

# 室温生长 MgO 底层诱导(001)取向 FePt 薄膜的 有序化过程对 FePt 成分的依赖<sup>\*</sup>

张丽娇 蔡建旺

(中国科学院物理研究所磁学国家重点实验室,北京 100080)

(2007 年 4 月 6 日收到 2007 年 6 月 1 日收到修改稿)

室温下通过磁控溅射在表面热氧化的 Si 基片上生长了 MgO/Fe<sub>x</sub>Pt<sub>100-x</sub> 双层膜和 Fe<sub>x</sub>Pt<sub>100-x</sub> 单层膜系列样品, Fe<sub>x</sub>Pt<sub>100-x</sub> 的原子成分  $x = 48-68$ . 研究了热处理前后不同成分 FePt 薄膜的晶体结构和磁性的变化, 尤其是 MgO 底层的引入对 FePt 的晶体结构和磁性的影响. 实验结果显示, 直接生长在基片上的 FePt 薄膜具有较强的(111) 织构, 而经过 MgO 底层诱导, 所有不同成分的制备态 FePt 薄膜都表现出一定的(001) 取向. 热处理后, 单层膜样品的强烈(111) 织构基本不变, 当 Fe 和 Pt 接近等原子比即 52:48 时, 薄膜最容易发生有序化. 对于生长在 MgO 底层的 FePt 薄膜, 所有样品的(001) 织构在退火后显著增强, 有序化对 FePt 成分的依赖完全不同于单层膜的情形. 当 Fe 和 Pt 原子比为 59:41 时, 生长在 MgO 底层上的 FePt 薄膜最容易有序化, 表现出非常好的垂直易磁化特性, 通过 MgO 底层对 FePt 薄膜微结构进而对其有序化的影响, 对此进行了解释.

关键词: FePt(001) 薄膜, L1<sub>0</sub> 相

PACC: 7550, 8140

## 1. 引 言

近年来磁记录持续高速发展, 记录密度的不断提升要求记录介质中的磁性颗粒越来越小, 以保证其具有足够的信噪比. 然而, 当磁性颗粒减小到一定尺度, 室温的热扰动都可以使它的磁矩发生翻转, 数据就会被破坏, 此即所谓磁记录介质的超顺磁极限. 实际上, 信息记录的稳定性(如信息保留至少 10 a) 要求, 磁记录介质材料必须满足  $K_u V / (k_B T) \geq 60$ , 其中  $K_u$  是磁晶各向异性常数,  $V$  是磁性颗粒的体积,  $k_B$  是玻尔兹曼常数,  $T$  是环境温度. 由此可以看出, 随着  $V$  的不断减小, 只有具有高  $K_u$  的磁性材料才能保证未来磁记录发展的需求<sup>[1,2]</sup>. L1<sub>0</sub> 有序相 FePt 合金由于具有极高的磁晶各向异性性能( $K_u \approx 7 \text{ J/cm}^3$ )、小的超顺磁极限颗粒尺寸( $D \approx 2.8-3.3 \text{ nm}$ )和优异的化学稳定性<sup>[3,4]</sup>, 是下一代超高密度磁记录介质的备选材料之一, 所以近年来对 L1<sub>0</sub> 相 FePt 薄膜的研究已成为磁记录的一个热点. 需要特别指出的是, 在同样信噪比要求下, 垂直磁记录比传

统的纵向磁记录对于记录介质的厚度以及相应的磁性颗粒的尺度要求较为宽松<sup>[5,6]</sup>, 因而垂直磁记录即将成为工业新主流. 对于 FePt 薄膜的研究, 实现其磁化易轴( $c$  轴)垂直膜面, 即(001) 取向是有序化 FePt 作为未来磁记录介质必须解决的三大难题之一. 国际上有很多研究小组近年对于 FePt 薄膜的垂直取向问题进行了探索.

总体而言, 至今大部分研究者采用加热 MgO 单晶基片的方法外延生长有序化 FePt(001) 薄膜<sup>[7-12]</sup>, 通常加热温度在 350 °C 以上, 有的甚至高达 800 °C, 这就对实验设备提出了很高的要求. 有研究小组发现, 在加热至 120—230 °C 的 MgO 单晶基片上, 通过交替外延生长 Fe 和 Pt 单原子层的方式, 可获得(001) 取向的部分有序化 FePt 薄膜<sup>[13]</sup>; 亦有研究小组在温度为 100 °C 的单晶 MgO(001) 基片上生长出(001) 取向的 FePt/Ag 多层膜, 然后进行高温后退火获得垂直取向的有序化 FePt/Ag 复合薄膜<sup>[14]</sup>. 尽管如此, 由于 MgO 单晶基片非常昂贵, 不可能应用于大规模工业化生产, 所以通过底层诱导或者别的方式制备有序化 FePt(001) 薄膜更有发展前途. 较为突出的工作是美国 Sellmyer 小组报道的快速退火方式

<sup>\*</sup> 国家自然科学基金(批准号: 50271081)资助的课题.

将非外延的 Fe/Pt 多层膜直接转变为(001)取向的有序化薄膜<sup>[15]</sup>;此外,文献[16—18]采用在室温下溅射 MgO 底层的方法制备 FePt(001)薄膜,然后进行高温退火得到(001)取向的有序化 FePt 薄膜.总结所有有关有序化 FePt(001)薄膜的工作不难发现,绝大多数研究都集中于 FePt 薄膜的成分在等原子比附近.这是因为只有等原子比的 FePt 合金才能实现有序度  $S = 1$  的理想状态,似乎等原子比更有利于薄膜的有序化.然而,受生长条件及各种外界条件的影响,(001)取向 FePt 薄膜的最大有序化可能与等原子成分相去甚远.实际上, Seki 等<sup>[19,20]</sup>在加热至 300 °C 的 MgO 单晶基片上系统研究过 FePt 成分的变化对于 FePt(001)和 FePt(110)薄膜有序化、磁性和结构的影响,他们发现用此方法制备的(001)取向的 FePt 薄膜容易实现有序相的成分完全不在 Fe、Pt 的等原子比附近,而是在富 Pt 的成分范围,有序度最高薄膜的 Pt 原子含量为 62%.对于室温生长的依靠 MgO 底层诱导(001)取向的 FePt 薄膜,究竟在什么成分下最容易实现有序化,作者尚未见报道.无论如何,文献[18,19]的结果在这里未必有效,因为两者是完全不同的物理过程.本文研究了室温下溅射 MgO 底层的方法来制备不同成分 FePt(001)薄膜在经历一定退火之后的结构和磁性,并将它们与对应成分的单层 FePt 薄膜进行了对比.我们发现通过后加热处理室温下生长于 MgO 底层的 FePt 薄膜,其最好的垂直磁性及与之对应的有序化发生在 Fe 原子含量为 59% 的富 Fe 薄膜中,与单层膜及基片加热外延膜的情形完全不一样.

## 2. 实验

样品的具体结构为 MgO(10 nm)/Fe<sub>x</sub>Pt<sub>100-x</sub>(8 nm)/Ag(3 nm)和 Fe<sub>x</sub>Pt<sub>100-x</sub>(50 nm),其中  $x = 48, 52, 55, 57, 59, 61, 63, 65, 68$ .本实验采用表面被热氧化的 Si 基片,即把 Si 片放入 800 °C 的高温炉中并同时通以高纯 O<sub>2</sub> 气进行表面氧化,在 Si 表面形成了大约 400 nm 的氧化层.这样的 Si 基片在样品退火过程中不会产生 Si 原子对薄膜的扩散.样品 MgO/FePt/Ag 的制备过程中,先在基片上沉积一层 MgO,再沉积磁性层 FePt,为了防止 FePt 薄层被氧化,最后沉积 3 nm 的 Ag 层作为保护层.实验中还同时制备了  $x$  值对应的厚度为 50 nm 的 FePt 单层膜系列样品,选取

较厚的单层膜主要为了 Fe-Pt 成分分析的方便.对于 FePt 单层膜,其有序化对 FePt 成分的依赖关系主要由 Fe-Pt 的平衡相图决定<sup>[21]</sup>,与其厚度无关,不影响系列样品的结果比较.所有样品由磁控溅射系统在室温下制备,该系统装配有 4 支溅射枪,一次最多可制备 16 片不同的样品.系统本底真空优于  $3 \times 10^{-5}$  Pa,溅射时高纯 Ar 气的工作气压设为 0.3 Pa.细条状 Pt 片(纯度为 99.99%)对称放置于 Fe 靶(纯度为 99.99%)上构成复合靶,通过直流溅射制备 FePt 合金薄膜. FePt 合金薄膜的化学成分由感应耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-AES)确定(偏差小于 1%),通过调整 Pt 片的数量和大小来改变 FePt 薄膜的原子成分. MgO 底层和 Ag 覆盖层分别由高纯 MgO 靶(纯度为 99.95%)和高纯 Ag 靶(纯度为 99.99%)通过射频和直流溅射沉积.样品各层的厚度由溅射时间控制.

制备好的样品放入真空炉中退火,退火时真空环境优于  $5 \times 10^{-5}$  Pa.从已有的研究结果可以知道, FePt 薄膜形成有序相的温度与其厚度密切相关,即厚度越薄,形成有序相所需要的退火温度也就越高<sup>[22]</sup>.本实验中,样品 MgO/FePt/Ag 的退火温度为 600 °C,升温速率为 40 °C/min,保温时间为 30 min,而较厚的 FePt 单层膜样品的退火温度则为 350 °C.样品的晶体结构通过日本理学公司生产的 X 射线粉末衍射仪测定, X 射线源采用 Cu 靶 K $\alpha$  线,扫描方式为步进,步长为 0.02°,停留时间为 2 s.样品室温磁特性采用美国 ADE 公司生产的高灵敏振动样品磁强计测量.

## 3. 实验结果及讨论

所有样品在制备态都表现为软磁性,矫顽力  $H_c < 2$  kA/m.经过适当退火后,部分样品的磁性产生了显著变化,取决于 FePt 的成分以及是否有 MgO 底层.图 1(a)(c)(e)(g)分别为 4 个典型成分的 FePt 单层膜样品 Fe<sub>48</sub>Pt<sub>52</sub>, Fe<sub>52</sub>Pt<sub>48</sub>, Fe<sub>59</sub>Pt<sub>41</sub>, Fe<sub>63</sub>Pt<sub>37</sub> 经过退火后的磁滞回线;图 1(b)(d)(f)(h)为对应成分生长在 MgO 底层上的 FePt 薄膜经过退火后的磁滞回线.从图 1(a)(c)(e)(g)可以看出,所有经历了 350 °C 退火的单层膜 FePt 样品平行膜面磁滞回线的剩磁比都远高于垂直膜面的剩磁比,而且垂直膜面的磁滞回线相对于面内磁滞回线远难以实现饱和.显然,这 4 个样品的易磁化方向更倾向于膜面

内.从图 1(a)(c)(e)(g)还可以明显看出,  $\text{Fe}_{48}\text{Pt}_{52}$  已具有较为可观的面内矫顽力,  $H_c \approx 300 \text{ kA/m}$ ;  $\text{Fe}_{52}\text{Pt}_{48}$  的面内矫顽力非常大, 高达  $640 \text{ kA/m}$ ; 而 Fe 含量过多的  $\text{Fe}_{59}\text{Pt}_{41}$  和  $\text{Fe}_{63}\text{Pt}_{37}$  矫顽力都很小. 对于生长在 MgO 底层上的 FePt 薄膜, 经历  $600^\circ\text{C}$  退火后, 其磁特性和上述单层膜的结果形成了鲜明的对照. 从图 1(b)(d)可以看出, 接近等原子比的两个样品  $\text{MgO}/\text{Fe}_{48}\text{Pt}_{52}$  和  $\text{MgO}/\text{Fe}_{52}\text{Pt}_{48}$  的矫顽力都不太大, 其易磁化方向从面内 ( $\text{Fe}_{48}\text{Pt}_{52}$ ) 开始向垂直方向 ( $\text{Fe}_{52}\text{Pt}_{48}$ )

过渡. 最有趣的是, 拥有较高 Fe 含量的两个样品  $\text{MgO}/\text{Fe}_{59}\text{Pt}_{41}$  和  $\text{MgO}/\text{Fe}_{63}\text{Pt}_{37}$  表现出较好的垂直易磁化特性 (见图 1(f)(h)), 且其垂直矫顽力巨大, 尤其是样品  $\text{MgO}/\text{Fe}_{59}\text{Pt}_{41}$ , 垂直方向的矫顽力达到  $800 \text{ kA/m}$ , 远远大于水平方向的矫顽力, 垂直膜面的磁滞回线的剩磁比接近于 1, 具有非常好的矩形度. 上述结果表明, MgO 底层的引入, 不但改变了 FePt 的易磁化方向, 实现垂直易磁化, 而且改变了其矫顽力对成分的依赖.

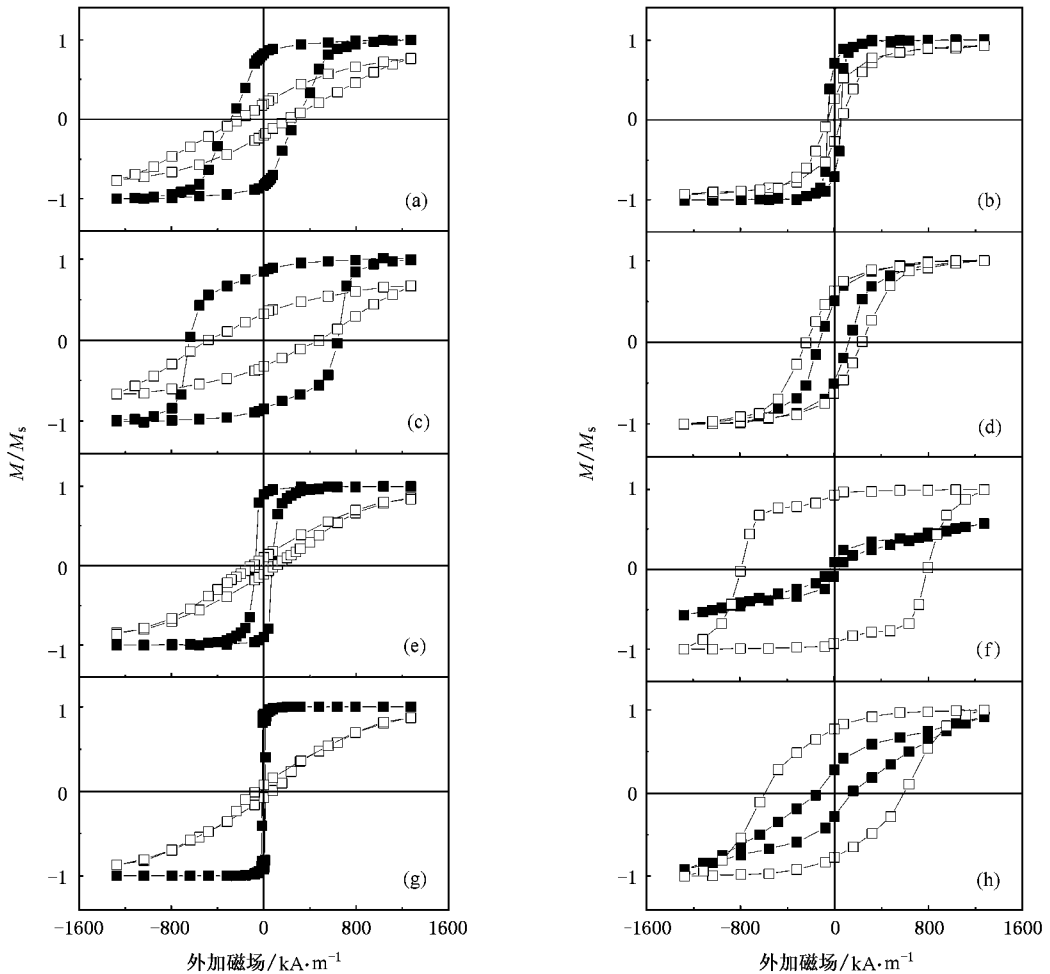


图 1 4 个典型成分的  $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  (50 nm) 单层膜经过  $350^\circ\text{C}$  退火样品和对应成分生长于  $\text{MgO}$  (10 nm) 底层的  $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  (8 nm) 薄膜经过  $600^\circ\text{C}$  退火样品的磁滞回线. 实心点代表测量时外场平行于膜面, 空心点代表测量时外场垂直于膜面. (a)(c)(e)(g) 为  $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  (50 nm) 单层膜, (b)(d)(f)(h) 为生长于  $\text{MgO}$  (10 nm) 底层的  $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  (8 nm) 薄膜. (a)  $x=48$  (c)  $x=52$  (e)  $x=59$  (g)  $x=63$  (b)  $x=48$  (d)  $x=52$  (f)  $x=59$  (h)  $x=63$

我们知道, 室温下 FePt 薄膜制备态通常是无序的面心立方 (fcc) 结构, 其磁晶各向异性性能很小, 表现出软磁性. 当样品经过适当的退火处理转变为面心四方 (fct) 结构的有序相后, 由于拥有特别大的磁晶各向异性性能, 巨大的矫顽力也就随之出现. 所以,

样品的矫顽力基本上反映了 FePt 薄膜中有序相的变化程度. 为了更清楚地显示样品的磁特性随其成分而改变的细节, 图 2 给出了退火处理后单层膜样品  $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  的面内矫顽力  $H_{c\parallel}$  和生长于 MgO 底层的  $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  薄膜的垂直矫顽力  $H_{c\perp}$  随  $x$  的变化关

系.从图 2 可以看出,  $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  单层膜样品经过 350 °C 退火后, 矫顽力  $H_{c//}$  在  $x = 52-55$  附近具有较大的值,  $x = 52$  时  $H_{c//}$  最大, 约为 640 kA/m; 随着  $x$  的减小或增加(如  $x = 48, 57$ ), 矫顽力大幅减小, 当  $x = 59$  时,  $H_{c//}$  下降约一个数量级, 仅为 80 kA/m 左右. 顺便指出, 对  $x = 59$  的单层膜进行更高温度的退火实验, 结果发现该样品在高得多的退火温度(550 °C)处理后可达 600 kA/m 左右的大矫顽力. 这些实验数据清楚地表明,  $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  单层膜在等原子比附近的 Fe 原子含量略微富有的区域( $52 \leq x < 55$ )最有利于有序相的形成, 成分偏离越多, 形成有序相所需要的退火温度也越高. 这一结论可从 FePt 合金的二元平衡相图<sup>[21]</sup>得到理解. 事实上,  $\text{L1}_0$  有序-无序转变温度的峰值出现在等原子比附近的 Fe 原子含量略微富有的区域, 说明该成分范围的 FePt 有序相最为稳定, 比较容易实现有序化和相应的大矫顽力. 有意思的是, MgO 底层的引入大大改变了退火后 FePt 薄膜的矫顽力和有序化对成分的关系. 从图 2 可以看出, 样品  $\text{MgO}/\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  退火后的垂直矫顽力峰值  $H_{c\perp} \approx 800$  kA/m 出现在  $x = 59$ ; 随着  $x$  偏离这个值越远,  $H_{c\perp}$  的值越小. 当  $x = 52$  时, 即在单层膜 FePt 最易形成有序相的成分下, 样品  $\text{MgO}/\text{Fe}_{52}\text{Pt}_{48}$  的垂直矫顽力只有 240 kA/m 左右; 当  $x = 48$ , 矫顽力不足 60 kA/m, 进一步的实验发现, 在保持同样的退火温度下退火时间延长 4 倍, 该样品转变为垂直易磁化, 垂直矫顽力可增大至 800 kA/m 左右. 毫无疑问, 室温下生长于 MgO 底层的  $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  薄膜, 最容易实现有序相的成分不在等原子比附近, 而是相去甚远的富 Fe 成分( $x = 59$ ), 这个成分大大超过平衡相图所能理解的极限. 同时需要特别指出的是, 在加热的 MgO(001)单晶基片上直接生长 FePt(001)薄膜<sup>[19]</sup>, 最有利于有序相形成的却是富 Pt 的  $\text{Fe}_{38}\text{Pt}_{62}$ , 这与我们的结果恰好完全相反. 下面我们对样品的晶体结构进行分析, 以说明生长条件和退火过程对 FePt 薄膜的结构进而对其磁性的影响.

我们测量了所有样品在制备态以及退火之后的 X 射线衍射谱. 图 3(a) 给出  $\text{Fe}_{52}\text{Pt}_{48}$  和  $\text{Fe}_{59}\text{Pt}_{41}$  两个典型单层膜样品 350 °C 退火之后的衍射谱. 从图 3(a) 可以看出, 对于  $\text{Fe}_{52}\text{Pt}_{48}$ , 除很强的(111)衍射峰之外, 还有微弱的(110)和(200)衍射峰; 而对  $\text{Fe}_{59}\text{Pt}_{41}$ , 仅有较强的(111)峰. 超晶格(110)峰的出现说明  $\text{Fe}_{52}\text{Pt}_{48}$  中的确存在有序相, 而  $\text{Fe}_{59}\text{Pt}_{41}$  中根本看不到

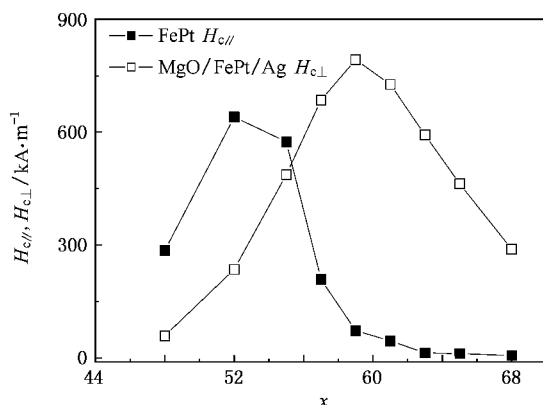


图 2  $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  (50 nm) 单层膜的面内矫顽力  $H_{c//}$  和生长于 MgO(10 nm) 底层的  $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  (8 nm) 薄膜的垂直矫顽力  $H_{c\perp}$  随  $x$  的变化

任何超晶格衍射峰, 说明有序相基本没有形成. 另外, 我们将这两个样品的制备态和退火之后的(111)峰分别作了比较, 结果示于图 3(b)(c)中. 从图 3(b)(c)可以看出, 退火使样品  $\text{Fe}_{59}\text{Pt}_{41}$  的(111)峰右移较小, 为  $0.19^\circ$ , 而  $\text{Fe}_{52}\text{Pt}_{48}$  的(111)峰右移了  $0.35^\circ$ . 通常 FePt(111) 峰的移动, 除了应力的少部分贡献外, 主要由于 FePt 的有序化使其(111)面间距减小, 所以, 所有 X 射线衍射结果都显示  $\text{Fe}_{52}\text{Pt}_{48}$  形成了较好的有序相, 与矫顽力的结果完全一致. 由于 FePt 的制备态为 fcc 结构, 其(111)面为原子最密面, 表面能最低, 所以沉积在非晶结构的 Si 氧化层上的 FePt 单层膜呈现(111)织构, 退火后的 FePt 单层膜依然保持(111)织构. 由于  $\text{L1}_0$  相 FePt 的  $c$  轴(即易磁化轴)与(111)的夹角约为  $36^\circ$ , 比较靠近(111)面, 自然有序化较好的样品的易磁化方向倾向于膜面内, 至于有序化不好的样品, 由于强大的形状各向异性(即退磁场)的作用, 理当表现出面内易磁化.

当 MgO 底层引入后, FePt 薄膜的结构完全不同于单层膜. 图 4(a) 显示的是  $x = 48, 52, 59, 63$  的 4 个典型样品  $\text{MgO}/\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  制备态的 X 射线衍射谱. 从图 4(a) 中虽然难以看到明显的 MgO 衍射峰, 包括其(200)峰, 但 FePt 的(111)衍射峰消失了(200)峰却可以清楚地分辨出. 所以, 室温下生长 MgO 底层已经对其上生长的 FePt 取向产生了强烈的影响, 导致后者出现一定程度的(001)织构. 从 FePt 的结构变化看, MgO 底层或多或少存在(001)织构. 实际上, MgO 的原子最密面为(001)面, 所以从能量的角度, 它倾向于沿(001)方向生长, 这也是以 MgO 为势垒的磁隧道结比较容易获得的原因. 本实验中之所以

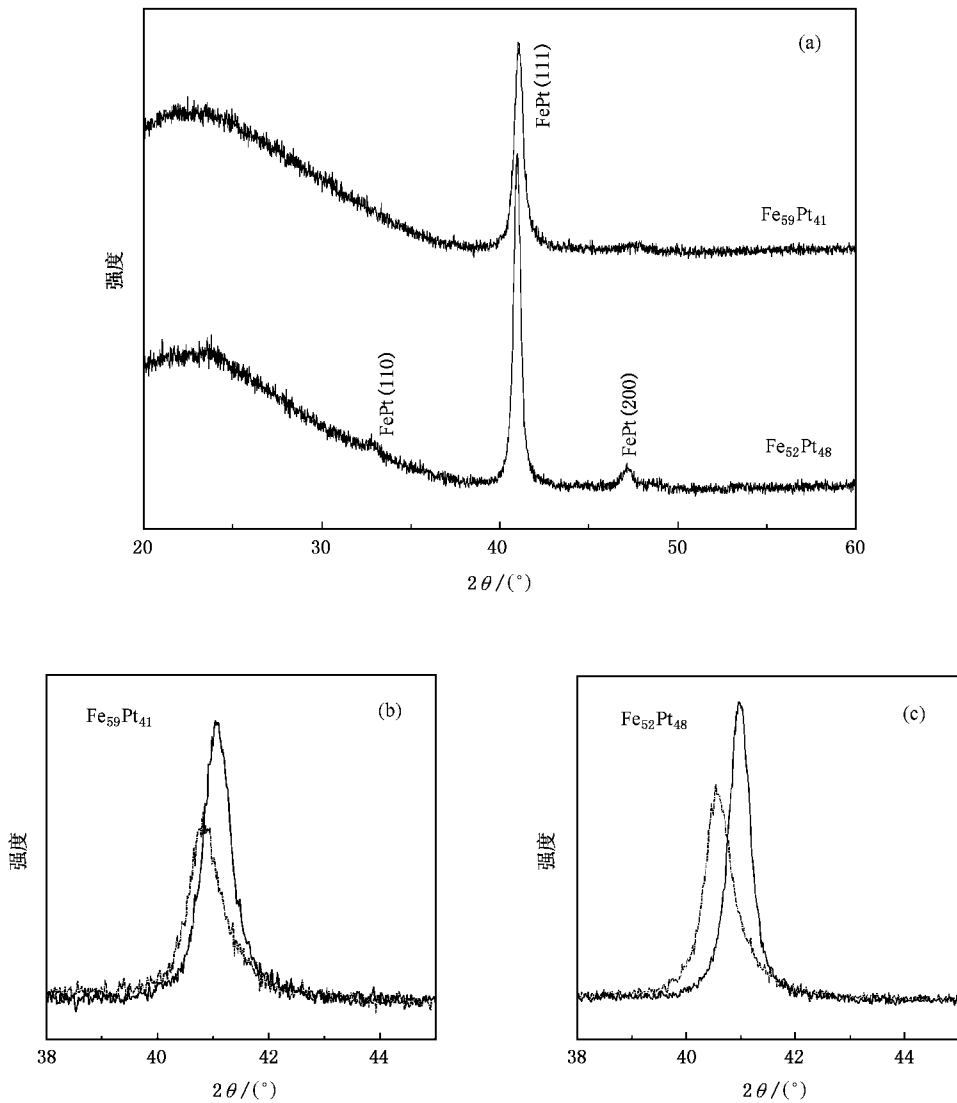


图3 单层膜  $\text{Fe}_{59}\text{Pt}_{41}$  和  $\text{Fe}_{52}\text{Pt}_{48}$  样品的 X 射线衍射谱 (a) 单层膜  $\text{Fe}_{59}\text{Pt}_{41}$  和  $\text{Fe}_{52}\text{Pt}_{48}$  经过  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  退火后的 X 射线衍射谱 (b) 和 (c) 分别表示这两个样品的制备态(虚线)和  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  退火后(实线)  $\text{FePt}(111)$  峰位的相对移动情况

没有测量到  $\text{MgO}$  的衍射峰,可能由于  $\text{MgO}$  晶粒太小、厚度太薄,加之其对 X 射线的散射因子较小.无论如何,最重要的是通过  $\text{MgO}$  底层的诱导, $\text{FePt}$  层表现出了(001) 结构.图 4(a) 中还有一个重要的细节需要指明,那就是  $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  层的(200) 衍射峰峰宽随  $x$  增加而增大,说明  $\text{FePt}$  的晶粒随  $x$  增加而减小;另外,峰位随  $x$  增加而逐渐右移,同时峰强随  $x$  增加而减弱.所有这些都可以通过  $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  与  $\text{MgO}$  的晶格失配度来理解. $\text{MgO}$  的晶格参数为  $0.420\text{ nm}$ ,而  $\text{FePt}$  的晶格参数在  $0.388\text{ nm}$  左右, $x$  越大, $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  的晶格常数越小,其衍射峰当然越往高角度移动.同时, $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  层与  $\text{MgO}$  底层之间的失配度变得越大,因而  $\text{FePt}$  的晶粒越小,衍射峰

越弱.

$\text{MgO}/\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  制备态的上述结构特点决定了样品经历退火过程后的结构和相应的磁性能.图 4(b) 是上述 4 个典型样品退火后的 X 射线衍射谱.从图 4(b) 可以看出,所有样品中都出现了  $\text{MgO}(200)$  峰,说明退火过程中  $\text{MgO}$  晶粒明显长大,且所有样品都出现了很强的  $\text{FePt}(002)$  (200) 峰,而  $\text{FePt}(111)$  峰非常弱甚至基本上看不见,说明样品在  $\text{MgO}$  底层的影响下都基本上是(001) 取向的.最有意思的是, $\text{MgO}/\text{Fe}_{59}\text{Pt}_{41}$  具有特别强的(001) 超晶格衍射峰,随着  $\text{FePt}$  成分偏离这一数值(001) 峰强度减弱,当  $x$  减小至 52,尤其  $x = 48$  时(001) 衍射峰变得很微弱了.显然,在  $\text{MgO}$  底层引入后,相同的退火过程使

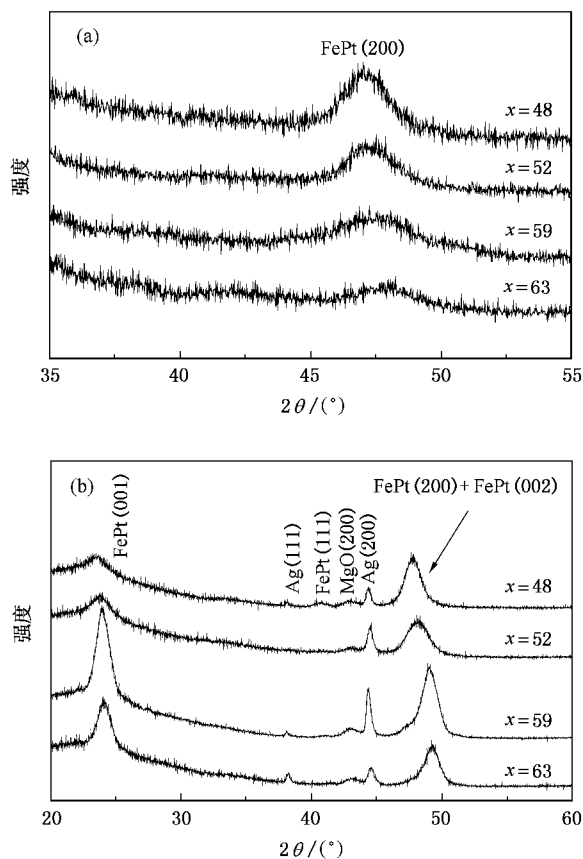


图4 生长于 MgO(10nm) 底层上的  $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  (8 nm) 薄膜的 4 个典型成分  $x = 48, 52, 59, 63$  样品的 X 射线衍射谱 (a) 制备态, (b)  $600^\circ\text{C}$  退火后

$\text{Fe}_{59}\text{Pt}_{41}$  有序化最好, 偏离这一成分有序化就减弱。顺便指出, 对于  $x = 48, 52$  的两个样品, 由于有序化刚开始, 所以衍射谱的右边第一峰主要来自 FePt 的 fcc 相 (200), 而对已经具有相当的有序相的另两个样品 ( $x = 59, 63$ ), 衍射谱的右边第一峰应该主要来自 FePt 的 fct 相 (002), 所以后两者的这个峰位较前两者的对应峰位明显偏右, 如果单凭 FePt 成分的变化似乎不足以解释这个峰位的明显变化。至此, X 射线衍射谱直接证明了 MgO/ $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$  样品中最容易实现有序化的成分是富 Fe 成分  $x = 59$ , 与矫顽力的结果完全一致。同时, 由于其较为理想的 (001) 取向, 所以该样品表现非常好的垂直易磁化。最后, 究竟什么原因造成 MgO 底层引入后使 FePt 最容易实现有序化的成分改变如此之大? 我们认为, 这里除了前面所述的平衡态相图的作用外, FePt 晶粒大小的变化是另一关键因素。FePt 的有序化过程是 Fe, Pt 两种原子扩散、迁移从而重新占位的过程, 在样品进行退

火处理导致晶粒的合并长大的过程中, 晶粒边界的原子扩散最为显著和活跃, 是促进 FePt 有序化的一个极为重要的额外推动力。当 FePt 层的成分从等原子比附近向富 Fe 方向变化时, FePt 与 MgO 晶格失配度的增加导致制备态时 FePt 晶粒减小, 而小的 FePt 颗粒意味着更多的晶粒界面原子, 退火时产生更为有效的原子扩散, 从而极大促进有序相转变。另外, 由于制备态 MgO 晶粒很小, 制备态样品因界面晶格失配产生的应力应该不是太大, 退火过程中随着 MgO 晶粒的合并长大, FePt 与 MgO 的共格成长将随之产生较大的界面应力和相应的应力能, 而应力能可以部分抵消 FePt 有序相的激活能, 促进 FePt 的有序化。所以 FePt 薄膜中 Fe 含量越高, 晶格参数越小, 导致界面应力越大, 越有利于 FePt 的有序化。当然, 如果 Fe 的含量过高, 平衡相图中存在的制约开始起作用, 所以最终的最佳有序化成分是正反两个机制竞争的结果。顺便指出, 对于加热 MgO 单晶基片上直接生长有序化 FePt 薄膜, Seki 等<sup>[19]</sup>的结果和我们的情形刚好相反。文献 [19] 没有解释为何富 Pt 成分 (62%) 最容易有序化。我们认为, 加热基片上有序相的形成是 FePt 生长过程中表面的 Fe, Pt 直接扩散所致。由于 FePt 的晶格参数较 MgO 要小得多, 当 FePt 沿 (001) 方向以有序化方式生长时, 也就是表面处原子通过扩散变成交替的 Fe 单原子层和 Pt 单原子层, 富 Pt 成分下可以使部分 Pt 原子留在 Fe 原子层内, 增大 Fe 原子层内的原子间距, 从而适当减小 FePt 薄膜内过大的应力, 使有序化更容易。当然, 此时平衡相图的制约同样存在。所以, 最终一定的富 Pt 成分是其最佳有序化的成分。需要特别强调的是, 本文中的应力与加热 MgO (001) 单晶基片上直接生长 (001) FePt 有序化薄膜中的应力对 FePt 薄膜有序化的作用和效果完全相反。

## 4. 结 论

本文系统研究了热处理前后生长于室温 MgO 底层的不同成分的 FePt 薄膜的晶体结构和磁性, 并与对应成分的 FePt 单层膜结果进行了对照。实验结果表明, MgO 底层的引入使 FePt 薄膜从 (111) 取向转变为 (001) 取向, 且最容易实现有序化的成分从等原子比附近改变到富 Fe 成分 ( $x = 59$ ), 该样品在适

当退火后表现出非常好的垂直易磁化特性,垂直方向矫顽力高达 800 kA/m,矩形比接近 1.我们的结果证明,通过后加热处理室温下生长于 MgO 底层的

FePt 薄膜,是制备垂直取向有序化 FePt 薄膜的一条有效途径,而这一方法具有一些不同于通常基片加热原位制备取向的有序化 FePt 薄膜的特点.

- [ 1 ] Weller D , Moser A , Folks L , Best M E , Lee W , Toney M F , Schwickert M , Thiele J U , Doemer M F 2000 *IEEE Trans . Magn.* **36** 10
- [ 2 ] Charap S H , Lu P L , He Y 1997 *IEEE Trans . Magn.* **33** 978
- [ 3 ] Cebollada A , Weller D , Sticht J , Harp G R , Farrow R F C , Marks R F , Savoy R , Scott J C 1994 *Phys. Rev. B* **50** 3419
- [ 4 ] Farrow R F C , Weller D , Marks R F , Toney M F , Cebollada A , Harp G R 1996 *J. Appl. Phys.* **79** 5967
- [ 5 ] Jeong S , Hsu Y N , Laughlin D E , McHenry M E 2000 *IEEE Trans . Magn.* **36** 2336
- [ 6 ] Perumal A , Ko H S , Shin S C 2003 *Appl. Phys. Lett.* **83** 3326
- [ 7 ] Shima T , Takanashi K , Takahashi Y K , Hono K 2006 *Appl. Phys. Lett.* **88** 63117
- [ 8 ] Zhao Z L , Chen J S , Ding J , Yi J B , Liu B H , Wang J P 2006 *Appl. Phys. Lett.* **88** 52503
- [ 9 ] Zhang Y , Wan J , Skumryev V , Stoyanov S , Huang Y , Hadjipanayis G C , Weller D 2004 *Appl. Phys. Lett.* **85** 5343
- [ 10 ] Shima T , Takanashi K , Takahashi Y K , Hono K 2004 *Appl. Phys. Lett.* **85** 2571
- [ 11 ] Wei D H , Chou S C , Chin T S , Yu C C , Liou Y , Yao Y D 2005 *J. Appl. Phys.* **97** 10N121
- [ 12 ] Weisheit M , Schultz L , Fahler S 2004 *J. Appl. Phys.* **95** 7489
- [ 13 ] Shima T , Moriguchi T , Mitani S , Takanashi K 2002 *Appl. Phys. Lett.* **80** 288
- [ 14 ] Li B H , Feng C , Yang T , Hwang P , Teng J , Yu G H , Zhu F W 2006 *J. Appl. Phys.* **99** 16102
- [ 15 ] Zeng H , Yan M L , Powers N , Sellmyer D J 2002 *Appl. Phys. Lett.* **80** 2350
- [ 16 ] Kang K , Zhang Z G , Papisoi C , Suzuki T 2004 *Appl. Phys. Lett.* **84** 404
- [ 17 ] Zhang Z G , Kang K , Suzuki T 2003 *Appl. Phys. Lett.* **83** 1785
- [ 18 ] Kim H J , Lee S R 2005 *J. Appl. Phys.* **97** 10H304
- [ 19 ] Seki T , Shima T , Takanashi K , Takahashi Y , Matsubara E , Hono K 2003 *Appl. Phys. Lett.* **82** 2461
- [ 20 ] Seki T , Shima T , Takanashi K , Takahashi Y , Matsubara E , Hono K 2004 *IEEE Trans . Magn.* **40** 2522
- [ 21 ] Massalski T B 1990 *Binary Alloy Phase Diagrams* ( 2nd ed )( Ohio : ASM International ) p1755
- [ 22 ] Takahashi Y K , Ohnuma M , Hono K 2003 *J. Appl. Phys.* **93** 7580

# Composition dependence of $L1_0$ ordering of FePt (001) thin films on MgO underlayer grown at room temperature<sup>\*</sup>

Zhang Li-Jiao Cai Jian-Wang

( State Key Laboratory of Magnetism , Institute of Physics , Chinese Academy of Sciences , Beijing 100080 , China )

( Received 6 April 2007 ; revised manuscript received 1 June 2007 )

## Abstract

We investigated the effect of extensive compositional change on the structure and magnetic properties of the post-annealed  $Fe_xPt_{100-x}$  ( $48 \leq x \leq 68$ ) thin films with and without MgO underlayer deposited at room temperature. It was found that, during annealing, the FePt films on MgO underlayer with Fe-rich composition around 59at% exhibit much faster ordering than those with other compositions although the single layer FePt films were found to have the optimum composition for the chemical ordering of only slightly Fe-rich composition of 52at% of Fe. The film of MgO(10 nm)/ $Fe_{59}Pt_{41}$ (8 nm) after annealing at 600 °C for 30 min showed perpendicular magnetization with coercivity about 800 kA/m and the squareness was close to 1 due to the formation of (001) oriented ordering phase. The results of FePt thin films on MgO underlayer deposited at room temperature present a striking contrast with those of FePt grown on heated MgO single crystal substrate, where the optimum composition for the ordering was around 62at% of Pt. An interpretation on the observed experimental phenomena is given in this paper.

**Keywords :** FePt(001) film,  $L1_0$  phase

**PACC :** 7550, 8140

<sup>\*</sup> Project supported by the National Natural Science Foundation of China ( Grant No. 50271081 ).