

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

**MAGNETICKÁ FÁZOVÁ PŘEMĚNA V PROSTOROVĚ
OMEZENÝCH STRUKTURÁCH**

MAGNETIC PHASE TRANSITION IN SPATIALLY CONFINED STRUCTURES

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Vojtěch Schánilec

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Vojtěch Uhlíř, Ph.D.

BRNO 2016

Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav fyzikálního inženýrství
Student: **Vojtěch Schánilec**
Studijní program: Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor: Fyzikální inženýrství a nanotechnologie
Vedoucí práce: **Ing. Vojtěch Uhlíř, Ph.D.**
Akademický rok: 2015/16

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

Magnetická fázová přeměna v prostorově omezených strukturách

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Magnetické materiály jsou jednou z nejvíce studovaných a vysoce modifikovatelných tříd materiálů. Tenké vrstvy FeRh mají unikátní vlastnosti díky své fázové přeměně prvního druhu, při které dojde ke změně antiferomagnetického uspořádání na feromagnetické působením teploty nebo magnetického pole. V nulovém magnetickém poli k této přeměně dochází při teplotě přibližně 360 K, což je výhodné pro možné aplikace v tepelně asistovaném magnetickém záznamu a senzorce. Výrazné prostorové omezení má významný dopad na koexistenci fází a dynamiku fázové přeměny. Na základě elektrických transportních měření bylo zjištěno, že nanostruktury na bázi FeRh vykazují silnou asymetrii v dynamice fázové přeměny mezi zahříváním a chlazením. Bakalářská práce přispěje k objasnění tohoto jevu provedením zobrazovacích měření na prostorově omezených FeRh nanostrukturách pomocí mikroskopu magnetických sil (MFM).

Cíle bakalářské práce:

1. Rešerše současného stavu poznání.
2. Úprava stávajícího mikroskopu MFM pro měření za teplot 300-360 K.
3. Zobrazení doménové struktury v FeRh nanostrukturách během magnetické fázové přeměny.

Seznam literatury:

Coey, J. M. D. (2009): Magnetism and Magnetic Materials. Cambridge University Press, Cambridge.

Maat, S., Thiele, J.-U. a Fullerton, E. E. (2005): Temperature and field hysteresis of the antiferromagnetic-to-ferromagnetic phase transition in epitaxial FeRh films. Physical Review B, vol. 72, pp. 214432, DOI: 10.1103/PhysRevB.72.214432.

Manekar M., Mukherjee, C. a Roy, S. B. (2007): Imaging of time evolution of the first-order magneto-structural transition in Fe-Rh alloy using magnetic force microscopy. Europhysics Letters, vol. 80, pp. 17004, DOI: 10.1209/0295-5075/80/17004.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2015/16

V Brně, dne

L. S.

prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty

Abstrakt

Tenké vrstvy železo-rhodia (FeRh) mají unikátní vlastnosti díky tomu, že prodělávají magnetickou fázovou přeměnu I. druhu, při které dochází ke změně z antiferomagnetické do feromagnetické fáze. Fázovou přeměnu v FeRh lze ovlivňovat vnějšími parametry, například teplotou nebo magnetickým polem. V nulovém magnetickém poli nastává fázová přeměna při teplotách okolo 360 K, což je výhodné pro využití v praxi.

V této práci zkoumáme fázovou přeměnu v prostorově omezených strukturách FeRh. Teoretická část obsahuje zpracovanou rešeršní studii zabývající se fázovou přeměnou v FeRh, jejím ovlivněním za použití různých substrátů a prostorového omezení, které má významný vliv na asymetrii fázových přeměn FeRh při chlazení a zahřívání.

V praktické části je popsán návrh a sestavení modulu pro zahřívání vzorků kompatibilního s mikroskopem magnetických sil (MFM). Pomocí metody MFM byla zobrazena nukleace a následný růst feromagnetických domén ve strukturách FeRh.

Abstract

FeRh thin films feature unique characteristics due to the first-order phase transition from the antiferromagnetic order to the ferromagnetic order. The phase transition in FeRh can be driven by external parameters such as temperature and magnetic field. At zero magnetic field, the transition occurs approximately at 360 K, which is convenient for applications.

The thesis focuses on the phase transition in spatially confined FeRh structures. The theoretical part contains literature review on the FeRh phase transition and the possibilities to control it using different substrates and spatial confinement, which has significant impact on the symmetry of the transition upon cooling and heating.

The experimental part describes the design and realization of a heater module compatible with a Magnetic Force Microscope (MFM). MFM was used to image the nucleation states and ferromagnetic domain growth in FeRh structures.

Klíčová slova

železo-rhodium, fázová přeměna I. druhu, prostorově omezené struktury, mikroskopie magnetických sil

Keywords

iron-rhodium, first order phase transition, spatially confined structures, magnetic force microscopy

SCHÁNILEC, V. *Magnetická fázová přeměna v prostorově omezených strukturách*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2016. 36 s. Vedoucí Ing. Vojtěch Uhlíř, Ph.D.

Prohlašuji, že svou bakalářskou práci na téma „Magnetická fázová přeměna v prostorově omezených strukturách“ jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené bakalářské práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této bakalářské práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 270 zákona č. 40/2009 Sb., trestního zákoníku.

V Brně dne

.....
(podpis autora)

Děkuji Ing. Vojtěchu Uhlířovi, Ph.D. za příkladné vedení při tvorbě této práce, trpělivý a inspirativní přístup při řešení problémů. Panu Ing. Lukáši Flajšmanovi děkuji za výpomoc s konstrukčními a elektronickými problémy, M.Tech. Meena Dhankhar za pomoc při výrobě vzorků a Ing. Marku Vaňatkovi za jeho upřímnost a podporu. Dále bych chtěl poděkovat Ing. Daliboru Šulcovi, Ph.D. za vstřícný přístup a odborné konzultace ohledně přístroje Dimension Icon a Jackovi za vše, co se stalo od Prahy dál. Bc. Igoru Turčanovi, Štěpánu Kovaříkovi a Viole Křížákové za společně strávené chvílky u měření MFM. V neposlední řadě bych chtěl ze srdce poděkovat své rodině za podporu během celého studia a zejména přítelkyni Gabriele Olivíkové, která je mi vždy oporou.

Analýzy vzorků byly provedeny ve Sdílené laboratoři přípravy a charakterizace nanostruktur CEITEC VUT a hrazeny z projektu CEITEC - open access LM2011020.

Vojtěch Schánilec

Obsah

1	Úvod	3
2	Vybrané základy magnetismu	4
2.1	Definice základních veličin	4
2.2	Magnetické materiály	7
2.2.1	Diamagnetické materiály	7
2.2.2	Paramagnetické materiály	8
2.2.3	Feromagnetické materiály	8
2.2.4	Antiferomagnetické materiály	10
3	Fázové přeměny	12
3.1	Fázová přeměna I. druhu	13
3.2	Fázová přeměna II. druhu	13
4	Železo-rhodium	15
4.1	Fázové diagramy železo-rhodia	15
4.2	Krystalová struktura	16
4.3	Vliv prostorového omezení	18
5	Experiment	22
5.1	Experimentální metody, výroba a charakterizace vzorku	22
5.1.1	Magnetronová depozice	22
5.1.2	Vibrační magnetometr	23
5.1.3	Elektronová litografie	24
5.1.4	Mikroskopie magnetických sil	26
5.2	Úprava stávajícího mikroskopu MFM pro měření za teplot 300-360 K . . .	27
5.3	Zobrazení feromagnetických domén v FeRh nanostrukturách	28
5.3.1	Příprava před experimentem	28
5.3.2	Průběh experimentu	28
6	Závěr	33
7	Literatura	34
8	Seznam použitých zkratk	36

1. Úvod

Magnetické materiály jsou jednou z nejvíce studovaných tříd materiálů. V roce 1939 zjistil francouzský fyzik Maurice Fallot [1], že kubická prostorově centrovaná struktura železo-rhodia (FeRh) prodělává fázovou přeměnu I. druhu. Při zahřátí z pokojové teploty nad teplotu fázové přeměny dochází k přeměně fáze z antiferomagnetické (AF) na feromagnetickou (FM). Během fázové přeměny dochází k nukleaci FM domén v AF fázi. Při postupném zahřívání se FM domény zvětšují, jak čím dál větší část vzorku prochází fázovou přeměnou z AF-FM, až do momentu úplné přeměny celého vzorku do FM fáze.

U FeRh je v nulovém magnetickém poli teplota fázové přeměny přibližně 360 K. Tato teplota může být ovlivněna různými faktory, jako například procentuálním zastoupením Rh ve slitině FeRh, nebo vnějším magnetickým polem [2]. Fázová přeměna FeRh vykazuje teplotní hysterezi mezi zahříváním a chlazením, která je u tenkých vrstev FeRh přibližně 10 K [3]. Díky nízké teplotě fázové přeměny je FeRh vhodným materiálem pro zkoumání obecných mechanismů metamagnetických fázových přeměn.

Při studiu prostorově omezených struktur na bázi FeRh pomocí transportních měření bylo zjištěno, že vykazují silnou asymetrii mezi fázovými přeměnami AF-FM a FM-AF [4]. Právě vliv prostorového omezení by měl být předmětem dalšího výzkumu a tato bakalářská práce by měla pomoci přiblížit se k objasnění tohoto jevu.

Experimentální část této práce se věnuje navržení a sestavení modulu pro zahřívání vzorků, který by mohl být použit při měření mikroskopie magnetických sil (MFM). Tento modul musí být schopen rozsahu minimálně 300 – 360 K, abychom mohli zaznamenávat celý průběh fázové přeměny. Metoda MFM umožňuje zobrazování magnetického rozptylového pole vznikajících FM domén v tenké vrstvě FeRh při zahřívání i chlazení vzorku [5].

Druhým cílem experimentální části je provedení samotného měření rozptylového pole vzorku v závislosti na jeho teplotě.

2. Vybrané základy magnetismu

V následujících odstavcích jsou definovány základy magnetostatiky nutné pro popis magnetických vlastností materiálů zkoumaných v této práci.

2.1. Definice základních veličin

Magnetický moment μ je základní magnetická charakteristika volného atomu skládající se ze dvou příspěvků vyvolaných elektrony¹

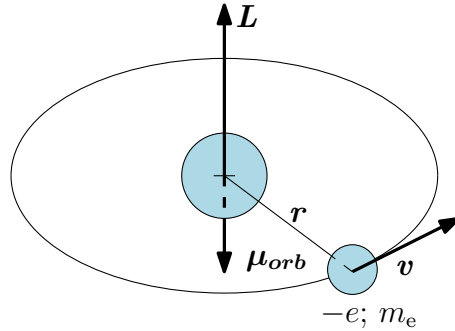
1. Magnetický orbitální moment μ_{orb} je vyvolán pohybem elektronů kolem jádra. Tento příspěvek si můžeme v analogii s klasickou elektrodynamikou představit jako proudovou smyčku s jedním nábojem. Magnetický moment takového smyčky lze vyjádřit vztahem

$$\mu_{\text{orb}} = -\frac{1}{2}e\mathbf{r} \times \mathbf{v}, \quad (2.1)$$

kde e je elementární náboj, $\mathbf{r}$ je poloměr trajektorie, po které se elektron pohybuje rychlostí $\mathbf{v}$. S pohybem elektronu o hmotnosti m_e , je spojen i moment hybnosti $\mathbf{L}$ jehož velikost L je kvantována dle kvantového čísla ℓ ,

$$\mathbf{L} = m_e\mathbf{r} \times \mathbf{v}, \quad (2.2)$$

$$L = \hbar\sqrt{\ell(\ell+1)}. \quad (2.3)$$



Obrázek 2.1: Elektron o hmotnosti m_e pohybující se ve vzdálenosti $\mathbf{r}$ od jádra atomu po kružnicové trajektorii rychlostí $\mathbf{v}$. Převzato a upraveno z [6].

Číslo ℓ může nabývat hodnot $\ell = 0, 1, \dots, n-1$, kde n je tzv. *hlavní kvantové číslo* a je dáno slupkou ve které se elektron nachází, konstanta $\hbar$ se nazývá *Planckova redukovaná konstanta*.

Ze vztahu (2.1) a (2.2) plyne závislost magnetického orbitálního momentu na momentu hybnosti

$$\mu_{\text{orb}} = -\frac{e}{2m_e}\mathbf{L} = \gamma\mathbf{L}, \quad (2.4)$$

¹Příspěvek jádra k celkovému magnetickému momentu je zanedbatelný, neboť dosahuje hodnot o tři řády menších, než je příspěvek elektronů.

2. VYBRANÉ ZÁKLADY MAGNETISMU

konstanta úměrnosti γ se nazývá *gyromagnetický poměr*.

Experimentálně nemůžeme změřit $\boldsymbol{\mu}_{\text{orb}}$ ani $\mathbf{L}$, pouze jejich průměty do libovolné osy. Bývá zvykem tuto osu volit jako osu z . Průmět z -ové složky magnetického orbitálního momentu je kvantován podle magnetického kvantového čísla m_ℓ , které může nabývat hodnot $m_\ell = -\ell, (-\ell + 1), \dots, 0, \dots, (\ell - 1), \ell$

$$\mu_{\text{orb},z} = -m_\ell \frac{e\hbar}{2m_e} = -m_\ell \mu_B, \quad (2.5)$$

kde μ_B je tzv. *Bohrův magneton*. Podrobné odvození těchto vztahů můžeme nalézt v [6, 7].

2. Další příspěvek je tvořen tzv. *magnetickým spinovým momentem* $\boldsymbol{\mu}_s$, který je ryze kvantovou veličinou, vyvolanou tzv. *vnitřním momentem hybnosti*, neboli *spinem* elektronu $\mathbf{S}$. K popisu magnetického spinového momentu se využívá kvantové číslo s , které může nabývat pouze hodnoty $s = \frac{1}{2}$ [8].

Velikost vnitřního momentu hybnosti je kvantována dle kvantového čísla s podobně jako velikost momentu hybnosti elektronu ve vztahu (2.3)

$$S = \hbar \sqrt{s(s+1)} = \frac{\sqrt{3}}{2} \hbar. \quad (2.6)$$

Magnetický spinový moment souvisí se spinem elektronu následovně:

$$\boldsymbol{\mu}_s = -\frac{e}{m_e} \mathbf{S}. \quad (2.7)$$

Průměty $\boldsymbol{\mu}_s$ do osy z jsou určeny magnetickým spinovým kvantovým číslem, které nabývá hodnot $m_s = \pm \frac{1}{2}$

$$\mu_{s,z} = -m_s \frac{e\hbar}{m_e}. \quad (2.8)$$

Magnetický moment $\boldsymbol{\mu}$ je ovlivňován vnějším magnetickým polem. Vložíme-li atom do magnetického pole $\mathbf{B}$, které je rovnoběžné s osou z , magnetický orbitální moment $\boldsymbol{\mu}$ se přikloní k ose z , aby minimalizoval svoji potenciální energii V , která je dána vztahem

$$V = -\boldsymbol{\mu} \cdot \mathbf{B} = -\mu B \cos \theta. \quad (2.9)$$

Na magnetický moment bude působit moment sil $\mathbf{G}$ vyvolaný vnějším polem

$$\mathbf{G} = \boldsymbol{\mu} \times \mathbf{B}, \quad (2.10)$$

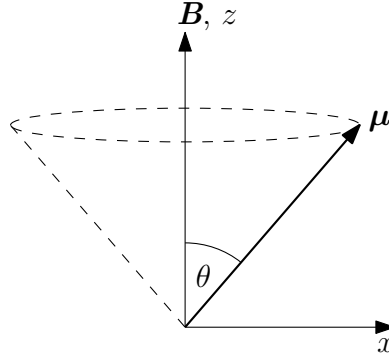
který se dá vyjádřit také vztahem

$$\mathbf{G} = \frac{d\mathbf{L}}{dt}. \quad (2.11)$$

Pomocí vztahu (2.4) a (2.11) můžeme (2.10) přepsat na tvar

$$\frac{d\boldsymbol{\mu}}{dt} = \gamma \boldsymbol{\mu} \times \mathbf{B}, \quad (2.12)$$

2.1. DEFINICE ZÁKLADNÍCH VELIČIN



Obrázek 2.2: Precesní pohyb magnetického orbitálního momentu μ_{orb} s frekvencí $\omega_L = \gamma B$, který na počátku leží v rovině xz . Převzato a upraveno z [7].

z kterého vyplývá, že jelikož je μ svázan s momentem hybnosti L , neproběhne jeho orientace do směru B podél nejkratší možné trajektorie, ale μ bude konat precesní pohyb s tzv. *Larmorovou frekvencí* [7, 9]

$$\omega_L = \gamma B. \quad (2.13)$$

Dalšími magnetickými veličinami, které budeme potřebovat pro popis experimentu jsou:

Magnetizace M je základní makroskopicky měřitelnou veličinou, která udává celkový magnetický moment jednotkového objemu

$$M = \frac{\sum_{i=1}^n \mu_i}{V}. \quad (2.14)$$

Susceptibilita $\hat{\chi}$ je tenzor, který zprostředkovává vztah mezi magnetickou intenzitou H a magnetizací vzorku M následovně:

$$M = \hat{\chi} H. \quad (2.15)$$

Experimentálně se susceptibilita měří jako poměr velikostí M a H

$$\chi = \frac{M}{H}. \quad (2.16)$$

Výměnný integrál $\mathcal{J}^2$, někdy označovaný jako výměnná konstanta (vztažená ke konkrétnímu materiálu), udává, jaká je energeticky nejvýhodnější vzájemná orientace spinů elektronů v látce. Pro dva elektrony je energetický příspěvek vzniklý orientací jejich spinů S daný vztahem

$$\hat{H}^{\text{spin}} = -2\mathcal{J} S_1 \cdot S_2 = -2\mathcal{J} S_1 S_2 \cos \alpha. \quad (2.17)$$

²Hodnotu konstanty $\mathcal{J}$ získáme následovně:

$$\mathcal{J} = \int \Psi_a^*(r_1) \Psi_b^*(r_2) \hat{H} \Psi_a(r_2) \Psi_b(r_1) dr_1 dr_2$$

kde, $\hat{H}$ je Hamiltonův operátor, Ψ_a, Ψ_a^* resp. Ψ_b, Ψ_b^* jsou vlnové funkce, resp. k nim komplexně sdružené vlnové funkce dvou elektronů v pozicích r_1 a r_2 . [7]

Pokud je výměnná konstanta $\mathcal{J} > 0$ budou spiny orientovány paralelně, pokud je $\mathcal{J} < 0$ budou spiny orientovány antiparalelně. V případě mnohaelektronového systému rovnice (2.17) získá obecný tvar

$$\hat{\mathbf{H}}^{\text{spin}} = - \sum_{ij} \mathcal{J}_{ij} \mathbf{S}_i \mathbf{S}_j = -2 \sum_{i>j} \mathcal{J}_{ij} \mathbf{S}_i \mathbf{S}_j. \quad (2.18)$$

Často je vhodné použít aproximaci, při které vezmeme hodnotu $\mathcal{J}_{ij}$ rovnu konstantě pro sousední magnetické momenty a pro ostatní ji položíme rovnu 0. Podrobnější pohled na výměnou konstantu lze najít v [6, 7].

2.2. Magnetické materiály

Pro experimentální zkoumání fázových přeměn v FeRh je dále zásadní klasifikace základních druhů magnetických látek. Toto základní rozdělení magnetických látek můžeme provést podle jejich odezvy na vnější magnetické pole.

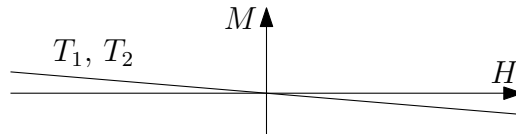
2.2.1. Diamagnetické materiály

Každá látka vložená do vnějšího magnetického pole vykazuje známky tzv. *diamagnetismu*. Diamagnetismus látek je způsoben interakcí vnějšího magnetického pole s elektrony obíhajícími kolem jádra atomu. Z klasické fyziky víme, že vložíme-li proudovou smyčku do vnějšího pole, ve smyčce se indukuje proud, který se snaží zabránit změně magnetického toku v proudové smyčce. Tuto vlastnost v klasické fyzice popisuje tzv. *Lenzův zákon* [10].

Susceptibilita diamagnetických látek se dá určit pomocí kvantové mechaniky a poruchové teorie [7], nebo klasickým přístupem [9, 11]. Výsledky obou přístupů vedou ke stejné závislosti susceptibility

$$\chi = -\frac{\mu_0 N e^2}{6m_e} \sum_i^Z \langle r_i^2 \rangle, \quad (2.19)$$

kde μ_0 je permeabilita vakua, N je počet elektronů v jednotkovém objemu a $\langle r_i^2 \rangle$ je dáno rozložením elektronů v látce. Je tedy zřejmé, že susceptibilita diamagnetických látek je záporná, $|\chi| \ll 1$, nezávisí na teplotě nebo vnějším magnetickém poli a proto je pro daný materiál konstantní. Ze vztahů (2.15) a (2.19) můžeme určit, že magnetizace $\mathbf{M}$ je přímo úměrná, ale opačně orientovaná k intenzitě vnějšího magnetického pole $\mathbf{H}$ (obrázek 2.3).



Obrázek 2.3: Schematicky znázorněná závislost magnetizace diamagnetických materiálů na velikosti intenzity vnějšího pole. Konstanta úměrnosti χ je záporná, $|\chi| \ll 1$, a neměnná pro různé teploty $T_1 \neq T_2$.

2.2. MAGNETICKÉ MATERIÁLY

2.2.2. Paramagnetické materiály

Atomy paramagnetických materiálů mají ve svých orbitalech nepárové elektrony, a tudíž mají nenulový magnetický moment. Bez přítomnosti vnějšího magnetického pole jsou tyto momenty orientovány náhodně a statisticky je jejich výsledný součet nulový.

Vložíme-li však paramagnetickou látku do vnějšího magnetického pole, magnetické momenty budou mít snahu natočit se do energeticky nejvýhodnější pozice dle vztahu (2.9), tedy do stavu, kdy jsou všechny magnetické momenty v látce orientovány souhlasně, rovnoběžně s vektorem vnějšího magnetického pole.

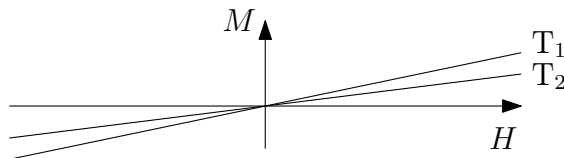
Vnější pole v paramagnetických materiálech vyvolá i diamagnetickou odezvu, která je popsána v odstavci (2.2.1). Ovšem tento příspěvek je vůči paramagnetickému o několik řádů nižší a je tedy zanedbatelný.

Susceptibilita paramagnetických materiálů se řídí tzv. *Curieovým zákonem* [11, 12, 7]

$$\chi = \frac{\mu_0 N \mu^2}{kT} = \frac{C}{T}, \quad (2.20)$$

kde *Curieova konstanta* C je neměnná pro daný materiál a susceptibilita je tedy nepřímo úměrná absolutní teplotě T .

Ze vztahů (2.20) a (2.15) vyplývá, že magnetizace M paramagnetických materiálů je přímo úměrná intenzitě vnějšího magnetického pole H a nepřímo úměrná absolutní teplotě T . Tato závislost je zobrazena na obrázku 2.4.



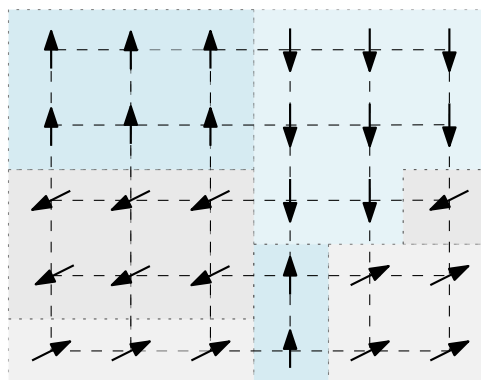
Obrázek 2.4: Schematicky znázorněná závislost magnetizace paramagnetického materiálu na intenzitě vnějšího pole při různých teplotách $T_1 < T_2$. Konstanta úměrnosti χ je kladná a zároveň $|\chi| \ll 1$.

2.2.3. Feromagnetické materiály

Na diamagnetismus i paramagnetismus lze pohlížet jako na vlastnosti atomů nebo molekul. Feromagnetismus je oproti tomu vlastností uspořádaných skupin atomů, které spolu interagují [11].

Feromagnetické materiály vykazují *spontánní magnetizaci* i bez přítomnosti vnějšího magnetického pole. Tato vlastnost je zapříčiněna *výměnnou interakcí*, která je nastíněna v sekci (2.1). Ve feromagnetických materiálech můžeme pozorovat tzv. *domény*, resp. oblasti ve kterých jsou magnetické momenty μ orientovány paralelně³, protože hodnota výměnné konstanty je pro feromagnetické látky $\mathcal{J} > 0$ a je tedy energeticky nejvýhodnější, aby výsledné magnetické momenty μ byly orientovány souhlasně. Jednotlivé domény mohou být bez přítomnosti vnějšího magnetického pole orientovány náhodně (obrázek 2.5), v tom případě je výsledné rozptylové pole způsobené doménami v okolí materiálu z velké části vyrušeno.

³V každé doméně může být směr orientace μ jiný.



Obrázek 2.5: Schématické znázornění magnetických domén ve feromagnetickém materiálu. Domény se stejnou orientací jsou znázorněny stejnou barvou.

Závislost magnetizace na intenzitě vnějšího pole u diamagnetických materiálů a paramagnetických materiálů je za stálé teploty lineární. U feromagnetických materiálů je tato závislost nelineární a je zobrazena na obrázku 2.6 a).

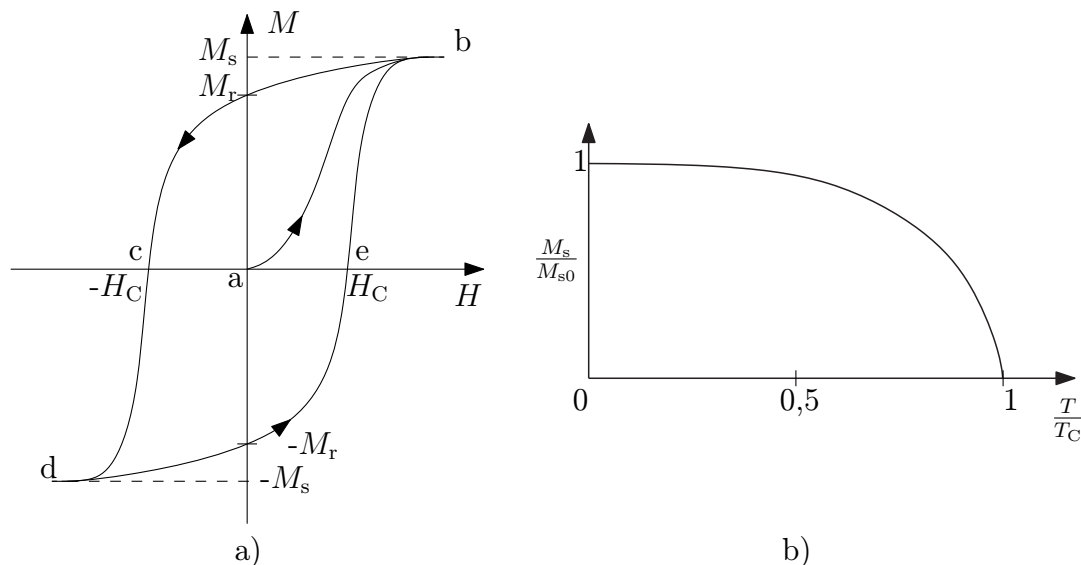
Při zvyšování intenzity pole H magnetizace narůstá podle křivky *prvotní magnetizace* ab až do momentu, kdy dosáhne maximálního uspořádání, to znamená, že magnetické momenty ve všech doménách jsou orientovány souhlasně s vnějším polem. Tomuto stavu se říká *saturace* a odpovídající hodnota magnetizace se značí M_s . Při následném zvyšování vnějšího pole se již magnetizace nezvýší. Při snižování intenzity vnějšího pole bude magnetizace klesat po křivce bcd . V nulovém magnetickém poli nebude magnetizace nulová, ale rovna hodnotě M_r , tzv. *remanenci* neboli zbytkové magnetizaci. Při aplikaci vnějšího pole v opačném směru⁴ se po dosažení velikosti pole H_C magnetizace vynuluje. Pole H_C nazýváme *koercitivní*. Při dalším zvyšování velikosti intenzity pole dochází k saturaci v opačném směru. Obrátíme-li nyní směr vnějšího pole zpět do kladného směru, magnetizace bude mít obdobný průběh po křivce deb . Smyčku $bcdeb$ nazýváme *hysterezní smyčkou*.

Rostoucí teplota má za následek větší tepelný pohyb atomů a tím narušuje uspořádání magnetických momentů. Dokud teplota nepřesáhne kritickou teplotu T_C , tzv. *Curieovu teplotu*, feromagnetickému materiálu se snižuje hodnota saturace M_s . Pokud však teplota dosáhne $T > T_C$, tepelná energie bude natolik velká, že překoná energii způsobenou výměnnou interakcí a materiál se stane paramagnetickým. Závislost saturace M_s na teplotě je znázorněna na obrázku 2.6 b). Vliv teploty na susceptibilitu feromagnetických materiálů popisuje tzv. *Curieův-Weissův zákon* [7]

$$\chi = \lim_{B \rightarrow 0} \frac{\mu_0 M}{B} \propto \frac{1}{T - T_C}. \quad (2.21)$$

⁴Tento směr budeme označovat jako záporný.

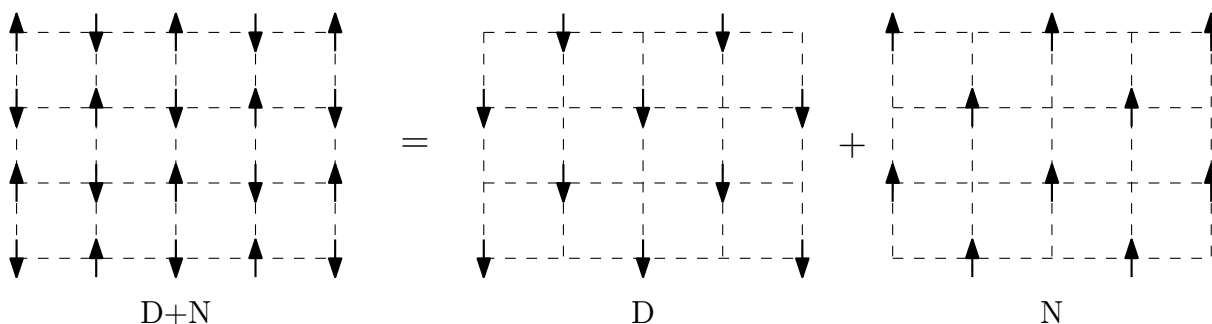
2.2. MAGNETICKÉ MATERIÁLY



Obrázek 2.6: a) Závislost magnetizace feromagnetického materiálu na intenzitě vnějšího pole. Křivka ab se nazývá *křivka prvotní magnetizace*, smyčka $bcdeb$ se nazývá *hysterezní smyčka*. M_s - saturace, M_r - remanence, H_C - koercitivní pole. b) Pokles saturace v závislosti na teplotě, závislost je normována saturací za nulové teploty. Teplota je normována vůči Curieově teplotě. Obrázek b) převzat a upraven z [13].

2.2.4. Antiferomagnetické materiály

Je-li výměnná konstanta $\mathcal{J} < 0$, hovoříme o antiferomagnetických materiálech. V tomto případě je antiparalelní uspořádání magnetických momentů sousedních atomů energeticky nejvýhodnější. Na takové uspořádání můžeme pohlížet jako na složení dvou podmřížek s opačným směrem magnetických momentů jak je ukázáno na obrázku 2.7.



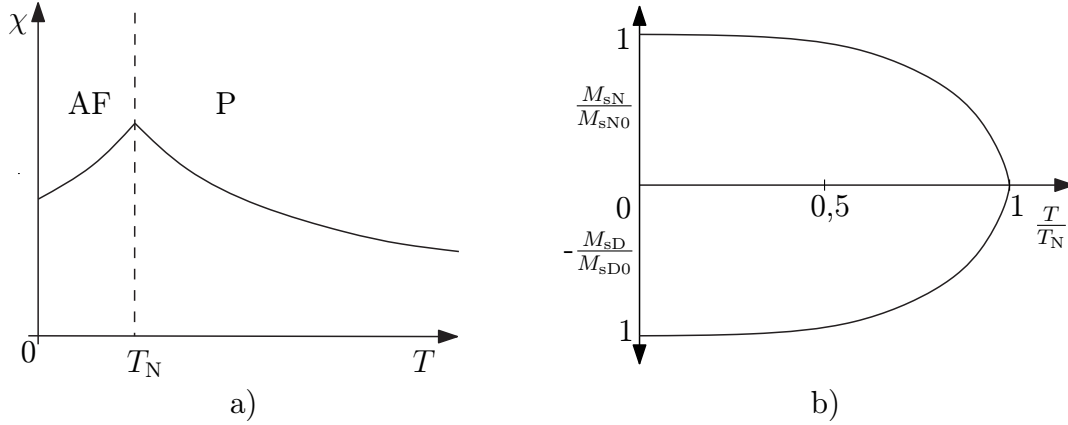
Obrázek 2.7: Antiferomagnetické uspořádání magnetických momentů v látce se dá znázornit jako součet dvou podmřížek: D - orientace "dolů", N - orientace "nahoru". Převzato a upraveno z [7].

Výsledná magnetizace takto uspořádaných materiálů je bez přítomnosti vnějšího magnetického pole nulová.

Poprvé teorii antiferomagnetismu rozvinul v roce 1932 Louis Néel, který vycházel z *Weissovy teorie molekulárních polí* [13]. Závislost magnetické susceptibility na teplotě je zobrazena na obrázku 2.8 a). Susceptibilita s rostoucí teplotou roste až do kritické teploty T_N , tzv. *Néelovy teploty*, od které začne klesat.

V oblasti nad kritickou teplotou T_N se antiferomagnetická látka stává paramagnetickou a susceptibilita se řídí Curieovým zákonem dle vztahu (2.20).

2. VYBRANÉ ZÁKLADY MAGNETISMU



Obrázek 2.8: a) Závislost magnetické susceptibilitity antiferomagnetického materiálu v oblasti pod Néelovou teplotou T_N . Pro teploty $T > T_N$ se látka stává paramagnetickou. b) Závislost normované saturace mřížek D a N na normované teplotě. Převzato a upraveno z [13].

Při teplotách $T < T_N$ se susceptibilita dá vyjádřit pomocí adaptace Curieova-Weissova zákona

$$\chi = \lim_{B \rightarrow 0} \frac{\mu_0 M}{B} \propto \frac{1}{T + T_N}. \quad (2.22)$$

Závislost magnetizace na teplotě systému je zobrazena na obrázku 2.8 b). Můžeme vidět, že jednotlivé feromagnetické podmřížky D a N se řídí Curieovým-Weissovým zákonem, jak lze od feromagnetických mřížek očekávat. Orientace magnetizace podmřížek je však opačná, a protože klesá stejnoměrně s rostoucí teplotou, vždy se navzájem vyruší. Tato vlastnost je příčinou nulové celkové magnetizace pod kritickou teplotou T_N .

3. Fázové přeměny

Každá látka se teoreticky může vyskytovat ve čtyřech skupenstvích neboli stavech. Tato skupenství jsou: pevné, kapalné, plynné a plazma. Kapalným skupenstvím, plynným skupenstvím a plazmatem se zde nebudeme zabývat, protože nesouvisí s experimentem, který provádíme. V závislosti na uspořádání atomů nebo molekul můžeme u látek stejného chemického složení pozorovat tzv. *fáze*. Různé uspořádání atomů ve fázích má za následek rozličné fyzikální vlastnosti materiálu. Tyto rozdíly jsou diskutovány v sekci 4.2. Příklady různých fází u pevné látky lze ukázat na železo-rhodium. V antiferomagnetické fázi (dále jen AF) má FeRh nulovou celkovou magnetizaci, zatímco ve feromagnetické fázi (dále jen FM) je jeho celková magnetizace nenulová.

Přeměna z jedné fáze do druhé nastane, když kvůli vnějším podmínkám není původní fáze stabilní. Stabilitu fáze nejlépe popíšeme termodynamickým potenciálem. V závislosti na *termodynamických souřadnicích*, veličinách, které regulujeme při pozorování fází, vybereme vhodný potenciál pro popis systému. Příklady různých termodynamických potenciálů jsou uvedeny v tabulce 3.1.

Termodynamický potenciál	Termodynamické souřadnice
Entropie S	U, V, N
Vnitřní energie U	S, V, N
Volná energie F	T, V, N
Entalpie H	S, p, N
Gibbsův potenciál G	T, p, N
Velký kanonický potenciál Ω	T, V, μ

Tabulka 3.1: Přehled termodynamických potenciálů s odpovídajícími termodynamickými souřadnicemi.

Systém je stabilní v minimu potenciálu G (za stálé teploty a tlaku), minimu potenciálu F (za stálé teploty a objemu) a při maximální entropii S (za stálé vnitřní energie a objemu).

Rozvineme-li změnu entropie ΔS do Taylorova polynomu, dostaneme vztah:

$$\Delta S = \frac{1}{1!}\delta S + \frac{1}{2!}\delta^2 S + \frac{1}{3!}\delta^3 S + \frac{1}{4!}\delta^4 S + \dots \quad (3.1)$$

Při maximální entropii S platí, že $\delta S = 0$. S ohledem na chování derivací vyššího řádu můžeme rozlišit následující stavy [14]:

- **Stabilní rovnováha** nastane, jsou-li splněny podmínky $\delta S = 0$, $\delta^2 S < 0$, včetně derivací vyššího řádu $\delta^3 S, \delta^4 S, \dots < 0$.
- **Metastabilní rovnováha** nastane, platí-li $\delta S = 0$, $\delta^2 S < 0$, ale libovolná derivace vyššího řádu je kladná.
- **Nestabilní rovnováha** nastane, jestliže platí podmínky $\delta S = 0$, $\delta^2 S > 0$.

Metastabilní rovnováha odpovídá stavu, kdy stačí jen velmi malé narušení a systém se stane nestabilním. Limitu stability metastabilního systému lze napsat jako $\delta^2 S = 0$. Když materiál projde změnou z počátečního stabilního stavu, odpovídajícího této podmínce,

stane se nestabilním a lze pozorovat fázovou přeměnu. Typickým příkladem může být podchlazená voda. Je-li voda v tekutém skupenství podchlazena pod teplotu 0°C , nachází se v metastabilní rovnováze. Dodáme-li takové vodě energii, například zatřesením, pozorujeme tuhnutí, neboli fázovou přeměnu [14].

Ruský fyzik Lev Davidovič Landau zavedl termín *parametr uspořádání* [14]. Parametr uspořádání je obecná fyzikální veličina, která je nulová ve fázi s největší symetrií (největším neuspořádáním) a nenulová pro fázi s nejmenší symetrií (uspořádanou). Když teplota systému klesá, parametr uspořádání roste. Například pro magnetický popis systému je parametrem uspořádání magnetizace. Jestliže je feromagnetický materiál ochlazen pod Curieovu teplotu T_C , magnetizace vzroste.

Gibbsův potenciál napsaný ve tvaru vhodném pro magnetické systémy s magnetizací M ve vnějším magnetickém poli B je dán vztahem [14]

$$G = U - TS - MB. \quad (3.2)$$

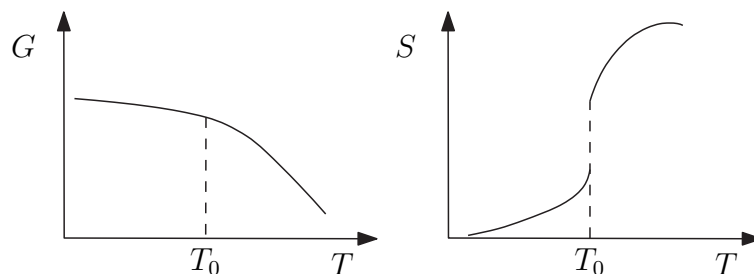
Fázové přeměny můžeme rozdělit na dva druhy.

3.1. Fázová přeměna I. druhu

Při fázové přeměně I. druhu jsou nespojitě první derivace termodynamických potenciálů

$$S = - \left(\frac{\partial G}{\partial T} \right)_p, \quad V = \left(\frac{\partial G}{\partial p} \right)_T. \quad (3.3)$$

Nespojitosti termodynamických veličin jsou způsobeny *latentním teplem materiálu*. Látka další dodané teplo spotřebuje k fázovému přechodu, nikoliv k ohřevu. Při fázové přeměně I. druhu pozorujeme koexistenci jednotlivých fází. Můžeme přímo rozlišit, která část vzorku je v AF a která je FM.



Obrázek 3.1: Schématické znázornění závislosti Gibbsova potenciálu G a entropie systému S na teplotě. Gibbsův potenciál je spojitý, avšak jeho první derivace S se skokově mění při dosažení kritické teploty přechodu. Převzato a upraveno z [14].

Podle Landauovy teorie se dá obecně považovat za fázovou přeměnu I. druhu taková přeměna, při které se parametr uspořádání mění nespojitě. Takovou fázovou přeměnou je u železo-rhodia změna z AF do FM, kdy se skokově mění magnetizace z nuly na nenulovou hodnotu.

3.2. Fázová přeměna II. druhu

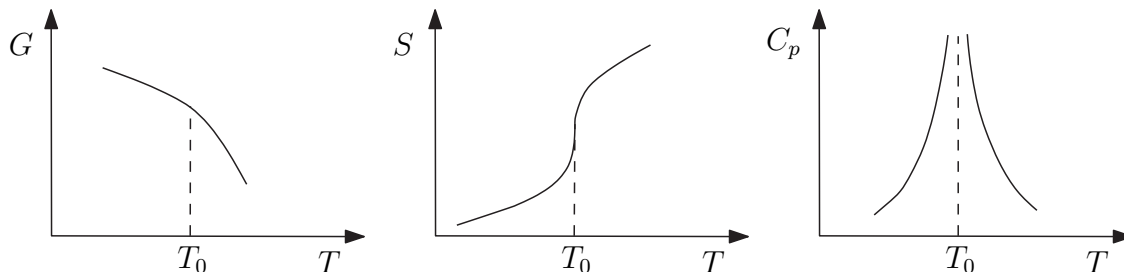
Při fázové přeměně II. druhu jsou termodynamický potenciál i jeho první derivace spojitě, zatímco druhé derivace termodynamického potenciálu jsou nulové, nebo se asymptot-

3.2. FÁZOVÁ PŘEMĚNA II. DRUHU

tický blíží nekonečnu v bodě přechodu [14]. Vyšší derivace Gibbsova potenciálu jsou dány vztahy

$$\frac{C_p}{T} = - \left(\frac{\partial^2 G}{\partial T^2} \right)_p = \left(\frac{\partial S}{\partial T} \right)_p \quad \kappa_T V = - \left(\frac{\partial^2 G}{\partial p^2} \right)_T = - \left(\frac{\partial V}{\partial p} \right)_T, \quad (3.4)$$

kde C_p a κ_T jsou měrná tepelná kapacita za stálého tlaku a stlačitelnost za stálé teploty [14]. Fázová přeměna II. druhu je specifická tím, že při přeměně nepozorujeme koexistenci fází.



Obrázek 3.2: Schématické znázornění závislosti Gibbsova potenciálu G , entropie systému S a měrné tepelné kapacity C_p na teplotě. Gibbsův potenciál i jeho první derivace S , jsou spojité, ale jeho druhá derivace C_p se v teplotě přechodu blíží nekonečnu. Převzato a upraveno z [14].

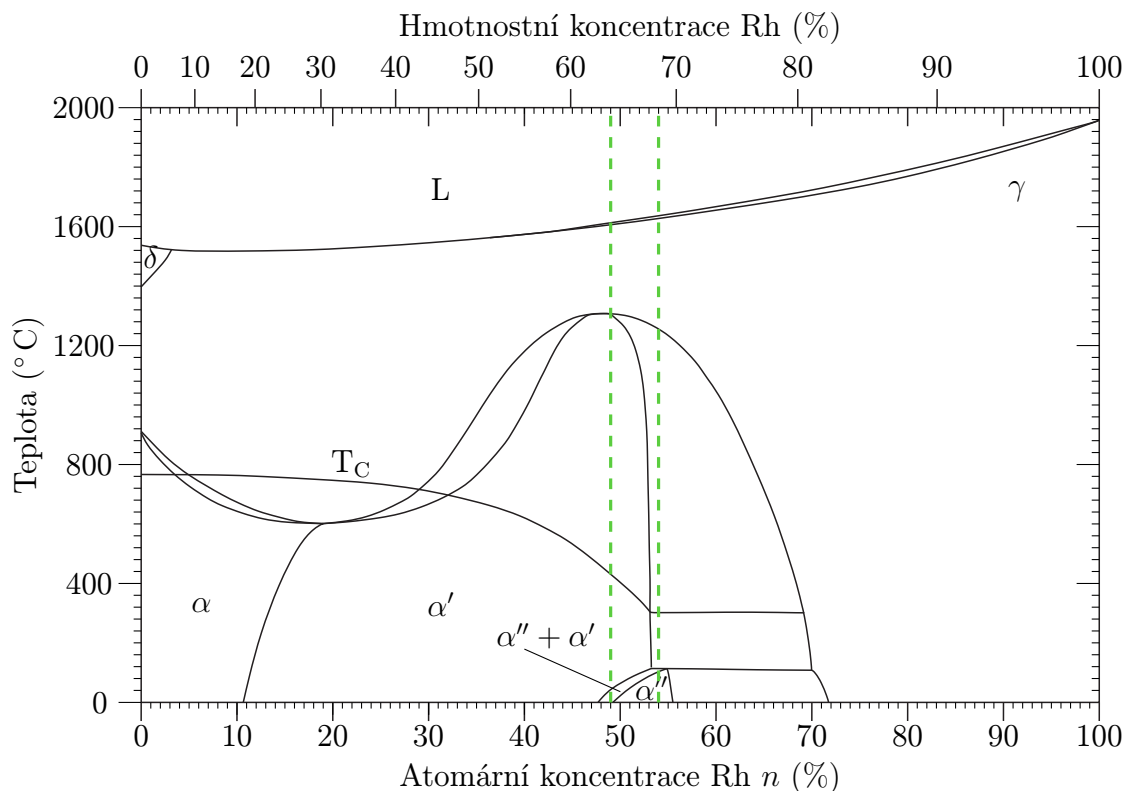
Parametr uspořádání se při fázové přeměně II. druhu mění spojitě. Takové fázové přeměně u železo-rhodia odpovídá změna feromagnetické fáze na paramagnetickou fázi, při dosažení kritické Curieovy teploty T_C .

4. Železo-rhodium

V roce 1938 M. Fallot [1] zjistil, že bcc¹ (kubická prostorově centrovaná) struktura FeRh prochází fázovou přeměnou I. druhu z AF fáze do FM fáze. K tomuto ději dochází při zahřátí vzorku nad kritickou teplotu přechodu T_{AF-FM} , která je zhruba 350 – 370 K v závislosti na různých faktorech, které jsou diskutovány v odstavci 4.1. Fázová přeměna vykazuje teplotní hysterezi zhruba 10 K při cyklickém zahřívání a chlazení. Přestože je více materiálů, které procházejí metamagnetickou² fázovou přeměnou I. druhu, FeRh je unikátní tím, že má teplotu přechodu blízkou pokojové teplotě [3] a tato vlastnost jej činí vhodným materiálem pro různé aplikace jako například *tepelně asistovaný magnetický záznam*, tzv. HAMR (Heat-Assisted Magnetic Recording) [15].

4.1. Fázové diagramy železo-rhodia

Na obrázku 4.1 je znázorněn fázový diagram, prostorově neomezeného železo-rhodia.



Obrázek 4.1: Fázový diagram FeRh: L - tavenina; γ - fcc fáze; δ - vysokoteplotní bcc fáze; α - nízkooteplotní bcc fáze; α' - feromagnetická se strukturou CsCl; α'' - antiiferomagnetická se strukturou CsCl. Zelené čárkované čáry vymezují oblast koncentrace Rh odpovídající námi měřeným vzorkům. Převzato a upraveno z [2].

Koncentrace n atomů Rh ve sloučenině je pro daný vzorek fixní. Bez působení vnějšího magnetického pole a tlaku zůstává tedy veličinou, kterou můžeme měnit fázi vzorku,

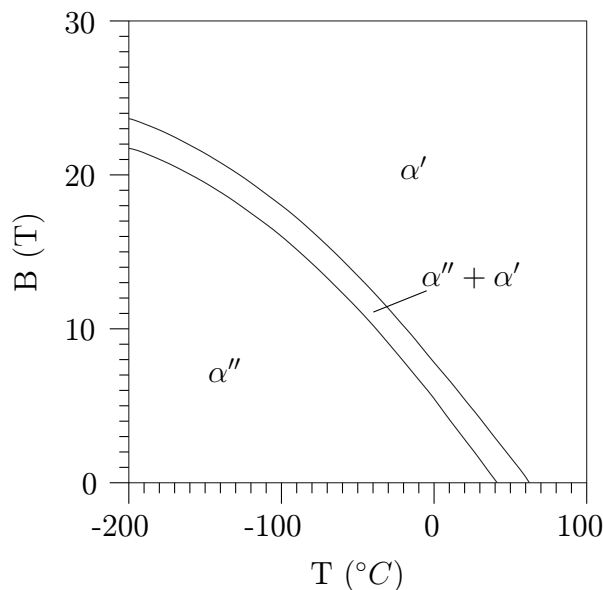
¹Ve skutečnosti se jedná o sc (prostá kubická mřížka). Tento fakt je diskutován v sekci 4.2.

²Při metamagnetické přeměně dochází k náhlé a výrazné změně magnetizace, při malé změně vnějších podmínek.

4.2. KRYSTALOVÁ STRUKTURA

teplota. V následujících odstavcích se již budeme zabývat jen vzorky s procentuálním zastoupením Rh 49 – 54 % (na obrázku 4.1 vyznačena zelenými čárkovanými čarami), při kterém dochází k fázové přeměně I. druhu z AF na FM. Po dosažení teploty $T > T_{\text{AF-FM}}$ začínají vznikat domény FM a dochází ke koexistenci fází α'' a α' . Při dalším zahřívání se všechny AF domény transformují na FM domény a celý vzorek je tedy ve fázi α' do teploty $T > T_C$, kdy dochází k fázové přeměně II. druhu a vzorek se stává paramagnetickým. Následné zahřívání má za následek tavení slitiny, kdy při vysokých teplotách dochází ke změně struktury z fcc fáze na taveninu.

Působení vnějšího magnetického pole, má za následek změnu fázového diagramu. V následujícím odstavci se pro jednoduchost budeme zabývat vzorkem $\text{Fe}_{50}\text{Rh}_{50}$ a pouze oblastí, kde dochází k fázové přeměně I. druhu. Na obrázku 4.2 je znázorněn fázový diagram v závislosti na aplikovaném vnějším magnetickém poli a teplotě vzorku [2]. Magnetické pole stabilizuje FM fázi a v lineární oblasti od přibližně -50°C do $+50^\circ\text{C}$ posune teplotu fázového přechodu o -8 K/T [3]. V experimentu, který je popsán v kapitole 5, bylo aplikováno magnetické pole o maximální velikosti 25 mT, což můžeme považovat za pole zanedbatelné pro posuv teploty fázového přechodu (25 mT odpovídá posuvu teploty o $0,2^\circ\text{C}$).



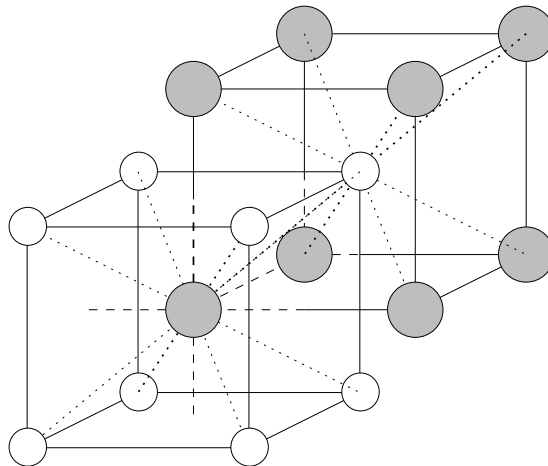
Obrázek 4.2: Fázový diagram sloučeniny $\text{Fe}_{50}\text{Rh}_{50}$ v závislosti na teplotě a velikosti vnějšího magnetického pole B : α'' - antiferomagnetická fáze; α' - feromagnetická fáze; $\alpha'' + \alpha'$ - oblast koexistence fází α'' a α' . Převzato a upraveno z [2].

4.2. Krystalová struktura

FeRh má krystalovou strukturu CsCl (chlorid-cesný)[16, 15, 2, 17, 5]. Krystalická mřížka této struktury je sc (prostá kubická) a primitivní buňka se skládá z molekuly FeRh , přičemž atom Fe leží v rohu této sc mřížky 000 a atom Rh leží v jejím těžišti $\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}$. Každý atom tak leží ve středu krychle, jejíž vrcholy tvoří atomy druhého prvku [9]. Koordinační číslo³ této struktury je 8. V článcích [3, 16, 1] je tato struktura kvůli svému geometrickému rozložení označována jako bcc (prostorově centrovaná kubická) mřížka. Mřížkový parametr

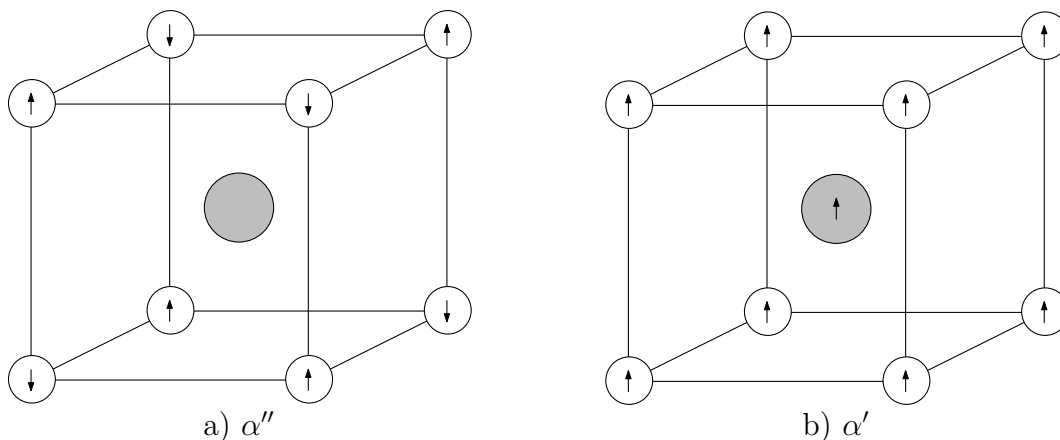
³Koordinační číslo udává počet nejbližších sousedních atomů. [9]

pro objemové (prostorově neomezené) FeRh je v AF $a = 2,988 \text{ \AA}$. Při fázové přeměně I. druhu zvětší FeRh svůj objem o 1 – 2% [18].



Obrázek 4.3: Krystalová struktura FeRh. Prostorová mřížka je sc a báze se skládá z atomu Fe (bílý) o souřadnici 000 a atomu Rh (šedý) o souřadnici $\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}$.

Železo-rhodium za teplot $T < T_{\text{AF-FM}}$ v AF fázi má nulovou vnější magnetizaci. Magnetické momenty atomů železa mají velikost $\mu_{\text{Fe}} = 3,3 \mu_{\text{B}}/\text{atom Fe}$ a jsou orientovány antiparalelně, navzájem se tedy z makroskopického pohledu vyruší. Atom rhodia nemá v AF žádný magnetický moment, a tudíž nepřispívá k magnetizaci vzorku (tato situace je znázorněna na obrázku 4.4 a)). Po fázové přeměně dojde, ke zvětšení objemu vzorku, magnetické momenty železa se zorientují paralelně a jejich velikost mírně poklesne na $\mu_{\text{Fe}} = 3,2 \mu_{\text{B}}/\text{atom Fe}$. U atomu rhodia se vlivem působení vnějšího molekulárního pole (nejbližší sousední atomy jsou orientovány paralelně) indukuje magnetický moment o velikosti $\mu_{\text{Rh}} = 0,9 \mu_{\text{B}}/\text{atom Rh}$ [3]. Na obrázku 4.4 b) je znázorněno uspořádání magnetických momentů FeRh při teplotě $T_{\text{AF-FM}} < T < T_{\text{C}}$.



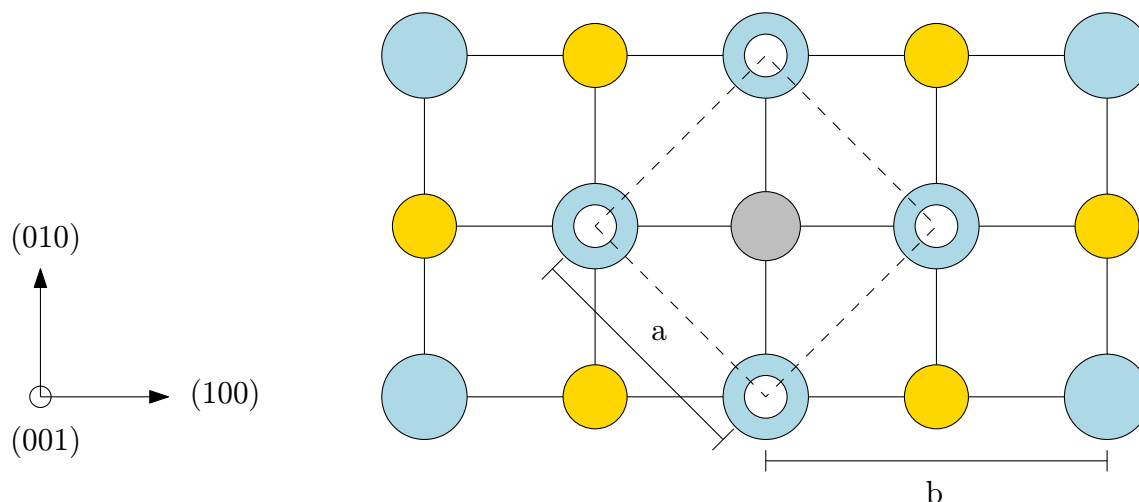
Obrázek 4.4: a) Antiferomagnetická fáze FeRh - antiparalelně orientované magnetické momenty atomů železa (bílé atomy) o velikosti $\mu_{\text{Fe}} = 3,3 \mu_{\text{B}}$ [3] a nulový magnetický moment u atomu rhodia (šedý atom). b) Feromagnetická fáze FeRh paralelně orientované magnetické momenty železa (bílé atomy) o velikosti $\mu_{\text{Fe}} = 3,2 \mu_{\text{B}}$ a magnetický moment rhodia (šedý atom) $\mu_{\text{Rh}} = 0,9 \mu_{\text{B}}$ [3]. Obrázky převzaty a upraveny z [16].

4.3. Vliv prostorového omezení

Omezíme-li objemovou látku v jednom či více rozměrech, můžeme pozorovat změnu některých vlastností. V předchozích kapitolách jsme rozebírali FeRh a jeho chování v neomezeném objemovém stavu, v tzv. *bulku*⁴. V následujících odstavcích se budeme zabývat vlivem prostorového omezení na vlastnosti železo-rhodia.

Tenké vrstvy železo-rhodia

Přítomnost fázové přeměny v FeRh je podmíněna krystalografickým uspořádáním materiálu, proto je nutné tenké vrstvy FeRh vytvořit epitaxním⁵ růstem na vhodném substrátu. Krystalické vlastnosti substrátu ovlivňují chování nanosené vrstvy. Maat a kol. [3] zkoumali odezvu magnetizace vzorku tenké vrstvy $\text{Fe}_{49}\text{Rh}_{51}$ o tloušťce 100 nm v závislosti na teplotě a vnějším magnetickém poli. Při svých experimentech používali substráty z oxidu hořečnatého MgO (001) a oxidu hlinitého Al_2O_3 (0001). Vzorky, které používáme při našem výzkumu fázových přeměn, jsou nadeponovány na MgO (001), proto se v následujícím textu zaměříme na vlastnosti vrstev FeRh připravených na tomto substrátu.



Obrázek 4.5: Schématické znázornění orientace mřížek FeRh a MgO. Pohled ze směru (001) na atomární rovinu MgO, na které je nanosená jedna buňka FeRh. Atomy MgO (modro-žluté) tvoří fcc mřížku s mřížkovým parametrem $b = 4,20 \text{ \AA}$ [9]. Atomy FeRh (bílo-šedé) se zorientují tak, že je mřížka FeRh pootočená o 45° od MgO. Rozměr a je zdeformovaný mřížkový parametr FeRh.

Při použití MgO (001), na kterém je nadeponována epitaxní vrstva FeRh, dojde k deformaci bcc mřížky železo-rhodia, protože mřížkový parametr fcc MgO mřížky není stejný jako mřížkový parametr bcc FeRh. Mřížkový parametr pro fcc MgO je $b = 4,20 \text{ \AA}$ [9]. Železo-rhodium se pootočí o 45° a naváže se na atomy MgO. Schéma mřížek FeRh a MgO je zobrazeno na obrázku 4.5 a hodnoty mřížkového parametru a po deformaci v různých směrech jsou uvedeny v tabulce 4.1. FeRh má tedy změněnou krystalovou strukturu z bcc na tetragonální prostorově centrovanou. Při měření teplotní hystereze vzorku na substrátu MgO, které lze vidět na obrázku 4.6, došlo k fázové přeměně zhruba při $T_1 = 360 \text{ K}$.

⁴Z anglického *bulk* - masa.

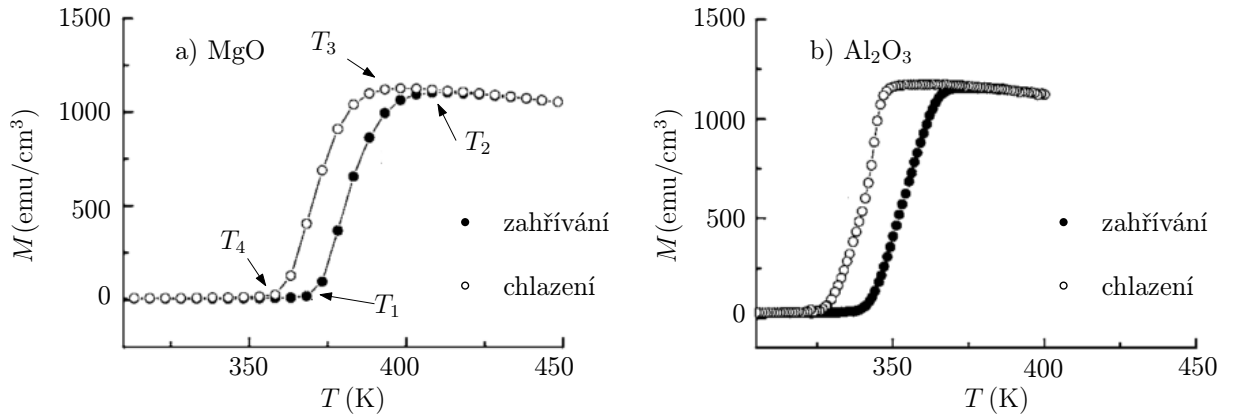
⁵Epitaxní vrstva je vrstva, která svoji krystalickou mřížkou navazuje na krystalickou mřížku substrátu.

FeRh/MgO	FeRh/Al ₂ O ₃	(Å) MgO	(%)MgO	(Å) Al ₂ O ₃	(%)Al ₂ O ₃
(002)	(111)	2,9980	+0,33	2,9800	-0,27
	(110)			2,9854	-0,09
(011)	(200)	2,9890	+0,03	2,9901	+0,07
(020)	(1 - 10)	2,9750	-0,44	2,9950	+0,23

Tabulka 4.1: Velikost mřížkového faktoru FeRh v charakteristických směrech vrstvy společně s procentuální nárůstem oproti objemovému. Převzato z [3].

Při použití substrátu Al₂O₃ (0001) procházela nanosená vrstva FeRh fázovou přeměnou I. druhu při nižších teplotách. Tento fakt je způsoben deformací krystalické struktury FeRh při naprášení na Al₂O₃ (0001) [3]. Pro substrátem ovlivněnou strukturu FeRh (viz tabulka 4.1) je výhodnější přejít do FM fáze již při nižších teplotách, jak je znázorněno na obrázku 4.6 b).

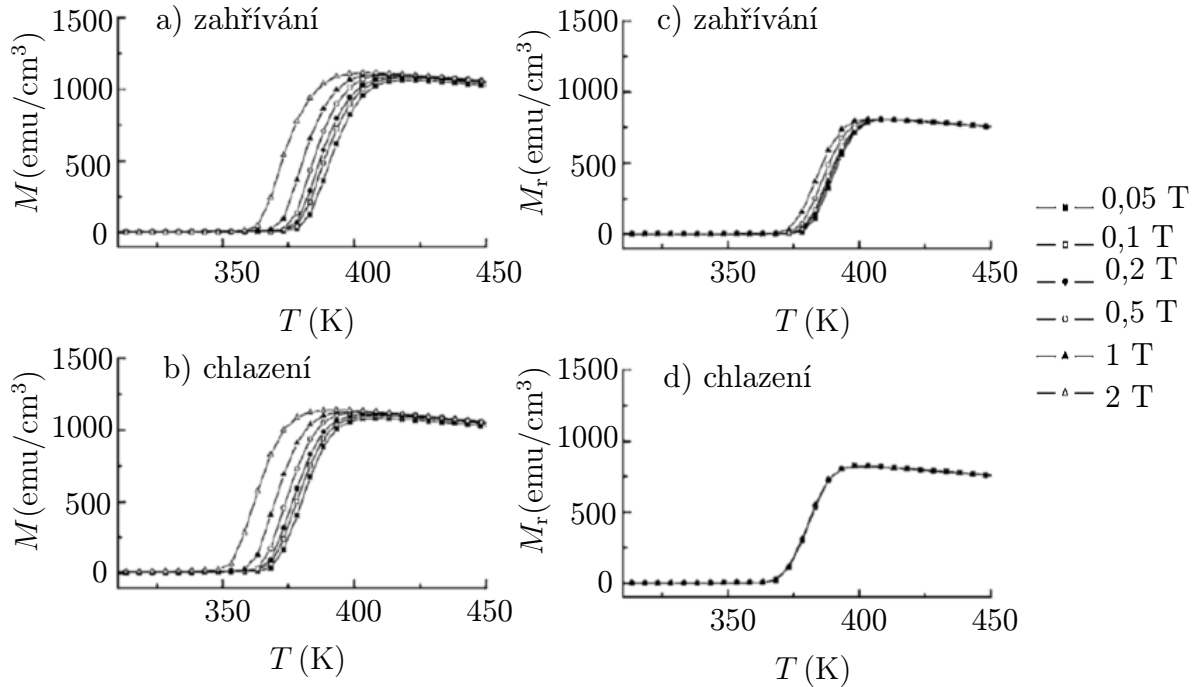
Výsledky měření znázorněného na 4.6 se dají interpretovat následovně. Při teplotách nižších než byla teplota T_1 , je vzorek v AF fázi a má vnější magnetizaci nulovou. Při zahřátí nad T_1 začínají nukleovat domény FM fáze a s narůstající teplotou se jejich poměr zvětšuje až do teploty T_2 , kdy se vzorek stane FM. Následná závislost se zvyšující se teplotou podléhá Curieovu-Weissovu zákonu [3, 15], který byl nastíněn v sekci 2.2.3. Při následném chlazení vzorku dosáhne magnetizace při teplotě T_3 svého maxima. Pro teploty $T < T_3$ začínají FM domény anihilovat a jsou nahrazeny doménami AF. Jak lze vidět na obrázku 4.6, fázová přeměna probíhá přes teplotní rozsah asi 50 K. Pro ideální vzorek by platilo $T_1 = T_2 > T_3 = T_4$ [3]. Nedokonalostí krystalu je však způsobeno, že nukleace FM domén při teplotě T_1 proběhne při nižší teplotě, než jejich anihilace v chladícím cyklu a platí $T_3 > T_1$.



Obrázek 4.6: Magnetizace vzorku Fe₄₉Rh₅₁ v poli o magnetické indukci $B = 1$ T rovnoběžné se vzorkem na substrátu: a) MgO (001). T_1 - teplota, při které dochází k nukleaci FM domén při zahřívání; T_2 - teplota, při které je maximální magnetický moment při zahřívání; T_3 - teplota, při níž dochází k anihilaci FM domén při ochlazování; T_4 - teplota, při níž je vzorek již celý v AF fázi při ochlazování. b) Al₂O₃(0001), v závislosti na teplotě. Převzato a upraveno z [3].

4.3. VLIV PROSTOROVÉHO OMEZENÍ

Další měření, které provedli Maat a kol., je měření v in-plane⁶ magnetických polích o různých velikostech. Tento experiment zkoumal vratnost magnetických změn. Při neproměnném vnějším magnetickém poli změřili teplotní hysterezi v zahřívacím resp. chladicím cyklu. Data závislosti magnetizace na teplotě jsou zobrazena na obrázku 4.7 a) resp. b). Při měření remanentní magnetizace M_r Maat a kol. prováděli zahřívání (chlazení) ve vnějším magnetickém poli, ale při měření magnetizace vzorku v FM fázi pole odstranili. Při následném zvyšování (snížování) teploty vystavili vzorek opět vnějšímu poli o původní intenzitě. Výsledek měření M_r je zobrazen na obrázku 4.7 c) resp. d).



Obrázek 4.7: $\text{Fe}_{49}\text{Rh}_{51}$ na substrátu MgO (001) v in-plane polích o různé velikosti. a) Závislost magnetizace na teplotě při zahřívání, b) při chlazení. c) Závislost remanentní magnetizace na teplotě při zahřívání a d) při chlazení. Převzato a upraveno z [3].

Z naměřených závislostí je patrné, že se fázová přeměna z AF do FM i zpět dá posunout k nižším teplotám za použití magnetického pole. Čím vyšší magnetické pole je, tím nižší jsou teploty T_1 a T_3 . Strmost hysterezních křivek při teplotách $T_2 > T > T_1$ při zahřívání, resp. $T_3 > T > T_4$ při chlazení, je stejná $\sim -8 \text{ K/T}$, takže šířka teplotní hystereze je konstantní $\sim 11 \text{ K}$. Ze závislosti $M_r(T)$ vyplývá, že při zahřívání teplota přechodu klesá se zvětšujícím se vnějším polem a změny vyvolané vnějším polem jsou tedy nevratné, zatímco při chlazení nemá vnější pole vliv na M_r a změny vyvolané vnějším polem jsou vratné [3].

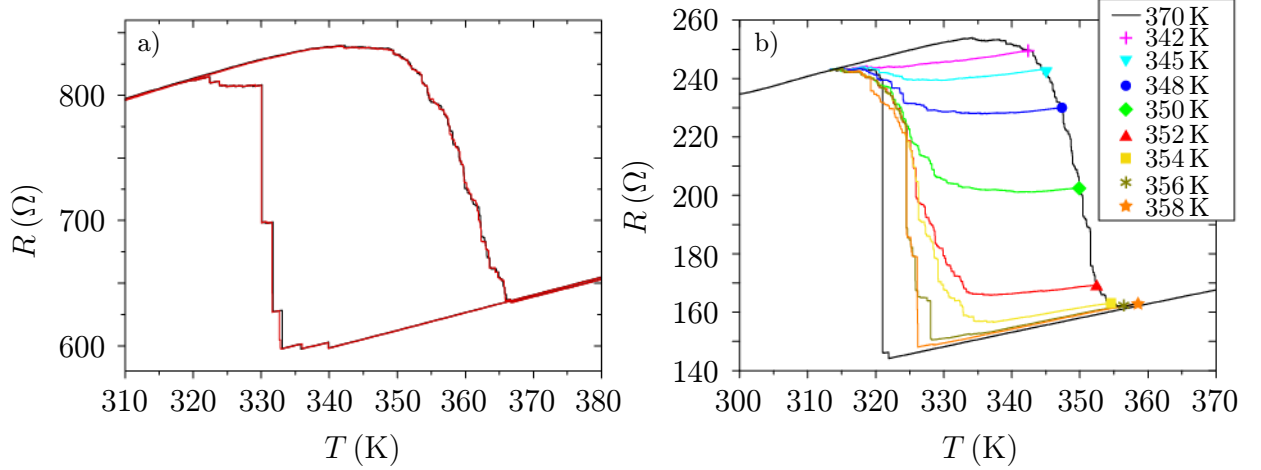
Mezoskopické struktury železo-rhodia

Omezením dalšího rozměru tenké vrstvy FeRh získáme pruhy o šířce v mezoskopickém (několik mikrometrů) až nanometrovém měřítku. Pro tento typ struktur je možné pro sledování fázové přeměny využít měření elektrického odporu vzorků. Při fázové přeměně z AF do FM dojde k poklesu odporu o téměř 50 %. Při těchto experimentech Uhlíř a kol.[4]

⁶In-plane orientace magnetického pole je orientace pole rovnoběžně se vzorkem. Při out-of-plane orientaci směřuje pole kolmo k povrchu vzorku.

objevili neočekávanou asymetrii fázové přeměny I. druhu z AF do FM mezi zahříváním a chlazením mezoskopických struktur.

V experimentu, který spočíval v měření odporu FeRh drátu o tloušťce 50 nm, šířce 220 nm a délce 2,6 μm , byla zjištěna asymetrie při zahřívání a chlazení. Tato asymetrická změna je zobrazena na obrázku 4.8 a). Při zahřívání je fázová přeměna postupná, zatímco u chlazení dochází ke skokovým změnám odporu.



Obrázek 4.8: Závislost odporu drátu FeRh o tloušťce 50 nm, šířce 220 nm a délce 2,6 μm . a) Při zahřívání struktury lze pozorovat spojitý postupný pokles odporu, zatímco při chlazení zahřáté struktury jsou znatelné skokové změny odporu. Opakovatelnost experimentu byla potvrzena dvěma měřeními, které jsou v grafu znázorněné červenou a černou barvou. b) Fázové přeměny pro různá množství zbytkové AF fáze. U barevných křivek, byl vzorek zahřát na teplotu, při níž nebyl úplně transformován a následně chlazen. Získané závislosti ukazují, že přítomnost netransformovaných AF domén způsobuje hladší průběh fázové přeměny FM-AF. Naopak čím méně AF domén struktura obsahuje tím je změna méně plynulá. Černá křivka odpovídá úplně transformovanému vzorku. Převzato z [4].

Další experiment, který Uhlíř a kol. provedli, bylo porovnání závislostí odporu na teplotě u struktur, které nebyly kompletně transformované z AF do FM. Zahřívání struktury zastavili v momentě, kdy ještě nebyla struktura úplně transformovaná, a existovaly v ní tedy AF domény, které mohly fungovat jako nukleační centra [4]. Čím více nukleačních center ve struktuře je, tím je fázová přeměna z FM do AF postupnější. Na obrázku 4.8b) je zobrazena změna charakteru fázové přeměny při chlazení pro různá množství zbytkové AF fáze (barevné křivky) v porovnání se smyčkou ohřevu/chlazení, která byla úplně transformována (černá křivka).

5. Experiment

Cílem experimentální části je pozorovat vznik feromagnetických domén při fázové přeměně FeRh. Pro tento experiment byla jako vhodná metoda zvolena mikroskopie magnetických sil (MFM, z anglického *magnetic force microscopy*), kterou lze k měření fázové přeměny FeRh použít [5, 19, 20, 21]. Pomocí MFM je možno dosáhnout laterálního rozlišení řádově desítek až jednotek nanometrů [22]. Dalším důvodem, proč byla zvolena metoda MFM, je snadná manipulace a úprava mikroskopu Dimension Icon od firmy Bruker, na kterém je měření prováděno. Aby bylo možné měřit MFM při různých teplotách, byl v rámci této práce vytvořen modul pro zahřívání vzorku, který je kompatibilní s mikroskopem Bruker Dimension Icon.

5.1. Experimentální metody, výroba a charakterizace vzorku

Tenké epitaxní vrstvy FeRh byly nanесeny pomocí magnetronového naprašování na substrát MgO. Vibračním magnetometrem (VSM, z anglického *vibrating sample magnetometer*) byly následně analyzovány magnetické vlastnosti nanесené vrstvy, zejména byla stanovena teplota, při níž dochází k fázové přeměně. Vrstvy s vhodnými magnetickými vlastnostmi byly použity k výrobě prostorově omezených struktur pomocí elektronové litografie (EBL, z anglického *electron beam lithography*). Následně byl v těchto strukturách pozorován vznik a šíření FM domén během fázové přeměny pomocí MFM.

5.1.1. Magnetronová depozice

Magnetronové naprašování je metoda, která využívá fyzikální depozici z plynné fáze (PVD z anglického *physical vapour deposition*) pro přípravu tenkých vrstev na vhodném substrátu. Do komory magnetronu je vpuštěn pracovní plyn (v našem případě Ar), ve kterém lze při vhodném tlaku (řádově 10^{-3} mbar) zažehnout výboj a vytvořit plazma (plyn volných elektronů a ionizovaných atomů). Tyto nabitě částice se pohybují v elektromagnetickém poli a bombardují terč (materiál požadované tenké vrstvy), ze kterého jsou odprašovány atomy, jež pak dopadají na substrát, kde vlivem fyzikálních sil přilnou k substrátu a vytvářejí tenkou vrstvu [23].

Použití v experimentu - vytvoření tenké vrstvy FeRh

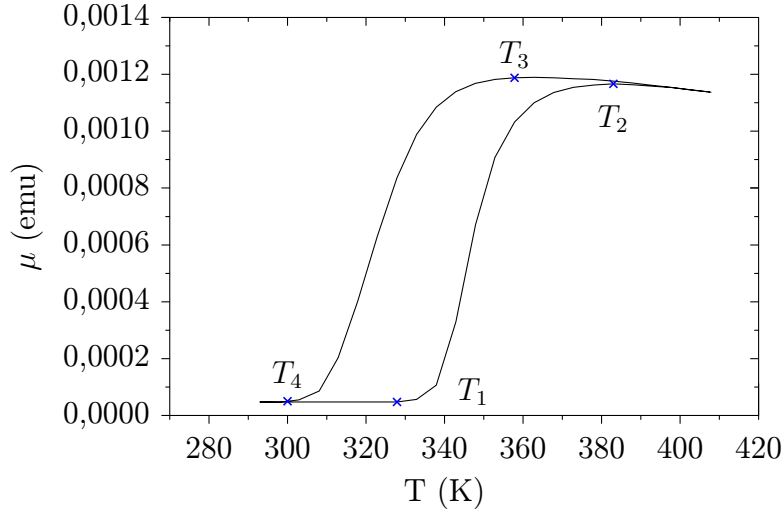
K vytvoření tenké vrstvy FeRh (001) na substrátu MgO (001), jejíž vlastnosti jsou diskutovány v sekci 4.3, bylo použito magnetronového naprašování. Epitaxní vrstva FeRh byla nanесena na MgO (001) při teplotě 450 °C a tlaku argonu $2 \cdot 10^{-3}$ mbar. Po dosažení požadované tloušťky byla vrstva zahřata na teplotu 800 °C po dobu 45 minut. Posledním krokem bylo nanесení vrstvy platiny o tloušťce 2 nm za pokojové teploty, která zabrání oxidaci železo-rhodia.

5.1.2. Vibrační magnetometr

Vibrační magnetometr je zařízení, které lze použít k měření magnetizace vzorku. Tento přístroj funguje na principu elektromagnetické indukce. Vzorek upevněný do vibračního držáku kmitá v soustavě cívek, a tím se na cívkách generuje napětí vlivem vlastní magnetizace vzorku. Z napětí naměřeného na cívkách můžeme určit magnetický moment zkoumané látky [24]. Vzorek je možné při měření zahřívat a určit tak vliv teploty na magnetické vlastnosti vzorku.

Použití v experimentu - charakterizace tenké vrstvy FeRh

Metodou VSM byla zjištěna teplotní hysterezní smyčka - závislost magnetizace vzorku na teplotě. Tato závislost byla měřena v poli o intenzitě 1 T. Abychom dostali závislost magnetizace na teplotě bez vnějšího pole, byla celá křivka posunuta o +8 K, v souladu s fakty diskutovanými v sekci 4.1. Naměřená data pro vzorek, který byl použit v experimentu, jsou zobrazena na obrázku 5.1. Jedná se o vrstvu FeRh o tloušťce 40 nm s krycí vrstvou Pt o tloušťce 2 nm. Z naměřených dat můžeme vidět, že vzorek prodělává fázovou přeměnu. Důležité teploty označíme ve shodě s grafy v sekci 4.3. Teplota, při které začínají nukleovat FM v AF fázi, je $T_1 \approx 328$ K, a vzorek je plně transformován do FM fáze při teplotě $T_2 \approx 383$ K. U chlazení plně transformovaného vzorku dochází k nukleaci AF domén ve FM fázi za teploty $T_3 \approx 356$ K a k anihilaci všech FM domén dochází pro $T_4 \approx 300$ K. Tento vzorek prodělává fázovou přeměnu za nižší teploty než ostatní vzorky¹, a proto byl vybrán jako vhodný pro náš experiment.



Obrázek 5.1: Teplotní hysterezní smyčka tenké vrstvy měřeného vzorku. Fázová přeměna začíná při zahřívání za teploty $T_1 \approx 328$ K a vzorek dokončí svoji fázovou přeměnu při $T_2 \approx 383$ K. Nukleace antiferomagnetických domén při chlazení začíná po dosažení teploty $T_3 \approx 356$ K a je ukončena pro $T_4 \approx 300$ K, kdy je vzorek opět plně antiferomagnetický. Nenulový magnetický moment za nízkých teplot je způsobem pnutí mezi FeRh a substrátem nebo krycí vrstvou [25].

¹Teplota fázové přeměny závisí na přesném složení vzorku, jak je ukázáno na obrázku 4.1. Při menší atomární koncentraci Rh dochází k fázové přeměně za nižších teplot.

5.1.3. Elektronová litografie

Elektronová litografie je metoda vhodná pro výrobu prostorově omezených struktur o velikosti desítek nanometrů až několika mikrometrů. Tato metoda využívá materiály, které po interakci s dopadajícím svazkem elektronů mění svoji rozpustnost, tzv. *rezisty*. Expozovaný rezist je nutné vyvolat v rozpouštědle, které odstraní oblasti s nižší rozpustností. Nerozpustná část zůstane na vzorku a vytvoří tzv. *masku*, která na odkrytých oblastech umožní selektivní depozici materiálů nebo selektivní iontové leptání. Části vrstvy, které nejsou pokryty maskou, jsou odleptány a tím dochází k vytvoření prostorově omezených struktur.

Použití v experimentu - výroba prostorově omezených struktur

K vytvoření prostorově omezených struktur z tenké vrstvy FeRh byla použita EBL, která je zde rozepsána do jednotlivých kroků:

1. **Nanesení vrstvy rezistu HSQ²** - Pro zlepšení adheze rezistu HSQ je na vzorek nanášena vrstva Ta o tloušťce 1 – 2 nm. Vzorek byl na plotýnce zahříván na 150°C po dobu 15-20 minut pro odstranění vlhkosti na povrchu. Následně byla na vzorek pomocí rotační lakovačky nanášena vrstva rezistu HSQ. Pro dosažení 100nm vrstvy HSQ byla frekvence otáček nastavena na 4000 rpm po dobu 1 minuty. Dále byl vzorek opět vypékán po dobu 4 minut za teploty 85 °C. Rezist po vypékání ztvdne, a tím se zabrání jeho odplavení v dalších krocích.
2. **Expozice rezistu** - Expozicí elektronovým svazkem se změní rozpustnost vrstvy HSQ. HSQ je tzv. negativní rezist, proto se exponovaná místa stávají hůře rozpustnými. Expozice rezistu byla provedena v elektronovém mikroskopu *TESCAN MIRA* s dávkou ozáření o velikosti 650 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$.
3. **Vyvolání rezistu HSQ** - K odstranění rozpustného HSQ byl vzorek ponořen po dobu 90 s do TMAH³. Následně byl vzorek opláchnut tekoucí deionizovanou vodou a osušen dusíkem.
4. **Suché iontové leptání** - Vzorek byl vystaven dopadajícímu svazku Ar iontů, které odprášily vrstvy FeRh+Pt+Ta v místech, kde nebyly ochráněny maskou HSQ. Zároveň se v tomto kroku částečně odpráší i vrstva nerozpuštěného HSQ.
5. **Odstranění rezistové masky** - Zbytky nerozpuštěného rezistu odstraníme ze vzorku tzv. *mokrým leptáním*. Vzorek vložíme do kyseliny fluorovodíkové na 2 minuty. Tímto krokem by měla být zcela odstraněna vrstva HSQ ze vzorku⁴.

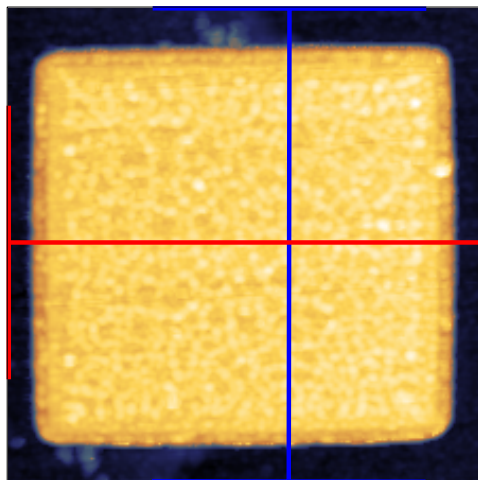
Charakterizace prostorově omezené struktury

Po vytvoření prostorově omezených struktur byly vybrány ty s vhodnou velikostí pro podrobnější měření. Pomocí mikroskopie atomárních sil (AFM, z anglického *atomic force microscopy*) byla změřena topografie struktury zobrazené na obrázku 5.2. Jedná se o čtvercovou strukturu tlustou ≈ 80 nm a širokou $\approx 3,3 \mu\text{m}$. Na obrázku 5.3 jsou výškové profily

²HSQ je negativní rezist hydrogensilsesquioxan.

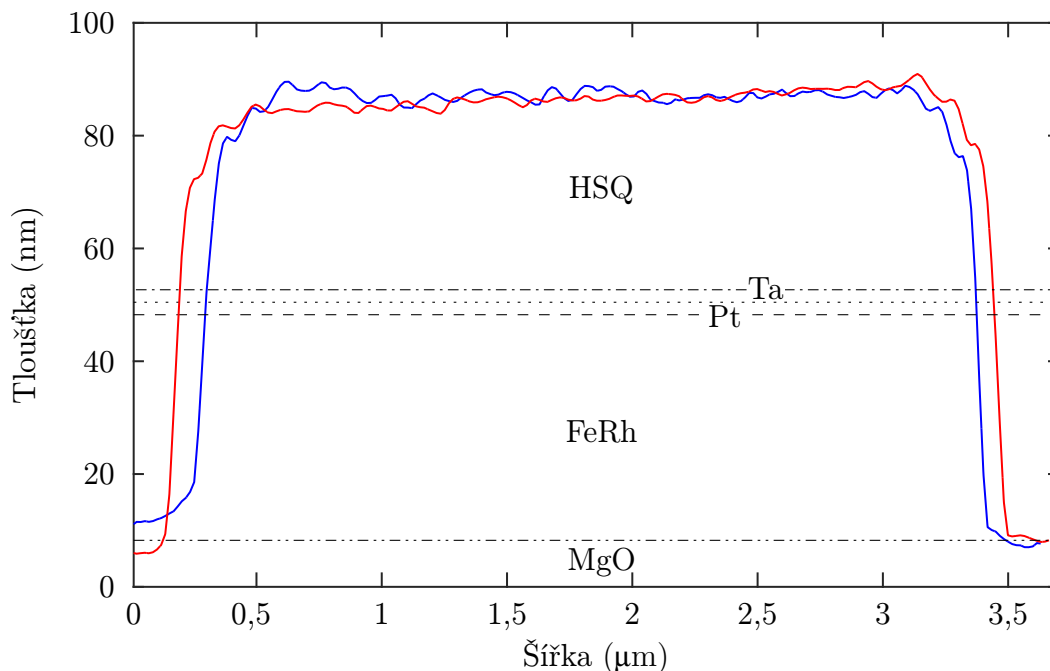
³Tetrametylammoniumhydroxid je vývojka, ve které lze rozpustit neexponované HSQ.

⁴Na obrázku 5.2 lze pozorovat, že rezist HSQ nebyl úplně odstraněn.



Obrázek 5.2: AFM měření topografie struktury, která byla použita pro měření fázové přeměny. Na obrázku jsou vyznačeny křivky, jež značí místa, kde byly změřeny výškové profily struktury, které jsou zobrazeny v grafu na obrázku 5.3.

ve směrech vyznačených na obrázku 5.2. Protože vrstva FeRh nadeponovaná na MgO substrátu měla být tlustá 40 nm, je jisté, že na vzorku zůstala nerozpuštěná vrstva rezistu HSQ. Odhad tloušťek jednotlivých vrstev je na obrázku vyznačen horizontálními čarami. Vzhledem k tomu, že se rozptylové pole dá v lift-módu měřit v desítkách až stovkách nanometrů nad vzorkem[26], nadbytečná vrstva HSQ pro provedení experimentu nebyla překážkou.

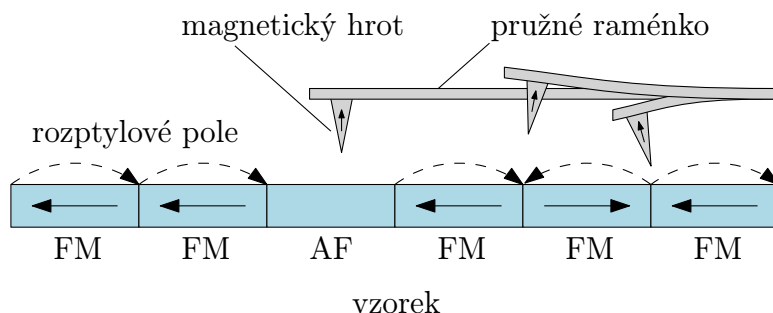


Obrázek 5.3: Změřené profilové křivky topografie vzorku. Barvy křivek odpovídají vyznačeným křivkám v obrázku 5.2. V obrázku jsou vyznačeny nominální tloušťky jednotlivých vrstev struktury (jedná se o schématické znázornění).

5.1.4. Mikroskopie magnetických sil

Mikroskopie magnetických sil je metoda založená na principu AFM a určená pro analýzu magnetických vlastností zkoumaného vzorku [22].

Pomocí MFM neměříme přímo magnetizaci vzorku, ale interakci magnetického hrotu s tzv. *rozptylovým polem* vzorku. Rozptylové pole je vytvořeno FM doménami uvnitř vzorku, jak je schématicky znázorněno na obrázku 5.4. MFM se dá měřit několika způsoby [27]. V tomto odstavci je popsán pouze tzv. *dynamický mód* měření, ve kterém byl proveden tento experiment. Při dynamickém módu je raménko hrotu je rozkmitáno piezo-krystalem na frekvenci blízké vlastní frekvenci hrotu. Vlivem přitažlivých a odpuzivých sil dochází ke změně fáze, se kterou hrot kmitá [27]. Z této změny jsme pak schopni určit gradient magnetické síly působící na hrot vlivem rozptylového pole vzorku.



Obrázek 5.4: Schéma MFM měření. Magnetický hrot je vtahován, nebo vytlačován z magnetického rozptylového pole, které je způsobeno orientací FM domén ve vzorku. V oblasti nad AF doménami není hrot ovlivňován a fáze kmitů se nemění. Převzato a upraveno z [27].

Protože k ovlivnění fáze kmitání hrotu dochází i vlivem topografie a materiálových vlastností struktur na vzorku, provádí se MFM měření v tzv. *lift-módu*. Jedná se o dvou krokový proces měření. V prvním kroku skenuje hrot topografii vzorku. Při malých vzdálenostech hrotu od povrchu převládají krátkodosahové interakce, které přitahují či odpuzují hrot, čímž dochází k ohybu raménka hrotu. Pro co nejpřesnější detekci magnetického signálu musíme mít co nejlépe změřenou topografii vzorku. V druhém kroku se hrot pohybuje v takové vzdálenosti od vzorku, aby převažující vliv měly dalekodosahové magnetické síly⁵. S využitím topografie naměřené v předchozím kroku je udržována konstantní vzdálenost mezi hrotem a povrchem vzorku. Tím je zajištěno, že měření magnetického signálu již není zatíženo vlivem topografie.

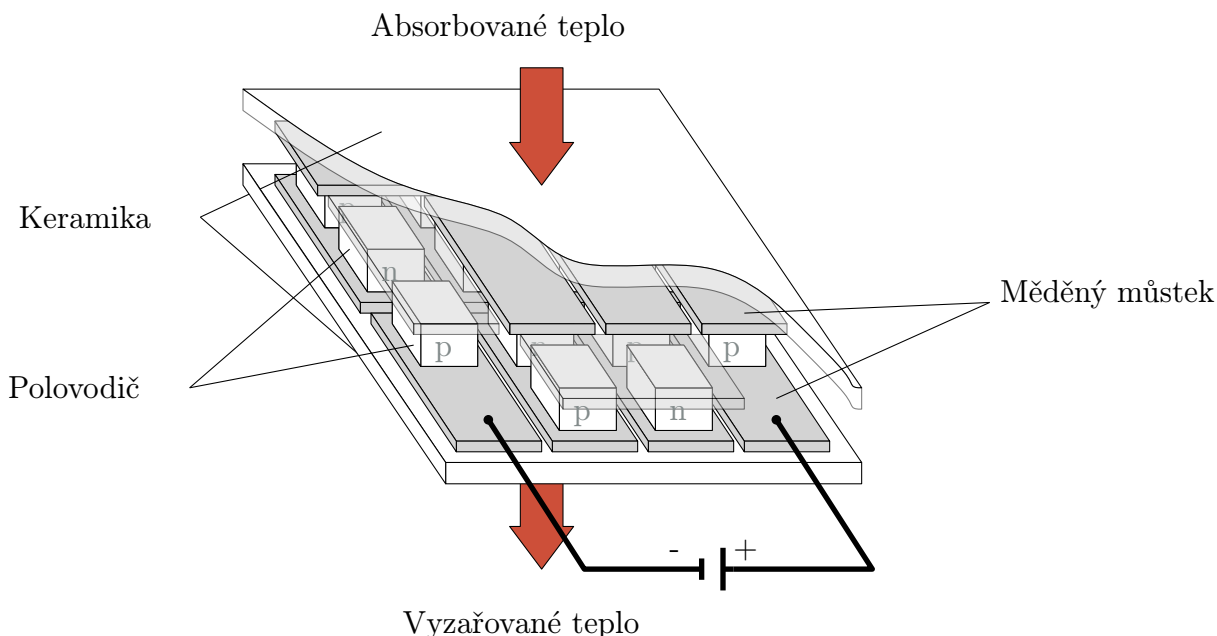
Použití v experimentu - měření rozptylového pole FM domén

Pomocí MFM jsme detekovali vznik FM domén při zahřívání AF vzorku. Měření probíhalo v mikroskopu Bruker Dimension Icon v dynamickém módu. Skenovací výška v druhém kroku lift-módu byla vždy o ≈ 20 nm větší než při skenování topografie HSQ. Zobrazení rozptylového pole FM domén je získáno pomocí detekce změn fáze kmitání hrotu. V experimentu byly použity komerční hroty MESP od firmy Bruker.

⁵S rostoucí vzdáleností hrotu od vzorku ovšem klesá laterální rozlišení MFM měření.

5.2. Úprava stávajícího mikroskopu MFM pro měření za teplot 300-360 K

Pro měření fázové přeměny pomocí MFM je potřeba zajistit regulaci teploty vzorku. Za tímto účelem byl vytvořen ohřívací modul, který byl implementován do přístroje Bruker Dimension Icon. Pro regulaci teplot v rozsahu 300–360 K jsme se rozhodli použít *Peltierův článek*. Schéma konstrukce Peltierova článku je zobrazeno na obrázku 5.5. Tato součástka se skládá ze dvou keramických plošek, které jsou teplovodivě spojeny s měděnými můstky. Měděné můstky slouží k sériovému zapojení polovodičů typu P a N (střídavě). Vlivem procházejícího proudu se jedna strana článku chladí a druhá zahřívá⁶.



Obrázek 5.5: Schématické znázornění Peltierova článku. Polovodiče typu P a N jsou sériově zapojeny přes měděné můstky do obvodu, kterým protéká proud. Jedna strana Peltierova článku teplo vyzařuje, zatímco druhá jej absorbuje.

Pro ovládání Peltierova článku bylo navrženo a sestaveno elektronické zařízení sloužící jako stabilní proudový regulátor. Pro zachování kvality měření MFM při použití ohřívacího modulu je třeba odstínit a uzemnit kabely, přes které je Peltierův článek napájen, a zajistit stabilní stejnosměrné napětí na Peltierově článku. Z toho důvodu byly pro napájení použity olověné akumulátory.

Peltierův článek jsme teplovodivým lepidlem přilepili na měděný stoleček. Tento stoleček byl navržen tak, aby byl kompatibilní s modulem pro měření v externím magnetickém poli⁷. Finální verze stolečku má možnost vodního chlazení⁸. Pro měření teploty byl na stranu Peltierova článku, která je v tepelném kontaktu se vzorkem, připevněn termistor pt100, jenž slouží k určování teploty vzorku.

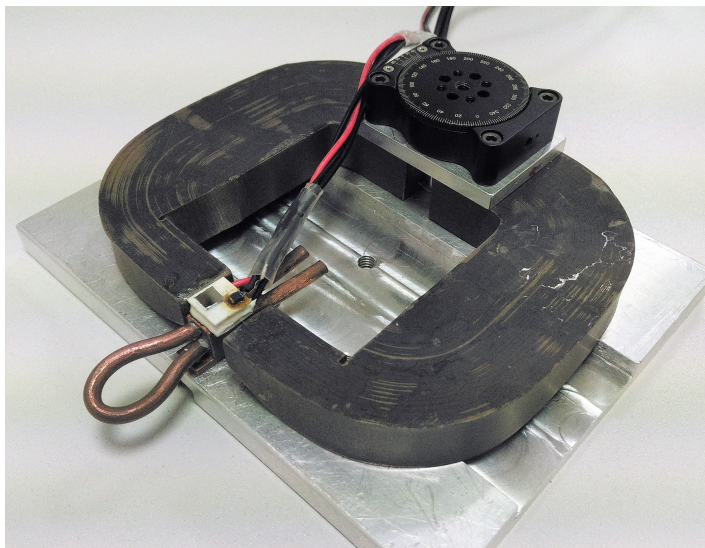
⁶Tento jev se nazývá Peltierův jev a je způsoben pohybem majoritních nosičů náboje směrem k zahřívávané ploše. Při vyšší koncentraci děr nebo elektronů u měděného pásku dochází statisticky k více rekombinacím, při nichž se uvolňuje tepelná energie.

⁷Modul pro měření v externím poli byl navržen a vytvořen bc. Igorem Turčanem [27].

⁸Vodním chlazením měděného stolečku se zvyšuje stabilita měření, neboť zajišťuje konstantní teplotní rozdíl mezi stolečkem a Peltierovým článkem.

5.3. ZOBRAZENÍ FEROMAGNETICKÝCH DOMÉN V FERH NANOSTRUKTURÁCH

Stoleček s Peltierovým článkem implementovaný do permanentního magnetu je zobrazen na obrázku 5.6.



Obrázek 5.6: Měděný stoleček s nalepeným Peltierovým článkem implementovaný v modulu pro měření MFM v externím magnetickém poli. K Peltierovu článku je přilepen termistor pt100 a teplovodivou pastou připojen vzorek.

5.3. Zobrazení feromagnetických domén v FeRh nanostrukturách

5.3.1. Příprava před experimentem

Před začátkem každého měření byl vzorek zbaven povrchových nečistot následujícím postupem:

1. Vzorek v kádince s acetonem byl ponořen na pět minut do vodní lázně ultrazvukové čističky. Tímto procesem byly ze vzorku odstraněny povrchové nečistoty.
2. Následně byl vzorek opláchnut isopropylalkoholem (IPA) a opět vnořen na 5 minut do ultrazvuku, tentokrát v kádince s IPA pro odstranění zbytku acetonu.
3. Po vytažení z IPA byl vzorek osušen dusíkem.

Pro zabránění teplotního driftu při větších teplotách byl vyčištěný vzorek přilepen k Peltierovu článku teplovodivou pastou *Wakefield solution* typ 120-2.

Vnější magnetické pole bylo zorientováno rovnoběžně se vzorkem (in-plane konfigurace) a jeho velikost v místě vzorku byla 29 mT. Externí pole o této velikosti bude mít minimální vliv na teplotu fázové přeměny, jak bylo již popsáno v sekci 4.1, ale bude s ní možné zorientovat magnetizaci vznikajících FM domén do jednoho směru.

5.3.2. Průběh experimentu

Měření MFM bylo započato za pokojové teploty $T = 297$ K, při které Peltierovým článkem neprotékal žádný proud. Při každém dalším měření byl zvýšen proud protékající Peltiero-

vým článkem o $\approx 0,2$ A, což způsobí změnu teploty, na kterou je vzorek zahříván. Když se teplota detekovaná termistorem pt100 ustálila, byl proveden další sken. Při skenování detekovaná teplota vždy lehce klesla, ale po dokončení skenu se opět vrátila na původní hodnotu. Pokles teploty je nejspíše způsobem přítomností pohybujícího se hrotu poblíž termistoru⁹. Hodnotu teploty před měřením uvádím jako teplotu, na kterou je vzorek zahřát.

Měření fázové přeměny AF-FM bylo provedeno v jedenácti krocích při zvyšující se teplotě vzorku v rozsahu 297–383 K. Hodnoty proudu protékajícího Peltierovým článkem a tomu odpovídající teploty jsou uvedeny v tabulce 5.1. Těchto jedenáct skenů je zobrazeno na obrázku 5.7.

Po dosažení maximální teploty, které je náš modul schopen ($T = 383$ K), byl vzorek chlazen postupně na nižší teploty, aby bylo možné pozorovat fázovou přeměnu FM-AF. Tato přeměna byla měřena v deseti krocích, přičemž mezi jednotlivými skeny byl rozdíl proudů protékajících Peltierovým článkem opět $\approx 0,2$ A. Těchto 10 skenů získaných při chlazení společně se skenem při maximální teplotě jsou uvedeny na obrázku 5.8.

Zahřívání			Chlazení		
obr.	I (A)	T (K)	obr.	I (A)	T (K)
5.7a	0,0000	297	5.8a	1,9844	383
5.7b	0,2029	302	5.8b	1,7971	372
5.7c	0,4010	308	5.8c	1,5985	360
5.7d	0,6110	314	5.8d	1,4160	350
5.7e	0,7997	320	5.8e	1,1959	339
5.7f	1,0002	328	5.8f	0,9982	327
5.7g	1,1958	336	5.8g	0,8077	322
5.7h	1,4003	347	5.8h	0,5991	314
5.7i	1,5998	356	5.8i	0,4004	308
5.7j	1,7963	370	5.8j	0,2081	303
5.7k	1,9844	383	5.8k	0,0000	297

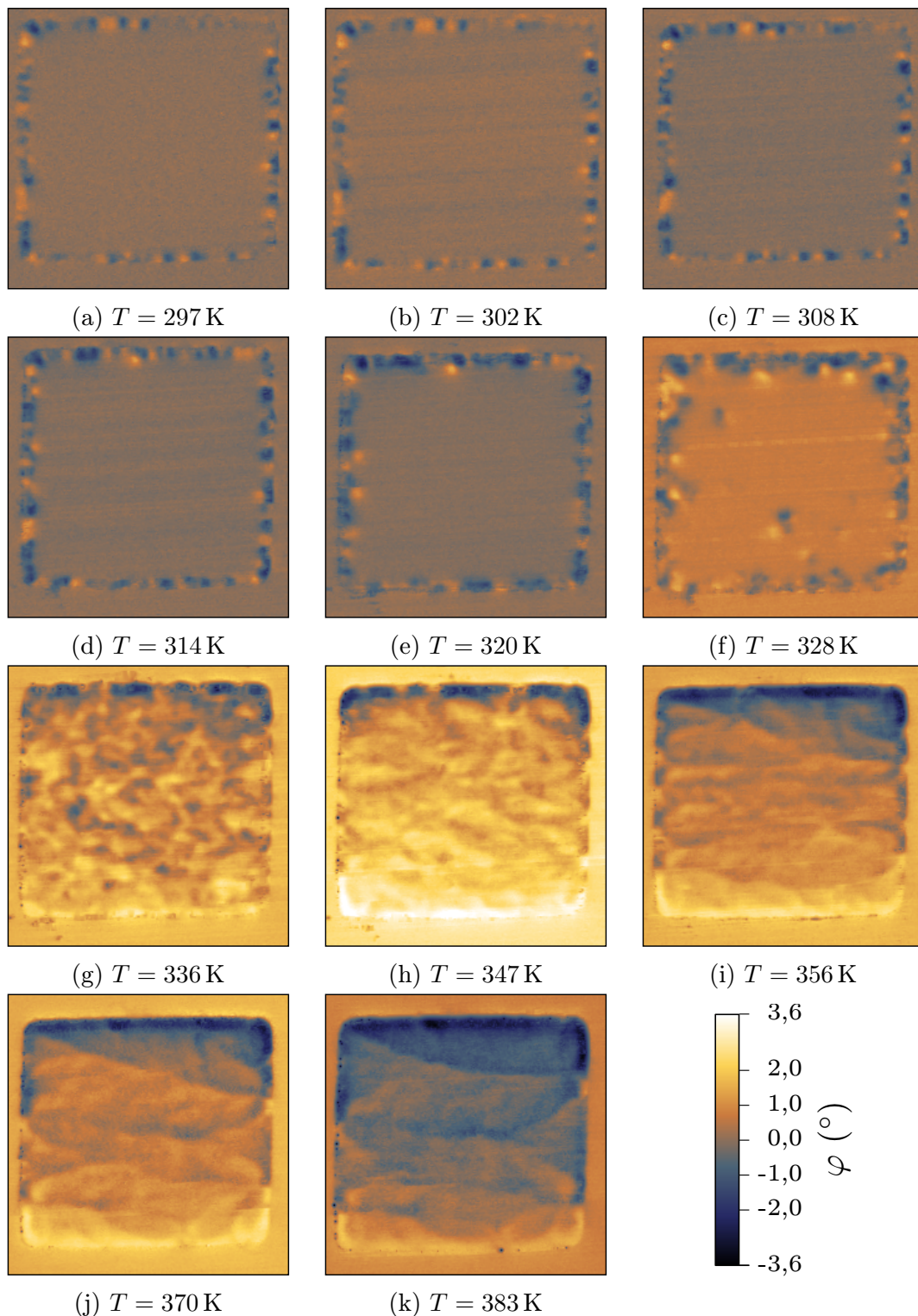
Tabulka 5.1: Hodnoty proudu I protékajícího Peltierovým článkem teplota T , na kterou byl vzorek zahřát.

Z naměřených dat zobrazených na obrázcích 5.7 a 5.8 je znatelné¹⁰, že se podařilo zaznamenat nukleaci FM domén při fázové přeměně v prostorově omezené struktuře železo-rhodia. Z uvedených grafů je také patrné, že už za pokojové teploty jsou kraje studovaných struktur jsou feromagnetické. U struktur s laterálními rozměry menšími než $1\text{ }\mu\text{m}$ tvoří feromagnetické domény na okrajích vzorku větší prostorovou část struktury, než domény AF. Tento efekt je nejspíše způsoben narušením struktury FeRh při iontovém leptání. Při leptání struktur mohlo dojít i k naleptání okrajů vrstvy pod rezistovou maskou a změně krystalické struktury, což má za následek vznik FM domén.

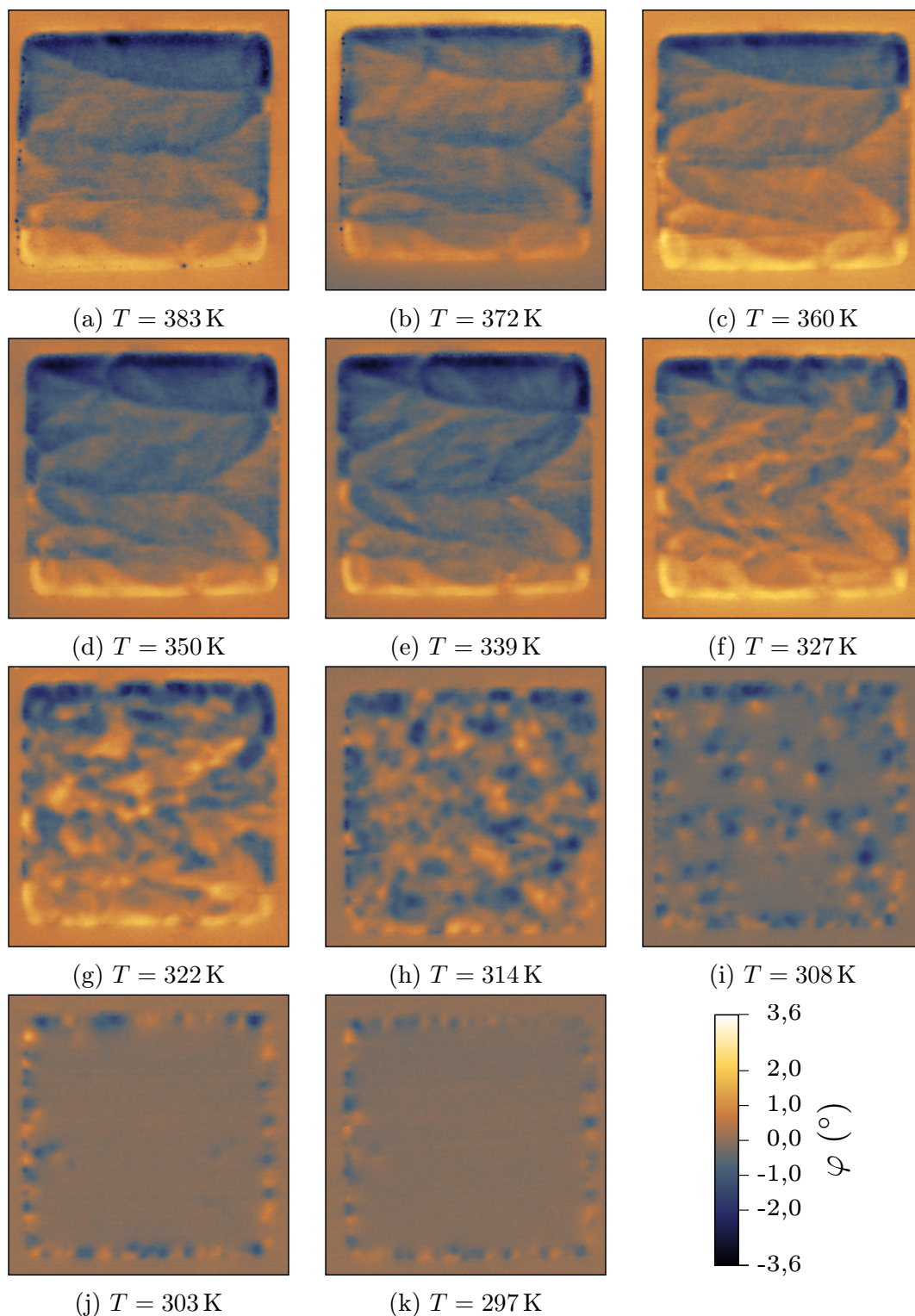
⁹Když bylo skenování pozastaveno, ale hrot byl pořád ve skenovací výšce, teplota opět stoupla na hodnotu detekovanou před začátkem skenu.

¹⁰Z kontrastu MFM měření, které zobrazuje rozptylového pole na koncích domény, resp. magnetických pólech.

5.3. ZOBRAZENÍ FEROMAGNETICKÝCH DOMÉN V FERH NANOSTRUKTURÁCH



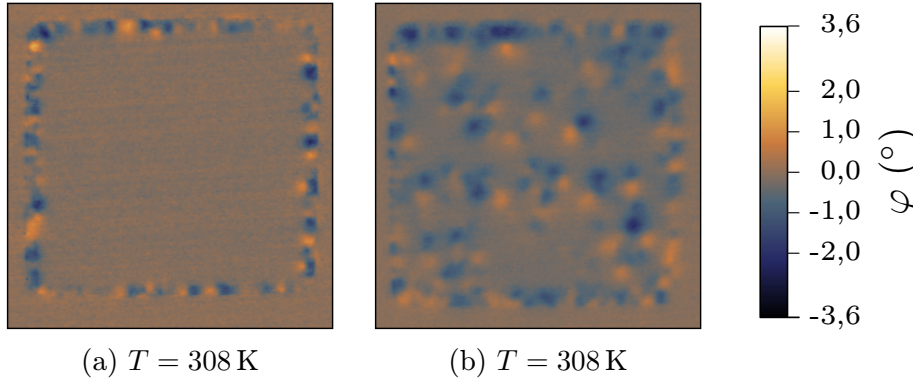
Obrázek 5.7: MFM měření struktury $3 \times 3 \mu\text{m}$ při teplotě T . Vzorek byl z pokojové teploty 297 K zahříván až na teplotu 383 K v 10 krocích, které jsou znázorněné na obrázcích 5.7a-5.7k. Při nízkých teplotách je vidět, že střed vzorku je antiferomagnetický, zatímco okraje jsou feromagnetické. Na obrázku 5.7f je patrná nukleace feromagnetických domén. Na obrázcích 5.7g-5.7j je vidět postupné spojování feromagnetických domén a na obrázku 5.7k je již vzorek plně feromagnetický.



Obrázek 5.8: MFM měření struktury $3 \times 3 \mu\text{m}$ při teplotě T . Při teplotě $T = 383$ K je vzorek plně feromagnetický viz. obrázek 5.8a. Narušení doménové struktury lze pozorovat na obrázku 5.8e, kde začínají vznikat nové doménové stěny značící rozpad větších FM domén na menší. Při následném chlazení lze na obrázcích 5.8f-5.8j pozorovat nukleaci AF domén. Za pokojové teploty dochází k anihilaci FM domén (obrázek 5.8k) a opět jsou vidět jen okrajové FM domény.

5.3. ZOBRAZENÍ FEROMAGNETICKÝCH DOMÉN V FERH NANOSTRUKTURÁCH

Srovnáme-li skeny naměřené při teplotě $T = 308\text{ K}$ u zahřívání a ochlazování (obrázek 5.9) je patrné, že dochází k teplotní hysterezi.



Obrázek 5.9: Teplotní hystereze - srovnání doménové struktury za teploty $T = 308\text{ K}$. Na obrázku 5.9a je zobrazeno MFM měření struktury při zahřívání a na obrázku 5.9b je zobrazeno MFM měření při chlazení.

Měření MFM nukleace a anihilace FM domén ve struktuře FeRh koresponduje se závislostí magnetizace na teplotě souvislé vrstvy (obrázek 5.1) měřené pomocí VSM. Na obrázku 5.7f, tedy za teploty $T = T_1 = 328\text{ K}$ ¹¹ je patrná nukleace FM domén uvnitř struktury. Při dosažení teploty $T = 383\text{ K} > T_2$ je již struktura plně transformována do FM. Při chlazení vzorku pozorujeme narušení doménové struktury na obrázku 5.8e při teplotě $T = 339\text{ K} < T_3$. Úplnou anihilaci FM domén lze pozorovat na obrázku 5.8k při teplotě $T = 297\text{ K} < T_4$.

Vytvořením prostorově omezených struktur dojde k relaxaci napětí tenké vrstvy. Vlivem relaxace napětí by se mohla teplota fázové přeměny posunout k nižším teplotám než pozorujeme u souvislé vrstvy, ovšem na potvrzení této domněnky nemáme dostatečně podrobné měření.

¹¹Teploty T_1, T_2, T_3, T_4 jsou vyznačeny v grafu na obrázku 5.1.

6. Závěr

Cílem práce bylo studovat metamagnetickou fázovou přeměnu I. druhu u prostorově omezených struktur FeRh jak teoreticky, tak experimentálně. Za tímto účelem byla provedena rešeršní studie literatury se zaměřením na epitaxní vrstvy FeRh (001) na substrátu MgO (001). V praktické části bylo cílem vhodně upravit mikroskop Dimension Icon pro měření fázové přeměny. Byl navržen a sestaven modul pro zahřívání vzorků s rozsahem 268 – 383 K. Teplotní rozsah modulu nám umožňuje pozorovat fázové přeměny AF-FM i FM-AF tenké vrstvy i prostorově omezených struktur železo-rhodia. Fázová přeměna byla pozorována na čtvercové struktuře $3 \times 3 \mu\text{m}$ o tloušťce $\approx 40 \text{ nm}$ pomocí mikroskopie magnetických sil.

Během fázové přeměny AF-FM při zahřívání vzorku z pokojové teploty, došlo k nukleaci FM domén, jejich nárůstu a postupnému zaniknutí všech AF domén. Při chlazení vzorku zpět na pokojovou teplotu bylo možné pozorovat fázovou přeměnu FM-AF, u které došlo k postupnému zmenšování FM domén a jejich anihilaci.

Měření MFM potvrdilo teplotní hysterezi FeRh mezi ohříváním a chlazením. Při zahřátí vzorku na teplotu 308 K se jeví struktura beze změn oproti pokojové teplotě, zatímco, když nejdříve celý vzorek necháme prodělat fázovou přeměnu a následně jej ochladíme znovu na teplotu 308 K, pozorujeme na struktuře feromagnetické domény.

Všechny vyrobené prostorově omezené struktury vykazovaly feromagnetické domény na svých okrajích. Tento jev je způsoben nejspíše metodou přípravy – při iontovém leptání došlo k narušení krystalické struktury FeRh, následkem čehož jsou okraje FeRh feromagnetické i za pokojové teploty.

V následujících experimentech budou provedena měření v magnetickém poli kolmém na rovinu vzorku, při kterých MFM přímo zobrazí tvar a velikost FM domén. Dále bude optimalizována výroba vzorků, zejména se zaměříme na eliminaci narušení struktury na okrajích vzorků vlivem iontového leptání, protože struktury s rozměrem pod $1 \mu\text{m}$ jsou vlivem dominantních okrajových feromagnetických oblastí nevhodné pro měření fázových přeměn.

7. Literatura

- [1] Fallot, M.: Les Alliages du fer avec les métaux de la famille du platine. *Académie des sciences*, 1937: s. 558–560.
- [2] Swartzendruber, L. J.: The Fe- Rh (Iron-Rhodium) system. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, ročník 5, č. 5, 1984: s. 456–462.
- [3] Maat, S.; Thiele, J.-U.; Fullerton, E. E.: Temperature and field hysteresis of the antiferromagnetic-to-ferromagnetic phase transition in epitaxial FeRh films. *Physical Review B*, ročník 72, č. 21, 2005: str. 214432.
- [4] Uhlíř, V.; Arregi, J. A.; Fullerton, E. E.: (2016, 22. května). Colossal magnetic phase transition asymmetry in mesoscale FeRh stripes. Citováno 23. května 2016, z databáze arXiv.
- [5] Yokoyama, Y.; Usukura, M.; Yuasa, S.; aj.: MFM observation of magnetic phase transitions in ordered FeRh systems. *Journal of magnetism and magnetic materials*, ročník 177–181, 1998: s. 181–182.
- [6] Coey, J. M. D.: *Magnetism and magnetic materials*. New York: Cambridge University Press, první vydání, 2009, ISBN 978-0-521-81614-4.
- [7] Blundell, S.: *Magnetism in condensed matter*. New York: Oxford University Press, první vydání, 2001, ISBN 978-0-19-850592-2.
- [8] Beiser, A.: *Úvod do moderní fyziky*. Praha: Academia, třetí vydání, 1975.
- [9] Kittel, C.: *Úvod do fyziky pevných látek*. Praha: Academia, první vydání, 1985.
- [10] Halliday, D.; Resnick, R.; Walker, J.: *Fyzika*. Brno: VUTIUM, druhé vydání, 2013, ISBN 978-80-214-4123-1.
- [11] Fuka, J.; Havelka, B.: *Elektřina a magnetismus*. Praha: Státní pedagogické nakladatelství, třetí vydání, 1979.
- [12] Sedlák, B.; Štoll, I.: *Elektřina a magnetismus*. Praha: Academia Karolinum, třetí vydání, 2012, ISBN 978-80-246-2198-2.
- [13] Cullity, B.; Graham, C.: *Introduction to Magnetic Materials*. Hoboken, New Jersey: Wiley-IEEE Press, druhé vydání, 2009, ISBN 978-0-471-47741-9.
- [14] Papon, P.; Leblond, J.; Meijer, P. H. E.; aj.: *The physics of phase transitions*. New York: Springer, 2006, ISBN 978-3-540-33389-0.
- [15] Sharma, M.; Aarbhogh, H. M.; Thiele, J.-U.; aj.: Magnetotransport properties of epitaxial MgO (001)/FeRh films across the antiferromagnet to ferromagnet transition. *Journal of Applied Physics*, ročník 109, č. 8, 2011: s. 083913–1 – 083913–7.
- [16] Moruzzi, V. L.; Marcus, P. M.: Antiferromagnetic-ferromagnetic transition in FeRh. *Physical Review B*, ročník 46, č. 5, 1992: s. 2864–2873.

- [17] Algarabel, P. A.; Ibarra, M. R.; Marquina, C.; aj.: Giant room-temperature magnetoresistance in the FeRh alloy. *Applied physics letters*, ročník 66, č. 22, 1995: s. 3061–3063.
- [18] Thiele, J.-U.; Maat, S.; Robertson, J. L.; aj.: Magnetic and structural properties of FePt-FeRh exchange spring films for thermally assisted magnetic recording media. *IEEE Transactions on Magnetics*, ročník 40, č. 4, 2004: s. 2537–2542.
- [19] Aikoh, K.; Tohki, A.; Matsui, T.; aj.: MFM and PEEM observation of micrometre-sized magnetic dot arrays fabricated by ion-microbeam irradiation in FeRh thin films. *Journal of synchrotron radiation*, ročník 19, č. 2, 2012: s. 223–226.
- [20] Nývlt, M.; Katayama, T.; Yuasa, S.; aj.: MFM observation of magnetic domain structure in exchange coupled NiFe/FeRh–Ir (001) films. *Journal of magnetism and magnetic materials*, ročník 198–199, 1999: s. 443–446.
- [21] Manekar, M.; Mukherjee, C.; Roy, S.: Imaging of time evolution of the first-order magneto-structural transition in Fe-Rh alloy using magnetic force microscopy. *Europhysics Letters (EPL)*, ročník 80, č. 1, 2007: str. 17004.
- [22] Martin, Y.; Wickramasinghe, H. K.: Magnetic imaging by „force microscopy“ with 1000 Å resolution. *Applied Physics Letters*, ročník 50, č. 20, 1987: s. 1455–1457.
- [23] Kelly, P.; Arnell, R.: Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications. *Vacuum*, ročník 56, č. 3, 2000: s. 159–172.
- [24] Foner, S.: Versatile and Sensitive Vibrating Sample Magnetometer. *Review of Scientific Instruments*, ročník 30, č. 7, 1959: s. 548–557.
- [25] Fan, R.; Kinane, C.; Charlton, T.; aj.: Ferromagnetism at the interfaces of antiferromagnetic FeRh epilayers. *Physical Review B*, ročník 82, č. 18, 2010: str. 184418.
- [26] Porthun, S.; Abelmann, L.; Lodder, C.: Magnetic force microscopy of thin film media for high density magnetic recording. *Journal of magnetism and magnetic materials*, ročník 182, č. 1, 1998: s. 238–273.
- [27] Turčan, I.: *Mikroskopie magnetických sil v proměnném magnetickém poli*. Bakalářská práce, Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, 2015.

8. Seznam použitých zkratek

AF	antiferomagnetismus, antiferomagnetický
AF-FM	fázová přeměna z antiferomagnetické fáze do feromagnetické
AFM	Mikroskopie atomárních sil
EBL	Elektronová litografie
FeRh	Železo-rhodium
FM	feromagnetismus, feromagnetický
FM-AF	fázová přeměna z feromagnetické fáze do antiferomagnetické
HSQ	Hydrogensilsesquioxan - negativní rezist, využíváný při EBL
IPA	Isopropylalkohol
MFM	Mikroskopie magnetických sil
MgO	Oxid hořečnatý
PVD	Fyzikální depozice z plynné fáze
TMAH	Tetramethylamoniumhydroxid
VSM	Vibrační magnetometr