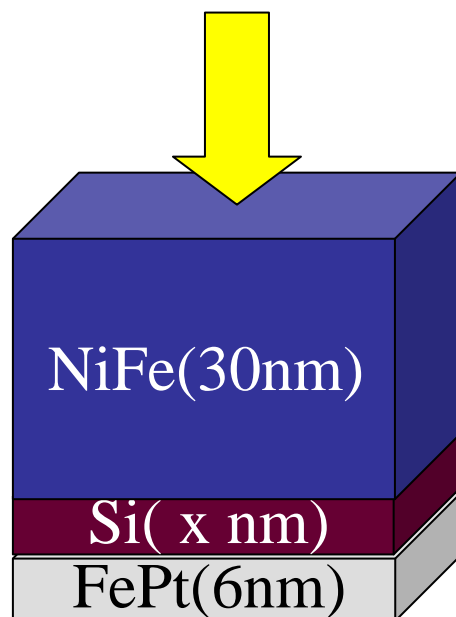


## NiFe/Si/FePt Si中間層厚依存性

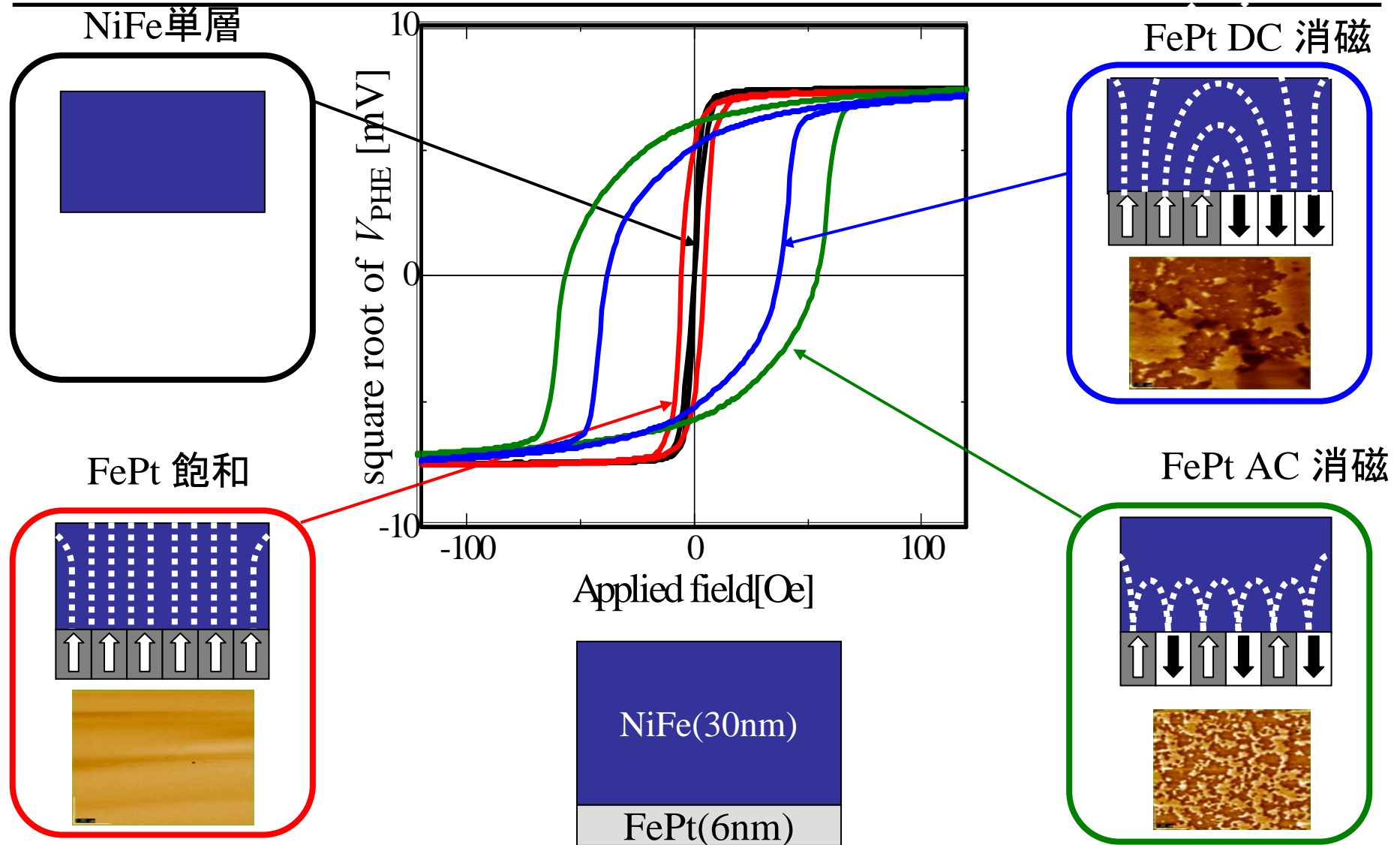
## ① FePtの磁化状態を変化させる

 $H (\alpha = 0^\circ)$ 

- 飽和
- DC消磁
- AC消磁

 $H (\alpha = 90^\circ)$ ② 測定  
ただし  $H < 500 [\text{Oe}]$ FePtの磁化状態を  
変化させないようにするため

## NiFe(30nm)/FePt(6nm)



FePtの磁化状態によって保磁力が変化

## ● Fe/Pt/X三層膜による第三元素の添加効果を確認

- ▶ 第三元素を添加した膜のFePt(001)ピーク積分強度が増加
- ▶ Au添加膜の垂直保磁力は他の2つの膜に比べて増加
- ▶ Cu添加によりキュリー温度の低減と急峻な熱応答性を実現

## ● アニール温度変化時のFePtXの特性変化

- ▶ Au添加により規則化温度を500 °Cに低減させることに成功
- ▶ アニール温度を500 °Cに下げることにより $R_a$ 低減を実現

## ● 記録層-裏打ち層間の磁氣的相互作用

- ▶ 記録層/裏打ち層界面での強い交換相互作用（直接接合膜）
  - 記録層 ⇒ 磁化反転機構の変化の検出
  - 裏打ち層 ⇒ 軟磁気特性の劣化



本研究の一部はSRC(情報ストレージ研究推進機構)の援助を得てなされたものであり、関係者各位に感謝いたします。

また、結晶化ガラス基板をご提供をいただいた(株)オハラの山口勝彦氏と各種の分析を行っていただいたTDKの大川秀一氏と野口潔氏に感謝いたします。