

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

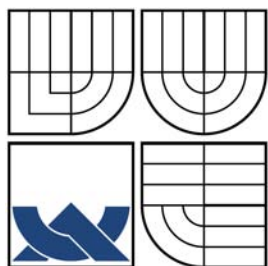
STUDIUM VLASTNOSTÍ KOVOVÝCH TENKÝCH
VRSTEV A NANOSTRUKTUR POMOCÍ RASTROVACÍ
SONDOVÉ MIKROSKOPIE

DIPLOMOVÁ PRÁCE
DIPLOMA THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Bc. ANTONÍN DOUPAL

BRNO 2010



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

STUDIUM VLASTNOSTÍ KOVOVÝCH TENKÝCH VRSTEV A NANOSTRUKTUR POMOCÍ RASTROVACÍ SONDOVÉ MIKROSKOPIE

STUDY OF PROPERTIES OF METALLIC THIN FILMS AND NANOSTRUCTURES USING
SCANNING PROBE MICROSCOPY

DIPLOMOVÁ PRÁCE

DIPLOMA THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

ANTONÍN DOUPAL

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Radek Kalousek, Ph.D.

BRNO 2010

Abstrakt

Diplomová práce je zaměřena na studium vlastností tenkých kovových vrstev a nanostruktur pomocí rastrovací sondové mikroskopie. Studovány jsou magnetické vlastnosti, a to pomocí mikroskopie magnetických sil, což je jedna z modifikací rastrovací sondové mikroskopie. V teoretické části jsou shrnuty základní principy rastrovací sondové mikroskopie a mikroskopie magnetických sil a také princip vzniku magnetických domén a jistých vlastností feromagnetických a antiiferomagnetických materiálů. Dále jsou zde popsány dvě techniky výroby nanostruktur. Experimentální část je zaměřena na zobrazování a simulaci magnetických domén. Dále je tato část zaměřena na studium jevu *exchange bias*, který je přítomen v systémech tvořených antiiferomagnetickými a feromagnetickými materiály. Součástí této diplomové práce je i diskuze problémů spojených s technikou mikroskopie magnetických sil.

Summary

This diploma thesis is focused on investigation of metallic thin films and nanostructures using scanning probe microscopy. Magnetic properties of these objects are studied by magnetic force microscopy, which is modification of scanning probe microscopy. In the theoretical part basic principles of scanning probe microscopy and magnetic force microscopy are summarized, and also principle of creation of magnetic domains and some special properties of ferromagnetic and antiferromagnetic materials. Further, two techniques of fabricating nanostructures are described. Experimental part is focused on imaging and simulating of magnetic domains. Further, *exchange bias* is revealed. This phenomenon is present in systems composed from ferromagnetic and antiferromagnetic materials. One part of this diploma thesis is also focused on discussion of problems with magnetic force microscopy.

Klíčová slova

SPM, MFM, magnetická doména, vortex, FIB, *exchange bias*, koercitivita, magnetická hysterezní smyčka

Keywords

SPM, MFM, magnetic domain, vortex, FIB, *exchange bias*, coercivity, magnetic hysteresis loop

DOUPAL, A. Studium vlastností kovových tenkých vrstev a nanostruktur pomocí rastrovací sondové mikroskopie. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2010. 73 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Radek Kalousek, Ph.D.

Poděkování

Na tomto místě bych rád poděkoval svému vedoucímu diplomové práce Ing. Radku Kalouskovi, Ph.D. za trpělivost, Ing. Michalu Urbánkovi, Ph.D. za podnětné rady a přípravu vzorků, Ing. Vojtěchu Uhlířovi také za rady a pomoc při simulacích a Ing. Davidu Škodovi, Ph.D. za trpělivost a neocenitelnou pomoc s MFM.

Dále bych chtěl poděkovat všem pracovníkům Institutu Néel, kteří mi poskytli nezbytné rady a pomohli při experimentech během mého studijního pobytu v Grenoblu ve Francii. Jmenovitě jde o tyto: Nicolas Rougemaille, Farid Fettar, Laurent Cagnon, Olivier Fruchart, Edouard Wagner a Valerie Reita.

Závěrem chci také poděkovat vedoucímu ústavu Fyzikálního inženýrství prof. RNDr. Tomáši Šikolovi, CSc. za to, že mi tento studijní pobyt umožnil.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracoval samostatně pod vedením Ing. Radka Kalouska, Ph.D. Dále prohlašuji, že veškeré podklady, ze kterých jsem čerpal, jsou uvedeny v seznamu použité literatury.

V Přerově dne 28. května 2010

.....
podpis

Obsah

ÚVOD	4
1 RASTROVACÍ SONDOVÉ MIKROSKOPIE.....	5
1.1 Rastrovací sondová mikroskopie	5
1.1.1 Princip činnosti SPM.....	5
1.2 AFM	6
1.2.1 Konstrukce AFM.....	6
1.2.2 Interakce mezi povrchem vzorku a hrotem	8
1.2.3 Kontaktní mód AFM	10
1.2.4 Bezkontaktní mód AFM.....	11
1.2.5 Poklepový mód AFM	12
1.2.6 Mikroskopie laterálních sil (LFM)	13
1.3 MFM.....	14
1.3.1 Utváření kontrastu	15
1.3.2 Modelování MFM odezvy.....	17
1.3.3 Požadavky na MFM hroty	18
1.3.4 Zobrazovací procedura	19
1.3.5 Vliv znečištění hrotu na rozlišení MFM	21
2 MAGNETICKÉ DOMÉNY	25
2.1 Magnetické domény	25
2.1.1 Magnetizace ideálního krystalu.....	26
2.1.2 Magnetizace reálného krystalu.....	26
2.2 Doménové stěny	28
2.3 Magnetické domény v nanoobjektech.....	30
3 EBL A FIB	36
3.1 EBL	36
3.1.1 Základní princip EBL.....	36
3.1.2 Součásti EBL aparatury.....	38
3.1.3 Skenovací metody	38

3.1.4	Nevýhody EBL.....	39
3.2	FIB.....	39
3.2.1	Základní uspořádání FIB aparatury.....	40
3.2.2	Vytváření struktur pomocí depozice prekursorů.....	41
3.2.3	Vytváření struktur pomocí vymílání iontovým svazkem.....	42
4	EXPERIMENTÁLNÍ VÝSLEDKY - MAGNETICKÉ VORTEXTY	43
4.1	Simulace vortexů.....	44
4.2	Vortexy v kobaltových nanostrukturách	45
4.3	Vortexy v NiFe nanostrukturách	47
5	EXCHANGE BIAS	52
5.1	Fyzikální původ a základní pojmy	53
5.2	Efekty v systému tvořeného nanostrukturami	56
5.3	Využití polí antiteček	58
6	EXPERIMENTÁLNÍ VÝSLEDKY - EXCHANGE BIAS.....	60
6.1	Návrh systému ke studiu exchange bias efektu.....	60
6.2	Určení tloušťky jednotlivých vrstev.....	61
6.3	Studium zvýšení H_C a H_E použitím polí antiteček	63
	ZÁVĚR.....	70
	DODATKY	71
	LITERATURA	73

ÚVOD

Zmenšování nejen elektrotechnických součástek v dnešní době dospělo do stadia, kdy se jejich rozměry pohybují pod hranicí 100 nm. Pokud má současný trend miniaturizace pokračovat, je zapotřebí vyvinout nové metody a nové techniky výroby těchto struktur v nanometrovém měřítku. Současná klasicky využívaná optická litografie již dosahuje svých limitních omezení¹. Dalším trendem v současné době je snaha zlepšit techniky uchovávání dat. Je zde tedy snaha o vyvinutí nových magnetických povrchů a nových efektivnějších metod zápisu dat.

V případě, kdy alespoň jeden rozměr je menší než 100 nm a umožňuje přímou kontrolu fyzikálních a chemických vlastností, mluvíme o tzv. nanotechnologiích. Tento neustále se rozšiřující vědní obor v sobě spojuje různé vědní disciplíny, jako jsou fyzika, biologie, chemie či materiálové inženýrství. Rastrovací sondové mikroskopie – SPM (z angl. *Scanning Probe Microscopy*) se ukázaly jako výtečný nástroj pro studium povrchů vzorků s rozlišením až na atomární úroveň. Dále se tato metoda osvědčila jako vhodný nástroj pro tvorbu nanostruktur na různých površích a následně pro jejich studium.

Tato diplomová práce je zaměřena právě na zkoumání magnetických vlastností nanostruktur a tenkých vrstev, a to převážně pomocí techniky MFM (z angl. *Magnetic Force Microscopy*). Technika MFM je zde využita pro studium magnetických vlastností kovových nanostruktur a tenkých vrstev. Dále je tato práce zaměřena na hledání alternativního materiálu pro magnetická záznamová média.

Veškeré obrázky a data získaná pomocí MFM, které jsou v této diplomové práci uvedeny, byly získány pomocí mikroskopu AutoProbe CP-R od firmy Veeco. Tento mikroskop byl v roce 2002 zakoupen na Ústav fyzikálního inženýrství (ÚFI), Fakulty strojního inženýrství VUT v Brně. Jedná se o komplexní zařízení pracující v atmosférických podmínkách a umožňuje využívat velké množství technik rastrovacích sondových mikroskopií.

První kapitola pojednává o SPM mikroskopii, zvláště pak o AFM (z angl. *Atomic Force Microscopy*) a MFM, které jsou založeny na principu silové interakce sondy s povrchem zkoumaného vzorku. Tato kapitola se také ve stručnosti zabývá základními módy AFM spolu s jejich fyzikálními a technickými principy. Tématem druhé kapitoly je objasnění pojmu magnetická doména a součástí této kapitoly je i princip vzniku takových magnetických domén a jejich druhy. Třetí kapitola je zaměřena na dvě techniky výroby nanostruktur, a to pomocí litografie elektronovým svazkem (angl. *Elektron Beam Lithography* - EBL) a pomocí fokusovaného iontového svazku (angl. *Focused Ion Beam* - FIB). Čtvrtá kapitola shrnuje experimentální výsledky, kterých bylo dosaženo při studiu magnetických domén. Následující, pátá kapitola se zabývá objasněním pojmu *exchange bias* (posun hysterezí magnetické smyčky) a poslední kapitola pak shrnuje experimentální výsledky během studia tohoto jevu.

¹ V současnosti se rozměry objektů vytvářených pomocí optické litografie pohybují kolem 40 nm.

Kapitola 1

Rastrovací sondové mikroskopie

1.1 Rastrovací sondová mikroskopie

Rastrovací sondovou mikroskopií, známou pod zkratkou SPM (z angl. *Scanning Probe Microscopy*), se souhrnně označují mikroskopie, kterými jsou získávány informace o topografii nebo jiných specifických vlastnostech vzorku. Společným znakem těchto mikroskopií je využití interakce sondy s povrchem daného vzorku. Tyto druhy mikroskopií se vyznačují vysokým, až atomárním rozlišením.

V průběhu posledních 10 let se SPM techniky rozšířily z několika málo specializovaných laboratoří do prakticky všech oblastí výzkumu a výroby zabývajících se fyzikou pevných látek či fyzikou povrchů a tenkých vrstev.

1.1.1 Princip činnosti SPM

Získávání informací o povrchu a jeho lokálních vlastnostech je často prováděno metodami SPM. Metody SPM obecně využívají hrotu s poloměrem řádově desítek nanometrů. Různé interakce zkoumaného povrchu s hrotem pak dovolují zkoumat daný povrch či tenkou vrstvu. Aby nastala vzájemná interakce sondy se zkoumaným povrchem, a bylo tak možné sledovat požadované vlastnosti, je nutné uvést hrot do kontaktu se vzorkem, resp. do vzdálenosti několika jednotek nanometrů od povrchu, a zároveň přitom pohybovat s hrotem (vzorkem) v rovině rovnoběžné s povrchem.

SPM mikroskopie mají, jak již bylo uvedeno výše, tu vlastnost, že dosahují velmi vysokých rozlišovacích schopností, a to až na úroveň jednotek angströmů. Takových rozlišení je dosaženo při použití velmi ostrých hrotů s malým vrcholovým poloměrem a také pomocí přesného řízení pohybu vzorku vůči hrotu. Tyto velmi jemné posuvy jsou realizovány piezoelektrickými elementy.

Podle druhu interakce povrchu vzorku se skenovacím hrotem se rozlišují následující metody zobrazování:

- Mikroskopie magnetických sil (*Magnetic Force Microscopy* - MFM),
- Rastrovací tunelování mikroskopie (*Scanning Tunneling Microscopy* - STM),

- Rastrovací mikroskopie blízkého pole (*Scanning Near-field Optical Microscopy* - SNOM),
- Mikroskopie elektrostatických sil (*Electrostatic Force Microscopy* - EFM),
- Spinově-polarizovaná rastrovací tunelová mikroskopie (*Spin Polarized STM* - SP-STM),
- Mikroskopie atomárních sil (*Atomic Force Microscopy* - AFM).

Výše uvedené metody zobrazování však nejsou veškeré existující. SPM mikroskopie jsou dynamicky se rozšiřující oblastí zobrazovacích metod. V důsledku toho vznikají stále nové modifikace [1, 2].

Metody MFM, AFM a EFM jsou založeny na silové interakci mezi hrotem a zkoumaným vzorkem a patří tedy mezi metody SFM (*Scanning Force Microscopy*).

V této práci je využívána metoda AFM i MFM. AFM metoda je použita k zobrazení povrchů tenkých vrstev a nanostruktur a metoda MFM pak k zobrazení magnetizace daného vzorku, popřípadě k zobrazování samotných magnetických domén.

1.2 AFM

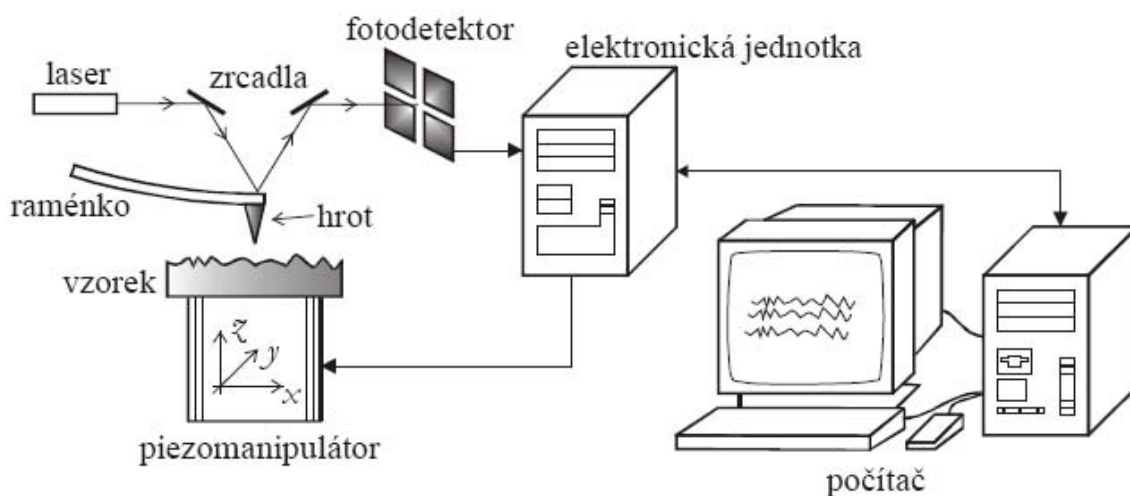
AFM mikroskopie je jednou z nejrozšířenějších metod z oblasti SPM mikroskopií. Tato metoda byla poprvé představena v roce 1986 týmem tvořeným Binnigem, Quatem a Gerberem. Ti ve výzkumných laboratořích IBM ve Švýcarsku v Zürichu pozorovali parazitní odpuzování (přitahování) při STM analýze povrchu vzorku [3].

Metoda AFM je nejvíce používanou metodou SPM, protože může být použita i na nevodivé vzorky nebo dokonce i vzorky živých buněčných organismů. Dalšími výhodami této metody je relativně vysoká zobrazovací rychlost a relativní nenáročnost na čistotu povrchu zkoumaného vzorku.

1.2.1 Konstrukce AFM

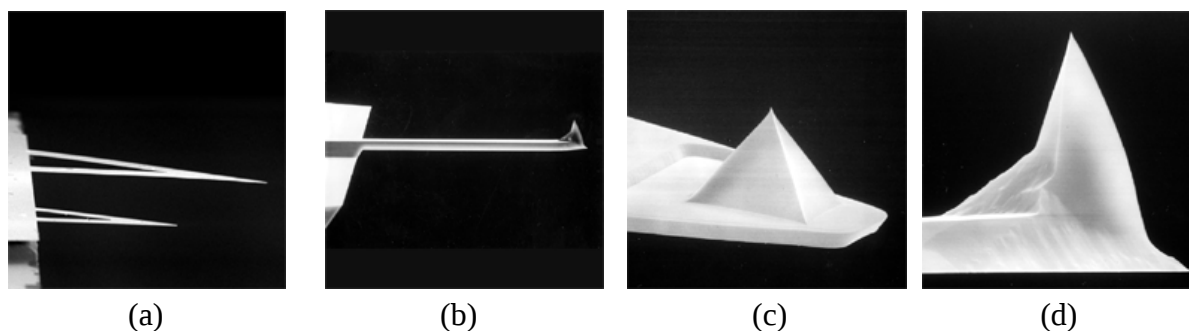
Na obr. 1.1 je znázorněno jedno z možných konstrukčních uspořádání mikroskopu AFM. Na rozdíl od STM se zde detekují změny atomárních sil mezi hrotem a povrchem zkoumaného vzorku, který je umístěn na držáku skládajícího se z několika piezoelementů. Tyto elementy umožňují pohyb vzorku vůči sondě. Změny silových poměrů mezi hrotem a zkoumaným vzorkem nutí elastické raménko odchylovat se z rovnovážné polohy. Tyto odchylky jsou pak detekovány pomocí laserového svazku, který je ze zdroje (laserová dioda $\lambda = 600 \div 700$ nm s výstupním výkonem 0,2 mW [5]) směřován na raménko pomocí nastavitelného zrcátka. Laserový paprsek se od tohoto raménka odráží a pomocí dalšího nastavitelného zrcátka je pak směřován ke čtyřsegmentovému fotodeketoru (PSPD). Změny elektrického signálu, které jsou získávány z dopadů fotonů laserového světla na fotodiodu,

jsou pak využívány ke zpětnovazebním korekcím a k získávání informací o samotné morfologii povrchu zkoumaného vzorku.



Obr. 1.1: Schéma uspořádání AFM [4].

Hrot se nachází na konci pružného raménka, které je trojúhelníkového nebo obdélníkového tvaru [obr. 1.2]. Samotná raménka jsou integrována na nosné destičce pro snadnější manipulaci. Parametry těchto destiček jako délka, šířka, tloušťka a také mechanické vlastnosti raménka jako rezonanční frekvence ($1 \div 1000$ kHz) či tuhost ($10^{-4} \div 10^1$ N/m), většinou udává výrobce AFM sond. Hrot má pyramidový nebo kónický tvar a je většinou vyroben z nitridu křemíku (Si_3N_4), oxidu křemíku (SiO_2) nebo diamantu. Na hrot je pak možné nanášet různé vrstvy pro zlepšení vodivosti nebo magnetických či mechanických vlastností. Tyto nanášené vrstvy mohou být z TiN, Au, Pt, Co, atd. Neméně důležitými údaji o hrotech jsou pak jejich tvarové vlastnosti jako poloměr křivosti vrcholů hrotů ($1 \div 100$ nm) a vrcholový úhel kužele, popř. jehlanu ($10^\circ \div 30^\circ$).



Obr. 1.2: Ukázky různých tvarů ramének a hrotů zobrazených pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu: (a) trojúhelníkový typ raménka, (b) obdélníkový, (c) pyramidový tvar hrotu, (d) kónický tvar hrotu [4].

1.2.2 Interakce mezi povrchem vzorku a hrotem

Popis interakce mezi hrotem a povrchem zkoumaného vzorku není jednoduchý. Při této interakci působí vždy několik typů sil současně. Výsledná interakce závisí nejen na použitých materiálech, ze kterých je zhotoven hrot a zkoumaný vzorek, ale svůj vliv zde má také geometrie hrotu. Obecně můžeme tedy síly, které působí mezi povrchem zkoumaného vzorku a hrotem, rozdělit na van der Waalsovy síly, magnetické síly a elektrostatické síly. Můžeme mezi ně ale zahrnout i síly způsobené iontovou a kovalentní vazbou.

Počátkem 20. století bylo zjištěno, že nelze jednoduše teoreticky odvodit vztah, který by popisoval vzájemné působení mezi jednotlivými atomy nebo molekulami. Proto byla snaha hledat spíše semiempirické vztahy. Roku 1903 Mie navrhl jedno z možných vyjádření interakčního potenciálu dvou atomů (resp. molekul), které má tvar [7]

$$w(r) = -\frac{A}{r^n} + \frac{B}{r^m}, \quad (1.1)$$

kde A a B jsou kladné konstanty, které jsou charakteristické pro danou interakci, r představuje vzdálenost mezi atomy a m, n jsou přirozená čísla, která vyjadřují účinnost interakce dané soustavy. Ve vztahu (1.1) je zahrnuta nejen interakce přitažlivá, která je vyjádřena záporným členem, ale i interakce odpudivá, která je popsána členem kladným.

Speciálním případem potenciálu, který popsal Mie, je tzv. Lennardův-Jonesův potenciál. Ten je dán celkovou potenciální energií odpudivé i van der Waalsovy síly a má tvar [8]

$$w(r) = 4w_0 \left[\left(\frac{\sigma}{r} \right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{r} \right)^6 \right], \quad (1.2)$$

kde minimální energie potenciálu w_0 se nachází v bodě $r = 1,12\sigma$. V případě, kdy $r = \sigma$, je tento potenciál roven nule. Interakční síla odvozená z rovnice (1.2) je pak záporně vzatou derivací potenciálu podle r . Výsledný vztah pro interakční sílu je tedy dán vztahem [8]

$$F(r) = -\frac{\partial w(r)}{\partial r} = 24w_0 \left(\frac{2\sigma^{12}}{r^{13}} - \frac{\sigma^6}{r^7} \right). \quad (1.3)$$

Tato síla má dvě složky: složku odpudivou úměrnou r^{-13} a složku přitažlivou úměrnou r^{-7} .

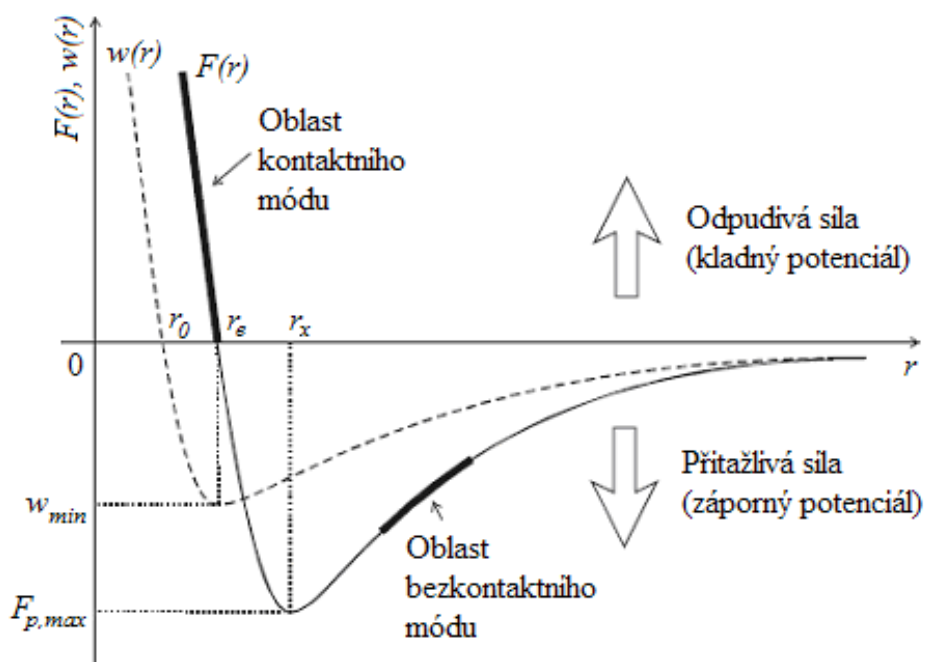
a) Přitažlivá složka síly

Podstatou přitažlivé složky interakce je tzv. van der Waalsova polarizační síla, jejíž vzdálenost dosahu se pohybuje v rozmezí od 2 Å do 1000 Å. Tato síla vzniká v důsledku nehomogenního rozložení hustoty elektrického náboje v atomu, resp.

molekule. Tato nehomogenita vede k vytvoření dipólového momentu v sousedním atomu, resp. molekule, a ke vzniku přitažlivé polarizační síly.

b) **Odpudivá složka síly**

Odpudivá interakce lze vysvětlit pomocí Pauliho vylučovacího principu, protože tato interakce má čistě kvantově-mechanický charakter. Podle Pauliho vylučovacího principu nemohou mít dva elektrony stejnou sadu kvantových čísel. Při přiblížení dvou atomů dojde k překrytí jejich elektronových obalů a některé elektrony tedy musí přejít do stavu s vyšší energií. Tento přechod elektronů do vyšších energetických stavů pak vyvolává odpudivou složku síly.



Obr. 1.3: Závislost Lennardova-Jonesova interakčního potenciálu w a síly F na vzdálenosti r mezi dvěma částicemi (atomy) [4].

Na obr. 1.3 je znázorněn průběh potenciálu $w(r)$ a interakční síly $F(r)$, které působí mezi dvojicí atomů, resp. molekul. Křivka síly nad osou r představuje výslednou odpudivou sílu a křivka síly pod osou r znázorňuje sílu přitažlivou. Z průběhu grafu můžeme říci, že odpudivá síla pro hodnoty r jdoucí zleva k r_e velmi rychle klesá k nule. Proto se tato síla nazývá silou krátkého dosahu. Naproti tomu van der Waalsova síla, která působí poměrně na velké vzdálenosti, je nazývána silou dlouhého dosahu. Ve vzdálenosti r_e , kde interakční potenciál dosahuje svého minima, jsou jak odpudivé, tak i přitažlivé síly v rovnováze, a tedy výsledná síla je zde nulová.

Ve skutečnosti však není špička hrotu tvořena jediným atomem, ale množstvím atomů. Tvar konce hrotu se proto charakterizuje poloměrem křivosti, jak již bylo zmíněno

výše. V dosahu interakčního potenciálu na sebe tedy nepůsobí jen dva nejbližší atomy, ale sousedící atomy v blízkém okolí. Výsledná síla je potom dána součtem všech sil od jednotlivých atomů, které se na interakci podílejí. Podle výpočtů a zkušeností [9] k oboustranné interakci významně přispívají pouze první tři až čtyři vrstvy atomů hrotu a povrchu zkoumaného vzorku.

1.2.3 Kontaktní mód AFM

V kontaktním módu (C-AFM) je hrot v přímém kontaktu s povrchem zkoumaného vzorku tak, že působí mezi hrotem a povrchem výsledná odpudivá interakce, jak je znázorněno na obr. 1.3 na křivce vlevo. Celková síla, která působí mezi hrotem a povrchem se pohybuje řádově v rozmezí $10^{-6} \div 10^{-8}$ N. Při této zobrazovací metodě je vhodné použít raménko s malou tuhostí, aby nebyla zobrazovaná topografie zkreslena rytím hrotu do měkkého vzorku, protože odpudivé silové působení je poměrně velké. I přesto je použití kontaktního módu omezeno na relativně tvrdé povrchy. Velikost síly, kterou působí hrot na povrch zkoumaného vzorku, lze stanovit z Hookova zákona a vyjádření má tvar [8]

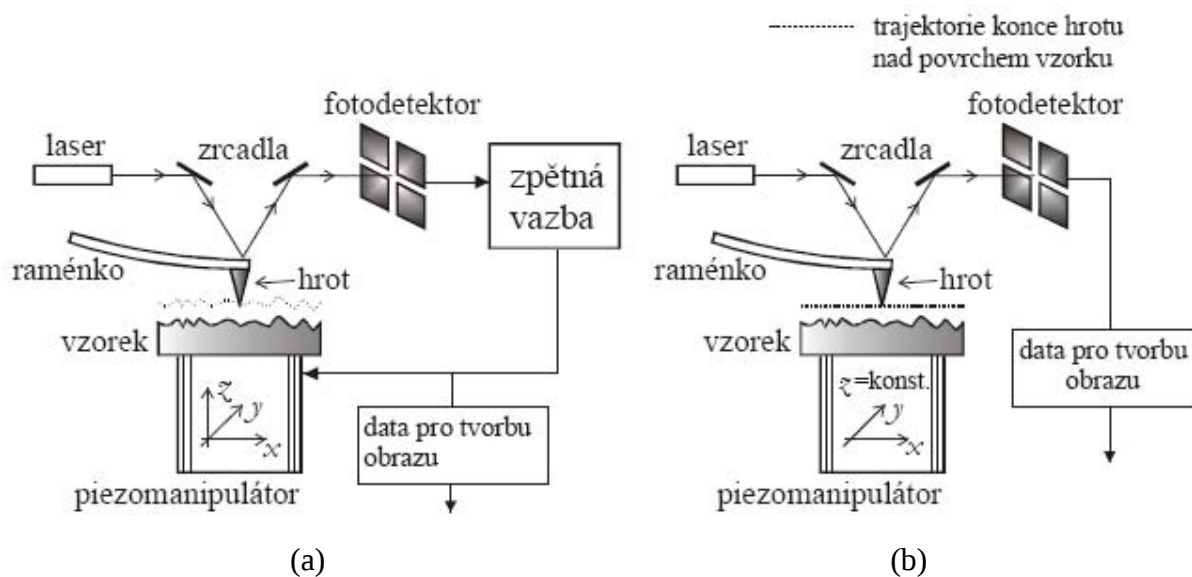
$$F_z = -k\Delta z, \quad (1.4)$$

kde k je tuhost raménka a Δz výchylka konce raménka z rovnovážné polohy.

K zobrazení topografie povrchu je možné využít dva AFM módy. Jedním z těchto módů je režim konstantní síly, tím druhým režim konstantní výšky.

Režim konstantní síly

Tento režim [obr. 1.4(a)] se typicky využívá k zobrazování velkých ploch nebo vzorků s větší povrchovou nerovností. Pomocí zpětné vazby, která udržuje konstantní prohnutí raménka, jsou získávány informace o topografii zkoumaného povrchu. Potřebnou přitlačnou sílu určuje operátor. Zpětná vazba kontroluje z-ovou pozici vzorku vzhledem k hrotu tak, aby síla byla udržována na konstantní úrovni. Zpětnovazební signál je použit při generování obrázku topografie.



Obr. 1.4: (a) Princip činnosti AFM v režimu konstantní síly. (b) Princip činnosti AFM v režimu konstantní vzdálenosti od povrchu vzorku [4].

Režim konstantní výšky

Režim konstantní výšky [obr. 1.4(b)] je rychlý (v důsledku vypnuté zpětné vazby) a vhodný pro atomárně hladké povrchy (kde nehrozí ulomení raménka při vypnuté zpětné vazbě), ale lze dosahovat stejného rozlišení jako režim konstantní síly. Samotné generování obrázku s topografií je prováděno pomocí změn ohnutí raménka.

1.2.4 Bezkontaktní mód AFM

V bezkontaktním módu (NC-AFM) je hrot držen ve větší vzdálenosti (přibližně $50 \div 100 \text{ Å}$) nad povrchem vzorku. Působí na něj tedy přitažlivé síly od povrchu vzorku [obr. 1.3]. Tyto síly jsou ve skutečnosti velmi malé (řádově 10^{-9} N) [10]. Nejsou však dostatečné natolik, aby mohly přitáhnout hrot na raménku k povrchu vzorku. Proto se používá ramének s malou tuhostí. Ta jsou nad povrchem vzorku rozkmitána na frekvenci blízkou jejich rezonanční frekvenci. Tyto frekvence se pohybují v rozmezí $100 \div 400 \text{ kHz}$ s amplitudami $10 \div 100 \text{ nm}$ [10]. Silová interakce mezi vzorkem a hrotem mění efektivní rezonanční frekvenci raménka a amplitudu kmitání. Tyto změny slouží k zobrazení povrchu zkoumaného vzorku.

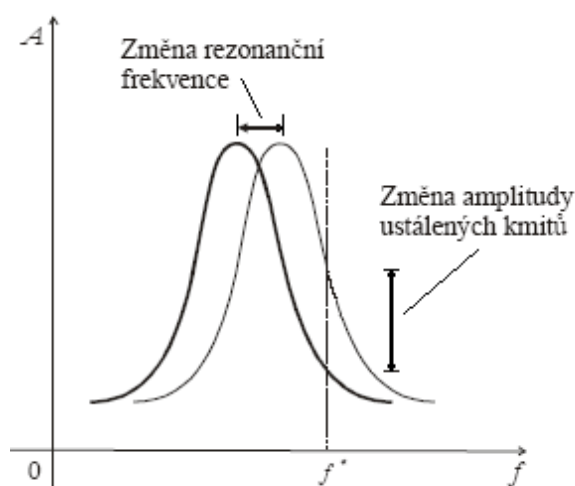
Souvislost mezi efektivní rezonanční frekvencí raménka a změnami topografie vzorku se dá popsat následujícím způsobem: Velikost efektivní rezonanční frekvence raménka v blízkosti povrchu zkoumaného vzorku je možné vyjádřit ve tvaru [10]

$$\omega_R = \sqrt{\frac{k_{ef}}{m}}, \quad (1.5)$$

kde m je hmotnost raménka a k_{ef} je efektivní tuhost raménka, která odráží pohyb hrotu v poli nelineárních sil v blízkosti povrchu zkoumaného vzorku. Efektivní tuhost raménka k_{ef} se dá vyjádřit pomocí vztahu [10]

$$k_{ef} = k - \frac{\partial F}{\partial r}, \quad (1.6)$$

kde k reprezentuje vlastní tuhost raménka, r je vzdálenost mezi hrotem a povrchem zkoumaného vzorku a $\partial F / \partial r$ představuje gradient síly, která působí na hrot při interakci s povrchem. Z obr. 1.3 je zřejmé, že v bezkontaktní vzdálenosti gradient $\partial F / \partial r$ při přibližování hrotu k povrchu zkoumaného vzorku narůstá, a z výše uvedených vztahů (1.5) a (1.6) pak plyne, že se efektivní tuhost raménka snižuje. V důsledku toho klesá i jeho efektivní rezonanční frekvence, kterou je možné detekovat a tak získat informaci o topografii nebo silovém působení mezi hrotem a vzorkem [obr. 1.5].



Obr. 1.5: Závislost amplitudy na frekvenci při změně rezonanční frekvence ve dvou různých vzdálenostech hrotu od povrchu zkoumaného vzorku.

Velkou výhodou NC-AFM je jeho malé silové působení mezi hrotem a povrchem a žádný kontakt s jeho povrchem. Díky této relativně malé silové interakci můžeme zkoumat velmi měkké, elastické povrchy či povrchy citlivé na otěr nebo poškrábání.

1.2.5 Poklepový mód AFM

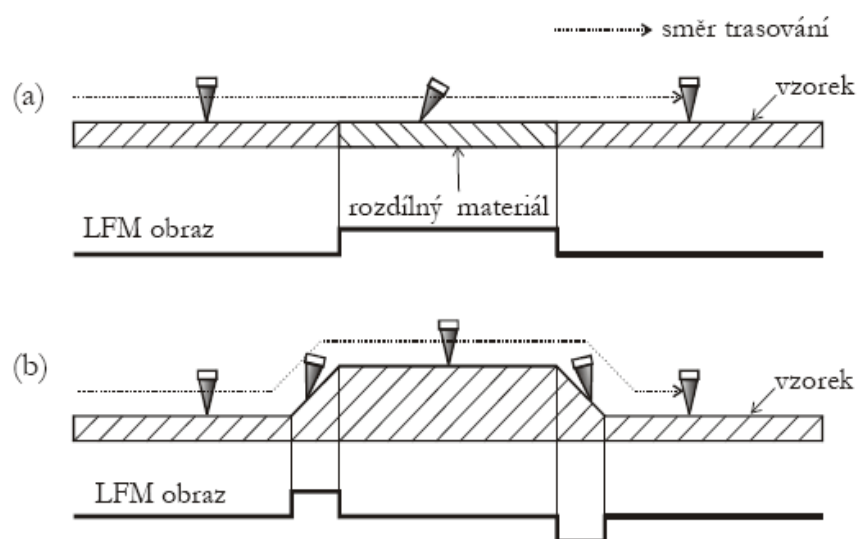
Tento mód (z angl. *tapping mode*, *semicontact mode* nebo *intermittent-contact*) je speciální variantou NC-AFM metody. Tento mód pracuje také na principu, kdy je raménko s hrotem rozkmitáno na své rezonanční frekvenci s amplitudou $10 \div 1000$ nm [3]. Na rozdíl od NC-AFM metody, je však hrot umístěn do větší blízkosti k povrchu zkoumaného vzorku, než činí jeho amplituda, a tak se hrot dostává do kontaktu se vzorkem. V tomto módu jsou výsledné interakce hrotu zapříčiněny nejen topografií, ale i mechanickou elasticitou

povrchu vzorku. Tyto vlivy pak mají přímý vliv na amplitudu a fázi oscilací, ze kterých je pak vytvořen výsledný obraz.

Velkou výhodou tohoto módu je to, že na hrot nepůsobí žádné třecí síly. Pokud však analyzujeme měkké a elastické povrchy, začínají se při tomto módu projevovat deformace.

1.2.6 Mikroskopie laterálních sil (LFM)

Při kontaktním módu je možno také současně s topografií sledovat laterální síly působící na hrot a pracovat tak v tzv. mikroskopii laterálních sil – LFM (z angl. *Lateral Force Microscopy*). Při této zobrazovací metodě se detekuje zkroucení raménka vlivem sil působících na hrot rovnoběžně s povrchem zkoumaného vzorku [obr. 1.6]. Měření laterálních sil je citlivé nejen na změny třecích sil mezi hrotem a samotným vzorkem, ale také na změny sklonu povrchu vzorku. Pro odlišení těchto dvou efektů se používá souběžné měření vertikálního vychýlení raménka (C-AFM) a jeho zkroucení (LFM). Další možností je nasnímání dvou obrázků topografie pro opačné směry rastrování. Tuto metodu lze výhodně využít pro zobrazení změn v povrchovém tření. Tato tření jsou důsledkem nehomogenity povrchu materiálu. Dále lze tento mód s výhodou použít pro získání obrazu hran nerovností povrchu s vysokým kontrastem.



Obr. 1.6: Změna zkroucení raménka s hrotem vlivem rozdílného (a) tření a (b) topografie [4].

1.3 MFM

Mikroskopie magnetických sil (z angl. *Magnetic Force Microscopy* – MFM) je často rozuměna jako jedna z technik rastrovacích sondových mikroskopií určená k měření sil zprostředkovaných mezi hrotem a vzorkem magnetickou silou. Podmínkou je, že použitý hrot musí být magneticky aktivní. Poté se tato technika stane citlivou na magnetické pole v blízkosti povrchu vzorku. Nicméně mohou být použity i jiné typy hrotů, které jsou citlivé na magnetické pole, např. Hallovy sondy, magnetorezistivní senzory a jiné.

První experimenty k měření sil mezi feromagnetickými vzorky a hrotem, který má permanentní magnetický moment, byly pořízeny krátce po vynalezení samotné techniky rastrovací silové mikroskopie [11, 12, 13]. Většina těchto prvních experimentů byla zaměřena na zobrazování bitové struktury zapsané na magnetická záznamová média a také na vyšetřování mechanismu vzniku kontrastu [14]. Od té doby byla mikroskopie magnetických sil použita ke studiu mnoha různých vzorků. Experimenty byly úspěšně uskutečněny za mnoha různých podmínek, jako je prostředí vzduchu, vakua [15], UHV (z angl. *Ultra High Vacuum* – ultra vysoké vakuum) [16], nízké teploty [17] a silná magnetická pole [18]. V důsledku toho se mikroskopie magnetických sil stala v posledních letech jednou z nejrozšířenějších a nejčastěji používaných technik k magnetickému zobrazování.

I když jakákoliv technika využívající principu rastrovací silové mikroskopie může být použita jako mikroskopie magnetických sil, samotné měření magnetických sil zůstává velmi nesnadné. Zatímco síly mezi hrotem a povrchem vzorku v rastrovacích silových mikroskopiích určených k zobrazování topografií, a to v případě obou režimů – kontaktní režim a bezkontaktní režim, jsou řádově v nN, v případě magnetických sil jsou jejich velikosti typicky o dva až tři řády menší. V důsledku toho je velmi obtížné tyto velmi malé magnetické síly detekovat, když je hrot v kontaktu s povrchem vzorku nebo dokonce v dosahu velkých sil, které působí mezi vzorkem a hrotem. Předpokládejme, že síla a směr raménka s hrotem jsou orientovány ve směru z. Vychýlení tohoto raménka v důsledku magnetické interakce mezi vzorkem a hrotem je pak možné napsat jako [2]

$$\delta z_{mag} = \frac{F_{mag}}{k_{eff}}, \text{ kde } k_{eff} = k_L + \frac{\partial F_{nonmag}}{\partial z} + \frac{\partial F_{mag}}{\partial z} \quad (1.6)$$

a kde k_L je silová konstanta volného raménka a $\frac{\partial F_{nonmag}}{\partial z}$ je z-ová komponenta derivace všech nemagnetických silových interakcí mezi povrchem a hrotem. Pokud je hrot v kontaktu s povrchem vzorku, je velikost této derivace řádově několik N/m. Vychýlení raménka s hrotem bude poté snadněji ovlivněno topografií vzorku než magnetickými silami. Pokud chceme však mapovat magnetické síly v blízkosti vzorku, musí mikroskop operovat v bezkontaktním módu. Proto se s hrotem ve všech experimentech, které využívají mikroskopie magnetických sil, skenuje v blízkosti povrchu vzorku. Vzdálenost mezi hrotem a povrchem vzorku musí být ale dostatečně velká, aby se zabránilo silné nemagnetické interakci

mezi vzorkem a hrotem způsobené silami, které jsou závislé na topografii. Poté magnetické interakce mezi povrchem vzorku a hrotem vedou k měřitelnému signálu.

1.3.1 Utváření kontrastu

Pro získání měřitelného signálu se tedy používá bezkontaktního módu AFM. Raménko s hrotem je rozvibrováno s jistou amplitudou blízko k rezonanční frekvenci samotného raménka. Vychylování hrotu je pak snímáno senzory. V důsledku závislosti na interakci mezi povrchem a hrotem se raménko s hrotem chová tak, jako by mělo svou tuhost pozměněnou (pro jednoduchost se předpokládá tuhost pružinky) a platí pro ni $c_F = c - \partial F / \partial z$, kde c je normální tuhost pružinky a $\partial F / \partial z$ je gradient interagující síly v závislosti ke kolmé souřadnici z . Předpokládá se, že raménko s hrotem je orientováno rovnoběžně s povrchem vzorku.

Přitažlivá interakce s gradientem $\partial F / \partial z > 0$ zapříčiní, že raménko se stane „měkčím“, takže se jeho rezonanční frekvence zmenší. Posun v rezonanční frekvenci povede ke změně amplitudy rezonance raménka a jeho fáze. Všechny tyto měřitelné veličiny mohou být použity k mapování změny gradientu $\partial F / \partial z$. Nejčastější detekční metoda používá amplitudový signál označovaný jako amplitudová modulace. Raménko je lehce posunuto z rezonance, kde je strmost křivky závislosti amplitudy na frekvenci velká, a to proto aby bylo dosaženo co nejlepšího signálu daného gradientem síly.

Gradient síly $\partial F / \partial z$ může být způsoben širokou řadou zdrojů zahrnujících elektrostatické interakce mezi hrotem a vzorkem, van der Waalovy síly, tlumení nebo kapilární síly. Nicméně MFM je založena na detekci takových sil, které mají původ v dalekodosahové magnetostatické interakci mezi hrotem a vzorkem. Tato interakce závisí na vnitřní magnetické struktuře hrotu, která velmi komplikuje mechanismus utváření kontrastu.

Zmagnetované těleso přiložené do magnetického pole vystupujícího ze vzorku bude mít magnetickou potenciální energii E_P [19]

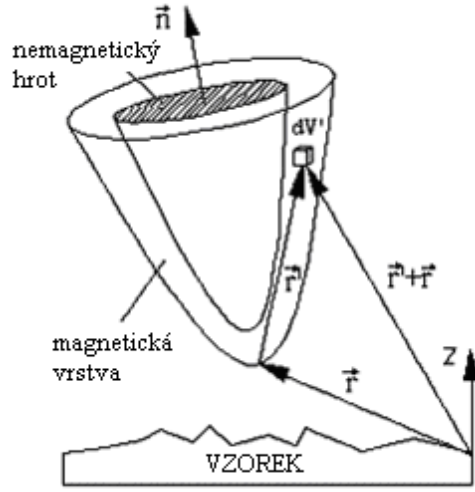
$$E_P = -\mu_0 \int \vec{M}_{tip} \cdot \vec{H}_{sample} dV_{tip} , \quad (1.7)$$

kde μ_0 je permeabilita vakua. Síla působící na hrot pak může být vypočtena jako

$$F = -\nabla E = -\mu_0 \int \nabla (\vec{M}_{tip} \cdot \vec{H}_{sample}) dV_{tip} . \quad (1.8)$$

Integrace musí být provedena přes objem hrotu, nebo lépe pouze přes objem zmagnetované části hrotu, viz obr. 1.7. Pro geometrii hrotu a jeho magnetickou strukturu jsou často používány zjednodušené modely vzhledem k proveditelnosti výpočtu. Dalším ekvivalentním přístupem je numericky simulovat s magnetické pole hrotu a integrovat přes objem vzorku [19]. S přihlédnutím ke třetímu Newtonovu zákonu, síla působící na vzorek v magnetickém poli hrotu je rovna velikosti síly F v předchozí rovnici (1.8). Můžeme tedy psát:

$$F = \mu_0 \int \nabla(\vec{M}_{sample} \cdot \vec{H}_{tip}) dV_{sample} . \quad (1.9)$$



Obr. 1.7: Schematický obrázek MFM hrotu, který má magnetickou vrstvu na nemagnetickém jádru. Jsou zde také znázorněny parametry integrace [19].

Magnetostatický potenciál $\phi_s(r)$ vytvořený feromagnetickým vzorkem může být spočítán z jeho magnetizačního vektorového pole $M_s(r')$ jako [20]

$$\phi_s(r) = \frac{1}{4\pi} \left(\int \frac{d^2 s' \cdot M_s(r')}{|\vec{r} - \vec{r}'|} - \int d^3 r' \frac{\nabla M_s(r')}{|\vec{r} - \vec{r}'|} \right), \quad (1.10)$$

kde s' je vnější normálový vektor z povrchu vzorku. První (dvojdímenzionální) integrál sdružuje všechny povrchové náboje vytvořené složkou magnetizace kolmé k povrchu, zatímco druhý (třídímenzionální) integrál obsahuje objemové magnetické náboje přítomné v důsledku vnitřních divergencí magnetizačního vektorového pole. Magnetické pole vzorku je dáno jako $\vec{H}_{sample}(r) = -\nabla \phi_s(r)$, což může být substitucí pomocí rovnice (1.8) použito k výpočtu interagující síly F . Ve statickém případě je detekována vertikální složka výchylky raménka s hrotem $\vec{F}_d = \vec{n} \cdot \vec{F}$, kde $\vec{n}$ je vnější jednotkový vektor normály z povrchu +raménka. V dynamickém případě je detekován gradient síly $\vec{F}_d^l(r) = (\vec{n} \cdot \nabla)(\vec{n} \cdot \vec{F}(r))$ [20].

V použití MFM je velké omezení, a to takové, že málokdy jsou známy všechny potřebné detaily hrotu. Přestože je teorie vzniku kontrastu známa a dobře popsána, není možné namodelovat měřený signál pro neznámou doménovou strukturu magnetického hrotu. V důsledku toho nemůže být technika MFM použita ke kvantitativnímu vyhodnocování. Mimo jiné také proto, že magnetické pole bude detekováno v absolutních hodnotách. Kromě toho není jednoduché určit celkovou doménovou strukturu z MFM obrázků, protože MFM je citlivější na sílu a polaritu magnetického pole v blízkosti povrchu feromagnetického vzorku než na samotnou magnetizaci. Problém rekonstrukce konkrétního vnitřního a povrchového

uspořádání magnetických nábojů z magnetických polí, která vytvářejí, není řešitelný. MFM nicméně může být použito pro porovnání experimentálně získaných změn magnetického pole pro mikromagnetické objekty z výpočtů podle jistých modelů. To často umožňuje alespoň klasifikovat zkoumané magnetické objekty [20]. Proto, i bez detailní kvantitativní analýzy, může být technika MFM velmi užitečná k získání kvalitativních informací [21].

1.3.2 Modelování MFM odezvy

Pokud chceme analyzovat gradient síly $\vec{F}_d^{\parallel}(r)$ vyplývající z rovnic (1.8) a (1.10), musí být zkonstruován model magnetizace hrotu a jeho tvaru. Většina modelů předpokládá, že hrot i vzorek jsou ideální magneticky tvrdé materiály s magnetizací, která je neovlivnitelná magnetickým polem, čili magnetizace hrotu neovlivní magnetizaci vzorku a naopak.

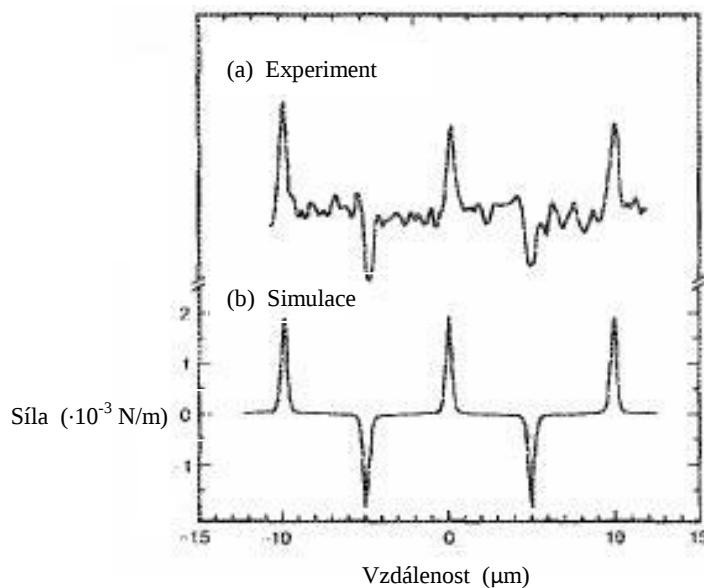
Nejjednodušší cestou je aproximovat hrot jedním bodem [20]. Efektivní monopólový a dipólový moment hrotu je promítnut do fiktivního nekonečně malého hrotu, který se nachází v určité vzdálenosti od povrchu vzorku. Neznámé magnetické momenty stejně tak jako efektivní oddělení vzorku a hrotu jsou fitovány do experimentálních dat jako volné parametry. Síla působící na hrot, která je vnořena do pole v blízkosti povrchu vzorku, je dána jako [20]

$$\vec{F} = \mu_0 (q + \vec{m} \cdot \nabla) \vec{H}, \quad (1.11)$$

kde q a $\vec{m}$ jsou efektivní monopólové a dipólové momenty hrotu.

Aproximace hrotu jedním bodem poskytuje dostatečné výsledky v mnoha případech interpretace MFM kontrastu. Nicméně může být dosaženo mnohem realističtějšího přiblížení uvažováním rozšířené geometrie hrotu. Příkladem je *pseudodoménový model* [20], ve kterém je neznámé magnetizační vektorové pole blízko špičky hrotu se svými povrchovými a objemovými náboji modelováno pomocí homogenně zmagnetovaného protáhlého sféroidu vhodných rozměrů. Magnetická odezva hrotu vně této imaginární domény je zanedbána. Tento pseudodoménový model umožňuje interpretaci většiny výsledků získaných pomocí MFM založené na objemových hrotech, tj. celý hrot je tvořen magnetickým materiálem. Pro hroty s odlišnou geometrií, například pro ty, které mají magnetickou oblast omezenou ve formě tenké vrstvy, byl navržen jiný vhodný model [22].

Obr. 1.8 ukazuje experimentálně a pomocí simulace získanou MFM odezvu přes sérii podélných bitů o velikostech 5 μm [21]. V tomto případě byl hrot modelován jako rovnoměrně zmagnetovaný komolý kužel se sférickým vrchlíkem v souladu s tvarem, který byl pozorován pomocí elektronového mikroskopu [21]. Musíme si uvědomit, že pro vzorky, které mají magnetizaci v rovině, jsou jediným zdrojem vnějšího magnetického pole, které může být externě zobrazeno pomocí MFM, stěny magnetických domén (přechody mezi jednotlivými doménami). Na druhou stranu, vzorky s kolmou magnetickou anizotropií vytvářejí povrchové náboje, které korespondují s nahoru nebo dolů směřující doménovou magnetizací. V těchto případech magnetické pole v blízkosti povrchu vzorku je přímo spojeno s doménovou strukturou [20].



Obr. 1.8: (a) Experimentálně a (b) pomocí simulace získaná MFM odezva přes sérii podélných bitů o velikostech 5 μm [21].

1.3.3 Požadavky na MFM hroty

Uspořádání hrotu (raménka) je zřetelně kritickým elementem mikroskopie magnetických sil. Na rozdíl od STM je tvar hrotu důležitý díky dlouhodobé podstatě magnetických sil [21]. Původně byly používány jako raménka s hroty elektrochemicky leptané dráty kobaltu nebo niklu [23]. Díky široce rozšířenému užívání skenovacích silových mikroskopů jsou raménka s hroty nyní vyráběna ve velkých množstvích z materiálů na bázi křemíku. Tyto hroty mohou být pokryty tenkými vrstvami magnetických materiálů z důvodu MFM pozorování. Bylo vynaloženo mnoho práce ve snaze o optimalizaci těchto hrotů z důvodu získání kvantitativních informací z MFM dat [19, 20, 21]. Problémem je, že pokrýváním standardních hrotů se vytvoří jistá struktura magnetických domén, která sníží efektivní magnetický moment hrotu. Tato určitá doménová struktura je neznámá a dokonce se může během MFM měření měnit. Nicméně jisté informace o stavu magnetizace těchto hrotů byly získány pomocí elektronové holografie [20, 21].

Prostorové rozlišení v MFM snímcích je úzce spjato se vzdáleností mezi vzorkem a hrotem, ale také s magnetizací dané části hrotu, která byla ve skutečnosti vystavena magnetickému poli vystupujícímu ze vzorku. Proto, s ohledem na laterální rozlišení, je prospěšné omezit magneticky citlivou oblast na co nejmenší velikost. Ideálně bude efektivní velikost sondy tvořena pouze jednou malou feromagnetickou částicí tvořenou jednou doménou na špičce hrotu. Na základě této myšlenky byl vyvinut tzv. *superhrot* [20]. Nicméně

jsou zde fyzikální omezení pro velikost takového hrotu, protože ultramalé částice se stávají superparamagnetickými².

Z důvodu požadavku na silný signál získaný pomocí malého citlivého objemu je zde snaha o maximalizování magnetického momentu hrotu. Z toho důvodu bude dávat nejlepší výsledky hrot s jedinou doménou a také bude jednodušší jej popsat teoreticky. Dobře definovaný magnetický stav hrotu by měl zůstat během skenování stálý a měl by s magnetizací vzorku interagovat co nejméně. Velké pole hrotu může být realizováno díky závislosti na tvarové anizotropii [19, 20], která nutí magnetizační vektorové pole blízko špičky hrotu se uspořádat s osou symetrie hrotu [19].

Při experimentech zmíněných v této diplomové práci byly použity leptané křemíkové hroty MULTI75M-G od firmy Veeco. Tyto hroty jsou standardně používány pro MFM a jejich tvar je kónického typu. Magneticky aktivní vrstva je tvořena přibližně 50 nm kobaltu (zajištění přesně stejné tloušťky není u všech hrotů technicky možné). Raménko s hrotem je delší v případě standardních hrotů používaných pro bezkontaktní mód a jeho délka je $L \approx 225 \mu\text{m}$ místo $L \approx 125 \mu\text{m}$. Magnetické vlastnosti tenké vrstvy jsou dány koercitivitou $\sim 3,2 \times 10^4 \text{ A/m}$ a magnetizací $7,2 \times 10^5 \text{ A/m}$. Uvedená hodnota magnetického momentu je přibližně $5 \times 10^{-3} \text{ emu}$.

Z důvodu zajištění dominantní orientace magnetického vektorového pole podél hlavní osy hrotu byla tenká magnetická vrstva hrotu zmagnetována pomocí permanentního magnetu, jehož orientace magnetického pole byla rovnoběžná s hlavní osou hrotu. Následně bylo s takto definovaně zmagnetovaným hrotem provedeno měření.

1.3.4 Zobrazovací procedura

Tak jako v případě AFM skenování může být signál z detektoru zpětně snímán z-ovým ovládacím členem skeneru (piezomanipulátoru). Tento mód se nazývá *mód konstantního signálu*, v protikladu k módu konstantní výšky či vzdálenosti. Tento mód konstantního signálu je stálý a umožňuje přesné sledování povrchu zkoumaného vzorku. Použití tohoto módu přináší ale i několik problémů. Například magnetický signál může být pozitivní nebo negativní, zatímco snímání stabilní zpětné vazby může být možné pouze tehdy, pokud interakce nemění znaménko. Tato skutečnost nezbytně ovlivňuje signál: přiložením napětí mezi vzorek a hrot se zavede elektrostatická síla. Dalším problémem tohoto módu je skutečnost, že magnetické a nemagnetické interakce jsou smíchány. Poměr toho smíchání závisí na vzdálenosti mezi hrotem a povrchem zkoumaného vzorku. To dělá rozlišení jednotlivých složek velmi nesnadným. Pro použití při normálních atmosférických podmínkách je známo, že interakce s povrchem kontaminuje magnetickou vrstvu hrotu a tlumení (v dynamickém módu) je velmi závislé na samotném hrotu než na van der Waalově interakci [19].

² Superparamagnetismus je forma magnetismu, která se objeví v malých feromagnetických a ferimagnetických nanočásticích. V dostatečně malých nanočásticích magnetizace může náhle náhodně změnit orientaci vlivem teploty. Typický čas mezi dvěma změnami se nazývá Néelova relaxační doba.

Kvantitativní data o vystupujícím magnetickém poli vzorku mohou být odvozena z MFM obrázků, když topografický příspěvek k celkovému signálu není přítomen. To je obzvláště důležité, když je hrot přiveden velmi blízko k povrchu vzorku (z důvodu zlepšení rozlišení) a nemagnetické interakce začínají být silnějšími. Řešení toho problému spočívá v ponechání vlivu topografie na konstantní úrovni zanecháním hrotu kopírovat povrchový výškový profil [19]. Tento *mód konstantní výšky* či *vzdálenosti* klade větší požadavky na stabilitu celého zařízení, protože je velmi citlivý k jakýmkoliv posuvům.

V případě používaného mikroskopu AutoProbe CP-R od firmy Veeco je tato specifická metoda na rozlišení jednotlivých příspěvků k celkovému signálu nazývána jako *lift mode* [obr. 1.9]. Tato metoda v sobě zahrnuje zobrazování topografie (sledování topografického signálu) v prvním kroku skenování (1^{st} pass) a zjišťování magnetické informace o vzorku (magnetický signál) v kroku druhém (2^{nd} pass). Tyto dva kroky se odehrávají zároveň. Rozdíl ve výšce Δh mezi těmito dvěma kroky, tzv. *lift height*, je definována uživatelem. Topografie je měřena v dynamickém módu a data jsou zaznamenávána do jednoho obrázku. Tyto informace o výškovém profilu jsou také použity k pohybu hrotu v konstantní vzdálenosti od povrchu vzorku během druhého kroku skenování (sledování magnetického signálu), při kterém je vypnuta zpětná vazba. Teoreticky by měla být topografická složka z celkového signálu eliminována během tohoto druhého kroku.



Obr. 1.9: Schematický obrázek vysvětlující princip metody *lift mode*. Magnetická informace o vzorku je zaznamenána během druhého kroku skenování (2^{nd} pass). Δh je konstantní výška mezi prvním a druhým krokem skenování, tzv. *lift height* [19].

Magnetická data mohou být zaznamenána jako změny amplitudy, frekvence nebo fáze v oscilacích raménka s hrotem. Detekce modulae frekvence nebo fáze dává nejlepší výsledky. Při většině MFM měření se k vyhodnocování nejčastěji používá detekce fáze, která měří změny $\Delta\Phi$ ve fázi oscilací raménka s hrotem vzhledem k pohybům piezoskenneru. Tuto změnu ve fázi lze vyjádřit jako [19]

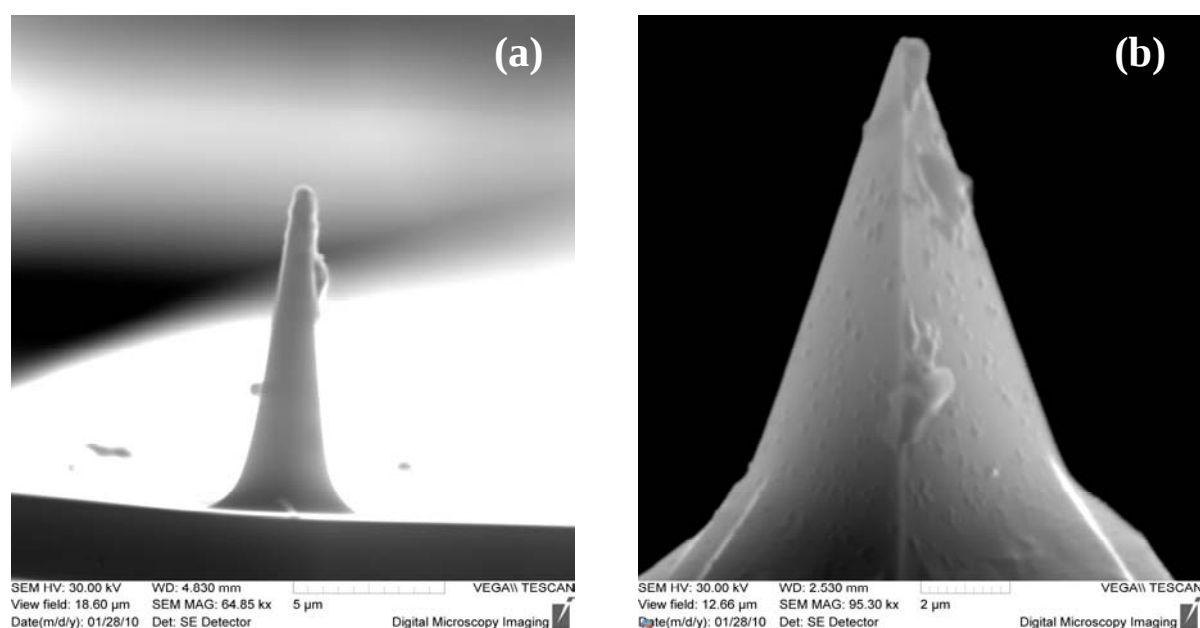
$$\Delta\Phi \sim -\frac{Q}{k} \frac{\partial F}{\partial z}. \quad (1.12)$$

Z této závislosti vyplývá následující: přitažlivá interakce ($\partial F / \partial z > 0$) vede k negativnímu posunu fáze (tmavý kontrast na obrázcích), zatímco odpuzivá interakce ($\partial F / \partial z < 0$) dává pozitivní posun fáze (světlý kontrast).

1.3.5 Vliv znečištění hrotu na rozlišení MFM

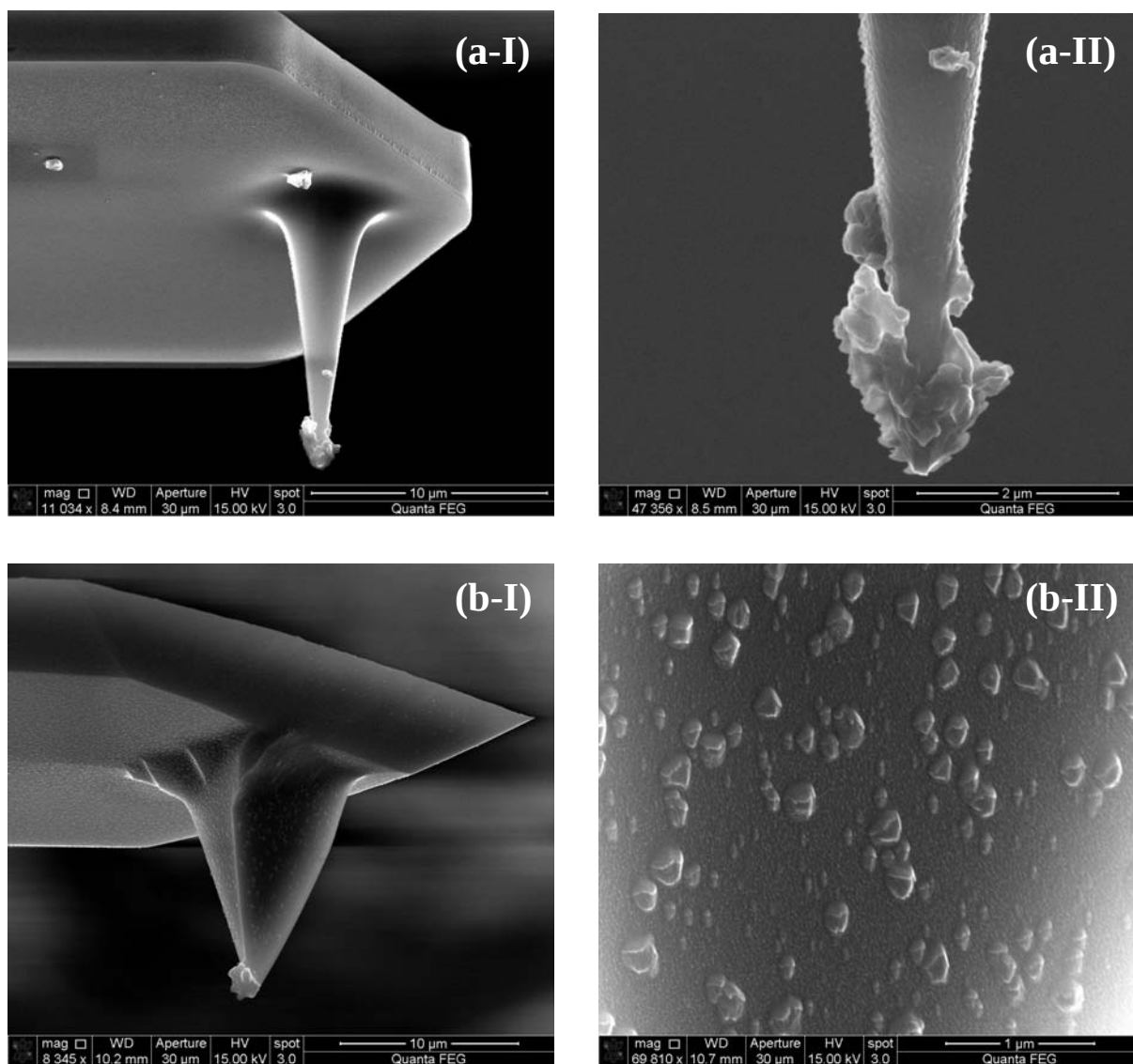
Na počátku experimentální činnosti, která je obsahem této diplomové práce, byla zjištěna skutečnost, že MFM technika byla nefunkční. Tato nefunkčnost nebyla technické povahy, ale byla způsobena nefunkčností použitých magnetických hrotů. Bylo možné získat topografii zkoumaných vzorků pomocí těchto hrotů, ale získání MFM obrázku již bylo nemožné. Použity byly standardní leptané křemíkové hroty, na kterých byla nanesena tenká (~50 nm) vrstva magneticky aktivního materiálu (v tomto případě kobalt). Parametry těchto hrotů jsou uvedeny výše (viz kapitola 1.3.3). Dále byly také použity speciální ultraostré hroty určené pro mikroskopii magnetických sil s vysokým rozlišením. Oba tyto typy byly shledány nefunkčními.

Na obr. 1.10(a) a (b) jsou snímky těchto hrotů pořízené rastrovacím elektronovým mikroskopem. Na obou snímcích jsou patrné nečistoty ulpěné na špičkách hrotů. Bylo dospěno k závěru, že tyto nečistoty mohou být důvodem zhoršené kvality topografických nebo MFM obrázků získaných pomocí mikroskopu AFM. Nemohou však být důvodem jejich nefunkčnosti. Při bližším prozkoumání obrázků pořízených elektronovým mikroskopem byla zjištěna v případě standardního hrotu [obráz. 1.10(b)] jistá povrchová nerovnost. Dospělo se k názoru, že tyto povrchové útvary jsou způsobeny oxidací magneticky aktivní vrstvy a že tato zoxidovaná kobaltová vrstva je příčinou nefunkčnosti hrotů při použití MFM techniky.



Obr. 1.10: Obrázky z rastrovacího elektronového mikroskopu (a) speciálního ultraostrého hrotu a (b) standardního hrotu (výrobce Veeco).

Snahou bylo odstranění těchto nerovností pomocí leptání iontovým svazkem. Po dobu 30 sekund byly tyto hroty leptány Ar^+ ionty s energií 600 eV. Následně po této proceduře byly opět získány jejich snímky pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu s vysokým rozlišením (HR-SEM) [obr. 1.11(a) a (b)].



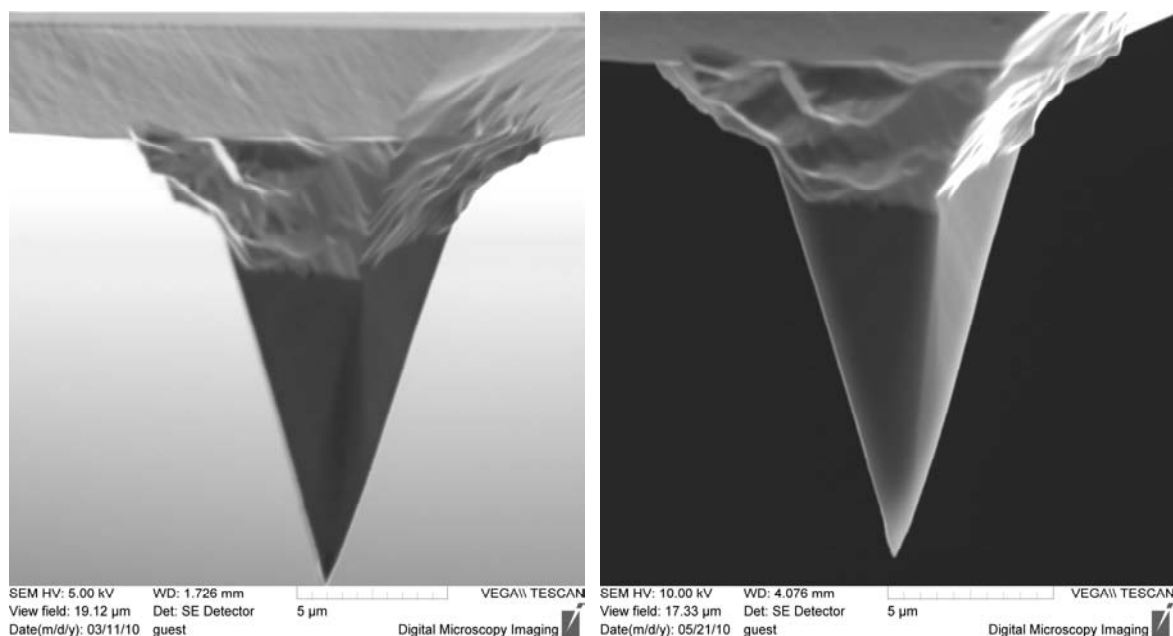
Obr. 1.11: Obrázky ze skenovacího elektronového mikroskopu s vysokým rozlišením speciálního ultraostrého hrotu (a-I), vedle je zvětšený snímek oblasti špičky hrotu (a-II). Na snímku (b-I) je vidět standardní hrot a vedle je zvětšená část povrchu tohoto hrotu (b-II). Je zde patrná struktura povrchové nerovnosti (výrobce Veeco).

Analýzou těchto obrázků bylo zjištěno, že leptací procedura neměla na vzhled povrchu žádný vliv. Naopak se může zdát, že po této leptací proceduře se kvalita povrchů hrotů naopak zhoršila. Tato skutečnost je však pouze spekulativní, protože při pořizování obrázků

hrotů po leptací proceduře bylo použito mikroskopu s vysokých rozlišením, zatímco snímky hrotů před leptací procedurou byly pořízeny elektronovým mikroskopem s rozlišením menším. Závěr je nicméně takový, že po leptací proceduře nebyla zoxidovaná kobaltová vrstva a tím i samotná nefunkčnost hrotů odstraněna. Po další diskuzi bylo tedy přistoupeno ke koupi nových hrotů a zanecháno snah o regeneraci hrotů stávajících a jejich případného použití.

Nicméně bylo provedeno srovnávací pozorování hrotu, při kterém byla předmětem studia oxidace magneticky aktivní vrstvy. Jeden z nově zakoupených hrotů byl podroben pozorování a pomocí elektronového mikroskopu byl zjištěn stav samotného hrotu i jeho magneticky aktivní vrstvy. Tento hrot byl pak ponechán vlivům prostředí (změny teploty, tlaku, relativní vlhkosti,...) po dobu cca 3 měsíců. Po uplynutí této doby byly pomocí elektronového mikroskopu pořízeny snímky tohoto hrotu a byla pozorována kvalita magneticky aktivní vrstvy.

Srovnáním obrázků hrotu na začátku sledovacího období [obr. 1.12(a)] a po uplynutí cca 3 měsíců [obr. 1.12(b)] můžeme říci, že kvalita povrchu magneticky aktivní vrstvy není viditelně ovlivněna. Nebyla však provedena analýza složení této kobaltové vrstvy, která by pravděpodobně ukázala zvýšenou koncentraci oxidu kobaltu. Bylo však s tímto hrotem provedeno úspěšné měření a můžeme tak konstatovat, že funkčnost hrotu nebyla po ponechání vlivům prostředí ovlivněna. Tato skutečnost však byla částečně očekávána, neboť výrobce garantuje použitelnost tohoto typu hrotů pro MFM měření v délce 6 měsíců.



Obr. 1.12: Obrázky hrotu pořízené elektronovým mikroskopem (a) po otevření originálního obalu od výrobce a (b) po ponechání vlivům prostředí (výrobce Veeco).

Důležité je však konstatování skutečnosti, že hroty používané k MFM jsou velmi citlivé na vnější prostředí a jejich použitelnost pro tuto techniku je časově omezena. Tuto dobu použitelnosti (funkčnosti hrotů) je možné prodloužit použitím vhodného způsobu skladování, např. ve vakuu.

Kapitola 2

Magnetické domény

Feromagnetické materiály mají na jedné straně schopnost mít jednotně zmagnetované oblasti, které se projevují paralelní orientací všech magnetických momentů uvnitř tzv. *magnetických domén* a na straně druhé mít různou orientaci magnetizace v doménách jiných. Takže se nezmagnetovaný vzorek sestává z domén, z nichž každá je feromagneticky uspořádaná s vlastní nulovou celkovou magnetizací. Hranice mezi sousedními doménami jsou tzv. *doménové stěny*.

2.1 Magnetické domény

V roce 1907 P. Weiss uvedl, že se ve feromagnetickém materiálu vyskytuje množství malých oblastí (magnetických domén). Přitom každá z nich vykazuje saturační magnetizaci. Tyto oblasti jsou v současnosti známy také pod pojmem tzv. Weissovy domény. Je také důležité, že směr magnetizace samostatné domény podél osy snadné magnetizace (*easy axis*) není nezbytně paralelní. Domény jsou odděleny hranicemi domén, tzv. doménovými stěnami.

Tyto úvahy umožňují popsat množství vlastností různých magnetických systémů. Například následující dvě vlastnosti:

- V případě magneticky měkkých materiálů je velmi malé vnější pole ($\approx 10^{-6}$ T) dostatečné k dosažení saturační magnetizace ($\mu_0 M \approx 1$ T). Vnější pole totiž nemusí uspořádat všechny magnetické momenty makroskopicky (protože v každé doméně již uspořádány všechny jsou), ale pouze samotné domény. Je zapotřebí tedy pouze pohyb doménových stěn, k čemuž je potřeba daleko méně energie.
- Je možné, aby feromagnetické materiály vykazovaly nulovou celkovou magnetizaci $\vec{M} = 0$ pod kritickou teplotou bez přítomnosti vnějšího pole. V tomto případě sice každá doména stále vykazuje svou saturační magnetizaci, ale díky různým orientacím je celková hodnota rovna nule.

Magnetizační proces sestává ze dvou nezávislých kroků:

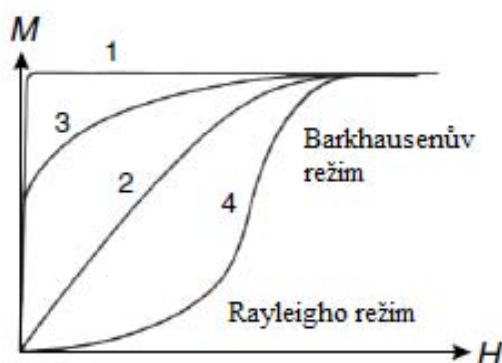
- **V případě slabých vnějších magnetických polí**
Množství oblastí, které vykazují jistý směr magnetizace, je přibližně stejný, jako těch, které se v důsledku vnějšího pole vytvořily z důvodu nestejně orientovaných domén. Pohyb doménových hranic může být vratný nebo nevratný.

- V případě silných vnějších magnetických polí

Směr rotace magnetizace $\vec{M}$ se uskuteční proti směru vnějšího magnetického pole $\vec{H}$.

2.1.1 Magnetizace ideálního krystalu

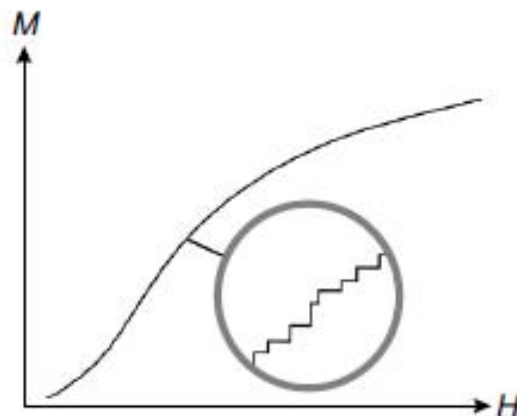
V ideálním krystalu, který neobsahuje žádné defekty, začne magnetizace nezmagnetovaného feromagnetického materiálu vratným pohybem doménových stěn. Tento proces skončí, až když jsou všechny doménové stěny anihilovány nebo všechny stěny jsou orientovány kolmo k vnějšímu magnetickému poli. Pokud je toto jediný proces, který je pozorován do stavu dosažení saturace, obdržíme magnetizaci jako funkci vnějšího magnetického pole (obr. 2.1, křivka „1“). Následně může nastat proces vratné rotace. Magnetizační křivka, která je obdržena v případě čistě rotačního procesu, je na obr. 2.1 označena jako „2“. Kombinace těchto dvou procesů je ve stejném obrázku znázorněna křivkou „3“.



Obr. 2.1: Křivka 1: Čistý pohyb doménových stěn v ideálním krystalu. Křivka 2: Čistě rotační proces v ideálním krystalu. Křivka 3: Kombinace pohybu doménových stěn a rotačního procesu v ideálním krystalu. Křivka 4: Chování reálného krystalu (převzato z [24]).

2.1.2 Magnetizace reálného krystalu

Reálný magnetický systém dodatečně obsahuje defekty v krystalové struktuře, které vedou k potenciálu doménových stěn. Pro slabá vnější pole nastane vratný proces pohybu doménových stěn (Rayleighův režim). Silnější pole (Barkhausenův režim) vede k velkým skokům v pohybu doménových stěn v důsledku uspořádání defektů v krystalové struktuře. Tyto tzv. Barkhausenovy skoky jsou přímo pozorovatelné v hysterezní smyčce [viz obr. 2.2].



Obr. 2.2: Zvětšení umožňuje pozorovat jednotlivé Barkhausenovy skoky [24].

Mezi závislostí magnetizace $\vec{M}$ a vnějším magnetickým polem $\vec{H}$ je důležitý vztah. Grafické znázornění je známé jako hysterezní křivka či hysterezní smyčka [viz obr. 2.3]. Přičemž M_S je saturační magnetizace, M_r je remanence, H_S je saturační pole a H_C je koercitivní pole či koercitivita. Tyto hodnoty mohou být přímo určeny z hysterezní smyčky jako:

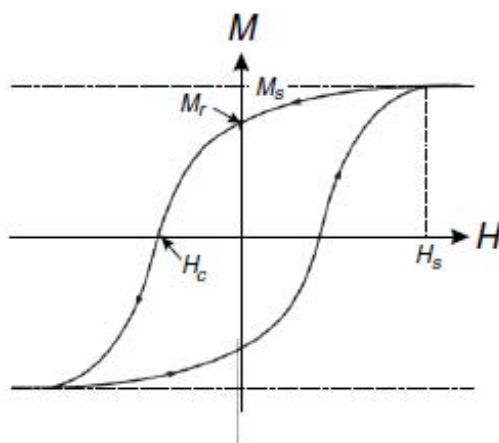
$$M_S = \max (M)$$

$$M_r = M(H = 0)$$

$$H_S = \min (H' / M(H') = M_S)$$

$$H_C = H(M = 0)$$

Z oblasti ohraničené hysterezní smyčkou je možné přímo určit velikost magnetizační hysterezní energie, která musí být aplikována z důvodu převrácení magnetizace.



Obr. 2.3: Schematický obrázek hysterezní smyčky [24].

2.2 Doménové stěny

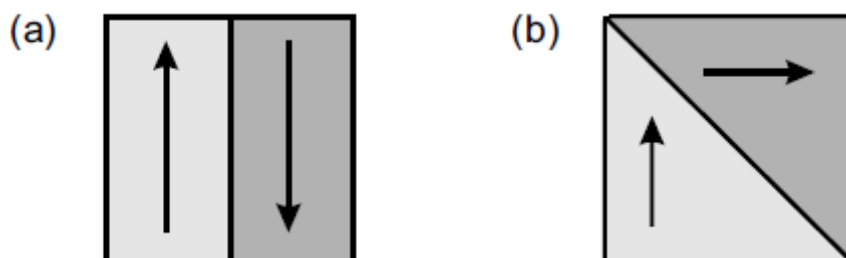
Klasifikace doménových stěn může být dána pomocí úhlu magnetizace mezi dvěma sousedními doménami se stěnou jako hranicí.

- **180° stěna**

180° doménová stěna reprezentuje hranici mezi dvěma doménami s opačnou magnetizací [obr. 2.4(a)].

- **90° stěna**

90° doménová stěna reprezentuje hranici mezi dvěma doménami s magnetizacemi, které jsou na sebe vzájemně kolmé [obr. 2.4(b)].



Obr. 2.4: Schematické znázornění (a) 180° doménové stěny a (b) 90° doménové stěny [24].

Kolmý směr doménových stěn koresponduje s půlící čarou mezi směry magnetizace sousedních domén. Vznik různých typů doménových stěn závisí na krystalografickém uspořádání feromagnetického materiálu:

- **Jednoosý feromagnet**

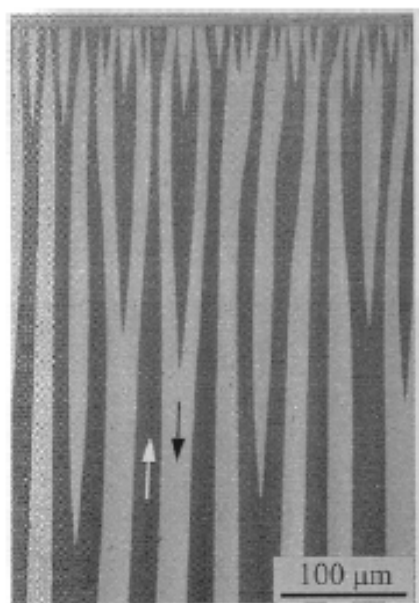
Jako příklad může být použit Co, který vykazuje pouze 180° doménové stěny [viz obr. 2.5].

- **Trojosý materiál**

Nejznámějším příkladem je bcc-Fe se svou snadnou osou magnetizace podél (100) směru. Tento materiál vykazuje jednak 180°, ale i 90° doménové stěny.

- **Materiál se čtyřmi osami**

Jako jediný příklad může sloužit fcc-Ni s osou snadné magnetizace podél (111) směru. Doménové stěny vykazují úhel 180°, 109° a 71°.



Obr. 2.5: Magnetické domény na boční straně krystalu Co [24].

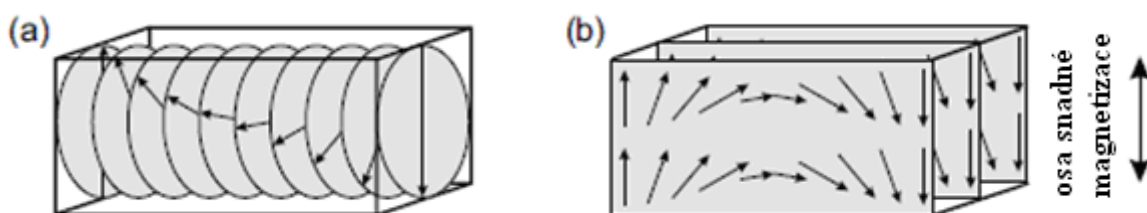
Bližší zkoumání 180° doménových stěn odhalí, že mohou být rozděleny do dvou tříd:

- **Blochova doménová stěna**

Rotace magnetizace nastává v rovině, která je paralelní k rovině doménové stěny [obr. 2.6(a)].

- **Néelova doménová stěna**

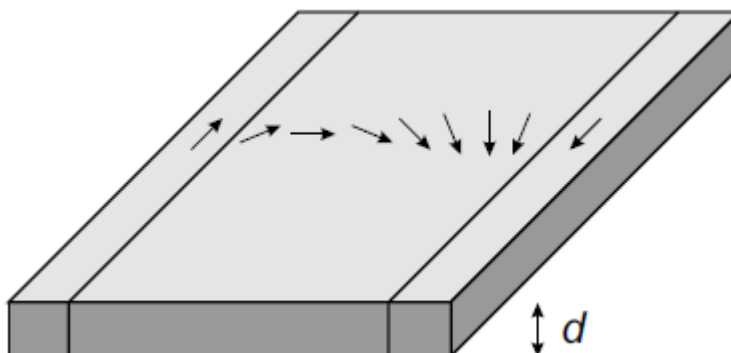
Rotace magnetizačního vektoru se odehrává v rovině, která je kolmá k rovině magnetické stěny [obr. 2.6(b)].



Obr. 2.6: Schematické znázornění rotace magnetizace v (a) Blochově doménové stěně a (b) Néelově doménové stěně [24].

Blochovy doménové stěny zajišťují nulové magnetické pole vystupující ze vzorku. Systém Néelových doménových stěn se velmi často vyskytuje ve feromagnetických tenkých vrstvách s magnetizací v rovině vzorku. V protikladu k Blochovým magnetickým stěnám

zůstává magnetizace uvnitř roviny tenké vrstvy, což je energeticky výhodnější v porovnání se situací, kdy magnetizační vektor musí být kolmý k rovině tenké vrstvy [obr. 2.7]. Toto uspořádání je také výhodnější z důvodu zmenšení vystupujícího magnetického pole.



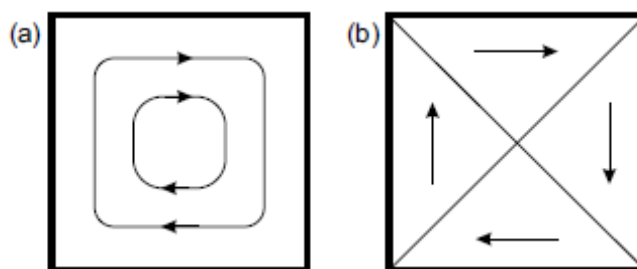
Obr. 2.7: Néelova doménová stěna je energeticky výhodnější v systémech tvořených tenkými vrstvami charakterizovány jejich malou tloušťkou d s magnetizací v rovině vzorku díky vyhnutí se přítomnosti vystupujícího magnetického pole [24].

2.3 Magnetické domény v nanoobjektech

Předpokládejme magneticky měkký materiál bez jakékoliv anizotropie. V takovém případě očekáváme spojitě vektorové pole magnetizace. Pokud zanedbáme krystalovou anizotropii, obdržíme pravidelný vzor domén určený tvarem nanoobjektu v důsledku minimalizace vystupujícího magnetického pole. Podmínky pro vyrušení nábojů magnetizačního vektorového pole jsou tyto:

- Magnetizační vektorové pole musí být bez volných nábojů.
- Musí být orientováno paralelně s hranicemi nanoobjektu a zároveň k povrchu z důvodu vyhnutí se povrchovým nábojům.
- Velikost magnetizačního vektoru musí být konstantní.

V případě tvarově pravoúhlých objektů spojitě vektorové pole nesplňuje současně všechny podmínky. Uvnitř takových objektů je sice vystupující magnetické pole nulové, ale magnetizace není paralelní k celému okraji [obr. 2.8]. Všechny podmínky jsou splněny pouze tehdy, pokud vektorové pole vykazuje lineární nesouvislosti, což jsou ve skutečnosti doménové stěny. Magnetický stav, který je znázorněn na obr. 2.8(b), je znám pod pojmem *Landauův stav*. Vidíme zde, že uspořádaný doménový stav může být vytvořen pouze díky tvaru jednotlivých doménových elementů.

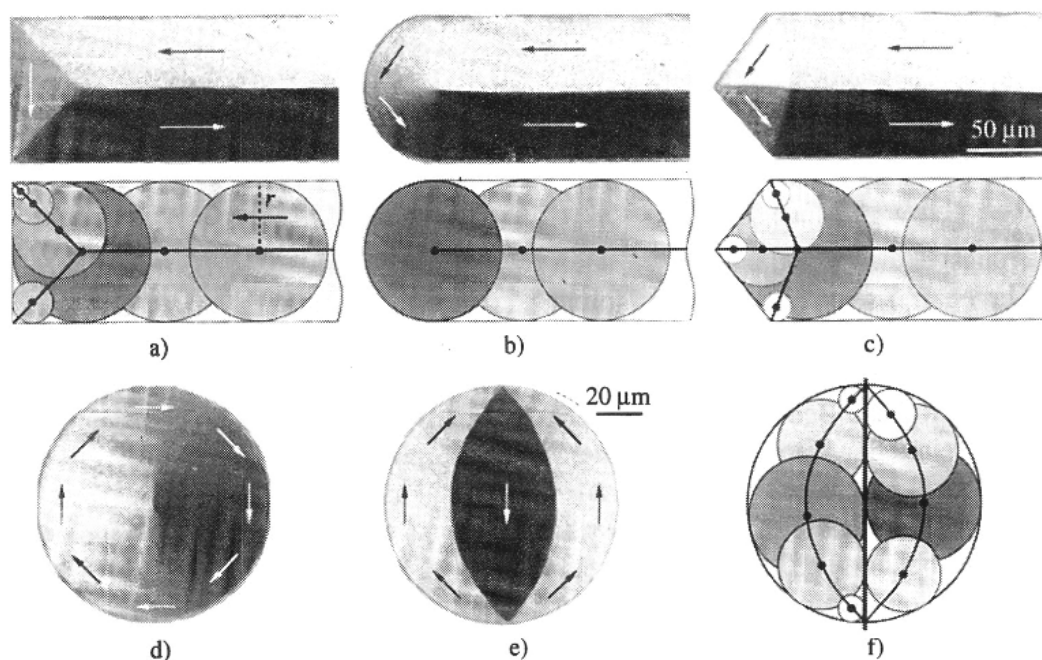


Obr. 2.8: (a) Místo spojitého vektorového pole (b) vykazuje pravoúhle uspořádaný tvar magnetických elementů lineární nesouvislosti. Magnetický stav schematicky znázorněný jako (b) je nazýván jako Landauův stav [24].

Postup konstrukce doménové struktury pro křivkou ohraničené doménové elementy sestává z následujících kroků [24]:

- Vezměme si kruhy, které se dotýkají okrajů na dvou nebo více místech a nacházejí se uvnitř magnetických elementů. Středů všech kruhů reprezentují doménovou stěnu.
- V každém kruhu je magnetizační vektor kolmý ke každé dotýkající se části kruhu [obr. 2.9(a)]. Stěny jsou poté bez vystupujícího magnetického pole.
- Pokud se kruh dotýká okraje ve více než dvou bodech, střed reprezentuje křížící se bod doménových stěn (tmavý kruh v obr. 2.9(a)).
- Pokud body dotyků splývají, doménová stěna končí ve středu takového kruhu a tento střed se stává centrálním bodem domény se souvislou magnetizací [obr. 2.9(b)].
- Pokud jsou přítomny ostře tvarované hrany, doménová stěna se stává ostrým okrajem doménové struktury [obr. 2.9(c)].

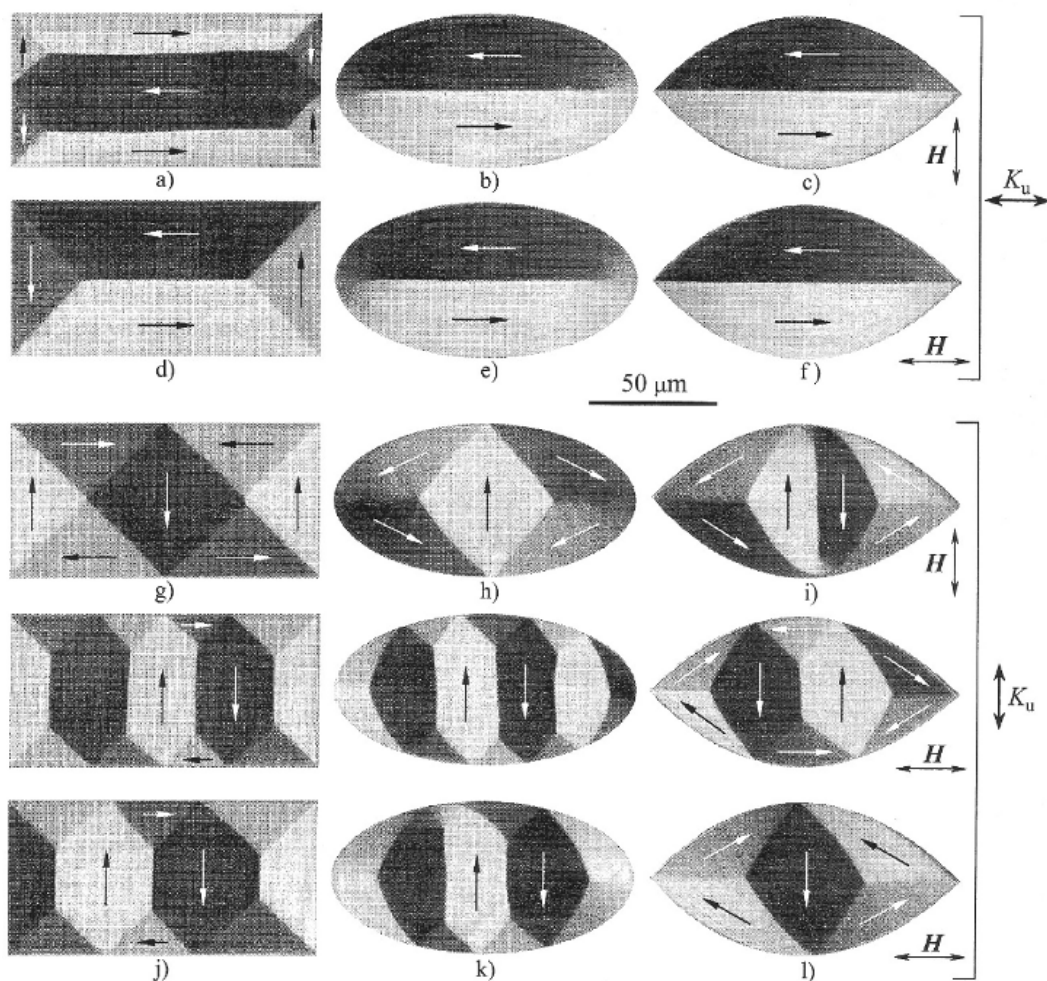
Doménová struktura pro kruhově tvarované elementy není dána stejně jako pro vzorový příklad uvedený výše, který vede k jedinému kruhu, jenž vyplňuje celý povrch a středový bod je středem domény vykazující souvislou rotaci magnetizace [obr. 2.9(d)]. Jsou ale dodatečně pozorovány i jiné tvary doménové struktury [obr. 2.9(e)]. Tyto metastabilní konfigurace mohou být také zkonstruovány užitím výše uvedeného postupu, a to pomocí myšleného řezu elementem a následné aplikaci tohoto postupu [obr. 2.9(f)].



Obr. 2.9: (a)-(c) Různě tvarované magneticky měkké elementy s jejich rovnovážnou doménovou strukturou (je znázorněna pouze polovina těchto elementů). Je zde také ukázána konstrukce, která je popsána v textu výše. Myšlený řez (f) umožňuje konstrukci metastabilních stavů (e), které vlastní více doménových stěn než základní stav (d) [24].

Realizace specifické doménové struktury závisí na magnetické historii a na efektech anizotropie. I když byla před použitím alternujícího magnetického pole uskutečněna demagnetizace, doménové struktury nejsou identické. Toto chování je demonstrováno použitím různě tvarovaných NiFe (permalloy) elementů [obr. 2.10]. Jsou zde ukázány doménové struktury, které mohou nastat s nejvyšší pravděpodobností. Tyto elementy se projevují osou snadné magnetizace orientovanou podél K_u charakterizující jednoosou anizotropií a různými směry demagnetizačního pole charakterizovaného magnetickou intenzitou $\vec{H}$.

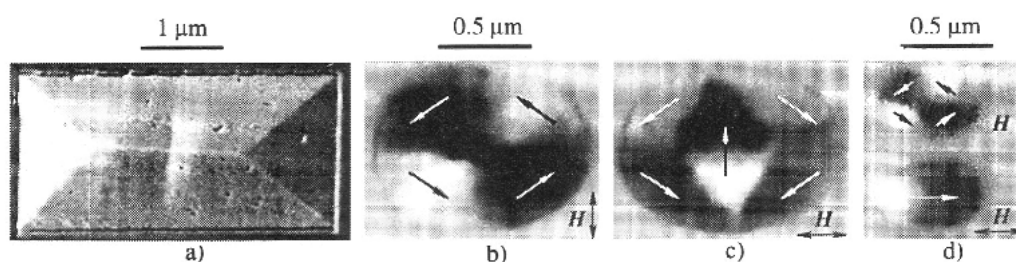
Osa snadné magnetizace orientovaná podél dlouhé osy elementu [obr. 2.10(a) a (d)] většinou vede k doménám, které jsou protaženy ve směru snadné osy magnetizace s uzavřenými doménami na přední straně. Tato skutečnost není pravdivá v případě ostrých elementů a pro elipsy se spojitě se měnícími doménami [obr. 2.10(b), (c), (e), (f)]. Pokud je osa snadné magnetizace orientovaná podél krátké osy elementu, proces vede k doménám, které jsou pootočené o 90° [obr. 2.10(g)-(l)]. Navzdory identické demagnetizační proceduře mohou nastat i jiné doménové tvary [viz čtvrtý a pátý řádek obr. 2.10].



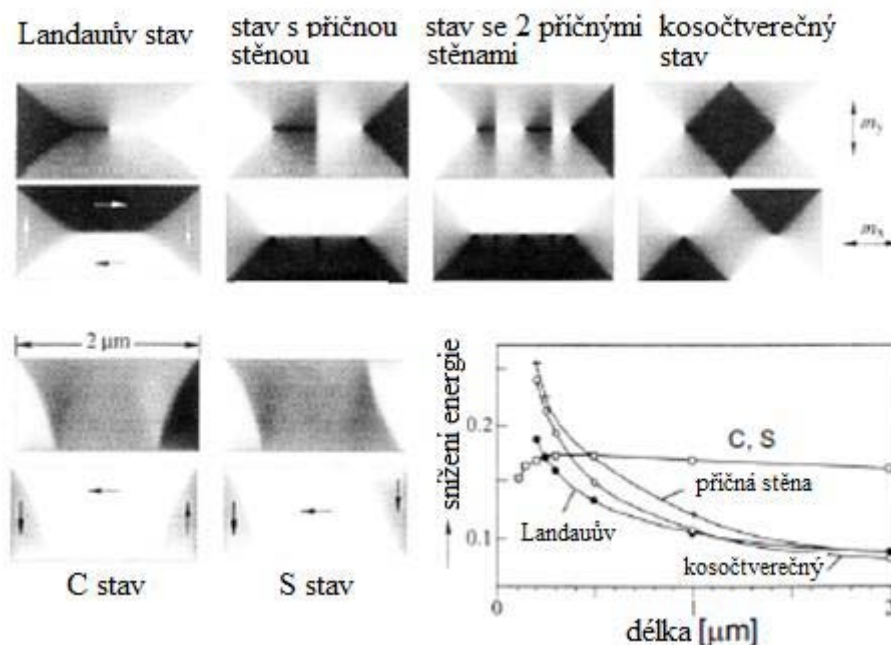
Obr. 2.10: Schematické znázornění demagnetizačních stavů různých tlustostěnných elementů. Jednotlivé objekty se liší svým tvarem a orientací své osy snadné magnetizace vzhledem k ose objektu. Výsledné demagnetizační stavy nepochybně závisí na orientaci alternujícího pole, které bylo použito k demagnetizační proceduře. Zajímavé je, že tato skutečnost není pravdivá pro eliptické elementy a elementy s ostrými hranami s podélnou osou snadné magnetizace [(b)-(e), (c)-(f)]. Za stejných podmínek mohou být zformovány také další různé konfigurace, jak je ukázáno v posledních dvou řádcích. V těchto případech je osa snadné magnetizace orientovaná v příčném směru a alternující pole v podélném směru [24].

Menší magnetické objekty mají jednodušší doménovou strukturu. Pro minimalizaci vystupujícího magnetického pole je potřeba méně doménových stěn. Extrémní případ je reprezentován jednodoménovým objektem [obr. 2.11]. Mikromagnetické simulace umožňují vypočítat odlišné doménové struktury [obr. 2.12]. Velké objekty obsahují mnoho doménových stěn. Pokud se rozměr objektu pohybuje přibližně pod 500 nm, je již struktura s mnoha doménovými stěnami energeticky nevýhodná. V takovém případě je doménová struktura uspořádána do tzv. C a S stavů a díky těmto stavům je i minimalizována energie. Další zmenšování rozměrů vede k jednodoménovým objektům.

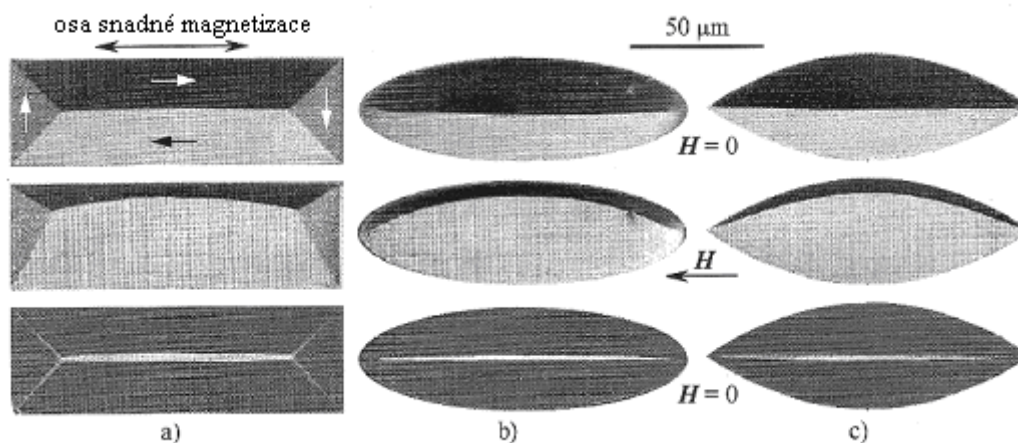
Další důležitý vliv je dán interakcí doménových stěn s okrajem elementu, např. povrch magnetického objektu [obr. 2.13]. Pokud se asymetrická Blochova doménová stěna nedotýká povrchu, je pozorováno vratné chování [viz spodnější část obr. 2.13]. Pro kruhově ohraničené elementy je pozorováno analogické chování [Obr. 2.14(a)→(d)→(f)→(i)]. Kontakt doménové stěny s povrchem vede k její anihilaci. V těchto případech je proto pozorováno nevratné chování [obr. 2.14(a)→(e)→(j)→(n)]. Formování kompletně odlišných obrácených konfigurací vede k odlišným výsledným stavům.



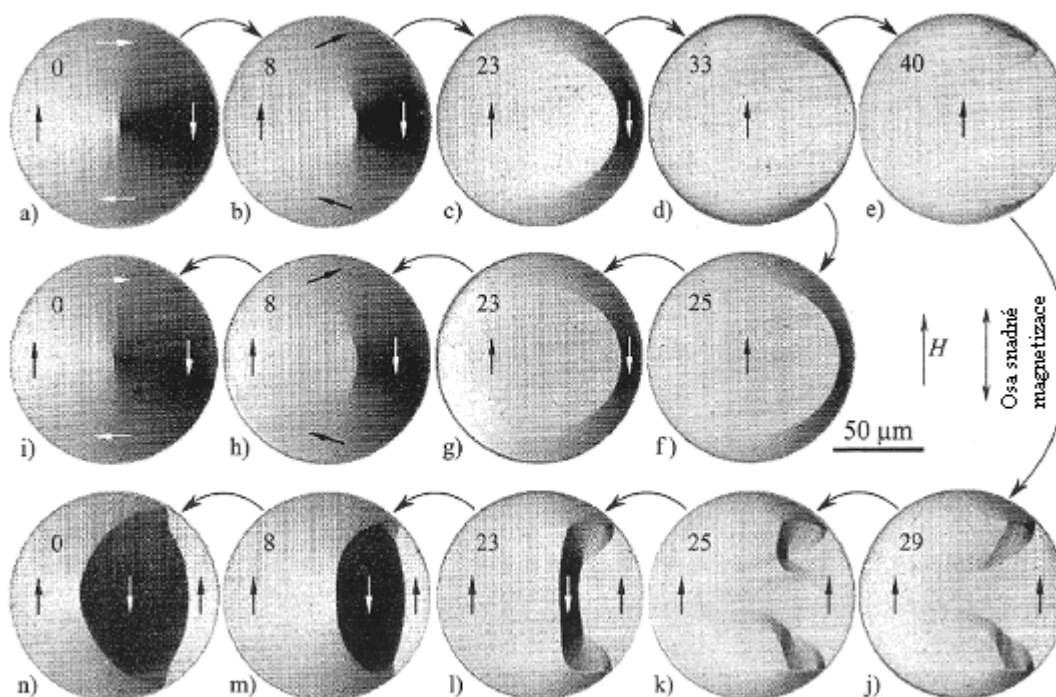
Obr. 2.11: (a) Pravoúhle tvarovaný magneticky měkký objekt. (b)-(d) Eliptické kobaltové objekty. Větší objekt znázorňuje (b) soustředný (vortexový) stav nebo (c) třídoménový stav. (d) Vortexový stav může být pozorován také v případě menších objektů po aplikaci pole podél kratší osy objektu. Jinak je pozorován jednodoménový stav, který může být rozeznán díky jeho černobílému kontrastu [24].



Obr. 2.12: Vypočtené odlišné magnetizační stavy magneticky měkkých objektů. Vložený graf porovnává snížení energie odlišných stavů jako funkci délky objektu pro konstantní poměr délky k šířce 2:1. Pro objekty s délkou menší než 0,3 μm jsou stabilní konfigurace ve formě kvazijednodoménových stavů (C a S stavy) [24].



Obr. 2.13: Symetrické doménové demagnetizační struktury (vrchní řádek) tlustých elementů. Doménové stěny jsou vratně posunuty v aplikovaném poli (druhý řádek) a vráceny téměř do stejné pozice po odejmutí vnějšího pole. To je znázorněno ve třetím řádku, jako rozdílové obrázky mezi pozitivními a negativními remanentními stavy [24].



Obr. 2.14: Magnetizační proces v kruhovém objektu tvořeném tlustou vrstvou ukazuje interakci doménové stěny, která je formována aplikovaným polem (a)→(d) s okrajem vzorku, např. jeho povrchem. Pokud není odpudivá interakce překonána, proces zůstává vratným (f)→(i). Po průniku, tj. překonání odpudivé interakce, (e) je pozorován úplně odlišný průběh (j)→(n). Pole, které je označeno číslicí v každém elementu je v jednotkách A/cm a začíná (a) a končí v obou případech [(i),(n)] na nulové hodnotě [24].

Kapitola 3

EBL a FIB

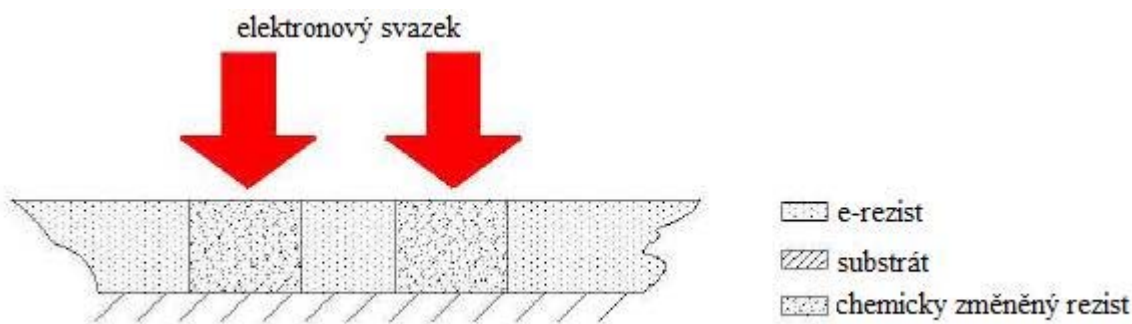
Tato kapitola je zaměřena na dvě techniky, které se používají při výrobě nanostruktur. První technikou je EBL (z angl. *Electron Beam Lithography* – litografie pomocí elektronového svazku). Druhou technikou je FIB (z angl. *Focused Ion Beam* – fokusovaný iontový svazek). Tyto metody výroby byly použity při výrobě studovaných nanostruktur (následující kapitola).

3.1 EBL

Mnoho technik výroby a měření v nanotechnologiích založených na světle je omezeno vlnovou délkou světla. Nicméně čím menší je vlnová délka světla, tím vyšší je jeho energie, což následně může zapříčinit nechtěné vedlejší efekty. Jednou z cest jak tento problém obejít je použít místo světla elektrony. Základním principem EBL je fokuzace úzkého, koncentrovaného svazku elektronů na substrát pokrytý rezistem. Elektrony mohou způsobit depozici látek na povrch nebo odleptání látky z povrchu. EBL je obzvláště důležitá v mikroelektronice, která vyžaduje extrémně přesná umístění mikroskopických součástí obvodů. EBL tudíž umožňuje navrhovat a vytvářet objekty ve velmi malém měřítku. Hlavními vlastnosti jsou: 1) Schopnost velkého rozlišení, 2) všestranná technika, která může být použita při práci s mnoha různými materiály, 3) je pomalá (o jeden až několik řádů pomalejší než optická litografie), 4) je komplikovaná a drahá. Tato technika je tudíž velmi přesná, ale pomalá, což ji činí nepoužitelnou pro komerční využití.

3.1.1 Základní princip EBL

Základní princip EBL je stejný jako v případě optické litografie. Substrát je pokryt tenkou vrstvou rezistu (jako analogie k fotorezistu bude v textu používáno pojmu e-rezist), jehož chemické složení se po vystavení elektronovému svazku změní [obr. 3.1], a to tak, že oblasti vystavené (nevystavené) elektronovému svazku mohou být rozpuštěny ve specifických rozpouštědlech (pozitivní (negativní) litografie). Tento proces se nazývá vyvolávání (jako analogie s vyvoláváním fotografického filmu) [obr. 3.2].

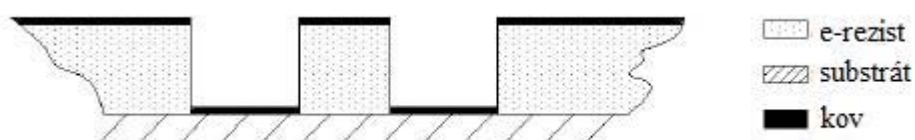


Obr. 3.1: Schematický průřez e-rezistem. Elektronový svazek způsobí změnu v chemickém složení e-rezistu na ozářených místech.



Obr. 3.2: Pouze místa chemicky změněná v důsledku ozáření elektronovým svazkem mohou být odstraněna specifickými rozpouštědly (pozitivní litografie).

Po odstranění chemicky pozměněného rezistu je na substrát nadeponována tenká kovová vrstva. Na místech vystavených elektronovému svazku je kovová vrstva nanášena přímo na substrát, zatímco na chemicky nezměněných místech je tato kovová vrstva nanášena na povrch rezistu [obr. 3.3].



Obr. 3.3: Schematické znázornění stavu po depozici tenké kovové vrstvy.

Po depozici tenké kovové vrstvy je zbývající rezist rozpuštěn v agresivním rozpouštědlu. Tento proces je nazýván jako *lift off*. Kov, který byl nanesen na povrchu rezistu je odstraněn společně s ním a zůstane pouze materiál, který byl nadeponován na substrátu [obr. 3.4].



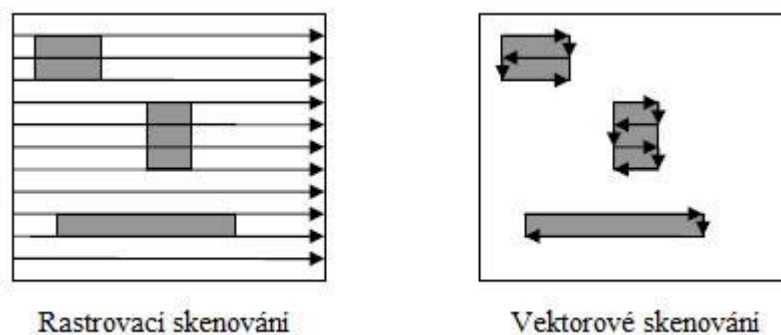
Obr. 3.4: Schematické znázornění výsledné struktury po *lift off* procesu.

3.1.2 Součásti EBL aparatury

- **Zdroj elektronů (elektronové dělo):** Jedná se o součást, která je schopná vysílat svazek elektronů ve specifickém směru. Emitující část (drátek, jehla, ...) je nejprve zahřán. V důsledku toho jsou emitovány z povrchu elektrony. Poté je na blízkou anodu přivedeno vysoké napětí, které elektrony urychlí v požadovaném směru. Tento směr i fokusace svazku lze měnit přiloženým napětím.
- **Optická a vychylovací soustava:** Tato část je tvořena systémem elektromagnetických čoček tak, že je schopna elektrony fokusovat do koncentrovaného svazku a tento svazek pak vychýlit do požadovaného směru.
- **Povrch vzorku:** Poté, co je svazek elektronů usměrněn a zfokusován optickou vychylovací soustavou, dopadne na povrch vzorku. Povrch tohoto vzorku je tvořen vrstvou rezistu.

3.1.3 Skenovací metody

- **Rastrovací skenování:** Elektronový svazek rastruje přes celý povrch, pixel po pixelu, a je buď zapnutý nebo vypnutý s ohledem na navrhovanou strukturu. Tato metoda je jednoduchá na navržení a kalibraci. Nicméně z důvodu rastrování přes celý povrch, vytvoření roztroušených vzorů trvá stejnou dobu jako vytvoření vzorů s vyšší hustotou. To činí tuto metodu použitelnou pouze pro určité typy struktur.
- **Vektorové skenování:** Elektronový svazek „přeskakuje“ z jednoho vzoru na druhý, přičemž se vyhýbá prázdným oblastem. Tato skutečnost dělá vektorovou metodu daleko rychlejší než metodu rastrovacího skenování. Nicméně zaměřit svazek elektronů na požadované místo trvá delší dobu.



Obr. 3.5: Schematické znázornění rastrovacího a vektorového skenování [25].

3.1.4 Nevýhody EBL

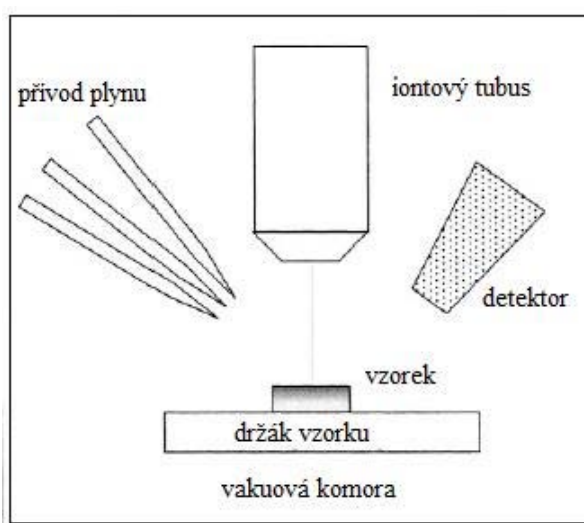
- **Zpětně rozptýlené a sekundární elektrony:** Když jsou elektrony směřovány přímo na povrch vzorku, mají tendenci k rychlému rozptylu. Tento fenomén známý jako zpětné rozptylování elektronů způsobuje nechtěné reakce, které probíhají mimo místa dopadu fokusovaného svazku elektronů. V důsledku toho není svazek omezen pouze na oblast dopadu. Navíc fokusovaný svazek dopadající na povrch vzorku produkuje sekundární elektrony, které chemicky ovlivňují rezist až několik mikrometrů od místa dopadu. Tento efekt může způsobit velké nepřesnosti ve výrobě struktur zejména v případech, kdy je požadovaná struktura submikronových velikostí.
- **Efektivita:** EBL je pravděpodobně nejpřesnější ze všech litografických technik. V důsledku toho je však nutné pracovat s komplexním vybavením a čas potřebný k vytvoření požadovaných struktur je dlouhý. Proto je tato technika nepoužitelná pro komerční využití. Dále je nutné si uvědomit, že elektrony jsou nabitě částice. Je proto nezbytné, aby EBL technika byla prováděna ve vakuu. Z toho důvodu bývá v současné době tato technika součástí jiného komplexního zařízení využívající podobný princip, např. rastrovací elektronový mikroskop.

3.2 FIB

Další možností jak vyrábět struktury je pomocí fokusovaného iontového svazku (FIB). Tato technika se v poledních letech stala dostupnější díky kombinaci s rastrovacími elektronovými mikroskopy (SEM) a dohromady tak tvoří komplexní aparaturu k analýze vzorků, tzv. FIB-SEM systémy (též *dual-beam*). Tato kombinace nabízí řadu výhod oproti jednosvazkovému FIB systému. Zatímco FIB je použit k výrobě struktury, SEM je využit k nedestruktivnímu zobrazení této struktury. V poslední době je FIB technika také hojně využívána k přípravě vzorků pro prozařovací elektronové mikroskopy (TEM) – příprava vzorku trvá v současné době méně než hodinu.

3.2.1 Základní uspořádání FIB aparatury

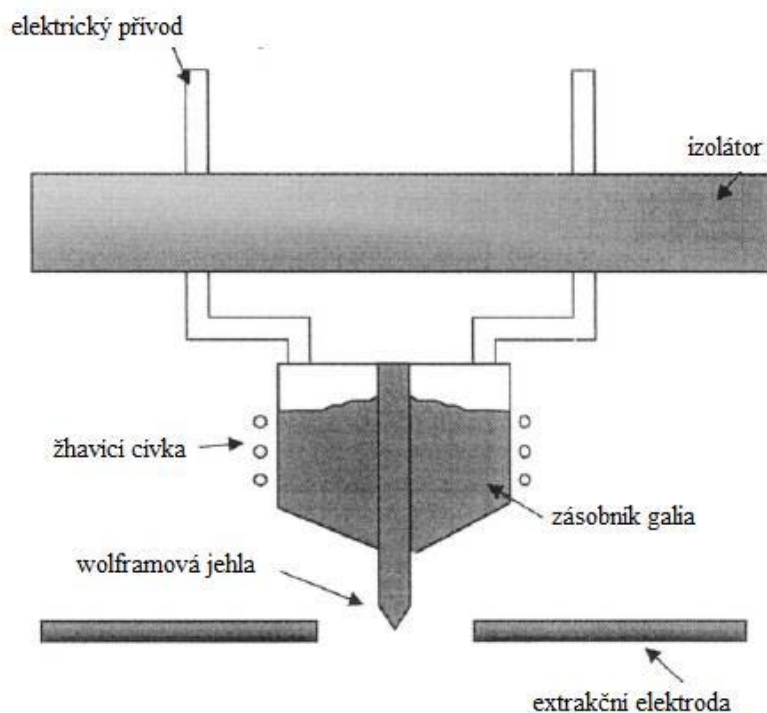
Základní uspořádání se skládá z vakuového systému a komory, iontového zdroje tvořeného tekutým kovem, iontového tubusu, držáku vzorku, detektoru a systému přívodu plynu [obr. 3.6]. Aparatura je velmi podobná aparatuře pro SEM. FIB aparatura může být samostatná, nebo v kombinaci s jiným přístrojem, jako je např. SEM, Augerův elektronový spektrometr (AES), TEM nebo SIMS (z angl. *Secondary Ion Mass Spectroscopy* – hmotnostní spektroskopie sekundárních iontů). Iontový tubus v samotné FIB aparatuře je typicky umístěn vertikálně. Naopak v kombinaci s jiným přístrojem, např. ve FIB-SEM systémech bývá iontový tubus umístěn pod určitým úhlem s ohledem na primární elektronový svazek.



Obr. 3.6: Schematický obrázek základního uspořádání FIB aparatury.

- **Vakuový systém:** V důsledku použití iontů je použití vakua nezbytné. Typická FIB aparatura má tři vakuové oblasti: oblast iontového tubusu a zdroje iontů, oblast vzorku a detektorů a oblast pro výměnu vzorku. Pro oblast tubusu a zdroje iontů platí pro tlak přibližně stejné požadavky jako v případě SEM (řádově 1×10^{-8} torr). Oblast vzorku může být pod větším tlakem (řádově 1×10^{-6} torr).
- **Iontový zdroj:** Iontové zdroje jsou založeny na principu extrakce z tekutého kovu. Tyto zdroje jsou schopné poskytnout svazek iontů o průměru ~ 5 nm. Na obr. 3.7 je schematické znázornění zdroje iontů. Wolframová jehla je připojena k zásobníku kovového materiálu. Jako zdroje iontů mohou být použity různé kovy. V současnosti je nejpoužívanější gallium (Ga). Pomocí žhavicí cívky je gallium v zásobníku roztaveno. Toto tekuté gallium teče po wolframové jehle, která má poloměr hrotu $\sim 2 \div 5$ μm . Elektrické pole (10^8 V/cm) u hrotu způsobí zformování tekutého gallia do bodového zdroje o průměru $2 \div 5$ nm. Extrakční napětí je pak dostatečně

silné k vytáhnutí galia z tohoto místa a k jeho ionizaci. Proudová hustota iontů Ga^+ , které mohou být takto extrahovány, je řádově $\sim 1 \times 10^8 \text{ A/cm}^2$ [26].

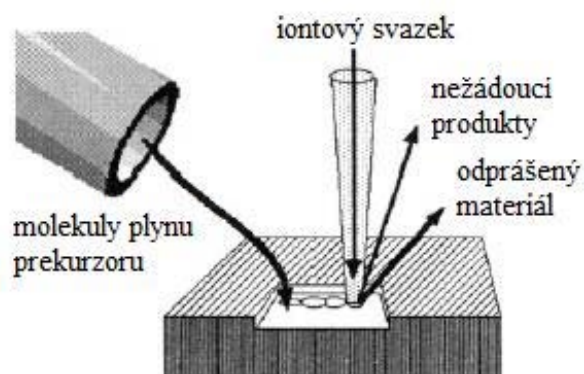


Obr. 3.7: Schematický obrázek zdroje iontů [26].

- **Použití zdroje plynu:** Systém přívodu plynu může být použit společně s iontovým svazkem k specifické depozici kovů nebo izolantů nebo ke zvýšení leptací schopnosti svazku.

3.2.2 Vytváření struktur pomocí depozice prekurzorů

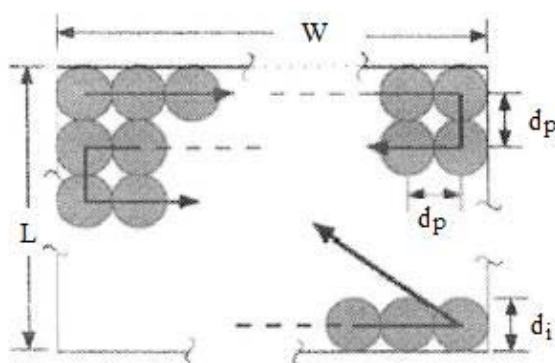
Kovy, jako wolfram nebo platina, jsou deponovány za přítomnosti organometalických prekurzorů pomocí techniky chemického napařování za asistence iontového svazku. Kontrolované množství plynu je přivedeno do komory pomocí kapilár, které jsou polohovatelné z důvodu optimální vzdálenosti, která je $\sim 100 \text{ nm}$ nad povrchem vzorku. Molekuly plynu adsorbují na povrchu v nejbližším okolí přívodní kapiláry, ale rozštěpí se pouze v místech dopadu iontového svazku. Po rozštěpení dochází k odčerpání organického zbytku molekuly a na povrchu vzorku zůstává pouze požadovaný kov [obr. 3.8]. Opakovaná adsorpce a dekompozice vede k nárůstu množství materiálu v oblasti skenování iontovým svazkem. Tento proces je tedy kombinací napařování a depozice.



Obr. 3.8: Schematický obrázek procesu depozice/kontrolovaného odstraňování materiálu. Depozice nastává, pokud je adsorbovaný plyn rozštěpen na nežádoucí produkty a na rozdílný požadovaný kov zůstává na povrchu [26].

3.2.3 Vytváření struktur pomocí vymílání iontovým svazkem

Struktury lze pomocí iontového svazku vytvářet také tzv. vymíláním (*milling*). K odstraňování materiálu dochází díky rastrování iontovým svazkem mnohokrát po sobě dle požadovaného vzoru [obr. 3.9]. Velikost kroku rastrování dle vzoru je rovna polovině FIB svazku z důvodu zajištění dostatečného překrytí stopy svazku. Tím dojde k zajištění rovnoměrného ozáření požadované oblasti iontovým svazkem, přičemž iontová dávka (iontů/cm²) je konstantní. Takže průměr svazku a velikost rastrované oblasti určuje počet kroků (počet pixelů), které musí svazek vykonat. Počet pixelů a čas potřebný na jeden pixel určují čas potřebný k dokončení jednoho rastru. Prodleva mezi jednotlivými kroky je označována z angl. jako *dwell time*.

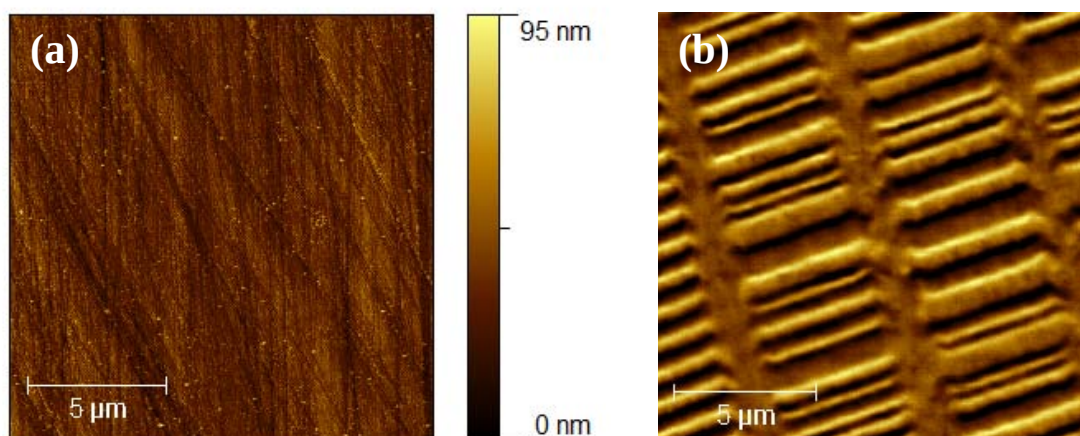


Obr. 3.9: Schematický obrázek parametrů expozice. Svazek opakovaně skenuje přes vymílanou oblast (oblast = $L \times W$, krok svazku = d_p , průměr svazku = d_i) [26].

Kapitola 4

Experimentální výsledky – magnetické vortexy

Důvodem experimentů, které jsou popsány v této kapitole, je současný trend ve vývoji magnetických záznamových datových médií a technik samotného datového zápisu. V současné době je totiž snaha o dosažení co největší hustoty zápisu na co nejmenší oblast povrchu. Tyto snahy mohou být realizovány mnoha způsoby, např. různé nové druhy povrchů záznamových médií, jiné techniky záznamu dat, využití nanostruktur k záznamu, aj. Právě možnosti využití posledního uvedeného způsobu jsou v této kapitole podrobeny zkoumání. V současné době jsou data uložena na magnetický disk [obr. 4.1(a)] ve formě jedniček a nul, která jsou dána spinovou orientací směrem nahoru nebo dolů [obr. 4.1(b)]. Navíc tyto magnetické domény (bity) jsou poněkud velké a tudíž hustota zápisu je relativně malá.



Obr. 4.1: (a) Topografie povrchu magnetického disku získaná pomocí mikroskopu AFM a (b) struktura magnetických domén (bitů) na stejném místě pořízená pomocí MFM.

V kapitole o magnetických doménách byla uvedena skutečnost, že pokud zmenšujeme jisté ohraničené magneticky aktivní objekty až na velikost několika stovek či desítek nanometrů, uvnitř těchto magnetických objektů dojde k vytvoření a jistému uspořádání magnetických domén. Tato, v některých případech pravidelná, uspořádání by mohla být využita k efektivnějšímu datovému záznamu. Jedním z příkladů může být uspořádání do tzv. vortexů (uspořádání magnetických domén), které vzniknou uvnitř uzavřených pravoúhlých nanoobjektů. Tyto vortexy pak obsahují 4 možnosti magnetické orientace. Tato skutečnost by mohla být využita v nové generaci záznamových médií, na kterých by data mohla být uložena

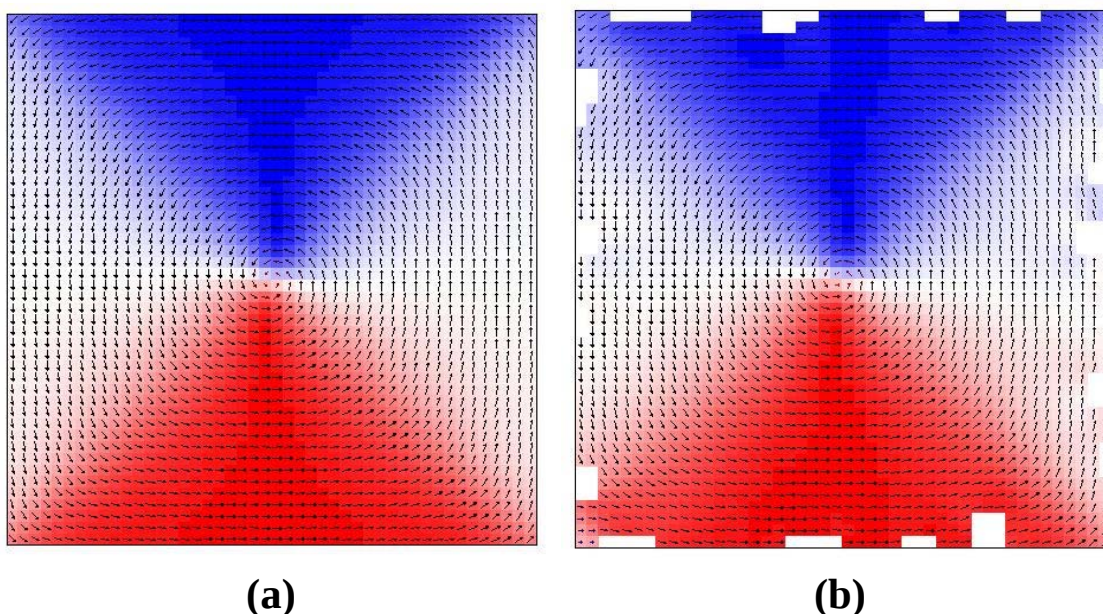
na daleko menším povrchu a s větší hustotou. Tyto magnetické vortexy jsou předmětem studia obsažené v této kapitole.

4.1 Simulace vortexů

Před samotnou experimentální činností i během ní bylo potřeba teoreticky zjistit chování magnetických vortexů v navrhovaných strukturách určených k jejich studiu. K tomuto účelu byl použit simulační program OOMMF (*Object Oriented MicroMagnetic Framework*).

Skutečnost, že uvnitř uzavřených nanostruktur tvořených tenkou vrstvou vznikne uspořádání magnetických domén ve formě vortexů byla očekávána. Neznámým parametrem však byl vliv kvality výroby těchto nanostruktur, resp. drsnost jejich hran (ohraničení), na výsledné uspořádání vortexů.

Rozměry nanostruktury pro simulaci byly zvoleny s přihlédnutím k rozměrům navrhované struktury a jí ohraničené nanoobjekty určené ke studiu magnetických vortexů. Zvolené parametry byly: rozměr $2300\text{ nm} \times 2300\text{ nm} \times 30\text{ nm}$, materiál kobalt. V prvním případě nebyla do simulace zahrnuta drsnost okrajů. Výsledný zrelaxovaný stav je znázorněn na obr. 4.1(a). V druhém případě již do simulace byla zahrnuta drsnost hran a výsledný zrelaxovaný stav je zobrazen na obr. 4.1(b). Z průběhu a výsledku simulace bylo zjištěno, že v případě okrajové drsnosti nanoobjektu je relaxace pomalejší a výsledného stavu je dosaženo po delší době. Dále bylo zjištěno, že doménové stěny jsou nepatrně širší než v případě ideální nanostruktury.

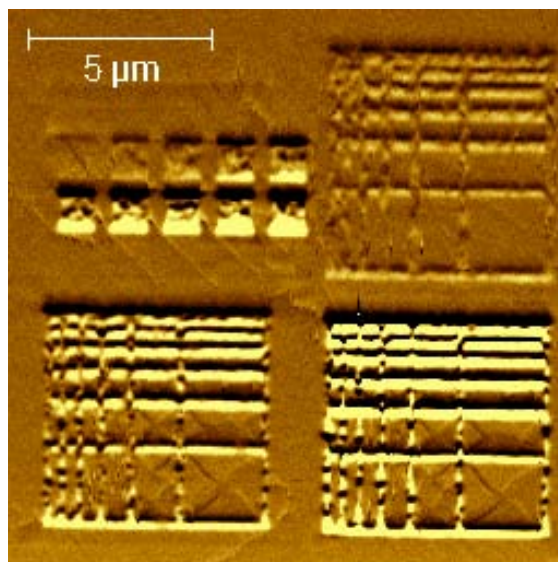


Obr. 4.1: Výsledky simulací uspořádání magnetických domén do formy vortexů v tenké vrstvě kobaltu. (a) Zrelaxovaný stav ideální nanostruktury a (b) struktury s okrajovou nedokonalostí. Čas potřebný k dosažení výsledného stavu byl v případě (b) delší a doménové stěny jsou v tomto případě nepatrně širší.

4.2 Vortexy v kobaltových nanostrukturách

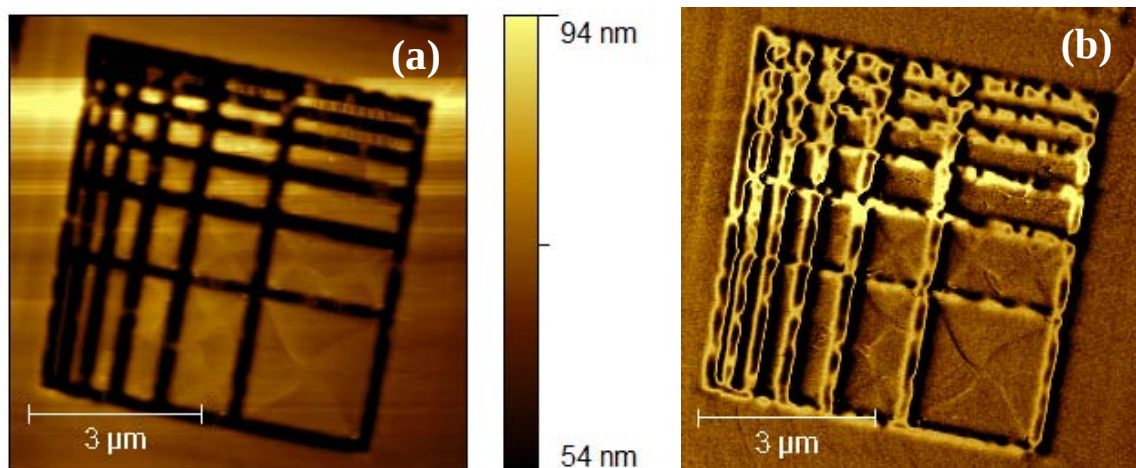
Jedním z materiálů použitých pro studium magnetických domén ve formě vortexů byl zvolen kobalt. Na křemíkový substrát byla pomocí depozice iontovým naprašováním (Ar^+ ionty s energií 600 eV) z kobaltového terče o čistotě 99,9% nanесena kobaltová vrstva o tloušťce 20 nm. Tloušťka byla kontrolována pomocí quartz krystal monitoru. Následně byla do této kobaltové vrstvy pomocí metody FIB vytvořena struktura odstupňované mřížky. Výsledkem je tedy struktura v povrchu kobaltové vrstvy, která je tvořena uzavřenými magneticky aktivními pravoúhlými nanostrukturami, které jsou různě velké a navzájem od sebe odděleny nemagnetickou oblastí. Tato mřížka, resp. nanostruktury, která tato mřížka obsahuje, byly zkoumány pomocí MFM techniky z důvodu studia uspořádání magnetických domén ve formě vortexů. Pro zjištění podmínek vzniku těchto vortexů v závislosti na různých tloušťkách uzavřených nanostruktur, byly tak při výrobě pomocí metody FIB použity tyto parametry: fokusovaný svazek Ga^+ iontů s energií 30 keV, stopa svazku cca 10 nm, proud svazkem 9 pA, *dwell time* (prodleva svazku v bodě) 50 μs , 100 μs a 150 μs pro různé mřížky. Tyto prodlevy zajistily různou tloušťku nanostruktur, a to 15 nm, 30 nm a 45 nm.

Na obr. 4.2 je zachycena oblast, na které byly vytvořeny zmíněné struktury. Tento obrázek je pořízen pomocí MFM a jedná se o snímek magnetické fáze. Je z něj patrná struktura uspořádání magnetických vortexů. Tyto magnetické vortexy jsou pozorovatelné díky magnetickému poli vycházejícímu z oblastí mezi jednotlivými magnetickými doménami, tj. doménovými stěnami. Tyto doménové stěny jsou díky použití tenkých vrstev, tj. omezením tloušťky nanostruktury, Blochova typu. Magnetizace v tomto druhu doménových stěn je orientována kolmo k povrchu vzorku, což vytváří vystupující magnetické pole, které je pomocí MFM detekováno. V těchto případech tedy nepozorujeme jednotlivé magnetické domény, ale doménové stěny mezi těmito doménami. Z obr. 4.2 je patrné, že pro struktury s tloušťkou 15 nm, tedy struktury vytvořené pomocí metody FIB s nejmenší časovou prodlevou svazku v bodě (*dwell time* 50 μs), žádné vortexy nevznikly. Tloušťka nanostruktur je tedy pro vznik vortexů velmi důležitým parametrem.



Obr. 4.2: Obrázek magnetické fáze pořízený MFM. Je zde zobrazena oblast, na které byly vytvořeny struktury odstupňované mřížky pomocí techniky FIB. Vpravo dole je struktura vytvořena největší iontovou dávkou (*dwell time* 150 μ s), tloušťka jednotlivých uzavřených nanostruktur je 45 nm. Vlevo dole je tloušťka nanostruktur 30 nm (*dwell time* 100 μ s) a vpravo nahoře 15 nm (*dwell time* 50 μ s). V případě tloušťky 15 nm žádné magnetické vortexy nevznikly.

Na obr. 4.3 jsou obrázky nanostruktur s největší tloušťkou (45 nm) pořízené pomocí AFM i MFM. Z obrázku topografie [obr. 4.3(a)] je kromě samotného povrchu částečně vidět i uspořádání magnetických vortexů. To je způsobeno tím, že magnetický signál (vystupující magnetické pole) je dostatečně silný k tomu, aby ovlivnil interakci mezi hrotem a povrchem vzorku.



Obr. 4.3: (a) Topografie struktury odstupňované mřížky získaná pomocí AFM a (b) obrázek magnetické fáze stejného místa pořízeného MFM. Z topografického snímku je patrné, že magnetický signál je dostatečně silný k tomu, aby byl schopný ovlivnit atomární síly mezi povrchem vzorku a hrotem.

4.3 Vortexy v NiFe nanostrukturách

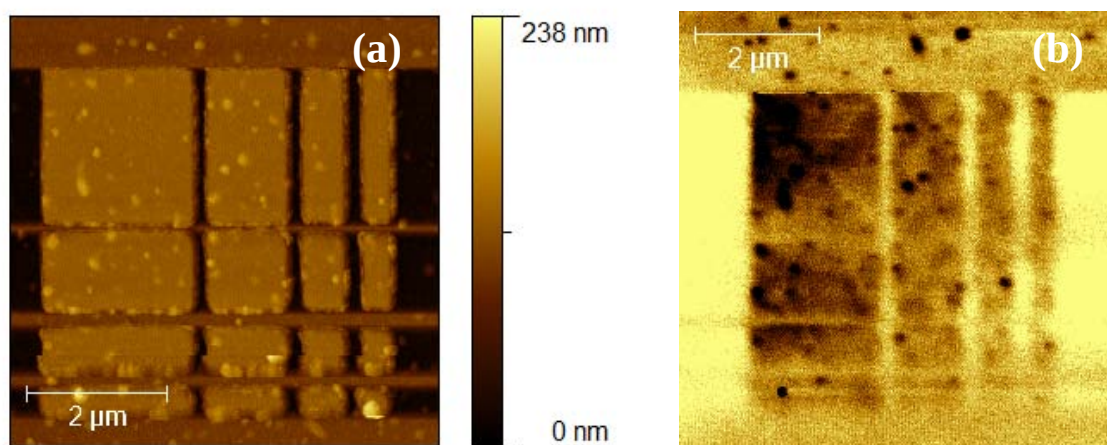
Další studium magnetických vortexů bylo zaměřeno na nanostruktury tvořené 100nm vrstvou NiFe. Při výrobě byl použit odlišný postup, než v případě kobaltových nanostruktur, skládající se ze dvou kroků:

- **1. krok** – nanosení rezistu PMMA 200 nm, expozicí $400 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ vytvořeny velké kontakty, vyvolání, depozice Ti (5 nm)/ Au (20 nm) / Al (100 nm), *lift off*.
- **2. krok** – nanosení rezistu PMMA 200 nm, expozicí $400 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ vytvořeny struktury (nanodráty + odstupňované mřížky), vyvolání, depozice iontovým naprašováním (Ar^+ ionty s energií 600 eV) z $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ terče o čistotě 99,9%. Tloušťka byla změřena pomocí QCM (*Quartz Crystal Monitor*).

Uspořádání magnetických vortexů bylo zkoumáno pomocí dvou odlišných struktur. V prvním případě se opět jedná o nanobjekty vytvořené pomocí odstupňované mřížky. Ve druhém případě jde pak o nanodráty, které jsou umístěny na velkých kontaktech. Tyto nanodráty, které byly použity, jsou primárně určeny k jiné experimentální činnosti, která ale není předmětem této diplomové práce.

Na obr. 4.4 je AFM a MFM snímek nanostruktur, vytvořených pomocí odstupňované mřížky. Tloušťka takto vytvořených NiFe nanostruktur je 100 nm. V případě topografie [obr. 4.4(a)] zde není patrný žádný magnetický signál, jak tomu bylo v případě kobaltových nanostruktur. Na obr. 4.4(b) je magnetická fáze stejného místa. Je zde patrný náznak přítomnosti vortexové struktury uvnitř uzavřených nanoobjektů. Intenzita vystupujícího

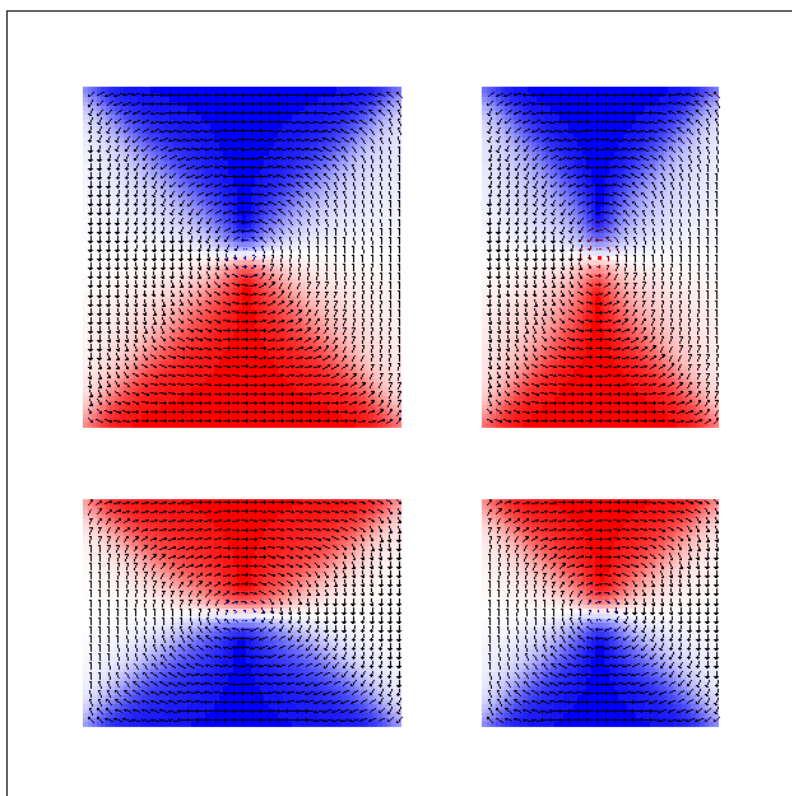
magnetického pole je však velmi slabá. Bylo nutné rastrovat ve velmi malé vzdálenosti od povrchu vzorku, aby mohl být tento slabý magnetický signál zaznamenán. V důsledku této malé vzdálenosti mezi povrchem vzorku a hrotem a v důsledku nedokonalostí povrchu docházelo k ovlivňování magnetického signálu atomární silou. To je patrné na obrázku magnetické fáze [obr. 4.4(b)], ve kterém jsou mimo slabého magnetického signálu patrné i povrchové nerovnosti.



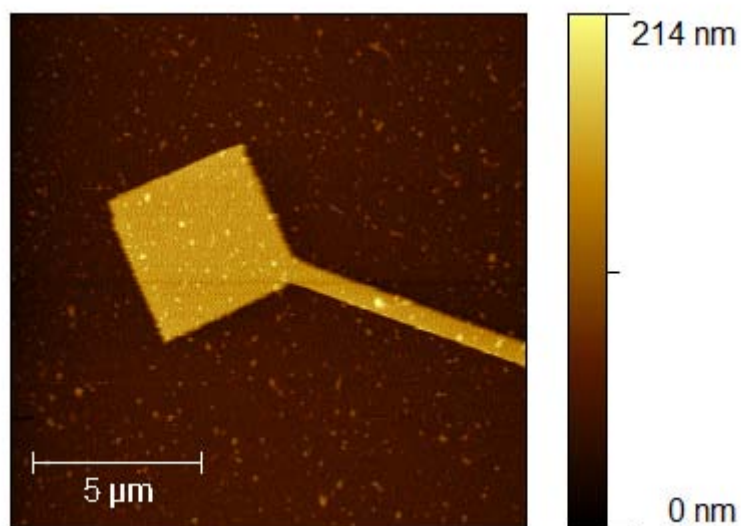
Obr. 4.4: (a) Obrázek topografie a (b) magnetické fáze nanoobjektů tvořených NiFe o tloušťce 100 nm. V tomto případě je intenzita vystupujícího magnetického pole velmi malá a proto dochází během získávání magnetického signálu k ovlivňování automatickými silami.

Z důvodu malé intenzity vystupujícího magnetického pole a snahy o zjištění vortexového uspořádání, byla část této nanostruktury nasimulována pomocí programu OOMMF [obr. 4.5]. Simulovaná oblast představuje čtyři nejmenší nanoobjekty patrné na topografickém obrázku struktury odstupňované mřížky v pravém dolním rohu [obr. 4.4(a)]. Ze simulací je vidět, že v každém nanoobjektu vznikne magnetický vortex. Dále je z těchto simulací patrné, že sousedící objekty, které jsou od sebe odděleny nemagnetickou bariérou, jsou mezi sebou navzájem ovlivňovány. To je znázorněno souhlasným směrem orientace magnetizace uvnitř těchto nanoobjektů (červená barva).

Druhým typem struktur, pomocí kterých byla zkoumána vortexová struktura, byly nanodráty o tloušťce 100 nm. Topografie těchto nanodrátů je patrná na obr. 4.6. Tyto nanodráty vycházely z pravoúhlé struktury ve tvaru čtverce. Tato oblast byla podrobena zkoumání z důvodu vzniku magnetického vortexu.

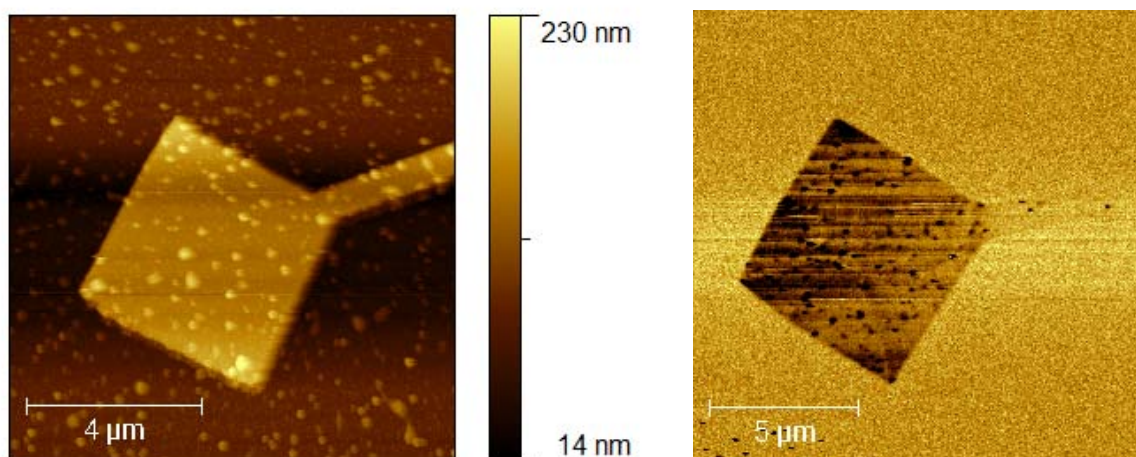


Obr. 4.5: Výsledek simulace části nanostruktury. Sousedící nanoobjekty jsou i přes nemagnetickou bariéru navzájem ovlivňovány (znázorněno červenou barvou).

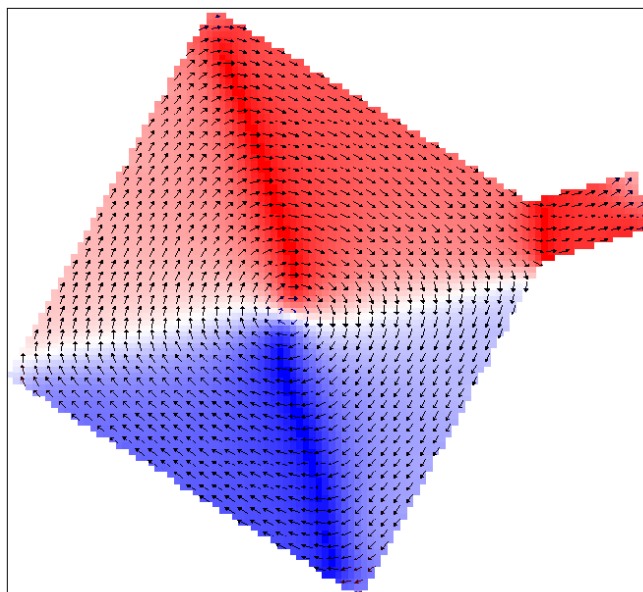


Obr. 4.6: Topografie části nanodráty o tloušťce 100 nm. Oblast, ze které nanodrát vychází byla podrobena studiu z důvodu možnosti vzniku magnetického vortexu.

Na obr. 4.7 je topografie i obrázek magnetické fáze oblasti nanodrátu, která byla předmětem studia. Z předcházejících experimentů zabývajících se NiFe strukturami byla předpokládána velmi malá intenzita vystupujícího magnetického pole z této nanostruktury a ovlivňování topografií. Tento slabý signál může být pravděpodobně způsoben velkou tloušťkou této nanostruktury (100 nm). Primárně však byla tato struktura vytvořena k jiným experimentům, tudíž v tomto případě nebyla zkoumána závislost tloušťky na vzniku magnetických vortexů. Přes tyto obtíže byl pořízen MFM obrázek, na kterém je patrná přítomnost magnetického vortexu. Z důvodu velmi špatného kontrastu bylo přistoupeno rovněž k simulaci této oblasti. Na obr. 4.8 je výsledek simulace, ze kterého je patrné, že vystupující nanodrát významně ovlivňuje uspořádání magnetických domén uvnitř takové nanostruktury. Doménová stěna v tomto případě nevystupuje přímo z rohu nanobjektu a výsledný magnetický vortex tudíž není symetrický.



Obr. 4.7: (a) Obrázek topografie a (b) magnetické fáze části nanodrátu, která byla předmětem studia. Na obrázku pořízeném pomocí MFM je patrný náznak přítomnosti magnetického vortexu. Intenzita vystupujícího magnetického pole je však velmi slabá a z důvodu rastrování v blízkosti povrchu vzorku odchází ke značnému ovlivňování atomárními silami mezi povrchem vzorku a hrotem.



Obr. 4.8: Výsledek simulace oblasti, ze které vystupuje nanodrát. Tento nanodrát významně ovlivňuje strukturu vzniklého magnetického vortexu.

Shrnutím těchto experimentů můžeme říci, že nejlepších výsledků v pozorování magnetických vortexů uvnitř uzavřených pravoúhlých nanoobjektů bylo dosaženo v případě použití kobaltu. V případě použití NiFe byla magnetická intenzita vystupujícího magnetického pole z doménových stěn Blochova typu velmi slabá. V důsledku toho bylo nutné rastrovat velmi blízko povrchu vzorku a docházelo tak k ovlivňování atomárními silami mezi povrchem vzorku a hrotem.

Kapitola 5

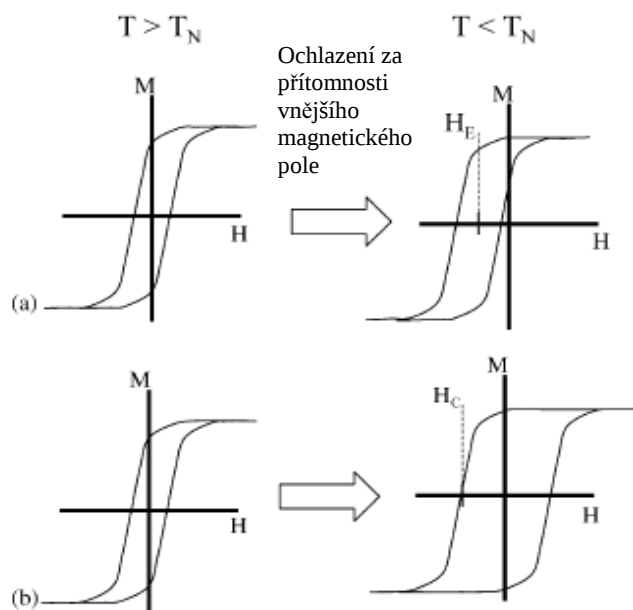
Exchange bias³

Fyzikální jev zvaný *exchange bias* byl poprvé objeven ve výzkumných laboratořích společnosti General Electric Company W. H. Meiklejohnem a C. P. Beanem v roce 1956 [27] a byl popsán v mnoha různých publikacích [28, 29]. Hlavním projevem existence *exchange bias* je posun magnetické hysterezní smyčky, H_E , podél osy magnetizace. Pro antiiferomagnetika je tento jev patrný po ochlazení pod Néelovu teplotu⁴, T_N , za přítomnosti vnějšího magnetického pole. Pro feromagnetika se tento jev objeví při ochlazení pod Curieho teplotu⁵, T_C . Podmínkou je systém obsahující rozhraní mezi antiiferomagnetickou a feromagnetickou vrstvou [obr. 5.1(a)]. K tomuto posuvu magnetické hysterezní smyčky se váží další změny vlastností. V nanostrukturách jde pravděpodobně nejčastěji o zvýšení hodnoty koercitivního pole (koercitivity), H_C , při ochlazování pod Néelovu teplotu, T_N , za přítomnosti vnějšího magnetického pole [obr. 5.1(b)].

³ Pojem *exchange bias* nemá v češtině ekvivalentní vyjádření. Snaha o vytvoření českého výrazu např. v podobě „výměnný posuv“ či jiný, zde není na místě a vedl by pouze k nepřesnému vyjádření a zbytečnému matení čtenáře. Proto bude ve všech případech použit originální anglický výraz.

⁴ V roce 1930 Luis Néel vyslovil domněnku existence magnetického chování zvaného antiiferomagnetismus v protikladu k feromagnetismu. Toto chování mizí nad určitou teplotou zvanou Néelova teplota (T_N).

⁵ Curieova teplota (T_C) je charakteristická vlastnost feromagnetických a piezoelektrických látek, kterou popsal francouzský fyzik Pierre Curie. Nad Curieovou teplotou ztrácí látka své feromagnetické (či piezoelektrické) vlastnosti.



Obr. 5.1: Schematický obrázek ukazující hlavní efekty způsobené vzájemným působením feromagnetika a antiferomagnetika, jako je (a) posuv magnetické hysterezní smyčky a (b) zvýšení koercitivního pole (koercitivity) [29].

5.1 Fyzikální původ a základní pojmy

Fyzikální původ *exchange bias* je všeobecně chápán jako vzájemné působení komponent antiferomagnetických a feromagnetických materiálů na jejich rozhraní. Mikroskopický pohled na toto vzájemné působení, které vede ke vzniku *exchange bias*, je více kontroverzní a doposud bylo publikováno mnoho modelů snažících se toto vzájemné působení popsat. Intuitivní popis je daleko jednodušší.

Jev *exchange bias* se dá tedy popsat jako uspořádávání spinů v antiferomagnetiku, které určují orientaci magnetizace, na rozhraní antiferomagnetika a feromagnetika paralelně vzhledem k orientaci spinů ve feromagnetiku. Toto uspořádávání se děje při ochlazování za přítomnosti vnějšího magnetického pole. Vzájemné působení mezi spiny antiferomagnetika a feromagnetika na rozhraní se projeví jako dodatečný „kroutící moment“ spinů ve feromagnetiku, které musí vnější pole překonat. V závislosti na velikosti magnetické anizotropie antiferomagnetika je možné z tohoto jednoduchého intuitivního modelu vyvodit dva odlišné limitní případy.

Pokud je anizotropie antiferomagnetika velká, měli bychom pozorovat posun magnetické hysterezní smyčky. Zatímco pro malou anizotropii antiferomagnetika jediným pozorovaným jevem by mělo být zvýšení koercitivního pole (koercitivity) bez jakéhokoliv posunu. Nicméně, v zásadě mohou být tyto jevy pozorovány současně. Například v důsledku strukturních defektů nebo různých velikostí zrn, které přináší lokální změny anizotropie antiferomagnetika.

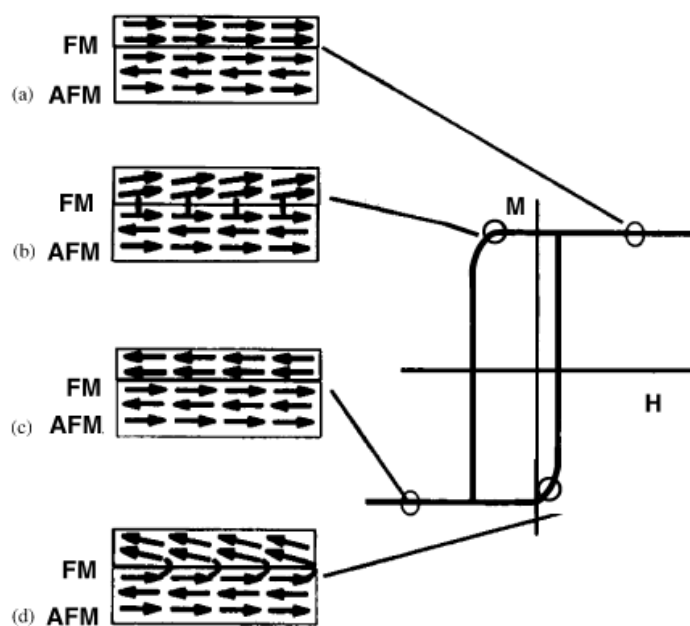
Na obr. 5.2 je schematicky znázorněna spinová konfigurace feromagnetické a antiferomagnetické vrstvy před a po ochlazování. Pokud aplikujeme dostatečně velké vnější magnetické pole charakterizované magnetickou intenzitou $\vec{H}$ a teplotu T takovou, že platí $T_N < T < T_C$, všechny spiny ve feromagnetické vrstvě se orientují ve směru tohoto magnetického pole. Jinými slovy, feromagnetikum bude saturováno. Během tohoto stavu, pokud pro teplotu platí, že $T > T_N$, bude orientace spinů v antiferomagnetiku náhodná. Pokud však bude systém feromagnetikum-antiferomagnetikum při ochlazování přecházet Néelovu teplotu, T_N , začne se v orientaci spinů, tedy v celkové orientaci magnetizace, v antiferomagnetiku objevovat následující jev: Na rozhraní antiferomagnetika a feromagnetika během ochlazování spiny obou komponent spolu začínají interagovat. Jedno z možných vysvětlení je takové, že první vrstva spinů v antiferomagnetiku se bude snažit orientovat paralelně se spiny ve feromagnetiku (za předpokladu feromagnetické interakce na rozhraní), zatímco další zbývající vrstvy spinů v antiferomagnetiku se budou orientovat antiparalelně. Tento systém orientace je nezbytný, aby zůstala výsledná magnetizace antiferomagnetika nulová.



Obr. 5.2: Schematický obrázek spinové konfigurace systému antiferomagnetické a feromagnetické vrstvy před a po ochlazování za přítomnosti vnějšího magnetického pole charakterizovaného magnetickou intenzitou $\vec{H}$ [29].

Na obr. 5.3 je schematicky znázorněno uspořádání spinů v systému feromagnetické a antiferomagnetické vrstvy pro různá místa magnetické hysterezní smyčky. Po ochlazovacím procesu, během kterého bylo přítomno vnější magnetické pole, jsou spiny na rozhraní v antiferomagnetické i feromagnetické vrstvě k sobě orientovány paralelně [obr. 5.3(a)]. Pokud začneme magnetické pole stáčet, spiny ve feromagnetické vrstvě se začnou stáčet také. Nicméně, pokud je anizotropie antiferomagnetika, K_{AFM} , dostatečně velká, což je velmi častý případ, spiny v antiferomagnetické vrstvě zůstanou fixovány. To má, v důsledku vzájemné interakce mezi feromagnetickou a antiferomagnetickou vrstvou, za následek vznik

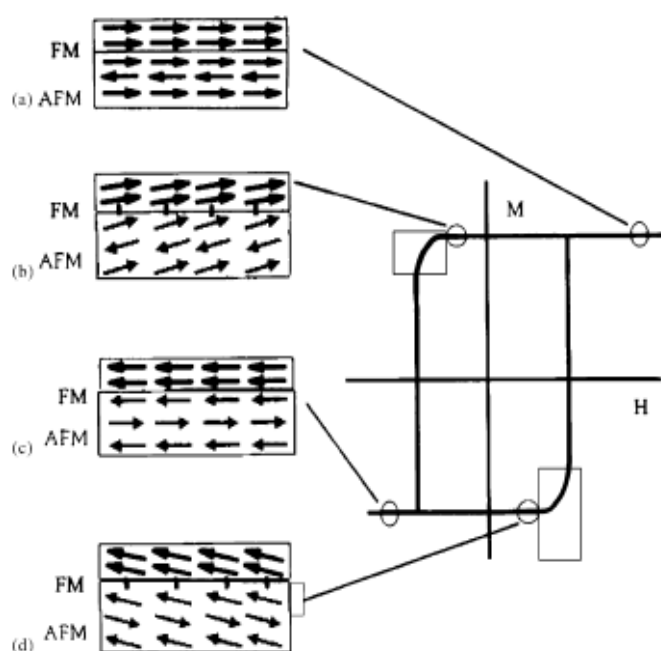
mikroskopického silového momentu od spinů ve feromagnetiku. Tento silový moment se snaží udržet spiny v jejich původní orientaci [obr. 5.3(b)]. Z tohoto důvodu bude magnetické pole potřebné ke kompletní změně magnetizace ve feromagnetické vrstvě větší, než kdyby tato vrstva nebyla ovlivněna antiiferomagnetickou vrstvou. Jinými slovy, je zapotřebí dodatečné magnetické pole, které překoná mikroskopický silový moment spinů v antiiferomagnetické vrstvě. Jako důsledek pozorujeme zvětšení koercitivity v záporné části magnetické hysterezní smyčky [obr. 5.3(c)]. Naopak, pokud se magnetické pole vrací zpět ke kladným hodnotám, rotace spinů v antiiferomagnetické vrstvě bude snadnější, než kdyby tato vrstva nebyla ovlivněna feromagnetickou vrstvou. A to proto, že interakce se spiny v antiiferomagnetiku pomáhá při změně magnetizace. Jinými slovy, antiiferomagnetikum bude přispívat mikroskopickým silovým momentem ve stejném směru jako aplikované magnetické pole [obr. 5.3(d)]. Proto je koercitivní pole v kladné části magnetické hysterezní smyčky zmenšeno. Výsledným efektem bude posun magnetické hysterezní smyčky podél osy magnetizace, neboli *exchange bias*, H_E . Důsledkem je, že spiny v antiiferomagnetiku mají pouze jednu stabilní konfiguraci (jednosměrná anizotropie).



Obr. 5.3: Schematický obrázek spinové konfigurace feromagnetické a antiiferomagnetické vrstvy při různých stavech posunutí magnetické hysterezní smyčky pro systém s velkou anizotropií antiiferomagnetika, K_{AFM} [29].

Pro případ nízké anizotropie antiiferomagnetika je situace odlišná [obr. 5.4]. Tak jako v předchozím případě po ochlazovací proceduře jsou spiny v obou vrstvách orientovány ve stejném směru [obr. 5.4(a)]. Pokud se tedy magnetické pole začne obracet, spiny ve feromagnetiku se začnou také stáčet. Navíc ale platí, že pokud je anizotropie v antiiferomagnetiku extrémně nízká, jak předpokládáme, spiny v antiiferomagnetiku budou ovlivňovány spiny ve feromagnetiku [obr. 5.4(b)]. Jinými slovy, energeticky výhodnější bude,

když spiny v antiferomagnetiku i ve feromagnetiku začnou rotovat společně. Dodatečná energie, která je spojena s nezvratným stáčením spinů v antiferomagnetiku, se projeví jako zvýšení koercitivity. Po saturaci v negativních hodnotách magnetického pole se pak projevuje analogické chování [obr. 5.4(c) a (d)]. Pro tento případ nízké anizotropie v antiferomagnetiku se nepozoruje žádný posun magnetické hysterezní smyčky podél osy magnetizace. Magnetické pole potřebné k otočení magnetizace jak v kladných, tak záporných hodnotách se ale zvětší, tzn. že magnetická hysterezní smyčka se stane širší. Když se teplota přiblíží k Néelově teplotě, T_N , anizotropie antiferomagnetika se zmenší. To vede k tomu, že systém, který má anizotropii antiferomagnetika velkou se snaží transformovat na systém, který má anizotropii antiferomagnetika nízkou pro teploty blízké k T_N . Tento efekt někdy vede k zajímavému jevu, jako je zvětšení koercitivity H_C blízko k T_N [28].



Obr. 5.4: Schematický obrázek spinové konfigurace systému antiferomagnetikum-feromagnetikum pro různé fáze magnetické hysterezní smyčky pro systém s malou anizotropií antiferomagnetika K_{AFM} [29].

5.2 Efekty v systému tvořeného nanostrukturami

Jak je zřejmé z předchozí kapitoly, existence *exchange bias* je úzce spjata s magnetickým uspořádáním antiferomagnetika. Tudiž, pokud se zvyšuje teplota a je dosaženo Néelovy teploty T_N antiferomagnetika, *exchange bias* zmizí. Bylo ale často pozorováno zejména v systémech tvořených nanostrukturami, že *exchange bias* zmizí za teplot mnohem menších, než je Néelova teplota T_N . Teplota, při které je posun magnetické hysterezní smyčky (*exchange bias*) nulový, $H_E = 0$, se nazývá *blokovací teplota*, T_B . V systémech tvořených vysoce kvalitními tenkými vrstvami s tlustou antiferomagnetickou vrstvou je většinou

pozorováno, že Néelova teplota i blokovací teplota jsou přibližně stejné, $T_B \approx T_N$. Zatímco v jiných systémech s velmi tenkou nebo polykrystalickou antiferomagnetickou vrstvou má blokovací teplota tendenci být větší než Néelova teplota, $T_B > T_N$. Tento efekt může být velice důležitý v systémech tvořených nanočásticemi, protože použité vrstvy jsou většinou velmi tenké (pouze několik nm) a často polykrystalické. Nicméně může být tento efekt mikrostruktur za blokovací teploty T_B daleko lépe kontrolován, pokud použijeme litograficky vyrobené nanostruktury. Z pohledu blokovací teploty T_B se pak tyto nanostruktury mohou chovat jako systém tvořený tenkými vrstvami.

Dalším efektem, který může být velmi důležitý v systémech tvořených nanostrukturami, je závislost *exchange bias* H_E a koercitivity H_C na tloušťce feromagnetické vrstvy t_{FM} . Z výše uvedených skutečností pro vznik *exchange bias* plyne, že posun magnetické hysterezní smyčky je nepřímo úměrný k tloušťce feromagnetické vrstvy, $H_E \sim 1/t_{FM}$. Tato skutečnost může mít vážný důsledek v systémech tvořených nanostrukturami, protože tloušťky feromagnetických vrstev (nebo také poloměry nanočástic) jsou většinou malé. Proto můžeme očekávat velký posun magnetické hysterezní smyčky. Čistá závislost H_C na tloušťce feromagnetické vrstvy je mnohem komplexnější problém, ale je jasné, že koercitivita by měla být větší pro systémy tvořené nanostrukturami s vrstvami o malé tloušťce (nebo pro menší poloměry nanočástic).

Podobně závislost *exchange bias* H_E a koercitivity H_C na tloušťce antiferomagnetika, t_{AFM} , může také významně ovlivnit vlastnosti systémů tvořených nanostrukturami. Ve skutečnosti je závislost H_E a H_C na tloušťce antiferomagnetické vrstvy daleko komplikovanější než v případě feromagnetické vrstvy. Pokud přihlídneme k výše uvedenému intuitivnímu modelu, *exchange bias* H_E by měl být nulový pro tloušťku antiferomagnetické vrstvy, pro kterou platí

$$K_{AFM} t_{AFM} < J_{FM-AFM} , \quad (5.1)$$

kde J_{FM-AFM} je výměnná energie na rozhraní mezi antiferomagnetickou a feromagnetickou vrstvou. Nad kritickou tloušťkou danou vztahem

$$t_{AFM} = J_{FM-AFM} / K_{AFM} , \quad (5.2)$$

by měl *exchange bias* H_E být konstantní a mělo by platit, že

$$H_E = J_{FM-AFM} / M_{FM} t_{FM} , \quad (5.3)$$

kde M_{FM} je magnetizace feromagnetické vrstvy. Na druhou stranu, by hodnota H_C měla růst s tloušťkou antiferomagnetika t_{AFM} , dokud není dosaženo kritické tloušťky, kdy by měla klesnout k hodnotě koercitivity H_C pro feromagnetickou vrstvu neovlivněnou antiferomagnetickou vrstvou. Experimentálně se v systémech feromagnetických a antiferomagnetických vrstev toto chování v poslední době skutečně pozoruje.

Nyní je však třeba říci, že díky defektům, různé velikosti zrn a anizotropii bývají popisované jevy poněkud zkresleny. Například v systémech tvořených tenkými vrstvami je často pozorován poněkud strmý nárůst H_E se zvětšující se tloušťkou antiiferomagnetika. Tento strmý nárůst *exchange bias* je často doprovázen maximem koercitivity H_C blízko kritické teploty antiiferomagnetika. Kromě toho, byla v nedávné době potvrzena v systémech tvořených tenkými vrstvami existence kritické tloušťky, která závisí na anizotropii antiiferomagnetika K_{AFM} [30].

Nakonec je také důležité zmínit, že *vedlejší smyčky* [31], což jsou magnetické hysterezní smyčky, ve kterých alespoň jedna větev byla měřena polem menším, než je pole saturační (pole nezbytné k tomu, aby byly všechny spiny ve feromagnetiku paralelní k aplikovanému poli), vykazují také různá koercitivní pole pro klesající a rostoucí části magnetických hysterezních křivek. Tento efekt je také popisován jako „posun hysterezní smyčky“. Ve skutečnosti je tento posun neodmyslitelným jevem ovlivňujícím všechny magnetické materiály v případech, když nejsou přesně satureovány, a nemá vůbec žádné přímé spojení s *exchange bias* efekty. Tento efekt může být obzvláště důležitý pro malé částice a magneticky tvrdé systémy, kde saturační pole může být často vysoké a tudíž obtížně dosažitelné s běžně dostupnými aparaturami.

5.3 Využití polí antiteček

Exchange bias efekty jsou intenzivně zkoumány přednostně v tenkých vrstvách vzhledem k jejich technologickým aplikacím v magnetoelektrických zařízeních, jako jsou magnetické RAM paměti a magnetorezistivní čtecí hlavy [32], nebo jako možnost rozšíření stability magnetických záznamových médií [33, 34]. Za počátkem zkoumání tohoto efektu v systémech tvořených nanostrukturami stojí neustálá miniaturizace přístrojů a drastické zvyšování hustoty zápisu na magnetická média. *Exchange bias* v nanostrukturách může být použit pro zkoumání velikostí magnetických domén a může být také použit jako dodatečný laditelný zdroj anizotropie ke stabilizaci magnetizace. Pro zkoumání *exchange bias* efektu je však často nezbytné vytvořit systém s hustou, pravidelnou geometrií. Z fundamentálního hlediska, zredukování příčných rozměrů systému antiiferomagnetikum-feromagnetikum může podstatně změnit doménovou strukturu dané vrstvy, což vede ke značným změnám ve velikosti H_E a H_C . Ačkoliv byl jev *exchange bias* zkoumán v různých systémech tvořených nanostrukturami [29, 35, 36], publikované výsledky velikostí H_E nejsou stejné a některé si odporují. Tyto rozdílné výsledky mohou být připisovány různým materiálům nebo litografickým technikám, které byly při těchto studiích použity. Z toho důvodu je naléhavé vyšetřit *exchange bias* v systémech tvořených nanostrukturami, ve kterých mohou být efekty, způsobené redukcí rozměrů daných nanostruktur, jednoduše prozkoumány. Nedávno bylo demonstrováno, že uspořádaná geometrie polí antiteček, které sestávají z „nemagnetických děr“ nebo antiteček zabudovaných v souvislé magnetické vrstvě, mohou být dobře použity pro zkoumání *exchange bias* jevu v systémech s redukovanými příčnými rozměry [37]. Bylo také pozorováno, že se velikost H_E zvyšuje, pokud se zvětšuje velikost antiteček.

Využití polí antiteček v nedávné době tedy přitahuje tolik pozornosti, protože mohou být použita pro aplikace v nové generaci magnetických záznamových médií. Navíc, z fundamentálního hlediska, je vcelku zajímavé zkoumat pole antiteček k lepšímu pochopení geometricky uspořádaným systémům. V literatuře bylo přiblíženo několik způsobů jak vytvářet tato pole magnetických antiteček (EBL, UV litografie, rentgenovská litografie, pomocí blokových kopolymerových matric a pomocí samouspořádávajících se anodizovaných Al_2O_3 matric (AAO)). Mimo jiné, metody používající blokové kopolymery a AAO matrice mají některé výhody, jako je jednoduchost a nízká cena výroby a možnost vytvářet tyto struktury na velkých plochách.

Několik výzkumných skupin se v současnosti zabývá studiem polí magnetických antiteček vytvořených na velkých plochách pomocí těchto dvou metod [38, 39]. Nicméně bylo publikováno jen velmi málo studií zabývajících se *exchange bias* efektem mezi feromagnetiky a antiiferomagnetiky při použití polí antiteček. Mezi těmito několika málo pracemi však nebyla dosud žádná, která by se tímto jevem zabývala použitím tenkých vrstev.

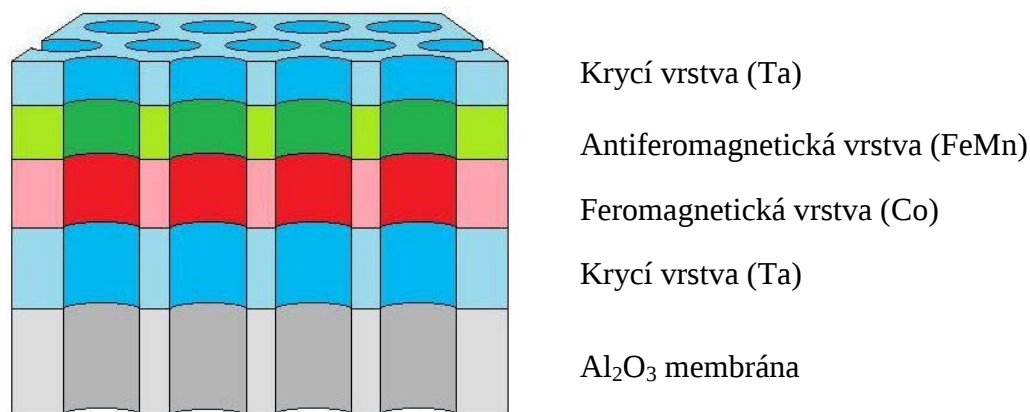
Kapitola 6

Experimentální výsledky - Exchange bias

Veškerá experimentální činnost včetně všech experimentů a vyhodnocovacích technik byla tedy motivována fyzikálními jevy uvedenými v předchozích kapitolách. Úkolem bylo navrhnout systém, pomocí kterého by bylo možné sledovat možné zvýšení koercitivity H_C a *exchange bias* H_E . Jednou z hlavních podmínek ke studiu těchto jevů bylo použití polí antiteček. Tato stanovená podmínka vyplývá z předchozích odstavců, kde byly zmíněny výhody použití takového druhu systému. Další podmínkou pro strukturu navrhovaného systému bylo použití tenkých vrstev, a to proto, že tento typ experimentů nebyl dosud publikován.

6.1 Návrh systému ke studiu exchange bias efektu

Systém byl tedy navržen tak, jak je patrné na obr. 6.1. Jako substrát byla zvolena Al_2O_3 membrána. První tenká vrstva slouží jako krycí vrstva, která eliminuje drsnost povrchu substrátu. Další vrstva je tvořena feromagnetickým materiálem a následující vrstva anti feromagnetickým materiálem. Tyto dvě vrstvy jsou „funkční“ vrstvy zkoumaného systému. Poslední vrstva je opět krycí vrstva a zabraňuje oxidaci. Dohromady tyto vrstvy tvoří požadovaný systém polí antiteček, který je předmětem studia. Materiály pro jednotlivé vrstvy byly zvoleny na základě jejich vlastností (především magnetických) a také v závislosti na momentální dostupnosti. Pro obě krycí vrstvy byl jako materiál zvolen tantal (Ta), protože jeho vlastnosti jsou takové, že neovlivňují zkoumané magnetické jevy. Jako feromagnetický materiál byl vybrán kobalt a anti feromagnetický materiál železomangan (FeMn). Tyto dva materiály nebyly zvoleny náhodně, ale s ohledem na publikovanou literaturu. Experimentálně bylo totiž zjištěno, že pro systémy tvořeny těmito dvěma materiály se dosahuje nejlepších hodnot změn H_C a H_E .



Obr. 6.1: Schematický obrázek navrhované struktury tvořené jednotlivými vrstvami z různých materiálů.

6.2 Určení tloušťky jednotlivých vrstev

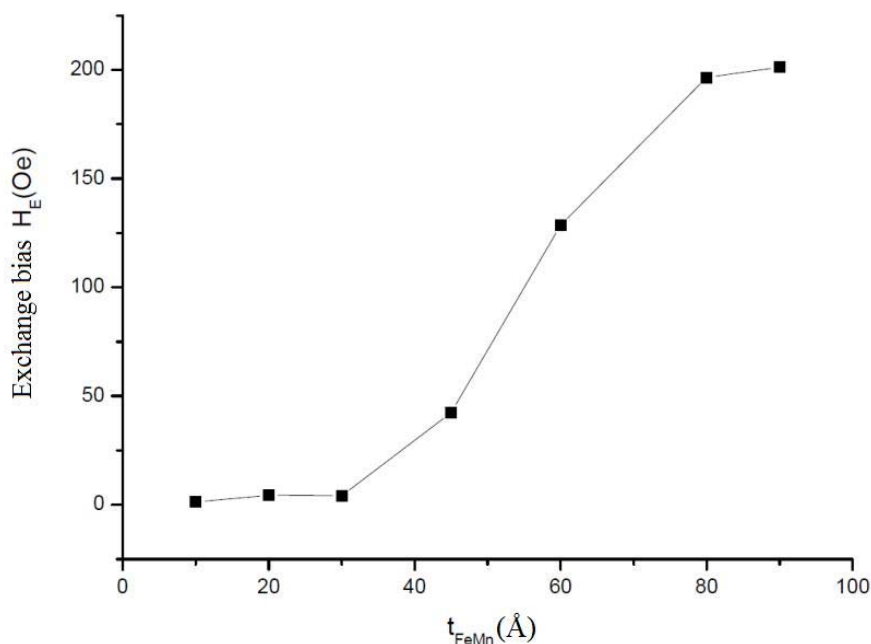
Po návrhu struktury a volbě materiálů pro jednotlivé vrstvy bylo nezbytné stanovit jejich tloušťky. Pro depozici těchto tenkých vrstev byla zvolena metoda PECVD⁶. Během depozice byla průměrná hodnota tlaku v aparatuře řádově 10^{-8} mbar a tlak argonu 3×10^{-3} mbar. Jako substrát pro testovací vzorky byl použit Si(111) a Si(100)/SiO₂.

Nejprve bylo potřeba stanovit rychlost depozice jednotlivých materiálů. Pro tento účel byla vytvořena sada testovacích vzorků, na které se po určité době a za určitého napětí, které určuje stupeň ionizace plazmy během depozice, nanese jedna vrstva daného materiálu. Pomocí reflektometrie pak byla tato vrstva analyzována a stanovena její tloušťka. Díky tomu byla stanovena rychlost depozice jednotlivých materiálů a bylo možné začít s depozicí sady testovacích vzorků pro určení tloušťky jednotlivých vrstev pro zkoumaný systém. Pro tento účel bylo vytvořeno velké množství testovacích vzorků a systém depozice byl nastaven tak, že vždy jedna funkční vrstva měla proměnlivou tloušťku a zbylá funkční vrstva byla fixována na určité hodnotě. Pro krycí vrstvy byla ještě před samotnou depozicí určena jejich tloušťka tak, že pomocí techniky AFM byla zjištěna povrchová drsnost substrátů. Naměřené nerovnosti nepřesahovaly hodnotu 8 nm a proto byla pro první krycí vrstvu zvolena tloušťka 10 nm. Tloušťka druhé krycí vrstvy, která měla chránit nižší vrstvy před oxidací, zvolena 3 nm. Tyto tloušťky byly záměrně voleny co nejmenší, aby bylo dosaženo co možná nejlepších výsledků v získávání informací o interakci mezi feromagnetickou a antiferomagnetickou vrstvou.

Z důvodů uvedených výše byl jako materiál pro funkční vrstvy zvolen kobalt a FeMn a bylo potřeba určit tloušťky těchto vrstev, aby daný systém měl co nejlepší výsledky ve zvýšení H_C a H_E . Tyto hodnoty pro jednotlivé testovací vzorky byly získány vyhodnocením

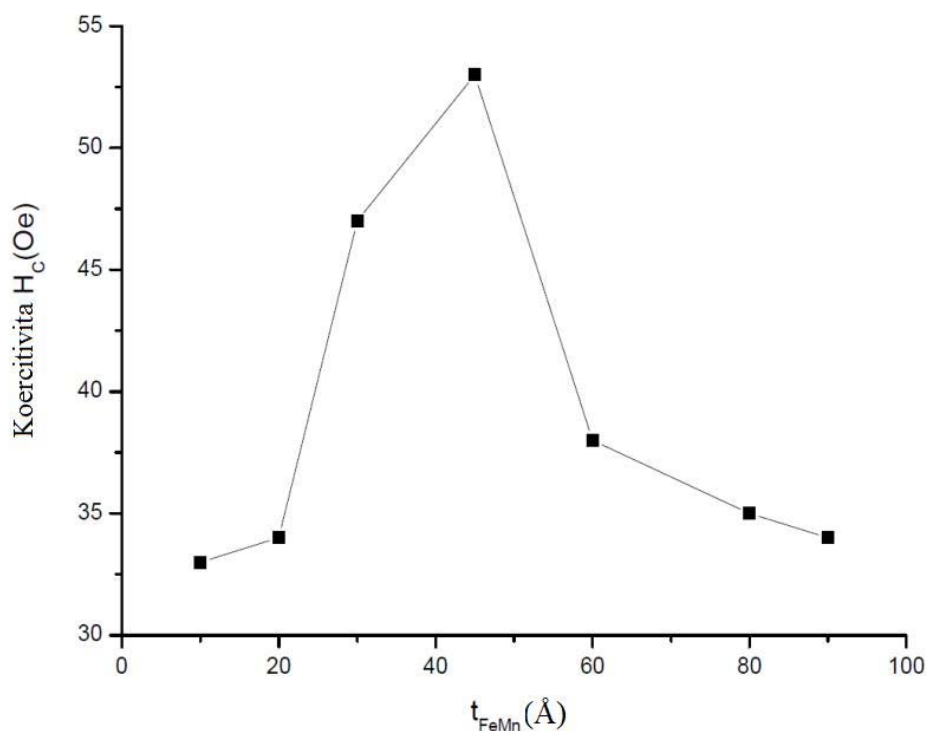
⁶ PECVD (*Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition*) je metoda používaná k depozici tenkých vrstev z plynného stavu do pevného stavu na substrát. Chemické procesy samotné depozice začínou až po vytvoření plazmy z reakčního plynu. Plazma je nejčastěji vyrobena pomocí výboje střídavého proudu mezi dvěma elektrodami, přičemž prostor mezi těmito elektrodami je vyplněn reakčním plynem (v tomto případě argonem).

dat ze dvou použitých technik, a to pomocí fokusovaného Kerrova mikroskopu a pomocí metody VSM⁷. Díky těmto dvěma technikám byly získány magnetické hysterezní smyčky pro jednotlivé testovací vzorky a z těchto křivek byly získány jednotlivé hodnoty H_C a H_E . Z experimentů i s přihlédnutím k literatuře byla pro kobalt stanovena jako optimální tloušťka 8 nm. Na obr. 6.2 a obr. 6.3 jsou vynešeny hodnoty H_C a H_E v závislosti na různých tloušťkách FeMn vrstvy. Na základě těchto údajů pak byly stanoveny dvě tloušťky pro FeMn vrstvu, a to 9 nm z důvodu maximálního H_E a 4,5 nm, ve kterých dosahuje systém největšího zvýšení H_C .



Obr. 6.2: Závislost *exchange bias* H_E na tloušťce FeMn vrstvy. Maximální hodnoty je dosaženo pro tloušťku 9 nm.

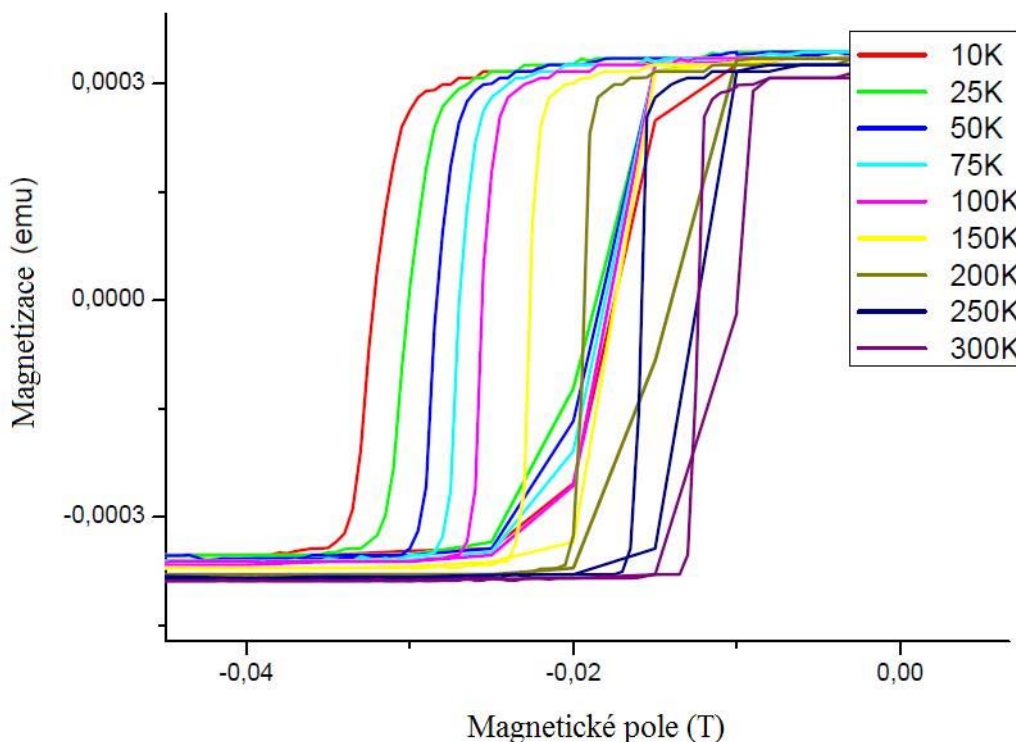
⁷ VSM (Vibrating Sample Magnetometer) je fyzikální přístroj, který měří magnetické vlastnosti. Vzorek je uvnitř aparatury umístěn do uniformního magnetického pole, čímž je zmagnetován. Poté je harmonicky (sinusově) rozkmitán. Indukované napětí v indukční cívice je úměrné magnetickému momentu vzorku, ale nezávisí na velikosti aplikovaného magnetického pole. V typické sestavě je indukované napětí měřeno přes zesilovač pomocí piezoelektrického signálu, který je referenční. Měřením v poli externího elektromagnetu je pak možné získat magnetické hysterezní smyčky daného vzorku.



Obr. 6.3: Závislost koercitivity H_C na tloušťce FeMn vrstvy. Maximální hodnoty je dosaženo pro tloušťku 4,5 nm.

6.3 Studium zvýšení H_C a H_E použitím polí antiteček

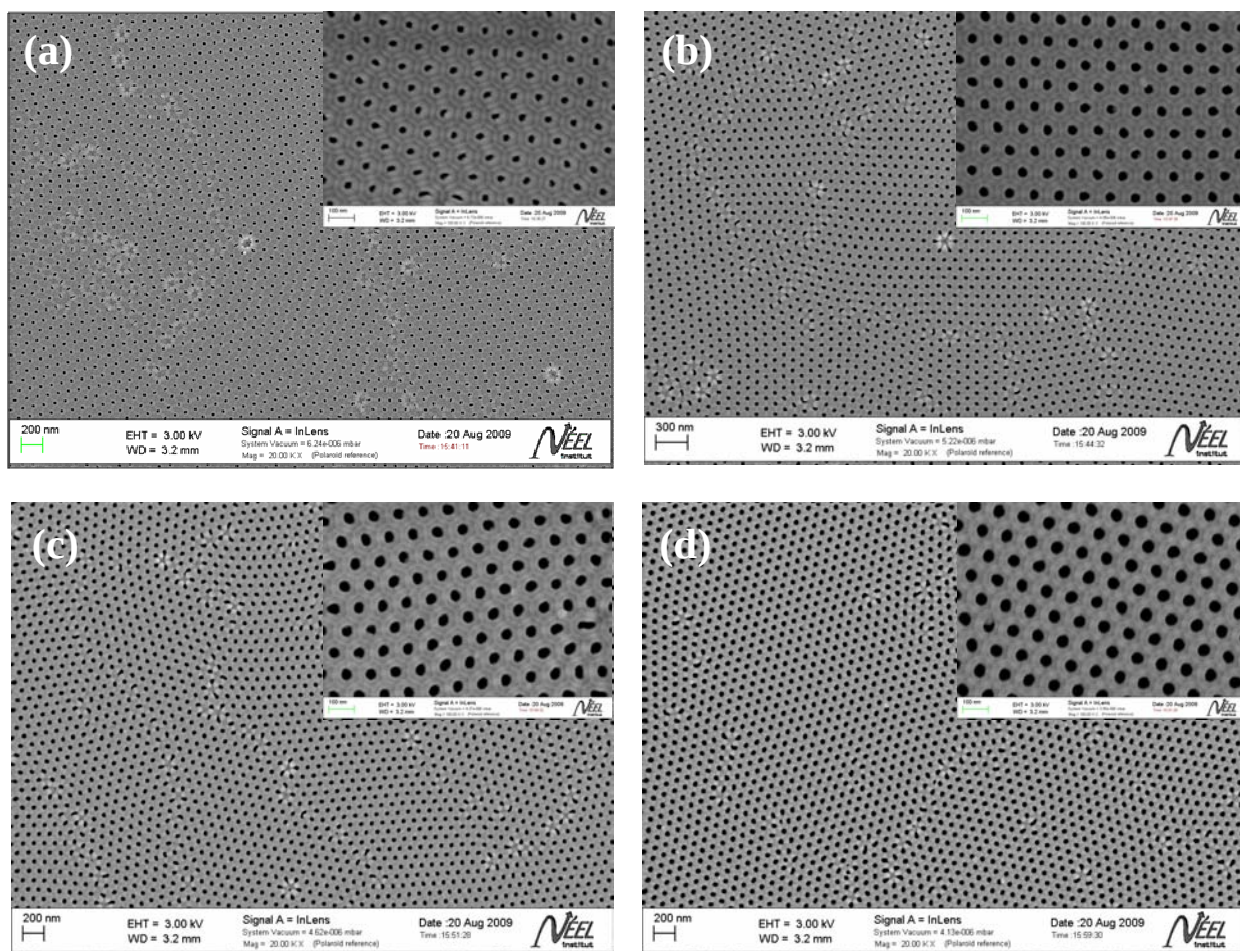
V předchozí kapitole je uvedeno, jakým způsobem byly určeny tloušťky jednotlivých vrstev zkoumaného systému. Během této fáze experimentů bylo pomocí metody VSM mimo jiné pozorováno, že velikost hodnoty H_E je různá pro různou teplotu, při které byl daný vzorek zkoumán [viz obr. 6.4], a to tak, že pro nejnižší teploty se jevila být hodnota H_E i H_C největší. S rostoucí teplotou pak tyto hodnoty klesaly. Na základě tohoto zjištění bylo rozhodnuto, že H_E i H_C budou zkoumány nejenom při zamýšlených různých poloměrech antiteček a dvou různých tloušťkách FeMn vrstvy, ale také i v závislosti na různých teplotách.



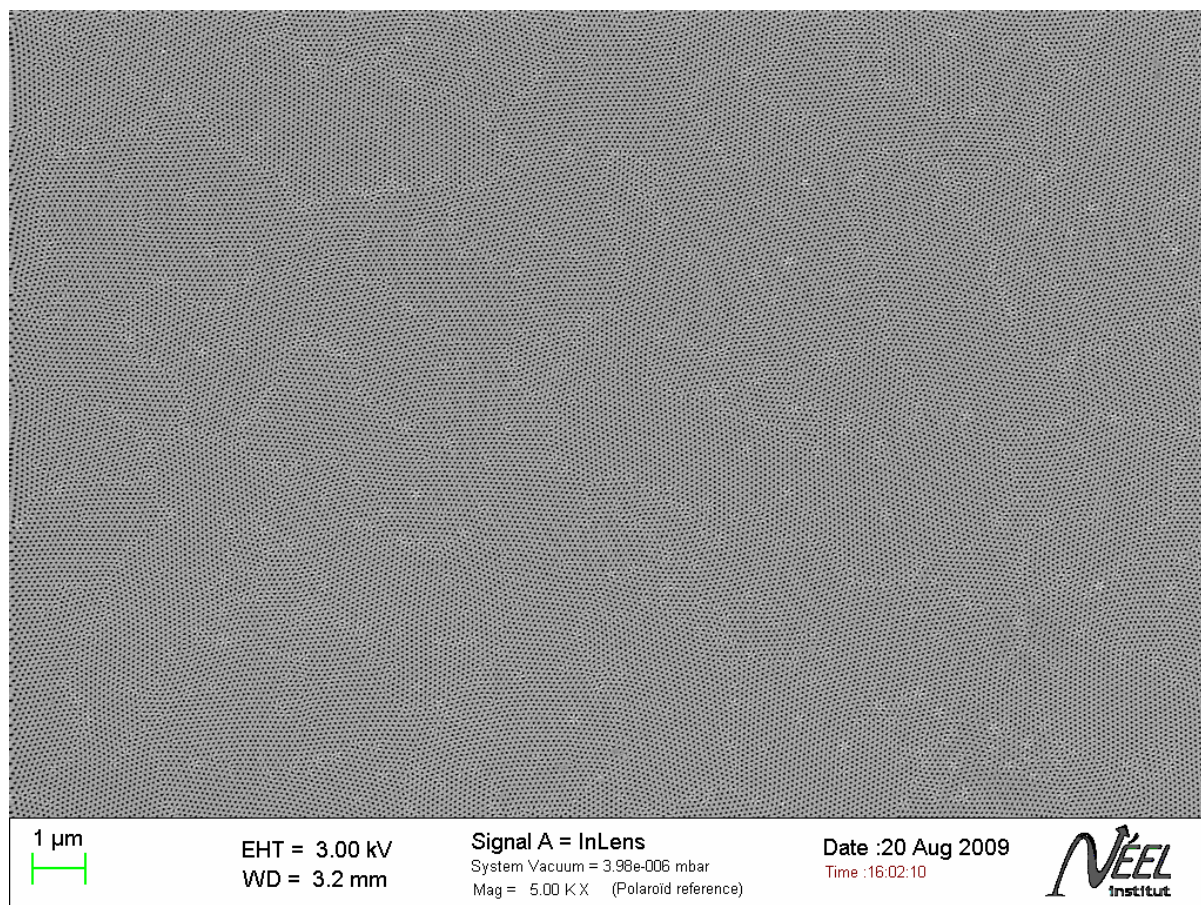
Obr. 6.4: Magnetické hysterezní smyčky získané pomocí metody VSM pro různé teploty na vzorku $\text{Si}(100)/\text{SiO}_2(100\text{nm}) \mid \text{Ta}(13 \text{ nm}) / \text{Co}(6 \text{ nm}) / \text{FeMn}(8 \text{ nm}) / \text{Ta}(5 \text{ nm})$. Pozice jednotlivých magnetických hysterezních křivek se mění, tj. hodnota *exchange bias* H_E a koercitivity H_C je pro různé teploty jiná. A to tak, že pro nejnižší teploty jsou tyto hodnoty největší a s rostoucí teplotou jejich velikost klesá.

Pro studium chování H_E a H_C byly tedy použity čtyři substráty ve formě Al_2O_3 membrán. Tyto membrány měly různé průměry pórů, a to 30 nm, 40 nm, 50 nm a 60 nm [viz obr. 6.5(a)-(d)]. Povrchová drsnost těchto membrán byla určena pomocí mikroskopu AFM a její průměrná hodnota je řádově v nanometrech a tudíž navrhovaná tloušťka krycí vrstvy je dostatečná. Dále byly tyto membrány pozorovány pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM) a z obr. 6.6 je patrné, že je povrch těchto membrán vysoce uniformní, tj. bez výraznějších poruch. Dále je z obrázku pořízených SEM vidět, že struktura pórů těchto membrán má dokonalou šesterečnou symetrii („včelí plástev“). Na tyto membrány byl nanesen systém multivrstev uvedených výše a tento systém byl analyzován metodou SQUID⁸. Tato metoda je přesnější než metoda VSM a zároveň umožňuje měření za velmi nízkých teplot (až 4 K) i za teplot vyšších (400 K). Velmi nízkých teplot bylo dosaženo pomocí chlazení tekutým heliem.

⁸ SQUID (Superconducting Quantum Interference Device) je velmi citlivý druh magnetometru používaného k měření extrémně slabých magnetických polí, jehož princip je založen na supravodivých smyčkách, které obsahují Josephsonův přechod (uspořádání, které je tvořeno dvěma supravodiči oddělenými nevodivou bariérou, proud procházející touto bariérou je Josephsonův proud). Toto zařízení je dostatečně citlivé k měření magnetických polí o velikostech až $5 \times 10^{-18} \text{ T}$.



Obr. 6.5: SEM Obrázky Al_2O_3 membrán s průměry děr (a) 30 nm, (b) 40 nm, (c) 50 nm, (d) 60 nm. V pravém horním rohu každého obrázku je zobrazen výřez části povrchu. Meziřetvová vzdálenost, tj. vzdálenost středů dvou sousedních pórů je ve všech případech stejná a její velikost je 150 nm.

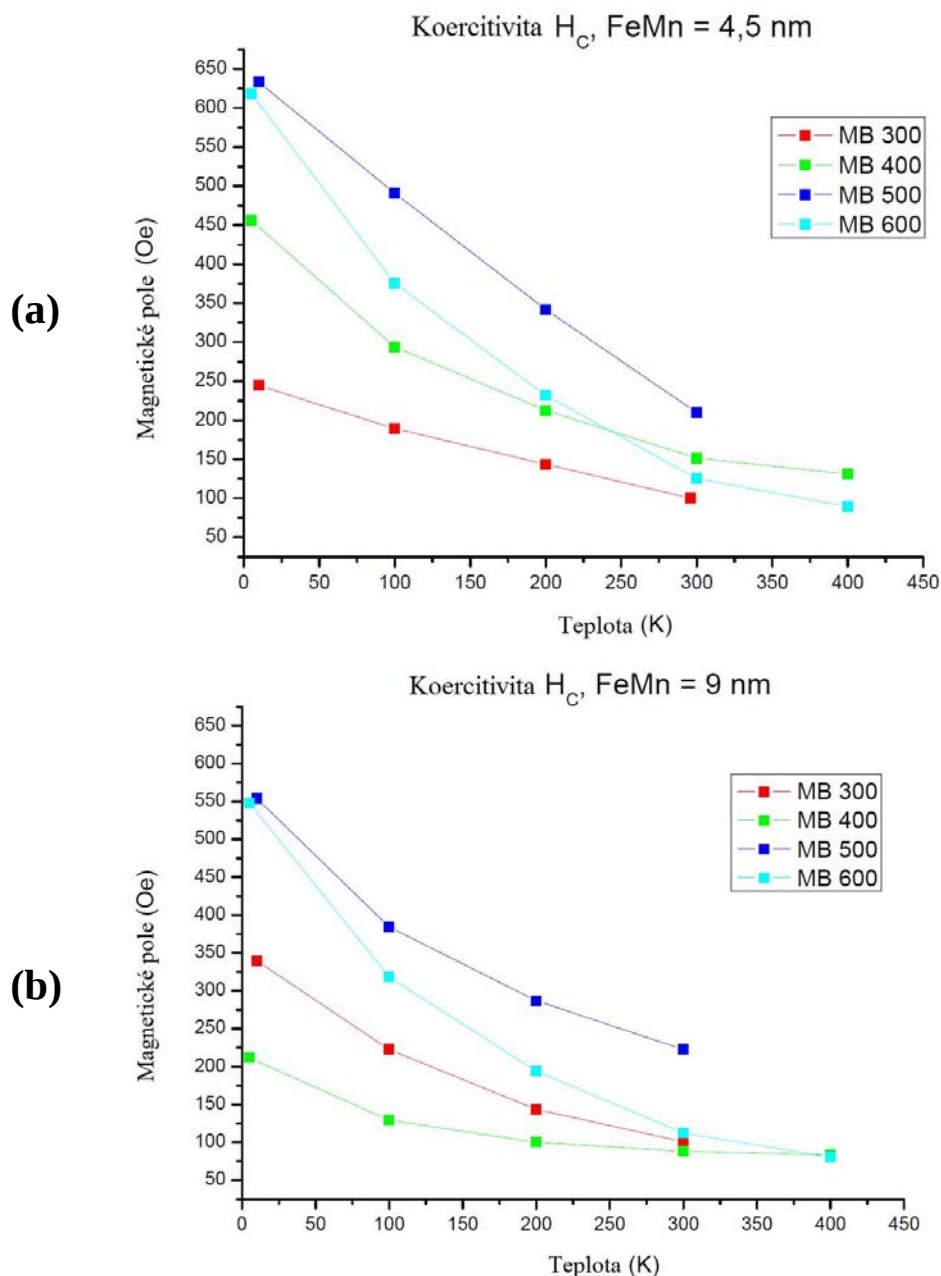


Obr. 6.6: SEM obrázek povrchu membrány s průměry pórů 60 nm. Je zde patrná vysoká kvalita povrchu bez defektů.

Vzorek tvořený substrátem ve formě membrány a polem antiteček tvořeným multivrstvou složenou z ochranných vrstev a vrstvou feromagnetika a antiiferomagnetika byl analyzován metodou SQUID z výše uvedených důvodů a byl podroben následujícímu měřicímu postupu: Nejprve byl zkoumaný vzorek zchlazen na teplotu 5 K za přítomnosti vnějšího magnetického pole o velikosti 1 T. Následně byly pořízeny magnetické hysterezní smyčky pro různé teploty (5 K, 100 K, 200 K, 300 K, 400 K) v rozsahu magnetického pole od -1,6 T do 1,6 T. Z těchto magnetických hysterezních smyček byly získány hodnoty H_C a H_E pro jednotlivé případy. Hodnoty H_C pro všechny druhy membrán a pro tloušťku antiiferomagnetické FeMn vrstvy 4,5 nm jsou shrnuty na obr. 6.7(a) a pro tloušťku FeMn vrstvy 9 nm na obr. 6.7(b). Pro *exchange bias* H_E je totéž zobrazeno na obr. 6.8(a) a (b).

Z analýzy výsledků pro koercitivitu H_C je zřejmé, že ve všech případech má klesající tendenci, tj. v oblasti nejnižších teplot je velikost H_C největší a s postupným zahříváním vzorků na vyšší teploty hodnota H_C klesá. Je také patrné, že pro tloušťku antiiferomagnetické FeMn vrstvy 4,5 nm je H_C pro nízké teploty zhruba o 100 Oe větší než v případě tloušťky FeMn vrstvy 9 nm. Toto chování bylo očekáváno, protože při experimentech s testovacími vzorky bylo nejlepších hodnot H_C dosaženo právě pro tloušťku antiiferomagnetické vrstvy

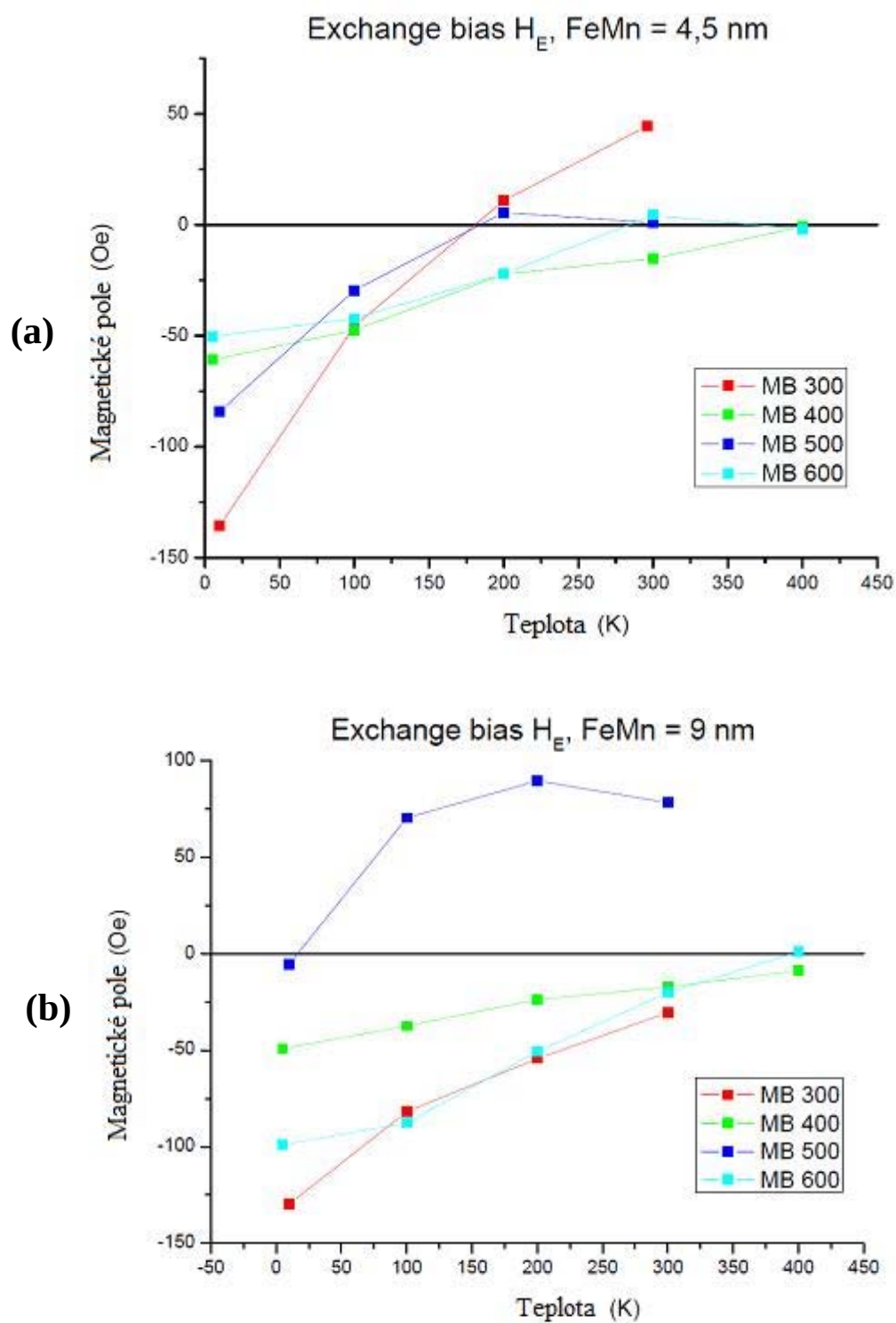
4,5 nm. Dále je také vidět, že nejlepších výsledků, tj. nejvyšších hodnot H_C , je dosaženo pro membránu s průměrem pórů 50 nm a nikoliv však pro průměr pórů 60 nm. Jak již bylo napsáno dříve, v publikacích, které byly pro tyto experimenty motivační [28, 29], se předpokládá, že s rostoucím průměrem pórů membrán bude růst i koercitivita H_C . Jak je však vidět z experimentálně získaných hodnot, ty tento předpoklad vyvrací. Je zde patrný spíše trend takový, že do určité velikosti pórů se hodnota koercitivity H_C zvyšuje, až je dosaženo určité maximální hodnoty (v případě těchto experimentů se jedná o průměr pórů 50 nm). Je-li tato hodnota překročena, dochází k poklesu H_C .



Obr. 6.7: Průběh koercitivity H_C pro membrány s různými průměry pórů za různých teplot při tloušťce antiiferomagnetické FeMn vrstvy (a) 4,5 nm a (b) 9 nm.

Analýza výsledků v případě *exchange bias* H_E není již tak jednoznačná, jako pro koercitivitu H_C . V případě tloušťky antiiferomagnetické FeMn vrstvy 4,5 nm je patrný rostoucí trend pro membrány s průměry děr 30 nm a 40 nm. Přičemž pro případ membrány s průměrem pórů 30 nm je dosaženo nejlepšího výsledku jak při nízké teplotě (5 K), tak pro pokojovou teplotu (300 K). Pro membrány s průměry pórů 50 nm a 60 nm je pozorován rostoucí průběh pouze do určité hodnoty. Po dosažení této mezní hodnoty začne hodnota H_E opět klesat. Přičemž pro membránu s průměry pórů 50 nm je dosaženo zlomového bodu při 200 K a u membrány s průměry pórů 60 nm dochází k přechodu mezi rostoucí a klesající tendencí H_E při teplotě 300 K. Dále pozorujeme anomální pozitivní *exchange bias* H_E , tzn. magnetická hysterezní smyčka je posunuta doprava podél osy magnetizace. Toto chování pro navržený studovaný systém nebylo dosud vysvětleno. Pravděpodobně je však tento jev způsoben použitím tenkých vrstev ve studovaném systému a neplatností zjednodušeného intuitivního modelu, který byl popsán výše. Tento model je totiž platný spíše pro silnější vrstvy. V případě 9nm tloušťky antiiferomagnetické FeMn vrstvy opět pozorujeme ve třech případech rostoucí trend, a to pro membrány o průměrech pórů 30 nm, 40 nm a 60 nm. Pro membránu s póry o velikosti 50 nm však pozorujeme poněkud odlišné chování. Nejenže samotný rostoucí průběh má po dosažení jisté hodnoty při teplotě 200 K opět klesající tendenci, ale i samotné hodnoty H_E pro tuto danou membránu jsou poněkud vybočující. Mimo tuto skutečnost je zde opět pozorovatelný anomální pozitivní *exchange bias* H_E .

Z důvodu těchto vybočujících hodnot, která by mohla být způsobena špatným nastavením měřicí aparatury, byla pro tento vzorek opětovně provedena stejná sada měření. Obdrženy však byl stejné výsledné hodnoty jako v předchozím měření. Můžeme tedy říci, že nejlepších hodnot *exchange bias* H_E (tzn. největšího posunutí magnetické hysterezní smyčky podél osy magnetizace) je dosaženo při použití tloušťky antiiferomagnetika 9 nm. Tento výsledek byl očekáván, protože při experimentech s testovacími vzorky bylo určeno, že nejlepších výsledků H_E bude dosaženo právě pro tloušťku 9 nm (viz výše). Nicméně skutečnost, že se bude jednat o pozitivní posuv, očekávána nebyla. Dále nebylo, tak jako v případě H_C , splněno očekávání, že s rostoucím průměrem pórů membrán bude růst i hodnota H_E . Je vidět, že v případě antiiferomagnetika o tloušťce 4,5 nm je tento trend pro nízké teploty (5 K) právě opačný, tzn. že pro největší průměr pórů membrán je hodnota H_E nejmenší a opačně. Pro vyšší teploty již žádný trend pozorován není. Pro tloušťku antiiferomagnetické FeMn vrstvy 9 nm nějaká významná závislost rovněž přítomna není.



Obr. 6.8: Průběh *exchange bias* H_E pro membrány s různými průměry pórů za různých teplot při tloušťce antiferomagnetické FeMn vrstvy (a) 4,5 nm a (b) 9 nm.

Závěr

Tato diplomová práce se zabývá studiem vlastností kovových tenkých vrstev a nanostruktur pomocí rastrovací sondové mikroskopie. Studovány byly především magnetické vlastnosti, a to pomocí mikroskopie magnetických sil (MFM). Všechna měření realizovaná touto metodou byla prováděna na mikroskopu CP-R zakoupeného na Ústav fyzikálního inženýrství FSI VUT Brně v roce 2002. Během studijního pobytu v zahraničí pak byly studovány vlastnosti systémů tvořenými Al_2O_3 membránami a antiiferomagnetickými a feromagnetickými materiály.

Při používání techniky MFM byla pozorována nefunkčnost magnetických hrotů. Tato nefunkčnost byla pravděpodobně způsobena oxidací magneticky aktivní vrstvy. Snaha o odstranění této zoxidované vrstvy pomocí iontového leptání nebyla úspěšná.

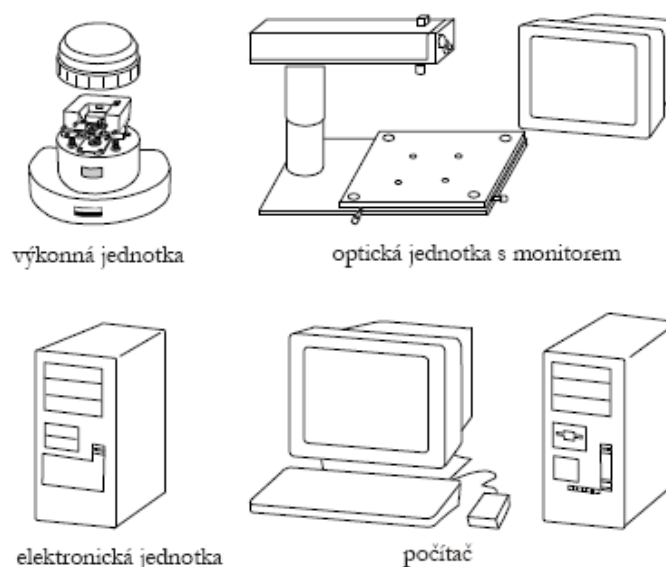
Při studiu magnetických vlastností pomocí MFM bylo studováno uspořádání magnetických domén do tzv. magnetických vortexů uvnitř uzavřených kobaltových a NiFe nanostruktur. Bylo zjištěno, že tloušťka je významným faktorem ovlivňující vznik magnetických vortexů. Tloušťka nanostruktur 15 nm je pravděpodobně limitní pro vznik těchto vortexů v případě použití kobaltu. Při této tloušťce žádné magnetické vortexy pozorovány nebyly. Déle bylo pozorováno, že v případě kobaltu byla intenzita vystupujícího magnetického pole natolik silná, že ovlivňovala topografický signál vzniklý interakcí mezi hrotem a povrchem vzorku. V případě NiFe nanostruktur byla též pozorována přítomnost magnetických vortexů, avšak intenzita magnetického pole vystupujícího ze vzorku byla slabší než v případě kobaltu.

Další experimenty se týkaly studia chování koercitivity a *exchange bias* v závislosti na teplotě v systémech tvořených antiiferomagnetickým (FeMn) a feromagnetickým (Co) materiálem. Jako substrát byly použity Al_2O_3 membrány z důvodu zvýšení těchto hodnot. Bylo pozorováno, že pro tloušťku feromagnetika 4,5 nm a 9 nm a průměr pórů membrány 50 nm bylo dosaženo nejvyšších hodnot koercitivity. Tyto hodnoty pak s rostoucí teplotou klesaly. Tyto experimentální výsledky byly v rozporu s očekáváním, protože nejvyšších hodnot by mělo být dosaženo pro největší průměr pórů membrán (60 nm). Při studiu chování *exchange bias* žádná jasná závislost pozorována nebyla. Byl však pozorován anomální pozitivní *exchange bias*, což očekáváno nebylo.

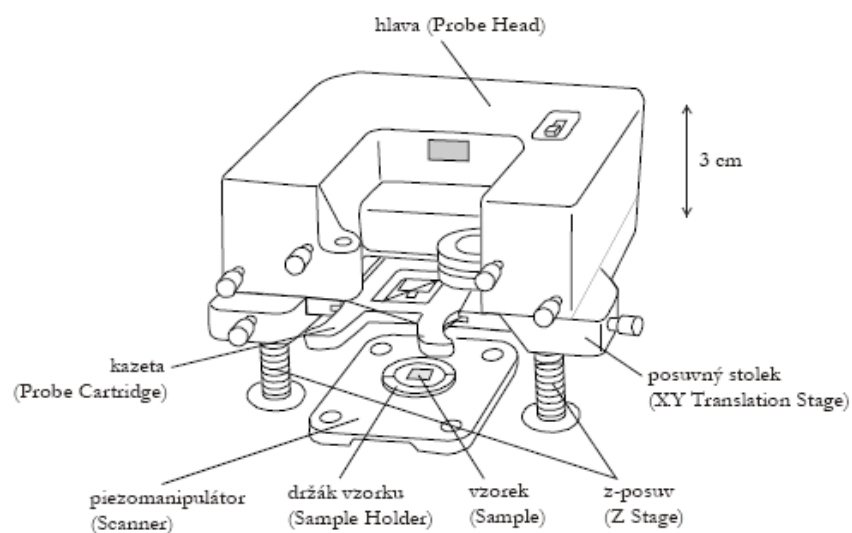
Uvedené poznatky, získané při studiu magnetických vlastností, mohou být dále využity ve vývoji nových magnetických záznamových technikách.

Dodatky

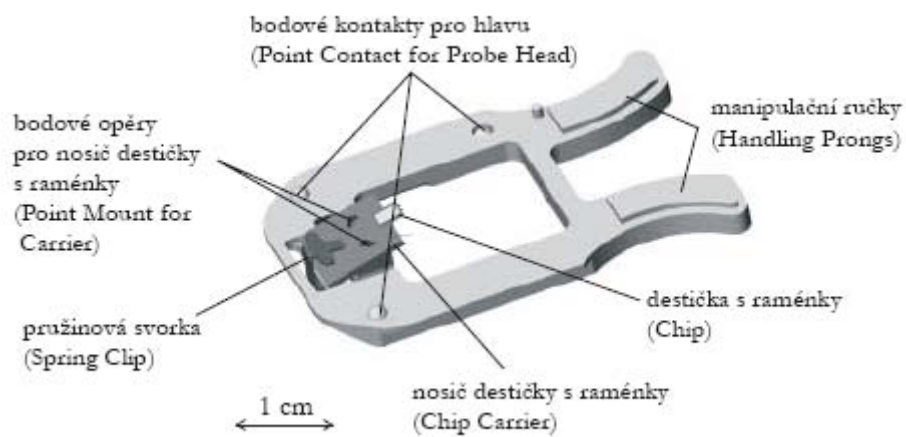
Konstrukční uspořádání mikroskopu AutoProbe CP-R



Obr. 7.1: Systémové komponenty SPM mikroskopu CP-R [4].



Obr. 7.2: Schéma hlavy s uchycením hrotu mikroskopu CP-R [4].



Obr. 7.3: Schéma kazety s pozicí uložení destičky s hroty mikroskopu CP-R [4].

Literatura

- [1] R. Wiesendanger: *Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy: Methods and Applications*, Cambridge University Press (1998)
- [2] E. Meyer, H. J. Hug, R. Bennewitz: *Scanning Probe Microscopy – The Lab on a Tip*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (2004)
- [3] G. Binnig, C. F. Quate, Ch. Gerber: *Phys. Rev. Lett.* **56**, 930 (1986)
- [4] A. Doupal: *Tvorba nanostruktur využitím mikroskopu AFM*, bakalářská práce, VUT FSI v Brně, Ústav fyzikálního inženýrství (2008)
- [5] *AutoProbe CP-Research User's guide, Part I*, TM Microscopes Company (2001)
- [6] Internetové stránky: <http://www.veeco.com>, 4.5. 2010
- [7] J. N. Israelachvili: *Intermolecular and Surface Forces*, 2nd ed., Academic Press Ltd. (1994)
- [8] D. Sarid: *Scanning Force Microscopy*, Optical Science Center, Oxford University Press, revise edition (1994)
- [9] R. Kalousek: *In-situ monitorování povrchů pevných látek modifikovaných iontovými svazky metodou SFM/STM v podmínkách ultravakua*, diplomová práce, VUT FSI v Brně, Ústav fyzikálního inženýrství (1996)
- [10] *AutoProbe CP-Research User's guide, Part II*, TM Microscopes Company (2001)
- [11] J. J. Saenz et al.: *Magnetic domain structure by measuring magnetic forces*, J. Appl. Phys. **62**, 4293-4295 (1987)
- [12] Y. Martin, C. C. Williams, H. K. Wickramasinghe: *Atomic force microscope – force mapping and profiling on a sub 100-Å scale*, J. Appl. Phys. **61**, 4723-7729 (1987)
- [13] H. J. Mamin et al.: *Force microscopy of magnetization patterns in longitudinal recording media*, Appl. Phys. Lett. **53**, 1563 (1988)
- [14] C. Schoenenberger et al.: *Magnetic force microscopy and its application to longitudinal thin films*, J. Mag. Magn. Mat. **93**, 123 (1991)
- [15] T. R. Albrecht et al.: *Frequency modulation detection using high-q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity*, J. Appl. Phys. **69**, 668 (1991)
- [16] A. Wadas et al.: *Magnetostatic interaction studied by force microscopy in ultrahigh vacuum*, Appl. Phys. A **64**, 353 (1997)
- [17] H. J. Hug et al.: *Low temperature magnetic force microscopy*, Rev. Sci. Instr. **64**, 2920 (1993)
- [18] S. Foss et al.: *Magnetostatic interaction studied by force microscopy in ultrahigh vacuum*, J. Mag. Magn. Mat. **190**, 60 (1998)
- [19] S. Porthun, L. Abelman, C. Lodder: *Magnetic force microscopy of thin film media for high density magnetic recording*, J. Mag. Magn. Mat. **182**, 238 (1998)
- [20] U. Hartmann: *Magnetic force microscopy*, Ann. Rev. Mater. Sci. **29**, 53 (1999)
- [21] D. Rugar et al.: *Magnetic force microscopy: General principles and application to longitudinal recording media*, J. Appl. Phys. **68**, 1169 (1990)

- [22] M. Rasa, B. W. M. Kuipers, A. P. Philipse: *Atomic force microscopy and magnetic force microscopy study of model colloids*, J. Coll. Interf. Sci. **250**, 303 (2002)
- [23] Y. Martin and H. K. Wickramasinghe: *Magnetic imaging by "force microscopy" with 1000 Å resolution*, Appl. Phys. Lett. **50**, 1455 (1987)
- [24] M. Getzlaff: *Fundamentals of Magnetism*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (2008)
- [25] P. Coane: *Introduction to Electron Beam Lithography*, Louisiana Technical University, Institute for Micromanufacturing
- [26] L. A. Giannuzzi, F. A. Stevie: *Introduction to focused ion beams*, Springer (2005)
- [27] W. H. Meiklejohn, C.P. Bean: *New magnetic anisotropy*, Physical Review **102**, 1413 (1956)
- [28] J. Noguès, I. K. Schuller: *Exchange bias*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials **192**, 203-232 (1999)
- [29] J. Noguès et al.: *Exchange bias in nanostructures*, Physical Reports **442**, 65-117 (2005)
- [30] M. Ali et al.: *Onset of exchange bias in ultrathin antiferromagnetic layers*, Physical Review B **67**, 172405 (2003)
- [31] P. Shukla: *Exact expressions for minor hysteresis loops in the random field Ising model on a Bethe lattice at zero temperature*, Physical Review E **63**, 027102 (2001)
- [32] S. S. P. Parkin et al.: *Magnetically engineered spintronic sensors and memory*, Proc. IEEE **91**, 661 (2003)
- [33] K. Liu et al.: *Fabrication and thermal stability of arrays of Fe nanodots*, Applied Physics Letters **81**, 4434 (2002)
- [34] V. Skumryev et al.: *Beating the superparamagnetic limit with exchange bias*, Nature (London) **423**, 850-853 (2003)
- [35] K. Liu et al.: *Tailoring exchange bias with magnetic nanostructures*, Physical Review B **63**, 060403 (2001)
- [36] G. Malinowski et al.: *Size-dependent scaling of perpendicular exchange bias in magnetic nanostructures*, Physical Review B **75**, 012413 (2007)
- [37] D. Tripathy et al.: *Exchange bias in nanoscale antidot arrays*, Appl. Phys. Lett. **93**, 022502 (2008)
- [38] M. Jaafar et al.: *Magnetic domain structure of nanohole arrays in Ni films*, Journal of Applied Physics **101**, 09F513 (2007)
- [39] Y. G. Ma et al.: *Evolution of magnetic and transport properties in pore-modified CoAlO antidot arrays*, Journal of Physics D **40**, 935-941 (2007)
- [40] D. Halliday, R. Resnick, J. Walker: *Fyzika, Část 5 Moderní fyzika*, Vutium (2000)
- [41] H. Hopster, H. P. Oepen: *Magnetic Microscopy of nanostructures*, Springer (2005)
- [42] D. Gignoux, M. Schlenker: *Magnetism Vol. 2: Materials and Applications*, Springer (2005)