



**VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ**

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

**FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ**

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

**ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ**

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

**NUKLEACE MAGNETICKÉ FÁZOVÉ PŘEMĚNY V  
NANOSTRUKTURÁCH ŘÍZENÁ SUBSTRÁTEM**

SUBSTRATE-CONTROLLED NUCLEATION OF THE MAGNETIC PHASE TRANSITION IN  
NANOSTRUCTURES

**BAKALÁŘSKÁ PRÁCE**

BACHELOR'S THESIS

**AUTOR PRÁCE**

AUTHOR

**Jan Hajduček**

**VEDOUCÍ PRÁCE**

SUPERVISOR

**Ing. Vojtěch Uhlíř, Ph.D.**

**BRNO 2018**



# Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav fyzikálního inženýrství  
Student: **Jan Hajduček**  
Studijní program: Aplikované vědy v inženýrství  
Studijní obor: Fyzikální inženýrství a nanotechnologie  
Vedoucí práce: **Ing. Vojtěch Uhlíř, Ph.D.**  
Akademický rok: 2018/19

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

## **Nukleace magnetické fázové přeměny v nanostrukturách řízená substrátem**

### **Stručná charakteristika problematiky úkolu:**

Magnetická fázová přeměna v epitaxních nanostrukturách FeRh vykazuje silnou asymetrii mezi přechodem z antiferomagnetického uspořádání na feromagnetické a naopak. Při přechodu z feromagnetu na antiferomagnet dochází k přechlazení systému a magnetické uspořádání se mění skokově v objemu, který je prostorově omezen defekty ve struktuře. Bakalářská práce pomůže objasnit možnosti snížení počtu těchto defektů způsobených atomárními terasami substrátu.

### **Cíle bakalářské práce:**

1. Příprava povrchu MgO(001) žíháním ve vysokém vakuu a následná charakterizace povrchových teras pomocí mikroskopu atomárních sil.
2. Příprava nanodráťů FeRh na substrátu MgO (001).
3. Zobrazení doménové struktury v FeRh nanodrátech během magnetické fázové přeměny pro různé orientace drátů vůči povrchovým terasám substrátu.

### **Seznam doporučené literatury:**

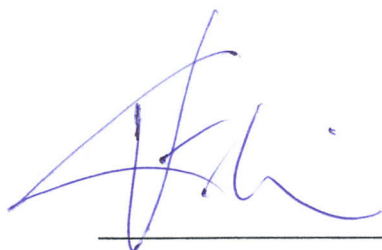
COEY, J. M. D. : Magnetism and Magnetic Materials. Cambridge University Press, Cambridge, (2009).

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

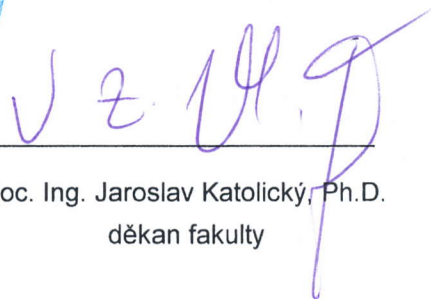
UHLÍŘ, V., ARREGI, J. A. a FULLERTON, E. E. : Colossal magnetic phase transition asymmetry in mesoscale FeRh stripes. Nature Communications, vol. 7, pp. 13113, DOI: 10.1038/ncomms13113, (2016).

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2018/19.

V Brně, dne 25. 10. 2018



prof. RNDr. Tomáš Šikola, CSc.  
ředitel ústavu



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



## Abstrakt

Vlastnosti fázové přeměny v železo-rhodi (FeRh) z antiferomagnetické fáze (AF) do feromagnetické fáze (FM) jsou výrazně ovlivňovány strukturními defekty v FeRh. Epitaxní vrstvy FeRh jsou připraveny na substrátu MgO (001). Povrchové atomární terasy substrátu mohou vyvolat defekty ve struktuře epitaxní vrstvy a modifikovat její elektronické a magnetické vlastnosti. V této práci je studován vliv povrchových teras substrátu MgO na šířku a hysterezi metamagnetického fázového přechodu tenkých vrstev FeRh a nanodrátů z FeRh. Vzájemná orientace teras a nanodrátů ovlivňuje počet a charakter defektů, které se projeví na počtu skokových přechodů z FM fáze do AF fáze v nanodrátech FeRh. Pro přípravu nanodrátů byla použita metoda elektronové litografie. FM domény v nanodrátech byly zobrazeny pomocí mikroskopu magnetických sil a byla provedena měření elektrického transportu v různě orientovaných nanodrátech na substrátech s odlišnou šířkou povrchových teras. S rostoucí hustotou teras byl pozorován výrazný nárůst počtu skokových přechodů z FM fáze do AF fáze.

## Abstract

Properties of the phase transition in iron-rhodium (FeRh) from the antiferromagnetic (AF) to ferromagnetic phase (FM) are largely affected by lattice defects in FeRh. Epitaxial layers of FeRh are grown on monocrystalline MgO (001) substrates. Surface atomic terraces of the substrate can induce defects in epitaxial layers and modify electronic and magnetic properties. In this thesis the effect of surface atomic terraces on the width and the hysteresis of the metamagnetic phase transition in FeRh thin layers and nanostructures is studied. The amount and character of defects in FeRh are also affected by mutual orientation of terraces and FeRh nanowires, which changes the number of discrete jumps in FM-AF transition. The nanowires have been fabricated by electron-beam lithography. FM domains in FeRh have been observed by magnetic force microscopy and electrical transport properties of differently oriented nanowires have been studied by 2-probe measurements. Higher density of surface atomic terraces significantly increases the number of discrete jumps in the FM-AF transition.

## Klíčová slova

železo-rhodium, epitaxní vrstvy, atomární povrchové terasy, metamagnetická fázová přeměna, litografie, nanodráty

## Keywords

iron-rhodium, epitaxial layers, surface atomic terraces, metamagnetic phase transition, lithography, nanowires

HAJDUČEK, J. *Nukleace magnetické fázové přeměny v nanostrukturách řízená substrátem*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2019. 46 s. Vedoucí Ing. Vojtěch Uhlíř, Ph.D.



Prohlašuji, že jsem svou bakalářskou práci na téma „Nukleace magnetické fázové přeměny v nanostrukturách řízená substrátem“ vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

V Brně dne .....

.....  
(podpis autora)



Mockrát děkuji Ing. Vojtěchu Uhlířovi, Ph.D. za příkladné vedení při tvorbě této práce a za jeho velice trpělivý a vstřícný přístup. Dále děkuji všem členům vědecké skupiny Nanomagnetismus a spintronika za obrovskou pomoc s experimentální částí této práce, kde si především cením pomoci od Ing. Michala Horkého se spoustou různých měření. Zároveň bych rád poděkoval své rodině za podporu během celého studia a především své přítelkyni Báře Piatkové, která je mi vždy oporou.

Tato práce byla provedena za podpory výzkumné infrastruktury CEITEC Nano (ID LM2015041, MŠMT, 2016–2019), CEITEC Vysoké učení technické v Brně.

Jan Hajduček



# Obsah

Úvod	3
<b>1 Vybrané základy magnetismu</b>	<b>5</b>
1.1 Veličiny pro popis magnetického pole . . . . .	5
1.2 Energie a magnetismus . . . . .	6
1.3 Magnetická uspořádání . . . . .	8
1.3.1 Diamagnetické látky . . . . .	8
1.3.2 Paramagnetické látky . . . . .	8
1.3.3 Feromagnetické látky . . . . .	9
1.3.4 Antiferomagnetické látky . . . . .	10
<b>2 Železo-rhodium</b>	<b>13</b>
2.1 Fázový diagram a struktura FeRh . . . . .	13
2.2 Metamagnetický fázový přechod FeRh . . . . .	14
2.2.1 Teplota AF-FM přechodu . . . . .	14
2.2.2 Vliv substrátu na AF-FM přechod v FeRh . . . . .	15
2.2.3 Elektrické transportní vlastnosti FeRh . . . . .	15
<b>3 MgO substrát</b>	<b>17</b>
3.1 Epitaxní růst . . . . .	17
3.2 Povrchová úprava substrátu . . . . .	18
3.3 Použití MgO substrátu . . . . .	18
3.4 Struktura FeRh na MgO . . . . .	19
<b>4 Experiment</b>	<b>21</b>
4.1 Experimentální techniky . . . . .	21
4.1.1 Magnetronové naprašování . . . . .	21
4.1.2 Vibrační magnetometrie . . . . .	22
4.1.3 Litografie . . . . .	23
4.1.4 Mikroskopie atomárních a magnetických sil . . . . .	25
4.2 Příprava a analýza substrátu . . . . .	25
4.2.1 Žihání MgO . . . . .	26
4.3 Příprava a analýza FeRh struktur . . . . .	28
4.3.1 Depozice . . . . .	28
4.3.2 Vibrační magnetometrie . . . . .	29
4.3.3 Litografie . . . . .	31
4.4 Analýza fázového přechodu FeRh nanodrátů . . . . .	35
4.4.1 Mikroskopie magnetických sil . . . . .	35
4.4.2 Transportní měření . . . . .	37
<b>Závěr</b>	<b>41</b>
<b>Literatura</b>	<b>43</b>
<b>Seznam použitých zkratk a symbolů</b>	<b>46</b>





# Úvod

Unikátní přechod z antiferomagnetické fáze (AF) do feromagnetické fáze (FM) ve slitině železo-rhodia (FeRh) poprvé pozoroval M. Fallot již roku 1939 [1]. Následně pokračoval výzkum v šedesátých letech, kdy byl zaměřen na vlastnosti objemové formy FeRh. Později byly pozorovány nové vlastnosti s postupným zmenšováním struktur FeRh až na úroveň nanostruktur. Specifický fázový přechod umožňuje využití FeRh pro datový záznam (HAMR - z angl. Heat Assisted Magnetic Recording) [2], senzory, či pro magnetokalorické aplikace [3].

Fázová přeměna z AF do FM fáze nastává za teploty okolo 360 K. Fázový přechod může být také efektivně ovlivněn mnoha faktory, jako jsou dopování slitiny atomy jiných materiálů, vnější magnetické pole, nebo pnutí v mřížce FeRh vyvolané substrátem. Nízká teplota fázového přechodu a rozmanité možnosti regulace fázového přechodu umožňují využití slitiny FeRh v zařízeních s pracovní teplotou blízkou pokojové teplotě a také pro základní výzkum metamagnetického fázového přechodu.

Epitaxní vrstvy FeRh jsou připravovány metodou magnetronového naprašování na monokrystalickém substrátu MgO (001), především kvůli vzájemné shodě druhů mřížky a mřížkových parametrů. Mnoho vědeckých prací vyzdvihuje vliv kvality povrchu substrátu na připravované epitaxní vrstvy, např. [4, 5, 6]. Nedokonalý povrch substrátu vyvolává velké množství defektů v epitaxní vrstvě, čímž jsou výrazně ovlivněny vlastnosti této vrstvy. Na základě předešlých prací byla zvolena metoda žíhání pro zlepšení povrchových vlastností substrátu. Žíháním se na povrchu substrátu formují povrchové terasy, které naopak mohou výrazněji narušit strukturu FeRh. Vzájemná orientace teras a nanostruktur se může projevit na elektronických a magnetických vlastnostech nanostruktur. Prověření vlivu povrchových teras substrátu na struktury FeRh může vést k lepšímu porozumění chování materiálu při metamagnetické fázové přeměně, které je nezbytné pro možnost průmyslového využití tohoto materiálu.

Experimentální část práce zahrnuje úpravu substrátu metodou dlouhodobého žíhání a analýzu povrchu substrátu, která byla provedena pomocí mikroskopu atomárních sil (AFM). Experimentální část dále zahrnuje přípravu a analýzu FeRh vrstev, které jsou připravovány na různě žíhaných substrátech. Fázový přechod souvislé FeRh vrstvy byl charakterizován pomocí metody vibrační magnetometrie (VSM). Pro přípravu prostorově omezených struktur byla použita metoda elektronové litografie (EBL) a pro elektrické kontakty byla použita metoda fotolitografie (UVL). Analýza nanodrátů z FeRh byla provedena pomocí mikroskopu magnetických sil (MFM) a prostřednictvím dvoubodové metody měření elektrických transportních vlastností byla určena teplotní závislost odporu nanodrátů s různou orientací vzhledem k povrchovým terasám. Cílem práce je tedy analýza vrstev FeRh připravených na různě žíhaných substrátech MgO, dále příprava a analýza prostorově omezených struktur z FeRh a zároveň popis vlivu vzájemné orientace krystalové mřížky substrátu a připravených epitaxních vrstev na transportní vlastnosti FeRh drátů.

V kapitole 1 jsou rozvedeny základy teorie magnetismu nezbytné pro pochopení získaných výsledků. Kapitola 2 blíže rozvíjí vlastnosti a chování slitiny FeRh. V následující kapitole 3 se blíže zabýváme vlastnostmi MgO substrátu a poslední kapitola 4 je věnována experimentální části této práce.



# 1. Vybrané základy magnetismu

V této kapitole jsou definovány základní pojmy z oblasti magnetismu použité v této práci.

## 1.1. Veličiny pro popis magnetického pole

Základní veličinou<sup>1</sup> pro popis magnetismu je magnetický moment  $\boldsymbol{\mu}$ . Na atomární úrovni je vnitřní magnetický moment atomu spjat s orbitálním a spinovým magnetickým momentem elektronů<sup>2</sup> [7]. Pro makroskopický<sup>3</sup> popis magnetického momentu se zavádí veličina magnetizace  $\boldsymbol{M}$ , která je dána [8]

$$\boldsymbol{M} = \sum_i \frac{\boldsymbol{\mu}_i}{V}, \quad (1.1)$$

kde  $V$  je objem vzorku.

Další veličinou pro popis magnetického pole je magnetická indukce  $\boldsymbol{B}$ , která podléhá Gaussovu zákonu magnetismu [8]

$$\nabla \cdot \boldsymbol{B} = 0. \quad (1.2)$$

Pro popis magnetického pole v materiálu se zavádí pomocná veličina magnetická indukce  $\boldsymbol{H}$ . Veličiny  $\boldsymbol{B}$ ,  $\boldsymbol{H}$  a  $\boldsymbol{M}$  jsou v daném materiálu svázány vztahy [8]

$$\boldsymbol{B} = \mu_0 (\boldsymbol{H} + \boldsymbol{M}) = \mu_0 (1 + \chi) \boldsymbol{H} = \mu_0 \mu_r \boldsymbol{H}, \quad (1.3)$$

kde  $\mu_0$  je permeabilita vakua a platí  $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{ Hm}^{-1}$ ,  $\mu_r$  je relativní permeabilita materiálu a  $\chi$  je magnetická susceptibilita materiálu, která popisuje reakci materiálu na vnější magnetické pole. Pro anizotropní materiály platí [8]

$$\boldsymbol{M} = \hat{\chi} \boldsymbol{H}, \quad (1.4)$$

kde  $\hat{\chi}$  je tenzor druhého řádu magnetické susceptibility a veličiny  $\boldsymbol{M}$  a  $\boldsymbol{H}$  tedy nemusejí být kolineárními vektory. V izotropních materiálech je magnetická susceptibilita materiálu konstantní.

Celkový magnetický moment částice lze vyjádřit ve tvaru

$$\boldsymbol{\mu} = \boldsymbol{\mu}_{orb} + \boldsymbol{\mu}_s, \quad (1.5)$$

kde  $\boldsymbol{\mu}_{orb}$  je orbitální magnetický moment atomu a  $\boldsymbol{\mu}_s$  je spinový magnetický moment atomu.

---

<sup>1</sup>Pro definici základních pojmů a veličin pro popis magnetismu v celé této práci budou použity jednotky a definice soustavy SI - *Système international d'unités*.

<sup>2</sup>Magnetický moment jádra je kvůli své hmotnosti o tři řády nižší než příspěvek elektronů, a proto jej považujeme za zanedbatelný.

<sup>3</sup>Lokální magnetický moment vlivem teplotních vlivů na atomární úrovni velice výrazně fluktuuje, a proto je z praktického hlediska nezbytné definovat makroskopickou hustotu magnetického momentu [8].

## Orbitální magnetický moment

Orbitální magnetický moment  $\boldsymbol{\mu}_{orb}$  je veličina plynoucí z pohybu záporně nabitých elektronů okolo kladně nabitého jádra. Tuto veličinu lze vyjádřit jako [7, 8]

$$\boldsymbol{\mu}_{orb} = -\frac{e}{2m_e}\mathbf{l} = \gamma\mathbf{l}, \quad (1.6)$$

kde  $e$  je hodnota elementárního náboje,  $m_e$  je hmotnost elektronu a  $\mathbf{l}$  je moment hybnosti elektronu. Konstanta  $\gamma$  se označuje jako *gyromagnetický poměr*. Z kvantové mechaniky plyne, že nelze změřit všechny složky vektoru  $\boldsymbol{\mu}_{orb}$ . Standardně měříme pouze  $z$ -ovou složku, kterou lze vyjádřit jako [8]

$$\mu_{orb,z} = -\frac{e}{2m_e}m_l\hbar, \quad (1.7)$$

kde  $m_l$  je orbitální kvantové číslo nabývající hodnot  $m_l = 0, \pm 1, \pm 2, \dots$  a  $\hbar$  je redukovaná Planckova konstanta<sup>4</sup>. Přirozenou jednotkou magnetického momentu je *Bohrův magneton*  $\mu_B$ , který je definován jako [7, 8]

$$\mu_B = \frac{e\hbar}{2m_e} = 9,274 \cdot 10^{-24} \text{ Am}^2. \quad (1.8)$$

## Spinový magnetický moment

Spinový moment  $\boldsymbol{\mu}_s$  je vnitřní vlastností elektronů a nemá žádnou klasickou analogii [8]. Opět zde platí možnost měření pouze jedné projekce, kterou lze vyjádřit ve tvaru

$$\mu_{s,z} = -\frac{e\hbar}{m_e}m_s\hbar, \quad (1.9)$$

kde  $m_s$  je spinové kvantové číslo nabývající hodnot  $m_s = \pm 1/2$  [8].

## 1.2. Energie a magnetismus

Stabilita uspořádání magnetických momentů v materiálu je definována minimalizací celkové energie systému  $\epsilon$ , ve které je zastoupeno velké množství složek energie, platí tedy [8]

$$\epsilon = \epsilon_Z + \epsilon_{ex} + \epsilon_d + \epsilon_a + \dots \quad (1.10)$$

Hlavními příspěvky celkové energie  $\epsilon$  je Zeemanova energie  $\epsilon_Z$ , výměnná energie  $\epsilon_{ex}$ , energie dipólové interakce  $\epsilon_d$  a anizotropní energie  $\epsilon_a$ . Tyto hlavní složky energie jsou v následující sekci blíže rozvedeny.

---

<sup>4</sup> $\hbar = \frac{h}{2\pi} = 1.055 \cdot 10^{-34} \text{ Js}$

## Zeemanova energie

Působením vnějšího magnetického pole  $\mathbf{H}_{ext}$  na materiál s magnetizací  $\mathbf{M}$  dojde k přiklánění vektoru  $\mathbf{M}$  ke směru vnějšího pole  $\mathbf{H}_{ext}$ . Tímto jevem je vyvolán moment síly  $\mathbf{\Gamma} = \mu_0 \mathbf{M} \times \mathbf{H}_{ext}$  působící na magnetizaci  $\mathbf{M}$ , čímž dojde v materiálu ke změně tzv. *Zeemanovy energie*  $\epsilon_z$  dané vztahem [8]

$$\epsilon_z = -\mu_0 \iiint_V \mathbf{M} \cdot \mathbf{H}_{ext} d^3\mathbf{r}. \quad (1.11)$$

## Výměnná energie

*Výměnná energie* plyne ze vzájemné interakce mezi spinovými momenty jednotlivých atomů. Tato interakce je zodpovědná za dalekodosahová uspořádání magnetických momentů. Hamiltonián této interakce mnohaelektronového systému má obecně tvar [7, 8]

$$\hat{H}_{ex} = \sum_{i,j \neq i} J_{ij} \hat{\mathbf{S}}_i \cdot \hat{\mathbf{S}}_j, \quad (1.12)$$

kde  $\hat{\mathbf{S}}_i$ ,  $\hat{\mathbf{S}}_j$  jsou spinové momenty hybnosti  $i$ -tého a  $j$ -tého elektronu a  $J_{ij}$  příslušná výměnná konstanta pro daný materiál.

Často používanou aproximací obecného vztahu (1.12) je vzájemná interakce pouze sousedních spinů. Hodnota  $J_{ij}$  významně ovlivňuje výsledné spinové uspořádání. Pro feromagnetické uspořádání je typická hodnota  $J_{ij} > 0$ , naproti tomu pro antiferomagnetické uspořádání je typická hodnota  $J_{ij} < 0$ . Ve feromagnetickém uspořádání je tedy preferovaná souhlasná orientace sousedních spinů, zatímco v antiferomagnetickém uspořádání je preferována jejich opačná vzájemná orientace. [8, 7]

V aproximaci spojitě magnetizace lze vyjádřit výměnnou energii  $\epsilon_{ex}$  ve tvaru [8]

$$\epsilon_{ex} = \iiint_V A \left( \nabla \frac{\mathbf{M}}{M_s} \right)^2 d^3\mathbf{r}, \quad (1.13)$$

kde  $A$  je výměnná konstanta,  $\mathbf{M}$  je magnetizace materiálu,  $M_s$  je saturační hodnota magnetizace a integrace probíhá přes objem vzorku  $V$ .

## Energie dipólové interakce

Každý magnetický dipól v materiálu vytváří magnetické pole, které přispívá k celkovému vnitřnímu poli, tzv. *demagnetizačnímu poli*  $\mathbf{H}_d$ , které interaguje s okolními dipóly. Celkový energiový příspěvek daný touto interakcí lze vyjádřit vztahem [8]

$$\epsilon_d = -\frac{\mu_0}{2} \iiint_V \mathbf{M} \cdot \mathbf{H}_d d^3\mathbf{r}. \quad (1.14)$$

## Anizotropní energie

V magnetickém materiálu existuje vždy preferovaná osa - tzv. *snadná osa*, podél níž se magnetizace  $\mathbf{M}$  snadněji orientuje. Ke vzniku této osy vede tvarová a krystalová anizotropie vzorku. Tvarová anizotropie plyne z tvaru samotného vzorku, zatímco krystalová

anizotropie plyne ze samotného uspořádání krystalu. S touto anizotropií je spojena i příslušná anizotropní energie, která se odvíjí od vzájemné orientace  $\mathbf{M}$  a snadné osy. Tato energie může být vyjádřena ve tvaru [8]

$$\epsilon_a = \iiint_V K_u \sin^2 \theta d^3 \mathbf{r}, \quad (1.15)$$

kde  $K_u$  je koeficient anizotropie a úhel  $\theta$  je úhel mezi vektorem  $\mathbf{M}$  a vektorem snadné osy.

## 1.3. Magnetická uspořádání

### 1.3.1. Diamagnetické látky

*Diamagnetismus* je jev, kdy magnetické pole v materiálu indukované vnějším magnetickým polem míří proti směru vnějšího pole, čímž toto pole oslabuje. Tento jev se do jisté míry vyskytuje v každé látce a je-li materiál odstraněn ze vnějšího magnetického pole, tak zaniká i indukované pole. Je-li diamagnetismus v dané látce dominantním magnetickým jevem, pak látku označujeme za *diamagnetickou*.

Za klasickou analogii tohoto jevu lze považovat tzv. *Lenzův zákon* [7, 9], podle kterého platí, že je-li vložena proudová smyčka do vnějšího magnetického pole, tak se ve smyčce indukuje proud, který se snaží zamezit změně magnetického indukčního toku proudovou smyčkou.

Diamagnetické látky jsou charakteristické teplotně nezávislou susceptibilitou, která je dána vztahem [7, 10]

$$\chi_{Di} = -\frac{\mu_0 N e^2}{6m_e} \sum_i \langle r_i^2 \rangle, \quad (1.16)$$

kde  $N$  je počet elektronů v jednotkovém objemu a člen  $\langle r_i^2 \rangle$  je určen rozložením elektronů v materiálu. Je tedy zřejmé, že hodnota  $\chi_{Di}$  je záporná, nezávislá na teplotě a standardně se pohybuje okolo hodnoty  $\chi_{Di} \approx -10^{-5}$ .

### 1.3.2. Paramagnetické látky

*Paramagnetismus* je jev významný v materiálech s nepárovými elektrony v atomárních orbitalech, díky čemuž mají nenulový lokální magnetický moment. Tyto momenty na sebe mírně působí, ale vlivem teplotních fluktuací jsou jejich směry náhodné a celková magnetizace je přibližně rovna nule. Při působení vnějšího magnetického pole se ale momenty uspořádají podél vnějšího magnetického pole pro minimalizaci Zeemanovy složky energie, která je popsána v sekci 1.2, čímž je vyvolána nenulová magnetizace  $\mathbf{M}$ . Po odstranění vnějšího pole se momenty vrátí do chaotického uspořádání a výsledná magnetizace je opět nulová [8, 9]. Magnetická susceptibilita paramagnetik se řídí tzv. *Curieovým zákonem*, který má v případě platnosti podmínky  $\mu_B B \ll k_B T$  tvar [8]

$$\chi_{Pa} = \frac{\mu_0 N \mu_B^2}{k_B} \frac{1}{T} = \frac{C}{T}, \quad (1.17)$$

kde  $\mu_B$  je Bohrov magneton (viz 1.1),  $B$  je velikost vnějšího magnetického pole,  $k_B$  je Boltzmannova konstanta a  $N$  je počet nepárováných elektronů v jednotkovém objemu. Konstanta  $C$  se označuje jako *Curieova konstanta* a susceptibilita je tedy nepřímo úměrná termodynamické teplotě  $T$ . Standardní hodnota magnetické susceptibility paramagnetických látek je kladná a její hodnota se pohybuje v rozmezí  $\chi_{Pa} \approx 10^{-5}$ – $10^{-2}$ . V paramagnetických látkách vyvolává vnější pole i diamagnetickou odezvu, která je však vzhledem k paramagnetické odezvě materiálu zanedbatelná.

### 1.3.3. Feromagnetické látky

*Feromagnetické uspořádání* (FM) je charakteristické nenulovou magnetizací materiálu bez působení vnějšího magnetického pole - jednotlivé magnetické momenty vytvářejí makroskopické oblasti, v nichž jsou momenty souhlasně orientovány. Tyto oblasti označujeme za *magnetické domény* a jejich velikost a uspořádání jsou v izotropním materiálu určeny rovnováhou mezi dipólovou a výměnnou interakcí [11], (viz sekce 1.2). Feromagnetickým látkám odpovídá kladná výměnná konstanta  $J_{i,j}$ , což způsobí, že souhlasná orientace sousedních momentů je energeticky nejvýhodnější. V různých magnetických doménách je i různý směr magnetického momentu. Při působení vnějšího magnetického pole dojde k seřazení jednotlivých domén ve směru vnějšího magnetického pole a výsledná magnetizace výrazně naroste.

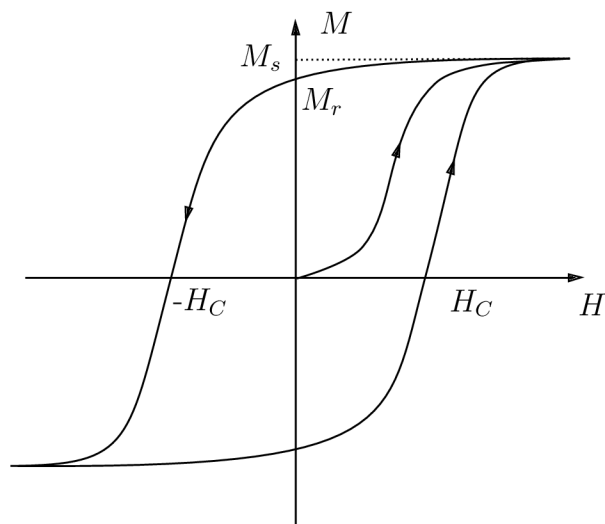
Magnetická susceptibilita feromagnetických látek  $\chi_{Fe}$  je popsána tzv. *Curieovým - Weissovým zákonem*, který má tvar [7, 8]

$$\chi_{Fe} \propto \frac{1}{T - T_C}, \quad (1.18)$$

kde  $T_C$  představuje tzv. *Curieovu teplotu*. Spontánní magnetizace je tedy výrazně závislá na teplotě a při dosažení Curieovy teploty  $T_C$  je rovna nule. Tepelné fluktuace pro teploty  $T > T_C$  naruší uspořádanou doménovou strukturu a materiál přechází z feromagnetické do paramagnetické fáze [7].

Základní charakterizaci feromagnetických látek poskytuje tzv. *hysterezní smyčka*. Jedná se o nelineární závislost magnetizace  $\mathbf{M}$  na vnějším magnetickém poli  $\mathbf{H}$ . Hysterezní křivka jako celek poskytuje základní pohled na schopnost materiálu reagovat na vnější magnetické pole. Standardní podoba hysterezní smyčky feromagnetických látek je znázorněna na obrázku 1.1.

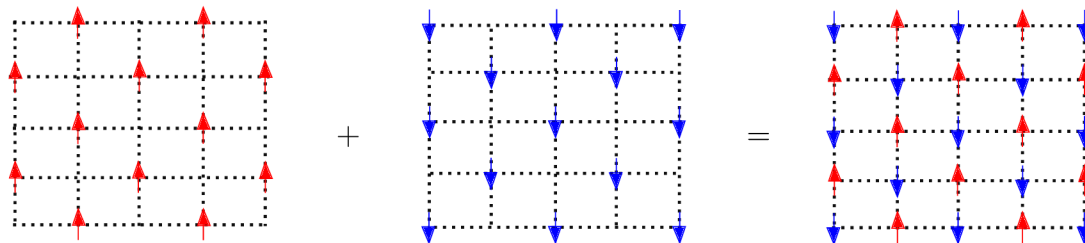
Smyčka začíná v nulovém vnějším poli s nulovou hodnotou magnetizace, následně s rostoucím polem  $H$  roste i hodnota magnetizace až dosáhne hodnoty saturační magnetizace  $M_s$ . Tuto část smyčky označujeme za *křivku prvotní magnetizace*. Zeslabíme-li vnější pole až na nulovou hodnotu, je v materiálu stále přítomna tzv. *remanentní magnetizace*  $M_r$ . Pro dosažení nulové hodnoty magnetizace je třeba snížit vnější pole na hodnotu  $-H_c$ , která se označuje jako tzv. *koercitivita*. Dalším nárůstem záporné hodnoty vnějšího pole opět dosáhneme saturační hodnoty magnetizace v opačném směru. Dalším nárůstem vnějšího pole získáme opačnou část křivky s analogickým průběhem. Celá křivka vytváří uzavřenou hysterezní smyčku [8].



**Obrázek 1.1:** Hysterezní křivka feromagnetických látek.  $M_s$  je saturační magnetizace,  $M_r$  je remanentní hodnota magnetizace a  $H_c$  je koercitivita. Převzato a upraveno z [8].

### 1.3.4. Antiferomagnetické látky

Dalším možným magnetickým uspořádáním materiálu je *antiferomagnetické uspořádání* (AF), které je vyvoláno výměnnou interakcí se zápornou hodnotou výměnné konstanty  $J_{i,j}$ , což vyvolá antiparalelní preferenční směr orientace sousedních magnetických momentů. Magnetická struktura AF látek může být popsána složením dvou podmřížek se vzájemně opačnými magnetickými momenty [7], jak je znázorněno na obrázku 1.2. Směr těchto magnetických momentů označujeme za tzv. *antiferomagnetickou osu*.



**Obrázek 1.2:** Struktura antiferomagnetického materiálu popsána složením dvou podmřížek s opačně orientovanými magnetickými momenty. Převzato a upraveno z [7].

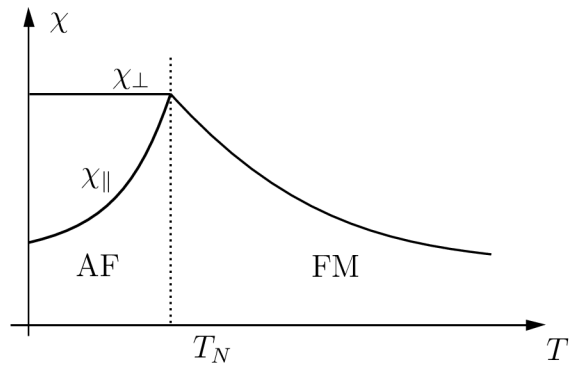
Celkový magnetický moment AF mřížky bez působení vnějšího pole je tedy roven nule [7]. Magnetická susceptibilita AF látek je rovněž závislá na teplotě. Tato závislost je znázorněna na obrázku 1.3.

Susceptibilita antiferomagnetických materiálů závisí na směru vnějšího pole vzhledem k AF ose.  $\chi_{\parallel}$  roste až do určité hodnoty  $T_N$  zvané *Néelova teplota*<sup>5</sup>. Hodnota  $\chi_{\perp}$  je pro  $T < T_N$  konstantní. Při teplotách  $T > T_N$  dochází k převládnutí termálních fluktuací, což vede k narušení AF uspořádání a látka se stává paramagnetickou. Susceptibilita je pro  $T > T_N$  dána Curieovým zákonem podle vztahu (1.17) a pro  $T < T_N$  se susceptibilita řídí modifikovaným Curieovým-Weissovým zákonem ve tvaru [7]

$$\chi_{AF} \propto \frac{1}{T + T_N}, \quad (1.19)$$

<sup>5</sup>Pojmenováno po Louisovi Néelovi, který již v roce 1932 rozvinul teorii antiferomagnetismu.





**Obrázek 1.3:** Závislost magnetické susceptibility AF látek na teplotě. Pro teploty  $T < T_N$ , kde  $T_N$  je Néelova teplota, záleží susceptibilita na směru přiloženého magnetického pole. Je-li vnější pole aplikováno rovnoběžně, resp. kolmo, na antiferomagnetickou osu, pak značíme susceptibilitu jako  $\chi_{\parallel}$ , resp.  $\chi_{\perp}$ . Pro teploty  $T > T_N$  se látka stává paramagnetickou [7].

V další kapitole se budeme věnovat třídě materiálů vykazující fázovou přeměnu z AF stavu do FM stavu a opačně. Tento přechod označujeme za tzv. *metamagnetický fázový přechod* a může být vyvolán změnou teploty, nebo aplikací vnějšího magnetického pole na vzorek [12].

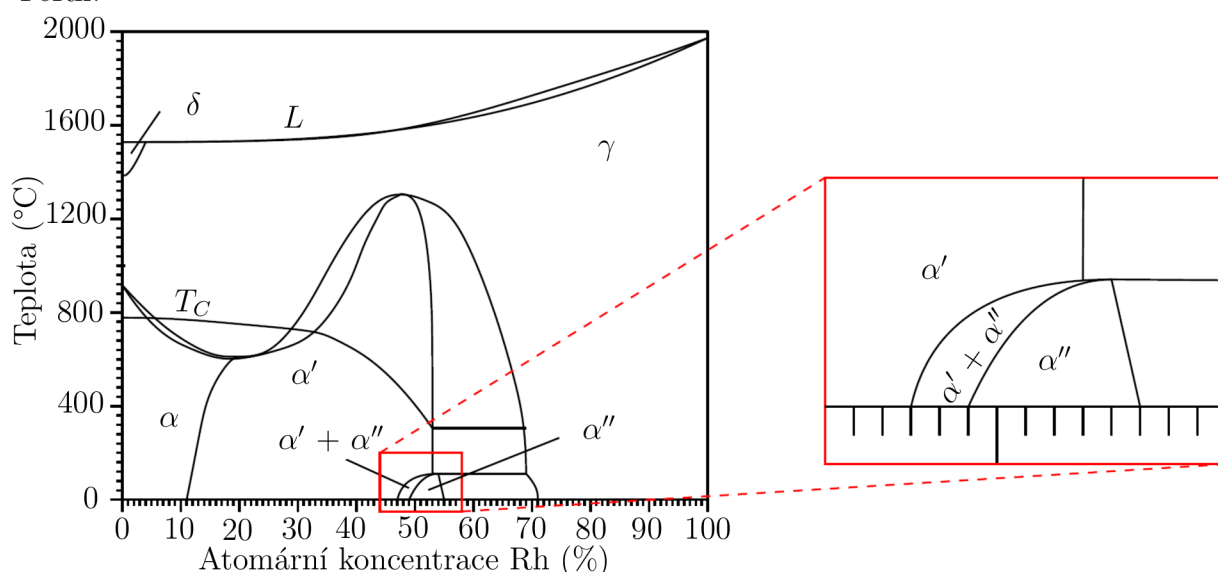


## 2. Železo-rhodium

Slitina železo-rhodia (FeRh) podléhá metamagnetické fázové přeměně z AF fáze na FM fázi, což bylo objeveno M. Fallotem [1] již roku 1939. K fázovému přechodu dochází okolo teploty 360 K, což z této slitiny tvoří vhodného kandidáta pro aplikace [12, 13]. Další zajímavou vlastností FeRh je možnost významně regulovat teplotu metamagnetického přechodu [14]. Faktory ovlivňující teplotu přechodu jsou diskutovány v sekci 2.2.

### 2.1. Fázový diagram a struktura FeRh

Fázový diagram vykresluje rovnovážný stav slitiny v závislosti na teplotě a atomární, resp. hmotnostní koncentraci prvků ve slitině. Na obrázku 2.1 je znázorněn fázový diagram FeRh.



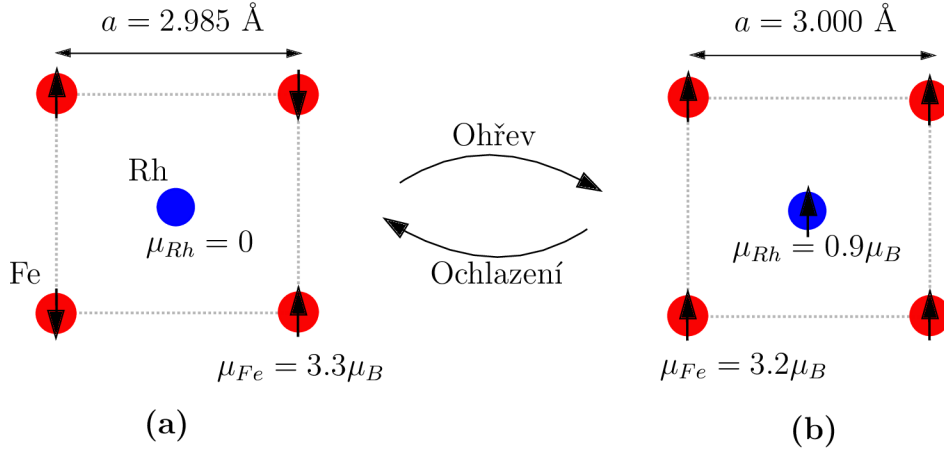
**Obrázek 2.1:** Fázový diagram FeRh:  $L$  - tavenina;  $\gamma$  - fcc fáze;  $\delta$  - vysokoteplotní bcc fáze;  $\alpha$  - nízkoteplotní bcc fáze;  $\alpha'$  - feromagnetická fáze s CsCl strukturou;  $\alpha''$  - antiferomagnetická fáze se strukturou CsCl. Fázový přechod AF-FM se vyskytuje v úzké oblasti s atomární koncentrací rhodia 48–54 %. Převzato a upraveno z [15].

Fázový přechod z AF fáze do FM fáze (AF-FM přechod) nastává mezi fázemi  $\alpha'$  (FM fáze) a  $\alpha''$  (AF fáze) pouze při atomární koncentraci 48–54 % Rh. Krystalografické uspořádání obou fází je prostorově centrovaná kubická mřížka (BCC<sup>1</sup>) analogicky se strukturou CsCl [15, 16], která může být interpretována jako spojení dvou prostých kubických mřížek (SC<sup>2</sup>), kde každá je tvořena atomy jednoho prvku. Toto uspořádání je znázorněno na obrázku 2.2. Mřížka FeRh je tedy tvořena kubickou mřížkou s dvouatomární bází, kde atom Fe se nachází na pozici [000] a atom Rh na pozici  $[\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}]$  [10]. Při metamagnetické fázové přeměně dojde ke změně mřížkových parametrů. Mřížkový parametr AF fáze je  $a = 2.985 \text{ \AA}$  a po fázovém přechodu do FM fáze je  $a = 3.000 \text{ \AA}$  [17, 18].

<sup>1</sup>Z angl. body centered cubic.

<sup>2</sup>Z angl. simple cubic.

Uspořádání magnetických momentů jednotlivých fází je naznačeno na obrázku 2.2. V AF fázi je velikost magnetického momentu Fe atomů  $\mu_{Fe,AF} = 3.3\mu_B$  a moment Rh atomů  $\mu_{Rh,AF} = 0$ . Ve FM fázi odpovídá jednomu atomu Fe moment  $\mu_{Fe,FM} = 3.2\mu_B$ , který má souhlasný směr s indukovaným momentem Rh, který má velikost  $\mu_{Rh,FM} = 0.9\mu_B$  [12].



**Obrázek 2.2:** Krystalové uspořádání FeRh (a) AF fáze, (b) FM fáze.

## 2.2. Metamagnetický fázový přechod FeRh

Metamagnetický fázový přechod odpovídá přechodu z AF fáze  $\alpha''$  přes stav koexistence fází AF a FM ( $\alpha' + \alpha''$ ), až do FM fáze  $\alpha'$  (označení fází podle fázového diagramu FeRh znázorněného na obrázku 2.1). Fázový přechod z AF fáze do FM fáze je fázovým přechodem prvního druhu<sup>3</sup>, zatímco přechod z AF fáze do paramagnetické fáze se řadí mezi fázové přechody druhého druhu<sup>4</sup>.

### 2.2.1. Teplota AF-FM přechodu

Kvůli odlišné hodnotě mřížkových parametrů při AF a FM fázi lze dosáhnout stabilizace jedné z fází vnější změnou mřížkového parametru FeRh, čímž také ovlivníme teplotu fázového přechodu<sup>5</sup>.

Teplota metamagnetického fázového přechodu výrazně závisí na poměru zastoupení jednotlivých prvků ve slitině a kromě toho může být modifikována dopováním jiných prvků, např. paladiem, platinou, hliníkem, atp. [20]. Dopováním atomů o různé velikosti oproti Fe a Rh mírně pozměníme mřížkový parametr FeRh<sup>6</sup>, čímž vyvoláme preferenci buď AF stavu, nebo FM stavu. Dopováním FeRh se podrobně zabývala také R. Barua [21].

<sup>3</sup>Fázový přechod prvního druhu je charakteristický skokovou změnou *parametru uspořádání*, čemuž zde odpovídá magnetizace  $M$ . V tomto případě lze pozorovat koexistenci jednotlivých fází v průběhu přechodu [19].

<sup>4</sup>Fázovému přechodu druhého druhu odpovídá spojitá změna parametru uspořádání. Při teplotě přechodu, tzv. kritickém bodě, nepozorujeme koexistenci fází [19].

<sup>5</sup>Vzhledem k předpokládaným aplikacím blízko pokojové teploty usilujeme především o snížení teploty fázového přechodu, tedy o stabilizaci FM fáze.

<sup>6</sup>Dopováním velkého atomu dojde ke snížení mřížkového parametru, zatímco dopováním malého atomu dojde ke zvětšení mřížkového parametru.

K poklesu teploty přechodu také dochází při působení vnějšího magnetického pole, které stabilizuje FM fázi [12].

### 2.2.2. Vliv substrátu na AF-FM přechod v FeRh

Významný vliv na teplotu AF-FM přechodu FeRh má substrát, na němž jsou tenké vrstvy FeRh připravovány<sup>7</sup>. Pro tento účel se užívají substráty s podobným mřížkovým parametrem, jako má FeRh. Nejhojněji užívanými substráty jsou monokrystaly MgO (001)<sup>8</sup> a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0001) (safír). Mřížkový parametr substrátu neodpovídá přesně mřížce FeRh, čímž dochází k deformaci FeRh mřížky a pro zmíněné substráty jsou deformace různě orientovaného FeRh zmíněny v tabulce 2.1.

**Tabulka 2.1:** Míra napětí a deformace v různě orientovaných mřížkách FeRh naneseného na substrátech MgO (001) a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0001). První 2 sloupce označují krystalografickou rovinu vrstvy FeRh, která byla měřena pomocí RTG difrakce.  $\Psi$  má význam úhlu mezi normálou vzorku a dopadajícím úhlem RTG paprsku a  $a$  je mřížkový parametr příslušného substrátu. Převzato z [12].

FeRh/MgO	FeRh/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	$\Psi$ (°)	$a$ (Å) MgO	Napětí (%) MgO	$a$ (Å) Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Napětí (%) Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
(002)	(111)	0,0	2,9980	+0,33	2,9800	-0,27
	(110)	35,2			2,9854	-0,09
(011)		45,0	0,9890	+0,03		
	(200)	54,7			2,9901	+0,07
(020)	(1-10)	90,0	2,9750	-0,44	2,9950	+0,23

Změnou mřížkového parametru je možné stabilizovat jednu z fází AF-FM fázového přechodu, čímž lze regulovat teplotu přechodu. Z tabulky 2.1 plyne, že různá uspořádání FeRh na různých substrátech vedou k napětí, které rozšiřuje, resp. smršťuje mřížku FeRh, čímž dochází ke stabilizaci FM, resp. AF fáze a dochází k poklesu, resp. nárůstu teploty přechodu. Porovnání závislosti magnetizace na teplotě pro jednotlivé substráty je znázorněno na obrázku 2.3, z čehož lze jednoznačně pozorovat pokles teploty přechodu FeRh připraveného na Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> substrátu, na rozdíl od zvýšení teploty přechodu v případě MgO substrátu.

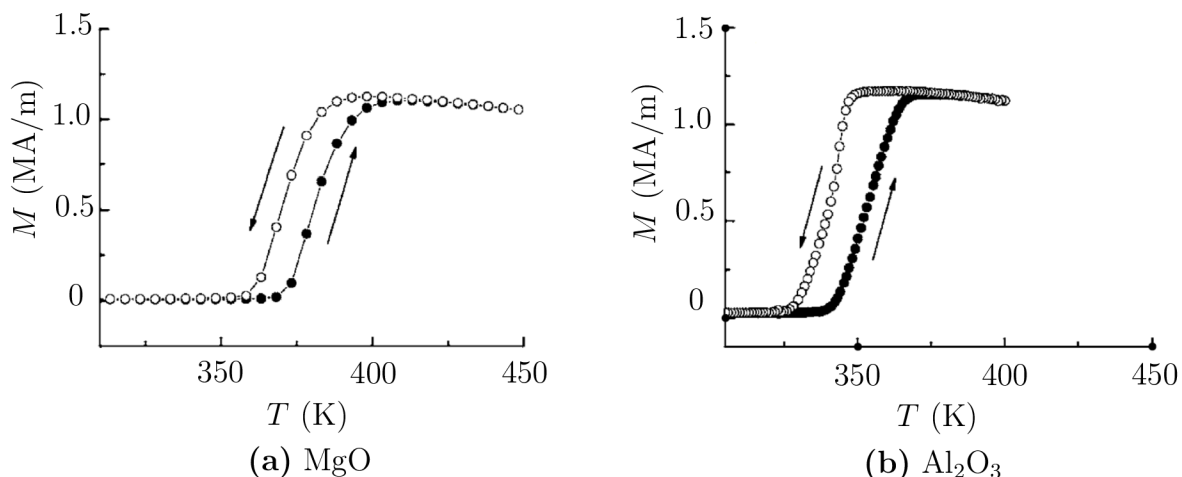
Dalšího poklesu teploty přechodu lze dosáhnout mezivrstvou materiálu mezi substrátem a FeRh vrstvou s vyšší hodnotou mřížkového parametru než má FeRh, čímž lze vyvolat vyšší roztažné napětí v FeRh mřížce, a tedy stabilizovat FM fázi FeRh. Pro tyto účely lze použít vrstvu wolframu (W) pod vrstvou FeRh s mřížkovým parametrem  $a = 3,1652$  Å [22] a BCC krystalickou mřížkou, která zajišťuje možnost epitaxního růstu W vrstvy na MgO substrátu a následný růst FeRh vrstvy.

### 2.2.3. Elektrické transportní vlastnosti FeRh

Mimo fázovou přeměnu vykazuje FeRh standardní chování elektrického odporu v závislosti na teplotě typické pro kovy. K výraznému poklesu elektrického odporu dochází při AF-FM přechodu FeRh, kdy dochází k poklesu odporu až o 50 % původní hodnoty [14].

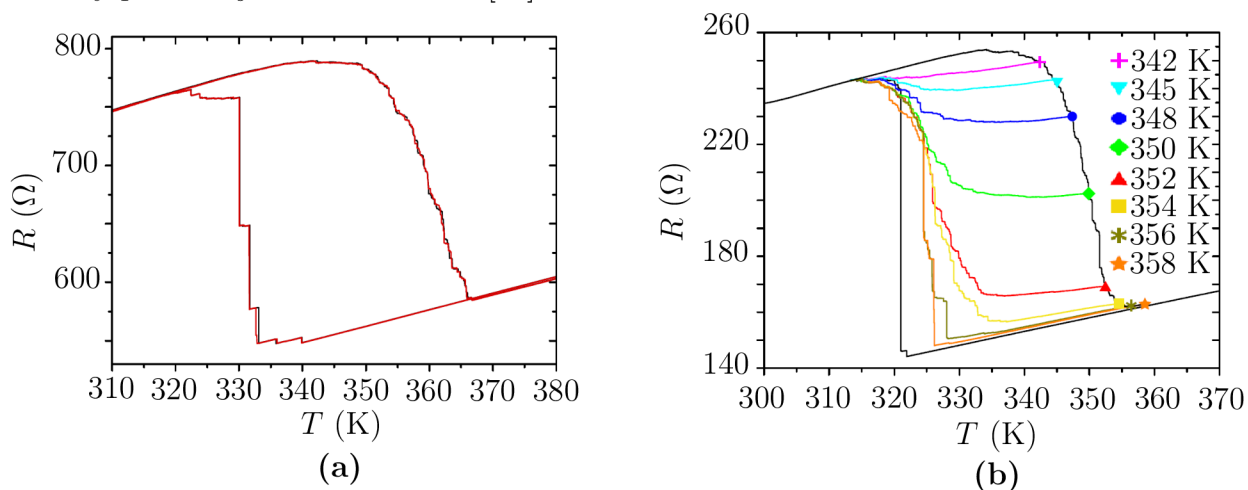
<sup>7</sup>Způsob přípravy FeRh vzorků je blíže rozveden v kapitole 4.3.

<sup>8</sup>MgO - FCC mřížka (NaCl struktura),  $a = 4,212$  Å.



**Obrázek 2.3:** Porovnání teplotních závislostí magnetizace  $M(T)$  FeRh vrstev připravených na různých substrátech. Převzato a upraveno z [12].

Závislost odporu na teplotě při AF-FM přechodu v FeRh je výrazně ovlivněna prostorovým omezením FeRh struktur, které vyvolává asymetrii mezi AF-FM a FM-AF přechodem. Touto asymetrií se zabýval Uhlíř et al. [23]. Měřením odporů nanodrátů FeRh při fázovém přechodu se ukázalo, že AF-FM přechod je téměř hladký, zatímco FM-AF přechod je realizován několika diskrétními skoky. Tato asymetrie je znázorněna na obrázku 2.4. Toto chování bylo vysvětleno různým počtem nukleačních center metamagnetického fázového přechodu mezi AF a FM fází, kde AF uspořádání je výrazně narušeno strukturálními poruchami, jako jsou hranice zrn nebo čárové poruchy, zatímco FM uspořádání není narušeno ani ve výrazně zrnitých strukturách a počet nukleačních center pro fázový přechod je mnohem menší [23].



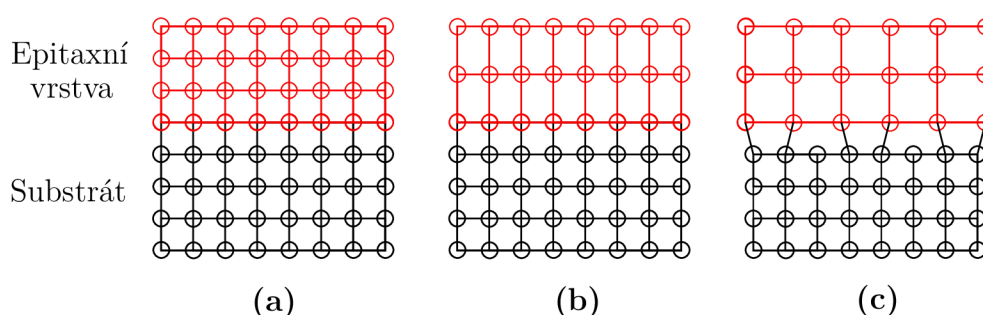
**Obrázek 2.4:** Teplotní závislost odporu FeRh drátů. (a) Opakovatelnost měření byla ověřena dvěma shodnými měřeními (červená a černá křivka). Parametry drátu: tloušťka - 50 nm, šířka - 220 nm, délka - 2,6  $\mu\text{m}$ . (b) Měření neúplných fázových přechodů s různým množstvím zbytkové AF fáze. S rostoucím podílem zbytkové AF fáze se stává FM-AF přechod více hladkým. Vyznačené teploty odpovídají teplotám, kdy byl pozastaven AF-FM přechod. Parametry drátu: tloušťka - 33 nm, šířka - 550 nm, délka - 4  $\mu\text{m}$ . Převzato a upraveno z [23].

## 3. MgO substrát

Vrstvy FeRh se nejčastěji připravují epitaxně na substrátu monokrystalického oxidu hořečnatého - MgO (001). Bližší informace o epitaxním růstu a o použití MgO substrátu jsou rozvedeny v této kapitole.

### 3.1. Epitaxní růst

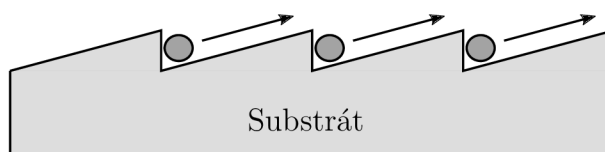
Za tzv. *epitaxní růst* označujeme růst krystalické struktury na krystalickém substrátu. Podmínkou je možná návaznost krystalové mřížky epitaxní vrstvy na mřížku substrátu. Rozdíly v druhu mřížky a mřížkových parametrech substrátu a epitaxní vrstvy vedou na mnoho strukturních poruch v epitaxní vrstvě [24]. Schématicky jsou různé případy epitaxního růstu znázorněny na obrázku 3.1.



**Obrázek 3.1:** (a) Dokonalý epitaxní růst (úplná shoda mřížkových parametrů), (b) epitaxní růst s napětím vyvolaným ve vrstvě (neshoda mřížkových parametrů), (c) relaxovaná epitaxní vrstva (výrazná neshoda mřížkových parametrů).

Klíčovou záležitostí pro růst kvalitních epitaxních vrstev je použití vhodného substrátu pro příslušnou epitaxní vrstvu, čímž lze dosáhnout dostatečné shody mřížkových parametrů. Částice epitaxní vrstvy se vážou na povrch substrátu, a proto lze očekávat, že s rostoucí kvalitou povrchu substrátu poroste kvalita vzniklé vrstvy. V literatuře je často zdůrazněna důležitost přípravy substrátu pro růst epitaxní vrstvy [4, 5, 6]. Cílem je použití substrátu s minimálním rozdílem v mřížkových parametrech oproti epitaxní vrstvě a s vhodně navazující mřížkou, čímž lze dosáhnout malého počtu mřížkových poruch, omezit počet hranic zrn a eliminovat další nežádoucí jevy, které se dále projevují na vlastnostech epitaxní vrstvy. Pro minimalizaci počtu poruch v připravované vrstvě se používají monokrystalické substráty [24].

Při řezání substrátu na požadovanou krystalografickou rovinu vždy dochází k malým odchylkám úhlu mezi řeznou a krystalografickou rovinou, což vede ke vzniku tzv. *teras*. V záhybech je vyšší pravděpodobnost vazby mezi substrátem a částicemi epitaxní vrstvy a právě v záhybech začíná epitaxní vrstva růst. Tento směr růstu je znázorněn na obrázku 3.2.



**Obrázek 3.2:** Směr růstu epitaxní vrstvy na substrátu s terasami.

## 3.2. Povrchová úprava substrátu

Existuje několik metod úpravy substrátu pro dosažení jeho optimálních strukturních vlastností. Často se používají různé způsoby chemického čištění, případně žíhací procesy. Chemickým čištěním jsme schopni eliminovat množství nečistot z povrchu substrátu, ale nedocílíme tímto způsobem výrazné strukturní změny a zlepšení kvality mřížky. Velice rozšířené je použití slabších rozpouštědel (aceton, isopropylalkohol - IPA, ethanol, trichlorethylen) v kombinaci s ultrazvukovým čištěním. Naproti tomu ohřevem substrátu na vysoké teploty dodáme částicím substrátu potřebnou aktivační energii pro přeuspořádání do pravidelnějšího uspořádání, které je zároveň pro krystal energeticky výhodnější a může vést k výraznému zlepšení struktury epitaxních vrstev [4]. Žíhání lze provádět po delší dobu (řádově několik hodin) na stálé teplotě - vhodné pro nevodivé vzorky, nebo lze použít tzv. *flashing*. Tato metoda spočívá ve velice prudkém náhlém ohřevu vzorku na teplotu přesahující 1000 °C a v následném ochlazení po několika vteřinách. Vysoké teploty je dosaženo nejčastěji průchodem proudem vzorkem, což dělá tuto metodu použitelnou pouze pro elektricky vodivé vzorky. Takových cyklů se provádí několik za sebou. Flashing je třeba provádět ve velmi vysokém vakuu (UHV<sup>1</sup>) pro zamezení dopadu nečistot na rekonstruovaný povrch. Krátká doba ohřevu je prevencí proti možnému odplyňování vzorku, což by vedlo ke zhoršení tlaku v aparatuře a k následné kontaminaci povrchu. Tato metoda se hojně využívá např. pro přípravu uspořádání Si (111) 7 × 7 [25].

Porovnání vlivu chemického čištění a žíhání substrátu na fyzikální a strukturní vlastnosti epitaxních vrstev bylo již diskutováno v článcích [4, 5, 6] a nejlepších výsledků bylo dosaženo právě žíhacími procesy. Schroeder et al. [5] zároveň diskutují vliv žíhání substrátu na vrstvy s různými rozdíly mřížkových parametrů oproti substrátu a mnohem výraznějšího zlepšení dosáhla vrstva s malým rozdílem mřížkových parametrů (substrát MgO, epitaxní vrstva TiN, rozdíl mřížkových parametrů 0.6 %, oproti substrátu MgO, epitaxní vrstvě HfN a rozdílu mřížkových parametrů 7.2 %). Epitaxní vrstva tedy velice přesně kopíruje povrch a přímo navazuje na strukturu substrátu, a s rostoucí shodou mřížkových parametrů roste vliv kvality substrátu na epitaxní vrstvu.

## 3.3. Použití MgO substrátu

MgO substrát je často používaným substrátem pro růst kovů a oxidů kovů. Příčinou použití pro růst FeRh je výrazná shoda mřížkových parametrů (rozdíl mřížkových parametrů MgO a AF fáze, resp. FM fáze FeRh je 0.2 %, resp. 0.7 %). Další výhodou MgO je stabilita při vysokoteplotních procesech, což umožňuje použití žíhacích metod. Teplota tání se pohybuje okolo 2500 °C. Výhodou je rovněž plošně centrovaná kubická mřížka (FCC<sup>2</sup>), která často odpovídá struktuře kovů, které jsou na MgO substrátu připravované [26].

Největšími nevýhodami MgO substrátu je nízká krystalinita, kdy lze pozorovat několik zrn na mm<sup>2</sup>. Rovněž k degvelké radaci povrchu MgO dochází vlivem reaktivity MgO s H<sub>2</sub>O, čímž se na povrchu substrátu vytváří krystalky Mg(OH)<sub>2</sub>, které znehodnocují povrch [5]. Tyto nevýhody by měly být částečně eliminovány právě žíháním substrátu [26].

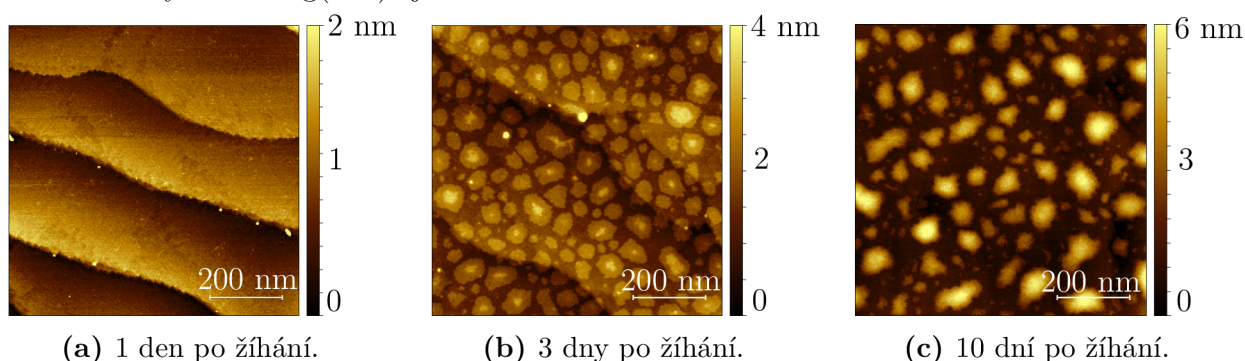
---

<sup>1</sup>Z angl. ultra high vacuum.

<sup>2</sup>Z angl. face centered cubic.



Kvůli elektrické nevodivosti MgO byla použita metoda dlouhodobého žíhání. Postupná nukleace krystalků  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  je zobrazena na obrázku 3.3.

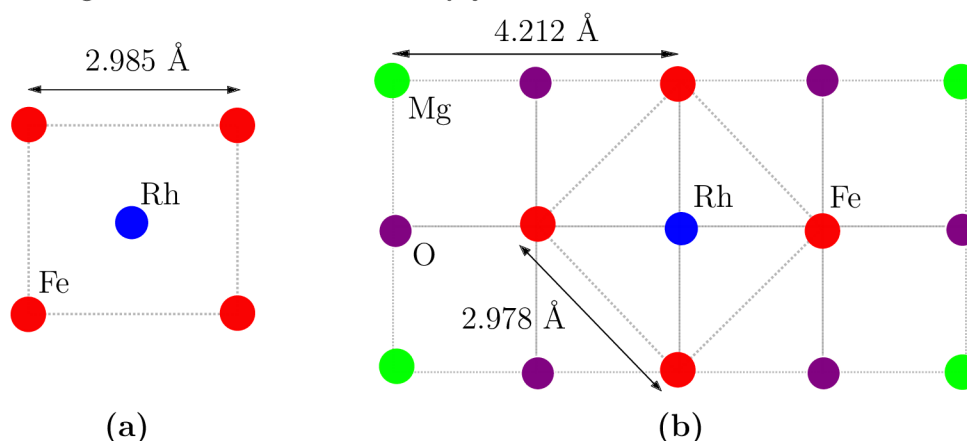


**Obrázek 3.3:** AFM měření topografie povrchu MgO substrátu uchovávaného na vzduchu po různý počet dní po žíhání při teplotě 1050 °C po dobu 12 h.

Pro minimalizaci degradace povrchu substrátu je tedy nezbytné omezit dobu pobytu substrátu na vzduchu, a proto bude pro žíhání substrátu na teplotách do 800 °C použita aparatura pro samotnou depozici FeRh. Po celou dobu byly v této práci použity MgO (001) substráty o čistotě >99.95 %, s rozměry:  $5 \times 5 \times 0.5 \text{ mm}^3$ .

### 3.4. Struktura FeRh na MgO

Preferovanou orientací nanosené vrstvy FeRh na MgO je natočená mřížka o úhel 45°. Mřížkovému parametru FeRh ( $a = 2.985 \text{ \AA}$  v AF fázi,  $a = 3.000 \text{ \AA}$  v FM fázi) odpovídá hodnota mřížkového parametru MgO  $a = \frac{\sqrt{2}}{2} \cdot 4.212 \text{ \AA} \cong 2.978 \text{ \AA}$ . Vlivem komprese mřížkového parametru FeRh v rovině vzorku ( $\text{IP}^3$ ) dochází k expanzi mřížkového parametru ve směru kolmém na vzorek ( $\text{OOP}^4$ ) pro zachování objemu elementární buňky. Pokles IP mřížkového parametru FeRh stabilizuje AF fázi a navyšuje teplotu přechodu. Vzájemné uspořádání MgO substrátu a FeRh vrstvy je znázorněno na obrázku 3.4.



**Obrázek 3.4:** (a) Krystalická struktura objemového FeRh. (b) Orientace struktury FeRh na substrátu MgO. Mřížka MgO vyvolává ve struktuře FeRh kompresní napětí, čímž stabilizuje AF fázi a navyšuje teplotu AF-FM přechodu.

<sup>3</sup>Z angl. in plane.

<sup>4</sup>Z angl. out of plane.



# 4. Experiment

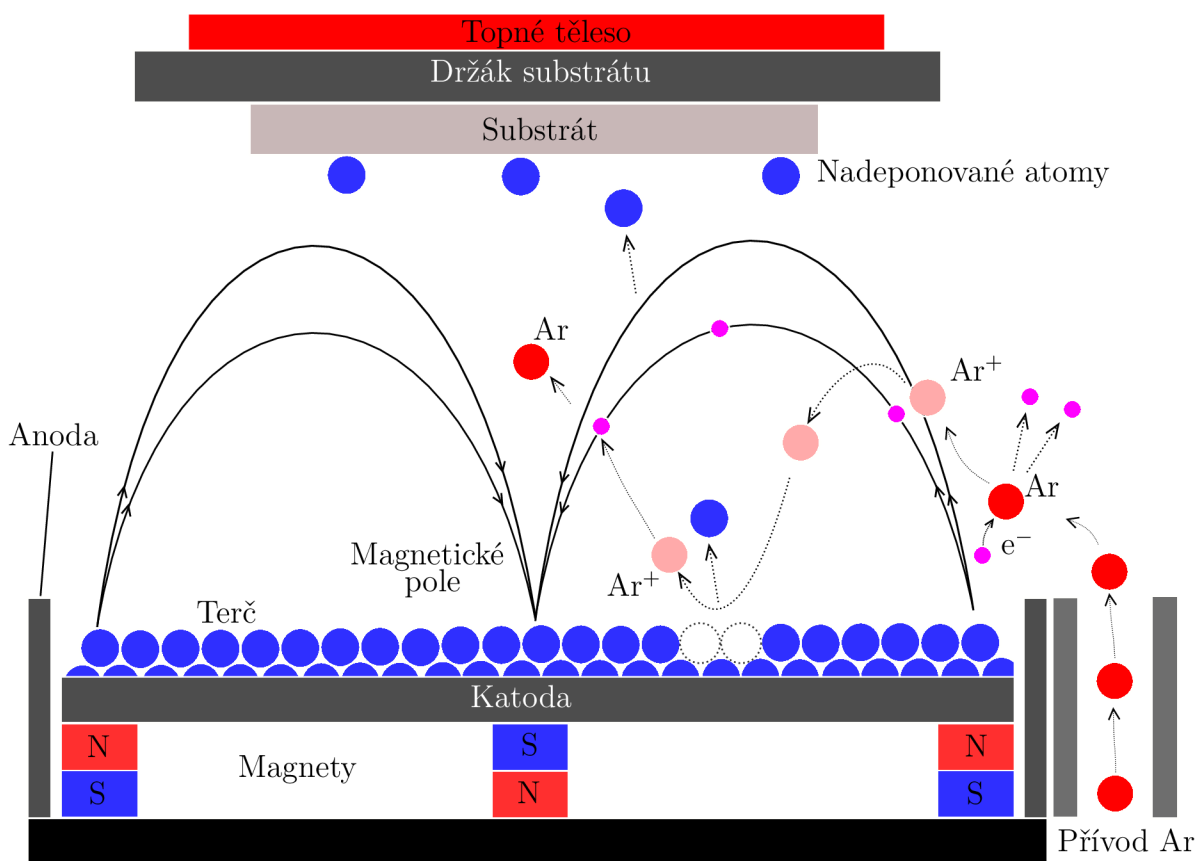
V následující kapitole je popsána experimentální část této práce, která zahrnuje úpravu a analýzu povrchu substrátu a následnou přípravu a analýzu struktur FeRh.

## 4.1. Experimentální techniky

Použité experimentální techniky pro přípravu a analýzu struktur jsou stručně popsány v této kapitole. Informace o samotné přípravě a analýze struktur jsou popsány v kapitolách 4.2 a 4.3.

### 4.1.1. Magnetronové naprašování

Magnetronové naprašování je druh tzv. *fyzikální depozice z plynné fáze* (PVD<sup>1</sup>) používaná pro přípravu tenkých vrstev na povrchu substrátu. Tato metoda se vyznačuje velmi vysokou adhezí deponovaného materiálu na substrát a vysokou mírou homogenity nadeponované vrstvy. Pro minimalizaci kontaminace deponovaných vrstev se depozice často provádí ve velmi vysokém vakuu (UHV<sup>2</sup>) [27]. Schéma magnetronového naprašování je znázorněno na obrázku 4.1.



Obrázek 4.1: Schéma magnetronového naprašování.

<sup>1</sup>Z angl. physical vapor deposition.

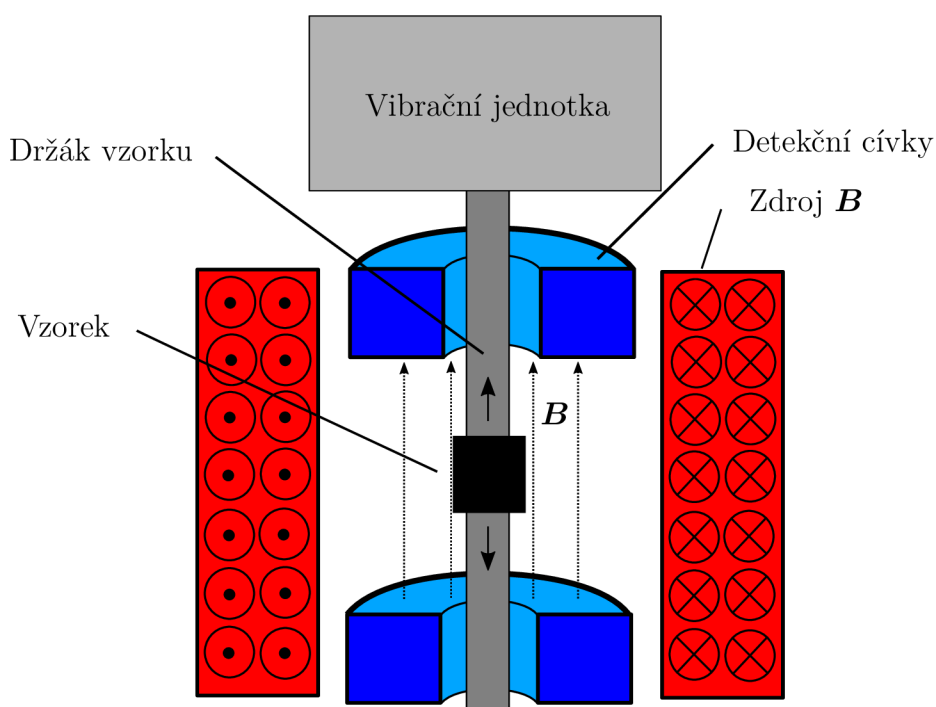
<sup>2</sup>Z angl. ultra high vacuum.

Použitý pracovní plyn (v našem případě argon - Ar) se prostřednictvím srážek s volnými elektrony ionizuje. Ionty  $\text{Ar}^+$  a volné elektrony jsou dále urychlovány elektrickým polem mezi katodou a anodou. S rostoucím počtem srážek také roste pravděpodobnost srážky  $\text{Ar}^+$  s elektronem, čímž opět vzniká neutrální Ar a proces se může obnovit. Magnetickým polem jsou ionty  $\text{Ar}^+$  směřovány na terč, kde vyrazí atomy z terče, které následně doadají na vzorek. Magnetické pole také vyvolává gyrační pohyb nabitých částic, čímž je navýšena pravděpodobnost srážky, a tedy i pravděpodobnost ionizace. Pro podporu epitaxního růstu je možné držák substrátů vyhřívat na vysoké teploty (až  $1100\text{ }^\circ\text{C}$ ) [28].

Pro elektricky vodivé materiály terče se používá stejnosměrné napětí mezi elektrodami, zatímco pro nevodivé terče je potřeba použít střídavé napětí mezi elektrodami pro zamezení kumulace náboje na terči [29].

#### 4.1.2. Vibrační magnetometrie

Vibrační magnetometrie (VSM<sup>3</sup>) je metoda měření magnetizace vzorku založená na elektromagnetické indukci. Měřený vzorek je uchycen v držáku a kmitá ve vnějším magnetickém poli v okolí detekčních cívek, v nichž je indukováno napětí. Na základě měřeného napětí lze určit magnetický moment vzorku [30]. Schéma aparatury vibračního magnetometru je znázorněno na obrázku 4.2.



Obrázek 4.2: Schéma aparatury vibračního magnetometru.

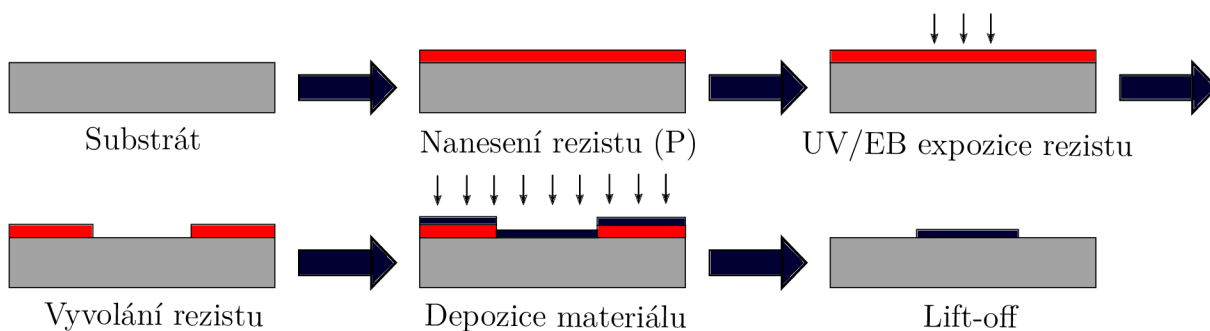
<sup>3</sup>Z angl. vibrating-sample magnetometry.

### 4.1.3. Litografie

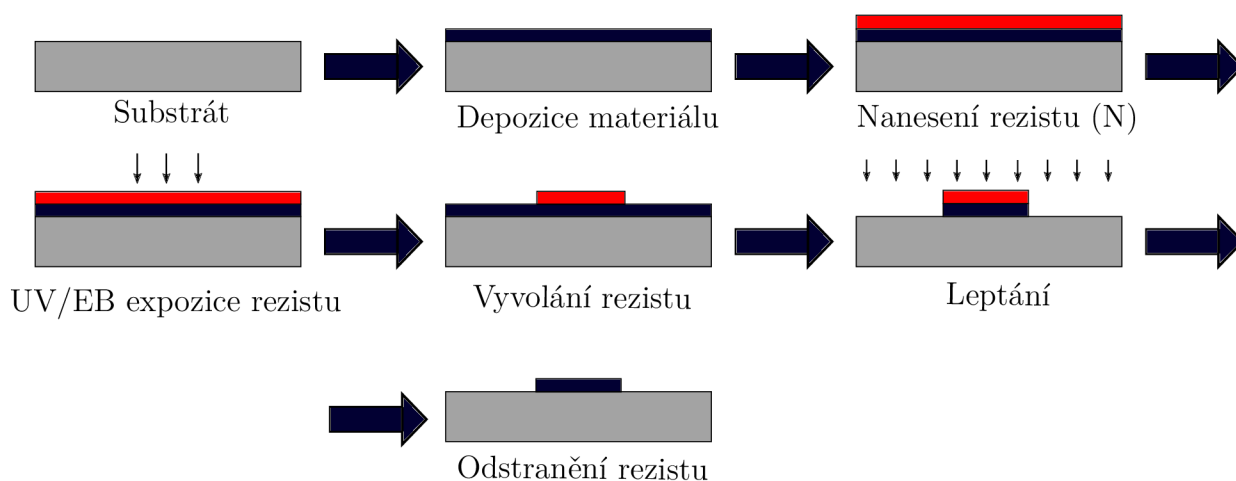
#### Elektronová litografie

Elektronová litografie (EBL<sup>4</sup>) je metoda přípravy struktur o velikosti až desítek nanometrů. Základem elektronové litografie je tzv. *rezist*, což je materiál (většinou organický polymer) vyznačující se významnou strukturální změnou po expozici elektronovým paprskem. Vrstva rezistu se nejčastěji nanáší metodou tzv. *spin-coating*, při níž dochází k vytvoření homogenní vrstvy pomocí odstředivé lakovačky. Rozlišujeme dva základní druhy rezistů - pozitivní a negativní rezist. Reaktivní část rezistu se během *vyvolání* odplaví a zůstane pouze nerozpustná část, která slouží jako *maska* pro selektivní depozici a selektivní iontové leptání. V případě pozitivního rezistu dojde při vyvolání k odstranění exponovaných ploch, zatímco u negativního rezistu jsou odplaveny části, které exponovány nebyly. Maskou nezakryté části tvoří základ pro vznik struktur [31].

Rozlišujeme dva základní litografické postupy - pozitivní a negativní. Schéma pozitivního, resp. negativního litografického procesu je znázorněno na obrázku 4.3, resp. 4.4. Při pozitivním procesu se po vyvolání pozitivního rezistu nadeponuje požadovaná vrstva pro výsledné nanostruktury. Následuje tzv. *lift-off*, což je krok litografie, kdy se za pomoci rozpouštědla odstraní zbývající rezist spolu s vrstvou pokrývající rezist a zůstanou pouze struktury z deponovaného materiálu [31].



Obrázek 4.3: Schéma pozitivního litografického procesu.



Obrázek 4.4: Schéma negativního litografického procesu.

<sup>4</sup>Z angl. electron beam lithography.

Negativní proces vyžaduje depozici materiálu pro nanostruktury ještě před nanesením negativního rezistu. Po expozici rezistu a vyvolání se pomocí leptání odstraní nadeponovaný materiál nezakrytý rezistem a částečně se odstraní i pozůstalý rezist. Nakonec se vhodným rozpouštědlem odstraní i zbytek rezistu a zůstanou pouze požadované struktury z nadeponovaného materiálu [31].

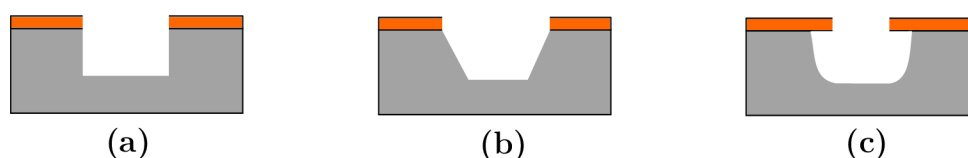
## Optická UV litografie

Optická litografie ultrafialovým zářením (UVL<sup>5</sup>) je v principu stejná metoda jako EBL, jediným rozdílem je nutnost použití tzv. *fotorezistu*, který reaguje právě na UV záření, které prochází na fotorezist skrze otvory v chromové masce, které definují požadované struktury, a expozice vzorku tedy probíhá jen v těchto oblastech.

UVL je mnohem rychlejší metoda než EBL, je však nutné vyrobit masku, která je velmi nákladná. Při použití UVL rovněž nelze dosáhnout tak jemných struktur jako pomocí EBL. Metodou UVL je možné za vhodných podmínek připravovat struktury o minimální velikosti stovek nanometrů.

## Suché a mokré leptání

Jedním ze základních litografických procesů je leptání, které nachází využití jak při odstraňování zbytků rezistu, tak při odstraňování rezistem nepokryté vrstvy materiálu při vytváření struktur. Rozlišujeme tzv. *suché leptání* pomocí vysokoenergiových částic plynu a tzv. *mokré leptání* pomocí chemických rozpouštědel. Zásadní výhodou suchého leptání je anizotropie při leptání. Proud částic leptá pouze ve směru svého dopadu a nezasahuje příliš do okolí, čímž vznikají kolmé hrany leptané struktury. To však neplatí pro mokré leptání, kde rozpouštědlo působí izotropně na všechny strany a nevytváří kolmé hrany leptaných struktur. Výhodou mokrého leptání je výrazná selektivita leptání, kdy dané chemické rozpouštědlo přednostně reaguje pouze s požadovanou látkou, zatímco suchým leptáním leptáme téměř celý povrch [31]. Rozdíl mezi anizotropním a izotropním leptáním je znázorněn na obrázku 4.5.



**Obrázek 4.5:** (a) Anizotropní leptání, (b) částečně izotropní leptání, (c) výrazně izotropní leptání.

Často používanými rozpouštědly při mokrému leptání jsou kyselina fluorovodíková (HF), TMAH (hydroxid tetrametyl-amonný), nebo pufovaný oxid (BOE<sup>6</sup>).

Suché leptání lze dále členit na fyzikální, chemické a kombinované, většinou označované jako tzv. *reaktivní iontové leptání* (RIE<sup>7</sup>), které využívá jak fyzikálního, tak chemického suchého leptání. Fyzikální suché leptání se vyznačuje dopadem částic s vysokou kinetickou energií, kdy dochází k vyražení částic leptané látky. Při chemickém suchém

<sup>5</sup>Z angl. ultra-violet lithography.

<sup>6</sup>Z angl. buffered oxide etch. Směs HF s pufovačným činidlem - nejčastěji NH<sub>4</sub>F.

<sup>7</sup>Z angl. reactive ion etching.

leptání dochází k chemické reakci mezi leptanou látkou a dopadajícími částicemi a k následnému odstranění vzniklé sloučeniny. RIE kombinuje oba tyto principy a jedná se o nejpoužívanější metodu suchého leptání, který je zároveň nejrychlejší. Suché leptání nachází své využití především u velmi jemných struktur, kdy roste význam anizotropie leptání [31].

#### 4.1.4. Mikroskopie atomárních a magnetických sil

Jak mikroskopie atomárních sil (AFM<sup>8</sup>), tak mikroskopie magnetických sil (MFM<sup>9</sup>) spadá do sekce skenovací sondové mikroskopie (SPM<sup>10</sup>), což je druh mikroskopie založený na interakci mezi ostrým hrotem uchyceným na pružném raménku, tzv. *cantilevrem*, a měřeným povrchem [32]. Vzájemné působení hrotu a povrchu lze popsat Lennard-Jonesovým potenciálem, který zahrnuje odpudivou složku pro krátké vzdálenosti způsobenou překryvem elektronových obalů interagujících částic, a přitažlivou složku pro větší vzdálenosti vyvolanou van der Waalsovou interakcí, která plyne z dipól-dipólové interakce mezi interagujícími částicemi [32].

Velice jemného a přesného kmitání cantileveru je dosaženo pomocí piezokrystalu, což je materiál podléhající inverznímu piezoelektrickému jevu, kdy se na základě aplikovaného napětí mění rozměry krystalu [32]. Detekce signálu je založena na odrazu laserového paprsku od cantileveru na čtyřsegmentovou fotodiodu a při vychýlení cantileveru dojde také k odchýlení odraženého paprsku, což je zaznamenáno fotodiodou.

AFM na základě interakce hrotu a povrchu mapuje postupným skenováním topografii povrchu vzorku. AFM obvykle pracuje v tzv. *kontaktním módu* založeném na vychýlení cantileveru vlivem interakce s povrchem vzorku, nebo v tzv. *dynamickém módu* (tapping mode), který je založen na změně rezonanční frekvence cantileveru vlivem interakce s povrchem. V případě dynamického módu dochází vlivem silového působení od povrchu ke změně jak amplitudy, tak fáze kmitů hrotu, což vede ke změně rezonanční frekvence hrotu. Změna amplitudy vede k detekci topografie a změna fáze k detekci magnetických vlastností vzorku.

Měření MFM probíhá standardně dvoukrokově - v tzv. *lift módu*. Schéma dvoukrokového měření MFM je znázorněno na obrázku 4.6. Při prvním průchodu dochází ke změně topografie povrchu v bezprostřední blízkosti vzorku, zatímco při druhém průchodu se hrot s magneticky aktivní vrstvou vzdálí do určité vzdálenosti od vzorku, kde dominují magnetické síly a hrot kopíruje topografii vzorku, čímž postupně rekonstruuje rozptylové magnetické pole měřeného vzorku [32].

## 4.2. Příprava a analýza substrátu

Pro strukturní úpravu substrátu jsme zvolili proces žíhání, který již byl v literatuře [4, 5, 6] označen za jeden z nejefektivnějších postupů pro rekonstrukci povrchu substrátu. Žíháním MgO substrátu očekáváme výrazné přeuspořádání povrchu substrátu. Formování většího množství povrchových teras substrátu může výrazně ovlivnit množství defektů ve vrstvách FeRh. Význam povrchových vlastností substrátu na epitaxní vrstvy bude

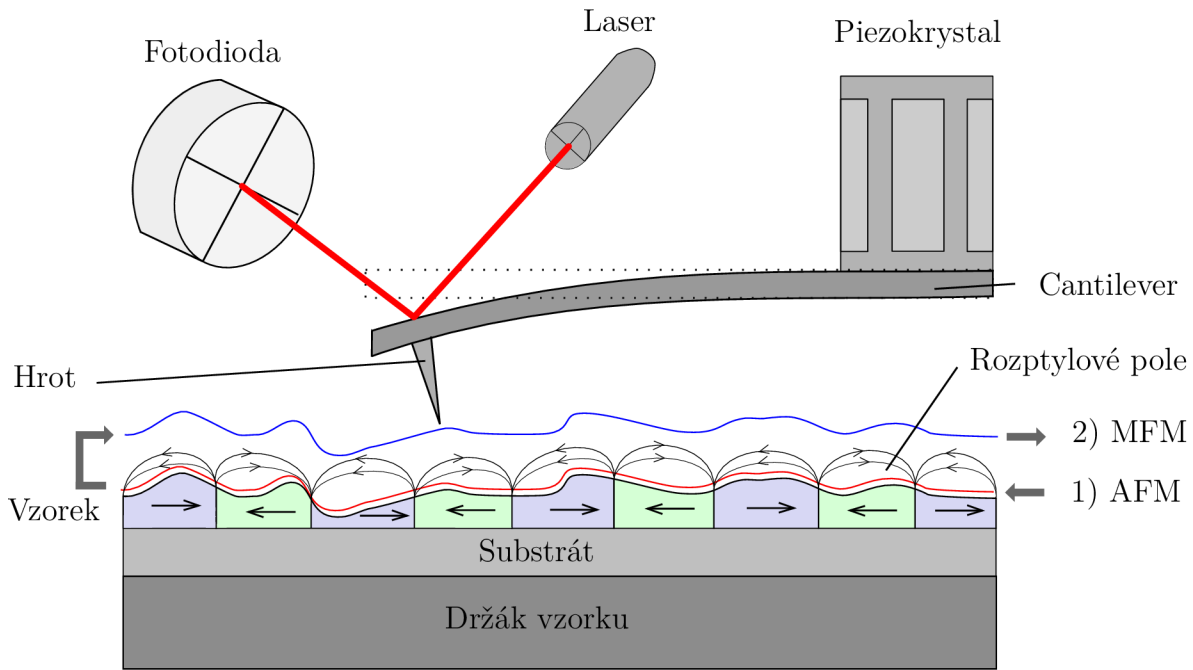
---

<sup>8</sup>Z angl. atomic force microscopy.

<sup>9</sup>Z angl. magnetic force microscopy.

<sup>10</sup>Z angl. scanning probe microscopy





**Obrázek 4.6:** Dvoukrokové měření MFM (lift mode). V prvním kroku se měří topografie vzorku a ve druhém kroku se hrot vzdálí a při opisování topografie vzorku jsou měřeny magnetické vlastnosti vzorku.

navíc umocněn výraznou shodou mřížkových parametrů substrátu a rostoucí vrstvy (rozdíl mřížkových parametrů je menší než 0.7 %) - viz kapitola 3. V této kapitole je analyzován povrch žíhaných substrátů.

#### 4.2.1. Žihání MgO

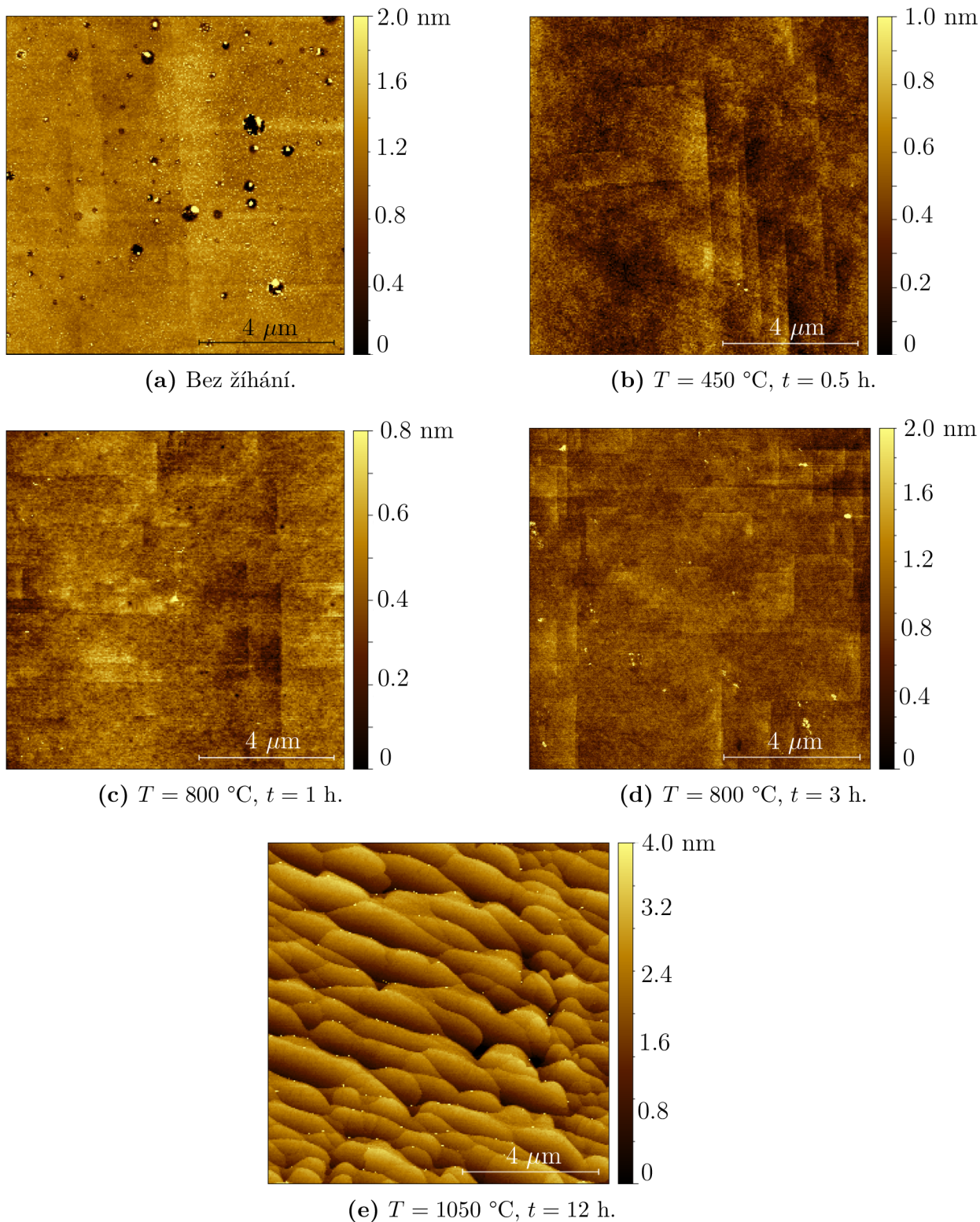
Různá teplota a doba žihání vedou na odlišný stav povrchu substrátu. Parametry žihání jednotlivých vzorků jsou shrnuty v tabulce 4.1. Aparatura pro magnetronové napařování byla použita pro žihání do teplot 800 °C pro minimalizaci degradace povrchu substrátu vzduchem, kdy v této aparatuře lze přímo pokračovat s depozicí FeRh. Povrch substrátu byl pozorován pomocí AFM Dimension Icon od společnosti Bruker v Scanasyst-air módu a byly použity hroty Scanasyst Air<sup>11</sup>. Porovnání snímků z jednotlivých experimentů popsaných v tabulce 4.1 z AFM je znázorněno na obrázku 4.7.

**Tabulka 4.1:** Parametry žihání substrátů MgO (001).  $T$  značí teplotu žihání,  $t$  je čas žihání,  $p$  je tlak v komoře při žihání a snímek na obrázku 4.7 odpovídá příslušné topografii substrátu.

Aparatura	$T$ (°C)	$t$ (h)	$p$ (mbar)	Snímek
-	-	-	-	4.7a
Magnetron	450	0.5	$5 \cdot 10^{-5}$	4.7b
Magnetron	800	1	$6.5 \cdot 10^{-5}$	4.7c
Magnetron	800	3	$6.7 \cdot 10^{-5}$	4.7d
Pec na keramiku	1050	12	$\sim 1000$	4.7e

<sup>11</sup>Nominální rezonanční frekvence Scanasyst-air hrotů je 70 kHz, tuhost raménka 0.4 N/m, výška hrotu 115  $\mu\text{m}$  a poloměr křivosti špičky hrotu je 2 nm [34].





**Obrázek 4.7:** AFM měření topografie povrchu různě žíhaných MgO substrátů.

Z obrázku 4.7 je patrné, že s rostoucí teplotou a dobou žíhání roste uspořádanost povrchu substrátu MgO a tedy roste velikost teras na povrchu substrátu MgO. Žíhacími procesy lze rovněž eliminovat množství nečistot na povrchu. Vertikální skoky profilů teras bez výjimky odpovídají celočíselnému, nebo poločíslnému násobku mřížkového parametru MgO ( $4.212\text{ \AA}$ ).

S velkým nárůstem času žíhání (viz snímek 4.7e) dochází k velmi výraznému přeuspořádání povrchu, kdy jsou formovány terasy nepravidelných tvarů. Tento projev času žíhání na množství a tvar teras je patrný i z článku [26], kde byly pozorovány tyto nepravidelné tvary i při žíhání po dobu 12 h za nižších teplot. Velké množství teras a jejich výrazný preferenční směr mohou mít významný vliv na množství defektů v různě orientovaných drátech z FeRh.

## 4.3. Příprava a analýza FeRh struktur

### 4.3.1. Depozice

Depozici slitin pomocí magnetronového naprašování lze provádět dvěma způsoby - současnou depozicí z několika terčů s jednotlivými prvky, nebo depozicí z terče s příslušnou slitinou. Pro depozici FeRh byl použit terč Fe<sub>50</sub>Rh<sub>50</sub>. Veškeré magnetronové naprašování v této práci bylo provedeno v aparatuře UHV magnetron sputtering system BESTEC.

V kapitole 2.2.2 byl diskutován vliv wolframové vrstvy mezi MgO substrátem a FeRh vrstvou. Depozice mezivrstvy W není povinný krok a provádí se rovněž pomocí magnetronového naprašování pro stabilizaci růstu FeRh vrstvy a snížení teploty metamagnetického fázového přechodu. Pro pozorování přímého vlivu substrátu na vrstvy FeRh nebude vrstva W použita. Vrstva FeRh je zároveň velmi náchylná na oxidaci, a proto bude pokryta krycí vrstvou platiny (Pt), aby nedocházelo k degradaci povrchu způsobené vzduchem.

#### Depozice FeRh

Teplotu vzorku při depozici FeRh udržujeme na stálé hodnotě 450 °C s nastaveným výkonem ohřívače 40 %. Zvýšená teplota má zajistit kvalitnější promísení atomů deponovaného Fe a Rh. Pro navýšení homogenity rotuje držák vzorků rychlostí 20 rpm. Přítok Ar k terči byl nastaven na 50 sccm. Výkon generátoru pro vznik plazmatu byl 50 W. Tlak Ar při depozici je klíčovou veličinou pro dosažení metamagnetické fázové přeměny vzniklé vrstvy, neboť výrazně ovlivňuje stechiometrii FeRh. Optimální hodnota tlaku Ar v komoře při depozici FeRh je  $2.8 \cdot 10^{-3}$  mbar. Depoziční rychlost dosažená s těmito parametry byla přibližně 0.3 Å/s. Požadovaná tloušťka FeRh vrstvy byla 25 nm. Takto nízká tloušťka vrstvy byla zvolena pro výraznější projev vlivu substrátu.

Žíháním po samotné depozici FeRh lze dosáhnout požadovaného krystalografického uspořádání. Výkon ohřívače byl nastaven na 70 % pro dosažení teploty 750 °C po dobu 40 min. Následuje zchlazení vzorku před nanesením krycí vrstvy Pt.

#### Depozice Pt

Krycí vrstva Pt je nanášena po zchlazení vzorku na  $T < 100$  °C pro zamezení difúze Pt do vrstvy FeRh. Příklad Ar, výkon generátoru a rychlost rotace vzorku byly nastaveny na téže hodnoty jako u depozice FeRh. Výsledná tloušťka vrstvy Pt byla 2 nm. Tlak v komoře při depozici byl  $2.6 \cdot 10^{-3}$  mbar.

Veškeré parametry depozice jednotlivých vrstev jsou shrnuty v tabulce 4.2.

**Tabulka 4.2:** Depoziční parametry jednotlivých vrstev.  $T$  má význam teploty, při níž se deponuje,  $Q$  je tok Ar do aparatury pro produkci plazmatu,  $t$  je doba depozice,  $p$  je tlak v komoře při depozici,  $P_h$  je výkon ohřívače vzhledem k jeho maximální hodnotě,  $P$  je výkon generátoru plazmatu,  $v_{dep}$  je depoziční rychlost a  $d$  je tloušťka vrstvy.

Mat.	$T$ (°C)	$Q$ (sccm)	$t$ (min)	$p$ (mbar)	$P_h$ (%)	$P$ (W)	$v_{dep}$ (Å/s)	$d$ (nm)
FeRh	450	50	14	$2.8 \cdot 10^{-3}$	40	50	0.3	25
Pt	90	50	0.5	$2.6 \cdot 10^{-3}$	0	50	0.7	2

### 4.3.2. Vibrační magnetometrie

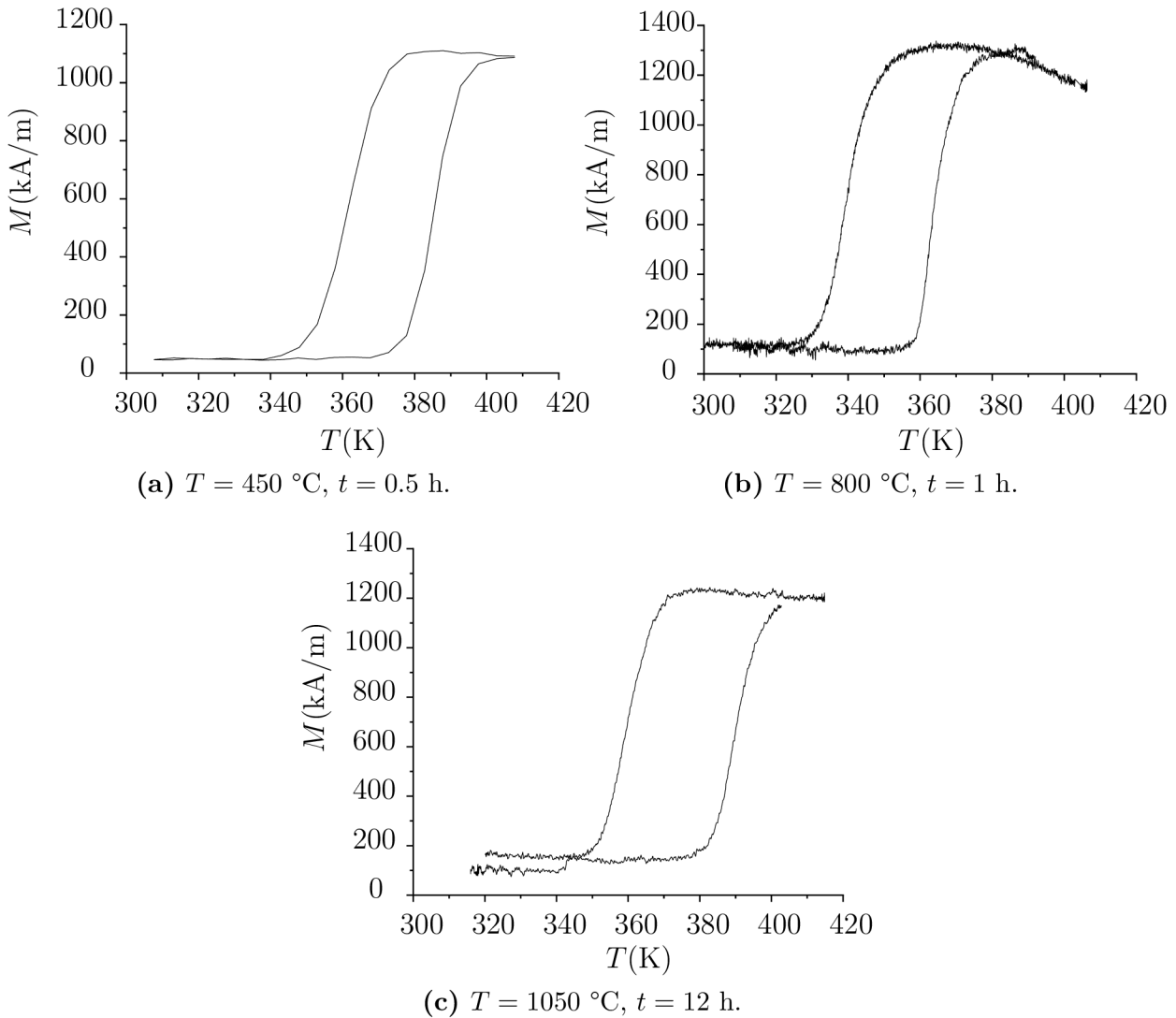
Pro měření VSM byla použita aparatura Cryogenic CFM-VSM (v2), která umožňuje měření v rozsahu teplot 4–400 K, a umožňuje dosáhnout vnějšího pole až 9 T. Veškerá měření byla provedena při aplikaci vnějšího magnetického pole v rovině vzorku.

Pomocí metody VSM byly měřeny magnetické vlastnosti vrstev FeRh připravených na různě žíhaných substrátech. Tloušťky vrstev FeRh na jednotlivých substrátech jsou popsány v tabulce 4.3. Vrstva FeRh na nežíhaném substrátu není již nadále uvažována, protože před samotnou depozicí se substrát ohřívá na teplotu 450 °C.

**Tabulka 4.3:** Parametry FeRh vrstev na jednotlivých substrátech MgO.  $T$  značí teplotu žíhání substrátu,  $t$  je čas žíhání substrátu,  $d$  je tloušťka vrstvy FeRh,  $T_t$  má význam teploty metamagnetického fázového přechodu odečtené z teplotních závislostí magnetizace a  $\Delta T$  představuje šířku metamagnetického fázového přechodu.

$T$ (°C)	$t$ (h)	$d$ (nm)	$T_t$ (K)	$\Delta T$ (K)
450	0.5	25.0	372	22
800	1	27.0	352	24
1050	12	27.2	375	30

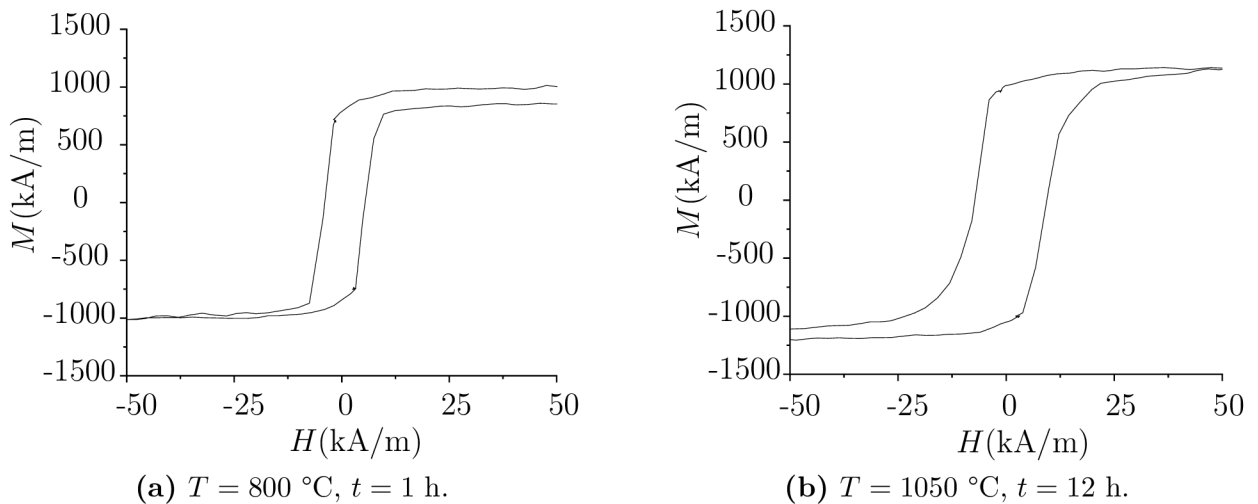
Z naměřených teplotních závislostí magnetického momentu  $\mu$  bylo odečteno diamagnetické pozadí způsobené především substrátem. Magnetický moment  $\mu$  byl podle vztahu 1.1 převeden na magnetizaci  $M$  která lépe charakterizuje chování vrstvy FeRh. Nenulová magnetizace za pokojové teploty je způsobena zbytkovou FM fází FeRh, která je částečně ve vzorku vždy přítomna. S klesajícím podílem FM fáze za pokojové teploty roste kvalita FeRh vrstev. Na obrázku 4.8 jsou hysterezní smyčky jednotlivých FeRh vrstev připravených na různě žíhaných substrátech.



**Obrázek 4.8:** Hysterezní smyčky vrstev FeRh na různě žíhaných substrátech.

Metamagnetický fázový přechod vrstev FeRh na substrátech žíhaných na teplotu  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$  se příliš neliší od vrstvy na nežíhaném substrátu, což také odpovídá vysoké shodě topografií povrchů zmíněných substrátu (viz obrázek 4.7). V případě vrstvy FeRh na substrátu žíhaném na  $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$  po dobu 12 hodin došlo k rozšíření fázového přechodu téměř o 50 %. Lze předpokládat, že s velmi vysokou hustotou povrchových teras dochází k výraznějšímu šíření poruch ve vrstvě FeRh. Při metamagnetickém přechodu dochází k výraznému přeuspořádání krystalické struktury a tento přechod je s vyšším počtem defektů hůře dosažitelný, což se projeví na výraznější hysterezi. Tento výsledek je potvrzen závislostmi magnetizace  $M$  na vnějším magnetickém poli  $H$ , které jsou na obrázku 4.9 pro vzorky připravované na substrátech žíhaných na  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$  po 1 h a na  $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$  po 12 h. Tyto snímky byly měřeny za teploty 400 K, kdy byly vzorky již v FM stavu. V této fázi dochází při změně směru vnějšího pole k přepólování jednotlivých domén ve směru vnějšího pole, což je rovněž ztíženo vysokým počtem defektů ve struktuře FeRh.

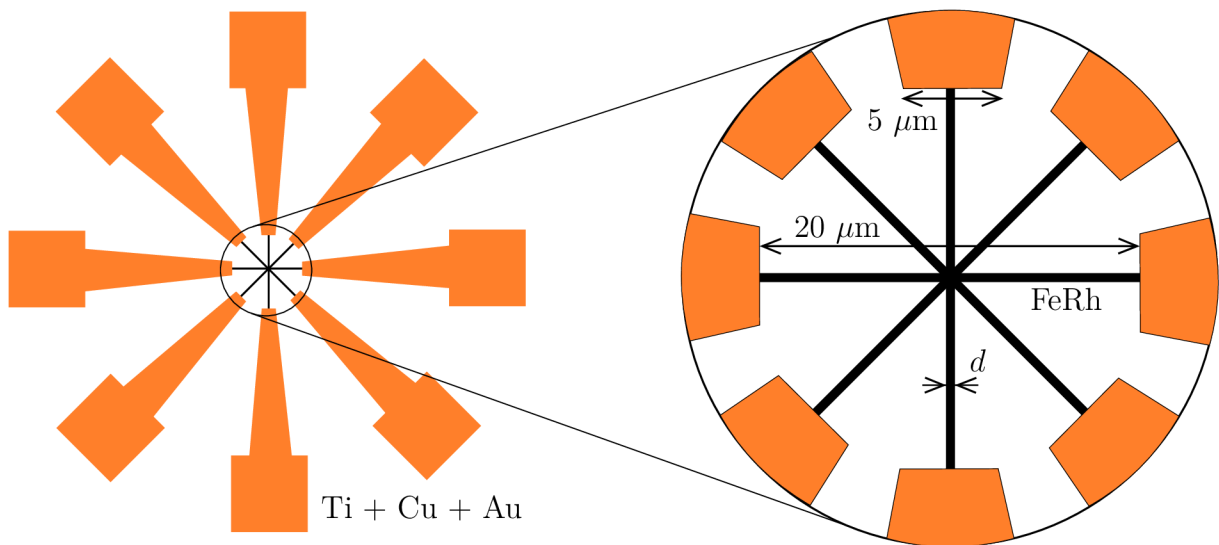
Z obrázku 4.9 je patrný opět téměř dvojnásobný rozdíl v koercitivitě. Dále budeme na základě výrazné podobnosti vzorků se substráty žíhaných za nízkých teplot ( $\leq 800\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) pracovat pouze s vrstvami FeRh připravenými na substrátech žíhaných na  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$  po 1 h a na  $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$  po 12 h.



**Obrázek 4.9:** Závislost magnetizace  $M$  na vnějším magnetickém poli  $H$  FeRh vrstev na žíhaných substrátech. Měřeno při teplotě 400 K.

### 4.3.3. Litografie

Pro měření vlivu teras substrátu na fázový přechod FeRh byly vytvořeny různě orientované nanodráty vzhledem k terasám substrátu. Na povrchu substrátů byl vždy pozorován preferenční směr teras, a proto lze očekávat větší množství defektů v drátech orientovaných napříč terasami. Návrh výsledných struktur je schématicky znázorněn na obrázku 4.10.



**Obrázek 4.10:** Návrh výsledných struktur pro měření vlivu teras substrátu na metamagnetický fázový přechod FeRh. Šířka drátů  $d$  na jednotlivých substrátech se pohybuje okolo 200 nm. Pro výrobu kontaktů bude použita adhezní vrstva Ti (3 nm), vrstva Cu (100 nm) a povrchová vrstva Au (20 nm) pro lepší možnost následného navázání Au drátů ke kontaktům. Vrstvy pro kontakty budou vytvořeny metodou elektronového napařování, což je metoda, kdy elektronový svazek dopadá na terč s materiálem, což vede k evaporaci částic terče, které dále ulpívají na vzorku. Kontakty budou vytvořeny pomocí UVL, zatímco samotné FeRh dráty budou vytvořeny pomocí EBL.

## Elektronová litografie

Veškerá EBL v této práci byla provedena prostřednictvím zařízení MIRA3 od společnosti TESCAN spolu s litografickým systémem Raith Elphy Plus.

Pro EBL byla použita kombinace pozitivního a negativního litografického postupu s ochrannou mezivrstvou SiO<sub>2</sub> pro lepší ochranu samotného FeRh a pro snadnější odstranění negativního rezistu.

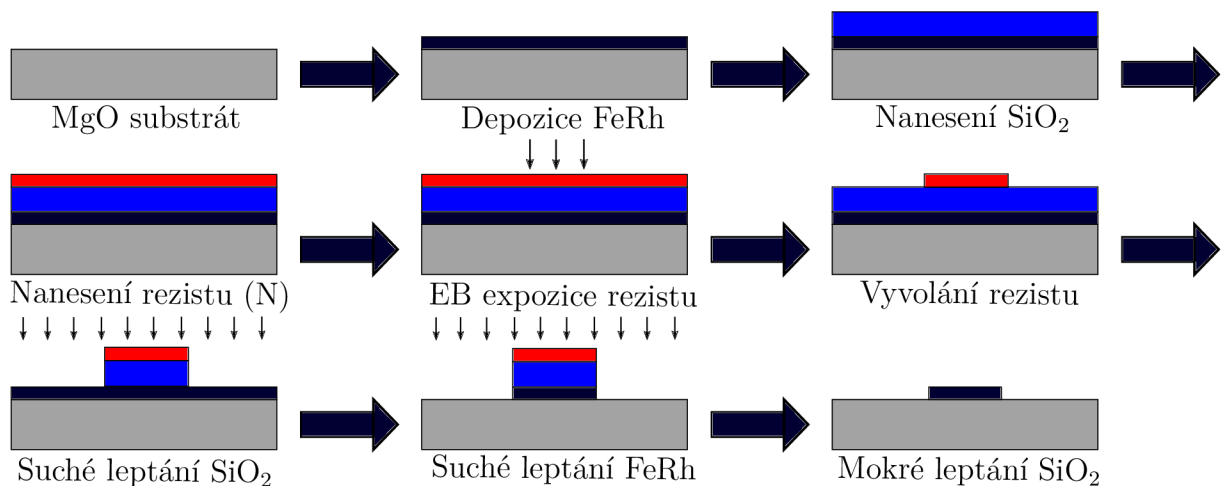
Pro EBL FeRh drátů byl použit následující postup (schéma postupu je znázorněno na obrázku 4.11):

- Depozice FeRh a Pt (viz sekce 4.3.1).
- Depozice 3 nm Ti pro navýšení adheze na FeRh a 60 nm SiO<sub>2</sub> pomocí metody elektronového napařování.
- Nanesení rezistu AR-N 7520.07 a následný spin-coating po dobu 60 s při otáčkách 4000 rpm se zrychlením 1000 rpm/s pro dosažení 120 nm tlusté vrstvy.
- Zahřátí rezistu pro jeho ztvrdnutí na teplotě 85 °C po dobu 1 min.
- Nanesení vodivé vrstvy rezistu Electra AR-PC 5090.02 a následný spin-coating po dobu 60 s na otáčkách 2500 rpm při zrychlení 1000 rpm/s.
- Zahřátí rezistu Electra pro jeho ztvrdnutí na teplotě 90 °C po dobu 2 min.
- Expozice elektronovým svazkem s dávkou 450  $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ .
- Odstranění vodivé vrstvy Electra ponořením do deionizované vody na 120 s.
- Vyvolání negativního rezistu ponořením do AR 300-47 po dobu 90 s a následné opláchnutí deionizovanou vodou a osušení plynným dusíkem.
- Suché leptání vrstvy SiO<sub>2</sub> metodou RIE kombinací plynů CHF<sub>3</sub> + O<sub>2</sub>. Parametry leptání jsou uvedeny v tabulce 4.4.
- Suché leptání FeRh a Pt pomocí Ar iontů. Dochází k leptání materiálu, který není pokrytý vrstvou SiO<sub>2</sub> spolu s rezistem. Částečně dochází i k leptání samotného negativního rezistu. Parametry leptání jsou uvedeny v tabulce 4.4.
- Pozůstalý rezist a vrstva SiO<sub>2</sub> se odstraní mokřým leptáním, kdy vzorek ponoříme na 120 s do BOE.

**Tabulka 4.4:** Parametry suchého leptání při EBL. Veškeré suché leptání bylo provedeno v aparatuře Oxford Instruments Plasma Technology PlasmaPro 80. V prvních dvou sloupcích jsou uvedeny použité plyny a přítoky těchto plynů do aparatury v jednotkách sccm,  $t$  značí čas leptání,  $p$  tlak v komoře,  $P$  výkon generátoru plazmatu a DC bias má význam urychlovacího napětí mezi plazmatem a elektrodou, na níž je umístěn vzorek.

Mat. 1 (sccm)	Mat. 2 (sccm)	$t$ (min)	$p$ (mTorr)	$P$ (W)	DC bias (V)
CHF <sub>3</sub> (50)	O <sub>2</sub> (5)	2	55	150	430
Ar (50)	-	10	20	200	555





**Obrázek 4.11:** Schéma postupu EBL FeRh struktur s použitím negativního rezistu.

### Optimalizace procesu EBL

Parametry uvedeného procesu EBL byly optimalizovány pro dosažení co nejmenších struktur z epitaxního FeRh a obecně lze tento postup použít pro jakoukoliv vrstvu. Správnou šířkou krycích vrstev SiO<sub>2</sub> a negativního rezistu lze výrazně omezit tzv. *redepozici*<sup>12</sup>, která hraje významnou roli při suchém leptání a způsobuje velice výrazný nárůst rozměru připravovaných struktur, a to až o 200 nm. S použitím tenčích krycích vrstev tento přírůstek výrazně klesá. Při použití příliš tenké krycí vrstvy riskujeme poškození epitaxní vrstvy vlivem průniku vysokoenergiových iontů při suchém leptání do epitaxní vrstvy. S uvedeným optimalizovaným postupem byla snížena redepozice až na 20–30 nm a lze tedy připravovat struktury až o velikosti 65–75 nm z epitaxních vrstev FeRh<sup>13</sup>. Použitý negativní rezist je velice náchylný na expoziční dávku a s vyšší dávkou než je 450  $\mu\text{C}/\text{cm}^2$  výrazně roste rozměr připravovaných struktur, a to až o 80 nm. Pro přípravu struktur jiných tvarů a velikostí je potřeba vždy optimalizovat expoziční dávku, zatímco parametry pro leptání se pouze odvíjí od tloušťky leptané vrstvy. Postup optimalizace drátů na FeRh je zobrazen na obrázku 4.12.

### Fotolitografie

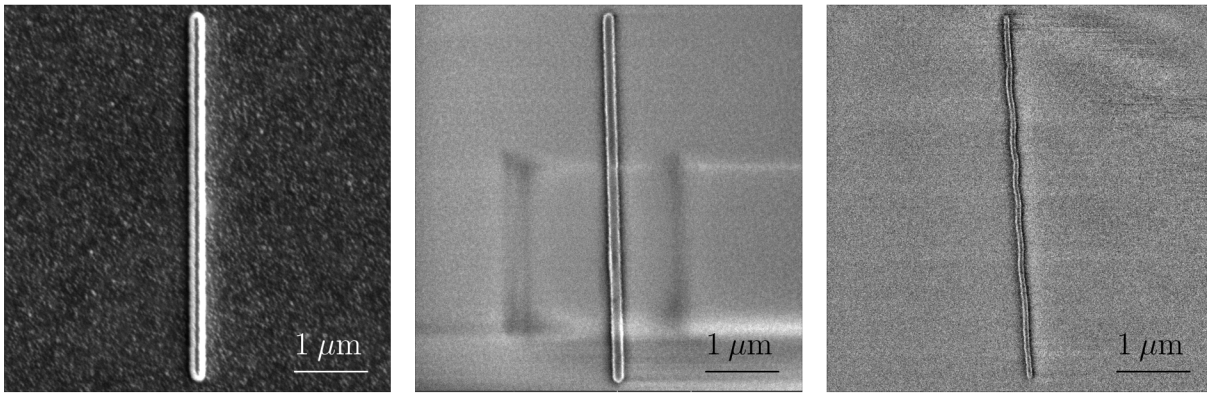
Veškerá UVL v této práci byla provedena pomocí aparatury Mask Aligner Süss Micro-Tec MA8. Byla použita chromová maska s připravenými strukturami.

Pro UVL kontaktů k nanodrátům byl použit následující pozitivní litografický postup (znázorněn na obrázku 4.3):

- Nanesení fotorezistu AZ 5214 E a následný spin-coating po dobu 60 s na otáčkách 4000 rpm při zrychlení 1000 rpm/s pro dosažení 1.8  $\mu\text{m}$  tlusté vrstvy.
- Zahřátí fotorezistu pro jeho ztvrdnutí na teplotu 110 °C po dobu 50 s.

<sup>12</sup>Efekt, kdy při suchém leptání odprášené částice leptané vrstvy ulpívají na okrajích ochranné vrstvy a dochází k nárůstu velikosti krycí vrstvy a tedy i k nárůstu rozměrů výsledných struktur.

<sup>13</sup>Proces byl optimalizován pro struktury z FeRh o tloušťce 20–25 nm. S rostoucí tloušťkou vrstvy roste doba suchého leptání Ar, čímž narůstá efekt redepozice a krycí vrstva SiO<sub>2</sub> nemusí být dostatečná pro ochranu epitaxní vrstvy.



(a) 40 nm → 220 nm.

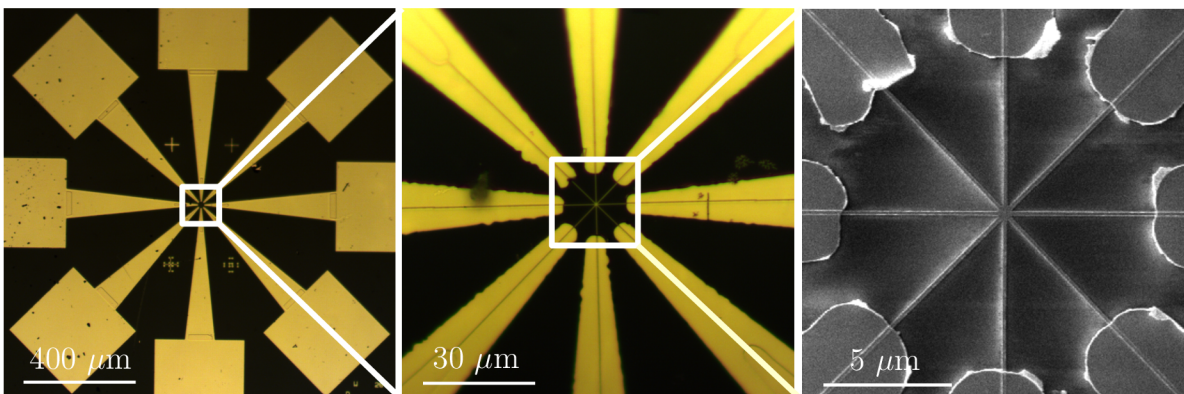
(b) 40 nm → 130 nm.

(c) 40 nm → 70 nm.

**Obrázek 4.12:** Snímky drátů z 20 nm tlusté vrstvy FeRh o původní šířce 40 nm pořízené elektronovým mikroskopem MIRA3 od společnosti TESCAN. Snímky byly pořízeny po Ar suchém leptání FeRh. (a) Příliš silná krycí vrstva vyvolávající výraznou redepozici. (b) Příliš vysoká expoziční dávka vyvolávající výrazný nárůst velikosti struktur. (c) Optimalizovaný proces EBL. Nedokonalý tvar je dán nižší expoziční dávkou, která ale umožňuje dosažení jemnějších struktur.

- UV expozice s dávkou  $95 \text{ mJ/cm}^2$ .
- Vyvolání rezistu ponořením vzorku do AZ 726 po dobu 60 s a následné ponoření do deionizované vody po dobu 60 s.
- Depozice 3 nm Ti, 100 nm Cu a 20 nm Au pomocí metody elektronového napařování.
- Lift-off v acetonu po dobu 3 h a následné ultrazvukové čištění v acetonu po dobu 15 s.

Na obrázku 4.13 je zobrazena výsledná podoba připravených struktur po kompletním litografickém procesu. Tyto struktury byly připraveny pouze z vrstev FeRh připravených na substrátech žíhaných na  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  po 1 h a na  $1050 \text{ }^\circ\text{C}$  po 12 h. Vzorek se substrátem žíhaným na  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  po 1 h zastupuje substráty s krátkou dobou žíhání, které se výrazně neliší od předem nežíhaného substrátu, zatímco vzorek se substrátem žíhaným na  $1050 \text{ }^\circ\text{C}$  po 12 h zastupuje vzorky s velmi vysokou hustotou teras substrátu.



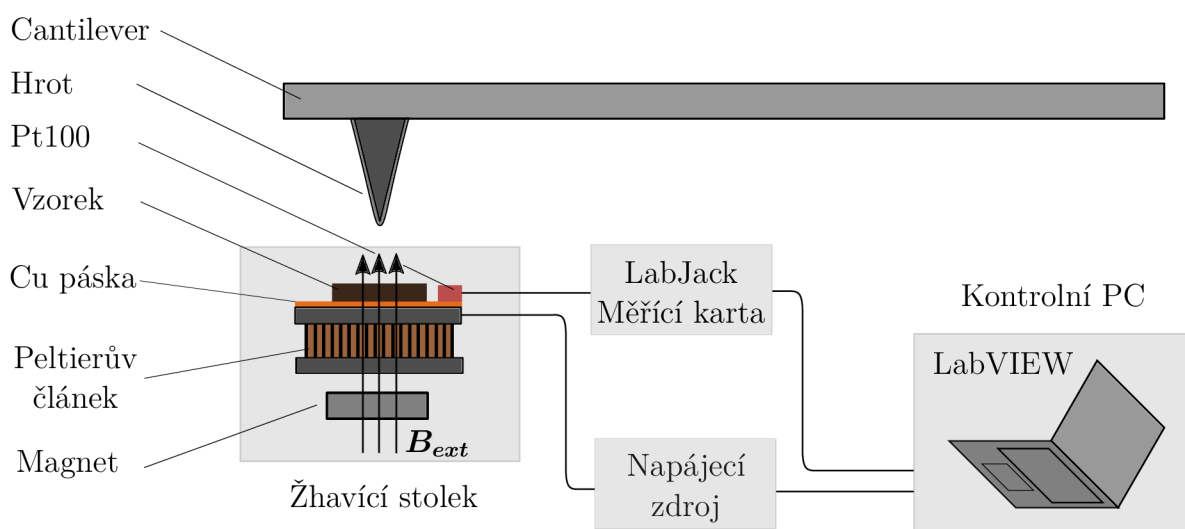
**Obrázek 4.13:** Výsledná podoba litograficky připravených struktur.



## 4.4. Analýza fázového přechodu FeRh nanodráťů

### 4.4.1. Mikroskopie magnetických sil

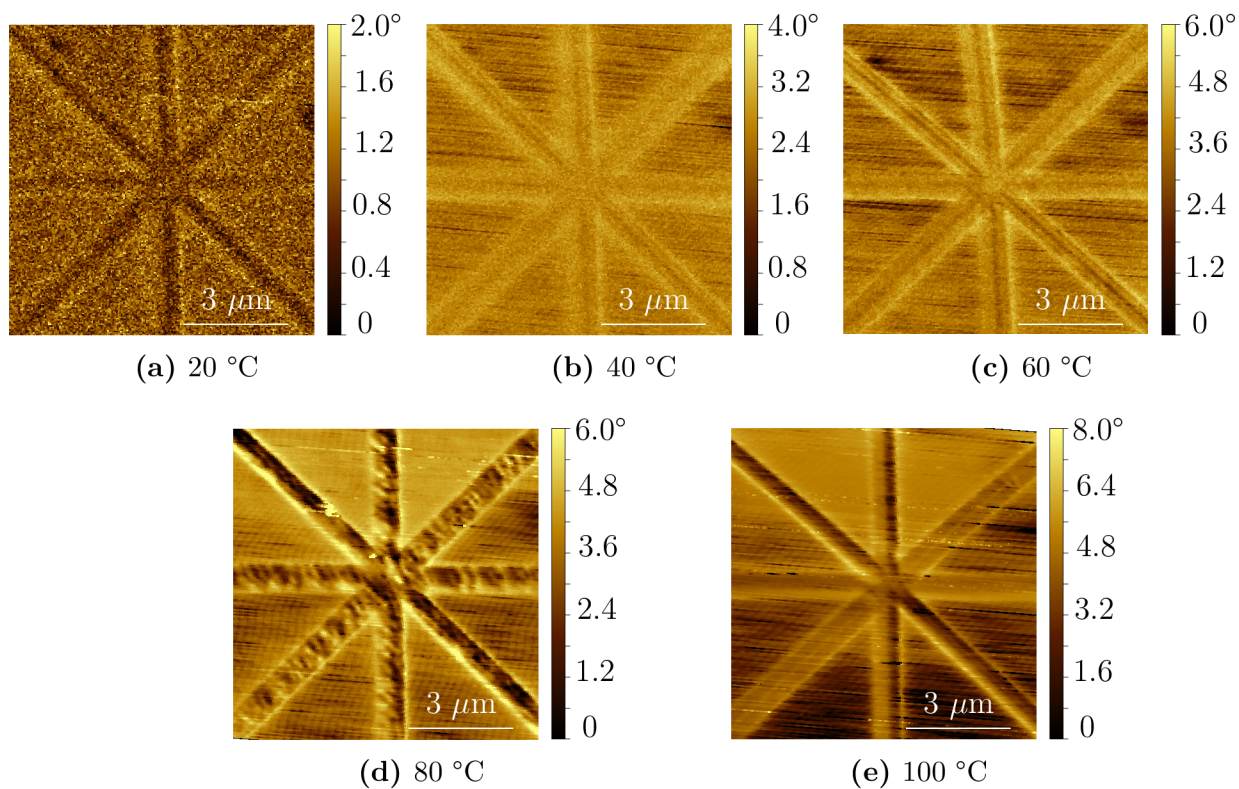
Prostřednictvím MFM lze mapovat rozptylové magnetické pole litograficky připravených struktur. Pro dosažení fázové přeměny byl použit žhavicí stolek s *Peltierovým článkem* pro možnost ohřevu vzorku, k němuž byl přiveden napájecí zdroj Keysight E3649A regulovaný počítačem. Vzorek byl přichycen k Peltierovu článku pomocí měděné lepicí pásky pro dostatečnou tepelnou vodivost mezi článkem a vzorkem. Teplota vzorku byla měřena teplotním čidlem Pt100. Ve stolku je dále umístěn magnet produkující kolmé magnetické pole na vzorek. Pomocí MFM bude měřena kolmá složka rozptylového magnetického pole vzorku, která interaguje se souhlasným směrem indukovaného pole hrotu. Teplota byla regulována pomocí počítače v programu LabVIEW s využitím PID regulátoru. Žhavicí stolek byl umístěn do aparatury Bruker Dimension Icon a pro měření byly použity hroty MESP-V2<sup>14</sup>. Schéma měřicí aparatury je znázorněno na obrázku 4.14.



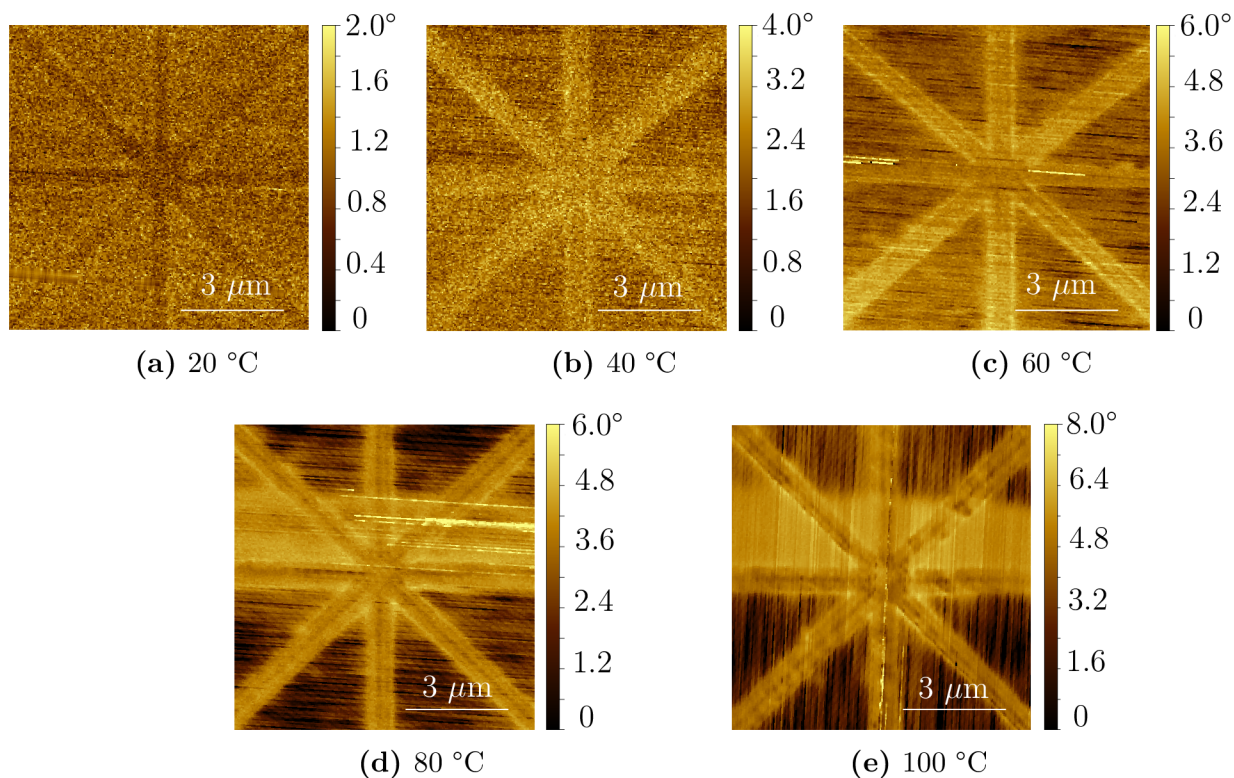
**Obrázek 4.14:** Schéma měřicí aparatury pro MFM se žhavicím stolkem pro vyvolání fázové přeměny v FeRh.

Naměřená data při ohřevu vzorku až na teplotu 100 °C jsou pro vzorek na substrátu žíhaném na 800 °C po 1 h, resp. na 1050 °C po 12 h zobrazena na obrázku 4.15, resp. 4.16. Je měřena odchylka fáze kmitů magneticky aktivního hrotu, který po změření topografie vyjede o 100 nm výše nad vzorek a zde kopíruje měřenou topografii a interaguje s rozptylovým magnetickým polem vzorku, přičemž dochází k měřenému fázovému posuvu kmitů hrotu. Na obrázku 4.15 je patrná náhlá změna struktury při přechodu z  $T = 60$  °C na  $T = 80$  °C. V tomto rozsahu teplot postupně dochází k AF-FM přechodu a při teplotě  $T = 100$  °C je už vzorek zcela v FM fázi, kdy není pozorovatelná žádná magnetická textura, ale je detekován silný souvislý signál podél jednotlivých nanodráťů.

<sup>14</sup>Hroty MESP-V2 jsou pokryty magneticky aktivní vrstvou kobalt-chrómu, nominální rezonanční frekvence raménka je 75 kHz, tuhost raménka 2.8 N/m, výška hrotu 225  $\mu\text{m}$  a poloměr křivosti špičky hrotu je 35 nm [35].



**Obrázek 4.15:** MFM měření FeRh drátů různých orientací o šířkách okolo 200 nm. Substrát vzorku žíhán na 800 °C po dobu 1 h. Snímky byly měřeny při ohřevu vzorku.



**Obrázek 4.16:** MFM měření FeRh drátů různých orientací o šířkách okolo 200 nm. Substrát vzorku žíhán na 1050 °C po dobu 12 h. Snímky měřeny při ohřevu vzorku.

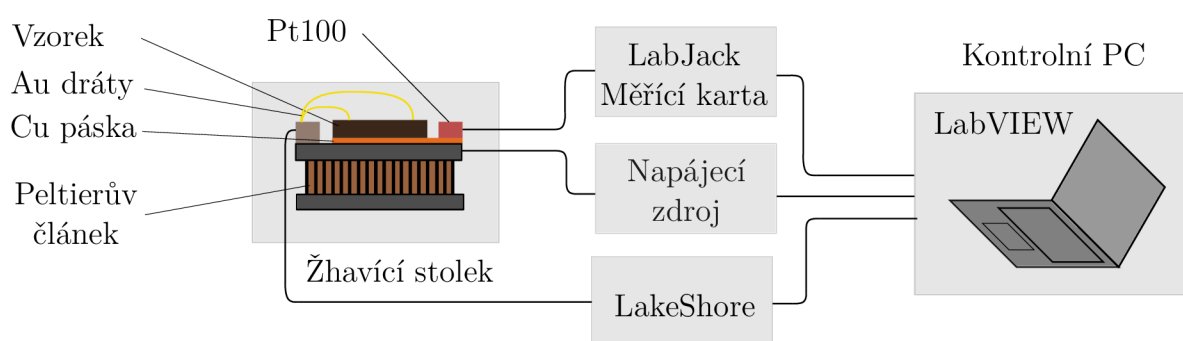
Snímek 4.15d ukazuje daný směr magnetických domén v jednom z diagonálních směrů. Tato orientace je totožná pro FeRh dráty všech orientací. Oba diagonální směry jsou z hlediska krystalografie FeRh rovnocenné a odpovídají snadným osám daným krystalovou strukturou FeRh. Příčina preferenčního směru pouze podél jedné diagonály není zcela jasná a patrně se nejedná o vliv teras substrátu.

Obdobný jev lze pozorovat i na snímku 4.16e, kde začínají být magnetické domény patrné až při teplotě 100 °C, což přibližně odpovídá teplotě fázového přechodu měřené metodou VSM (viz obrázek 4.8c). Pro vyšší teploty nebylo možné realizovat měření MFM. I přes známou orientaci teras na vzorku se substrátem žíhaným na teplotu 1050 °C po dobu 12 h (viz snímky 4.19a a 4.19b) nepozorujeme pomocí MFM žádný vliv orientace teras na tvar ani orientaci magnetických domén při fázovém přechodu v FeRh nanodrátech.

#### 4.4.2. Transportní měření

Defekty v FeRh vyvolané substrátem mohou také ovlivnit elektrické transportní vlastnosti FeRh drátů. Různá orientace drátů vzhledem k terasám substrátu umožňuje ověřit šíření defektů v různě orientovaných drátech FeRh, které se především projeví v teplotní závislosti odporu při fázové přeměně. Šířka měřených drátů se pohybuje okolo 200 nm, a proto lze očekávat pozorování diskrétních skoků v odporu při přechodu z FM do AF fáze popsaných v článku [23].

Ohřev vzorku je zajištěn pomocí Peltierova článku, který je přiveden k napájecímu zdroji Keysight E3649A, který je regulován pomocí počítače prostřednictvím PID regulátoru. Teplotní čidlo Pt100 je umístěno v bezprostřední blízkosti vzorku a přes měřicí kartu LabJack je signál převáděn do kontrolního počítače. Dvoubodové měření odporu je zajištěno pomocí odporového mostu LakeShore 372, jehož výstup je opět převezen do kontrolního počítače. Pro měření byl použit režim s definovaným elektrickým proudem o hodnotě 1  $\mu\text{m}$ . Tato hodnota je dostatečná pro redukci šumu při měření elektrického odporu a zároveň nedochází k výraznému ohřevu nanodrátů vlivem Jouleova tepla. Výkon disipované energie je řádově 10<sup>0</sup> nW. K pozlaceným kontaktům jednotlivých FeRh drátů jsou přivedeny zlaté dráty o šířce 25  $\mu\text{m}$ . Schéma aparatury pro měření transportních vlastností FeRh je znázorněno na obrázku 4.17.

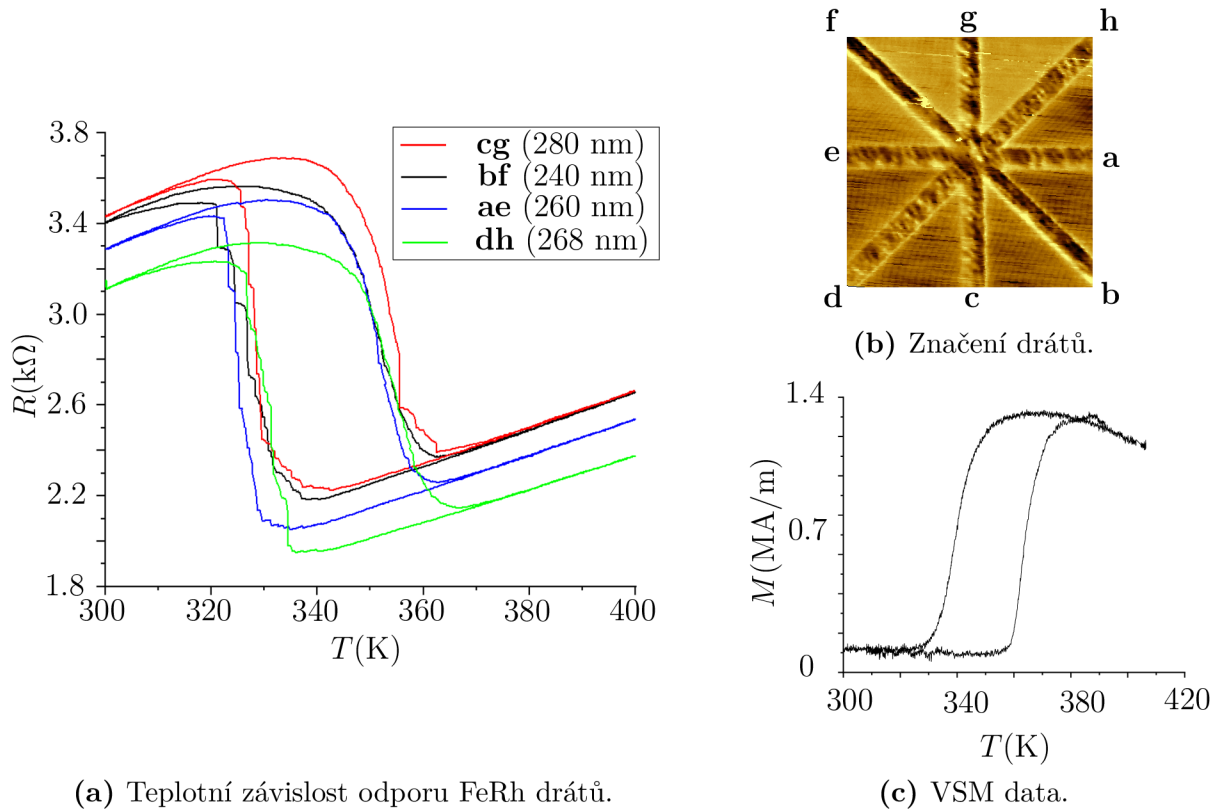


**Obrázek 4.17:** Schéma měřicí aparatury pro transport FeRh drátů na žhavicím stolku pro vyvolání fázové přeměny.

Pro měření elektrického transportu byly použity totožné FeRh struktury jako pro měření MFM. Na obrázku 4.18 jsou naměřené závislosti elektrického odporu na teplotě



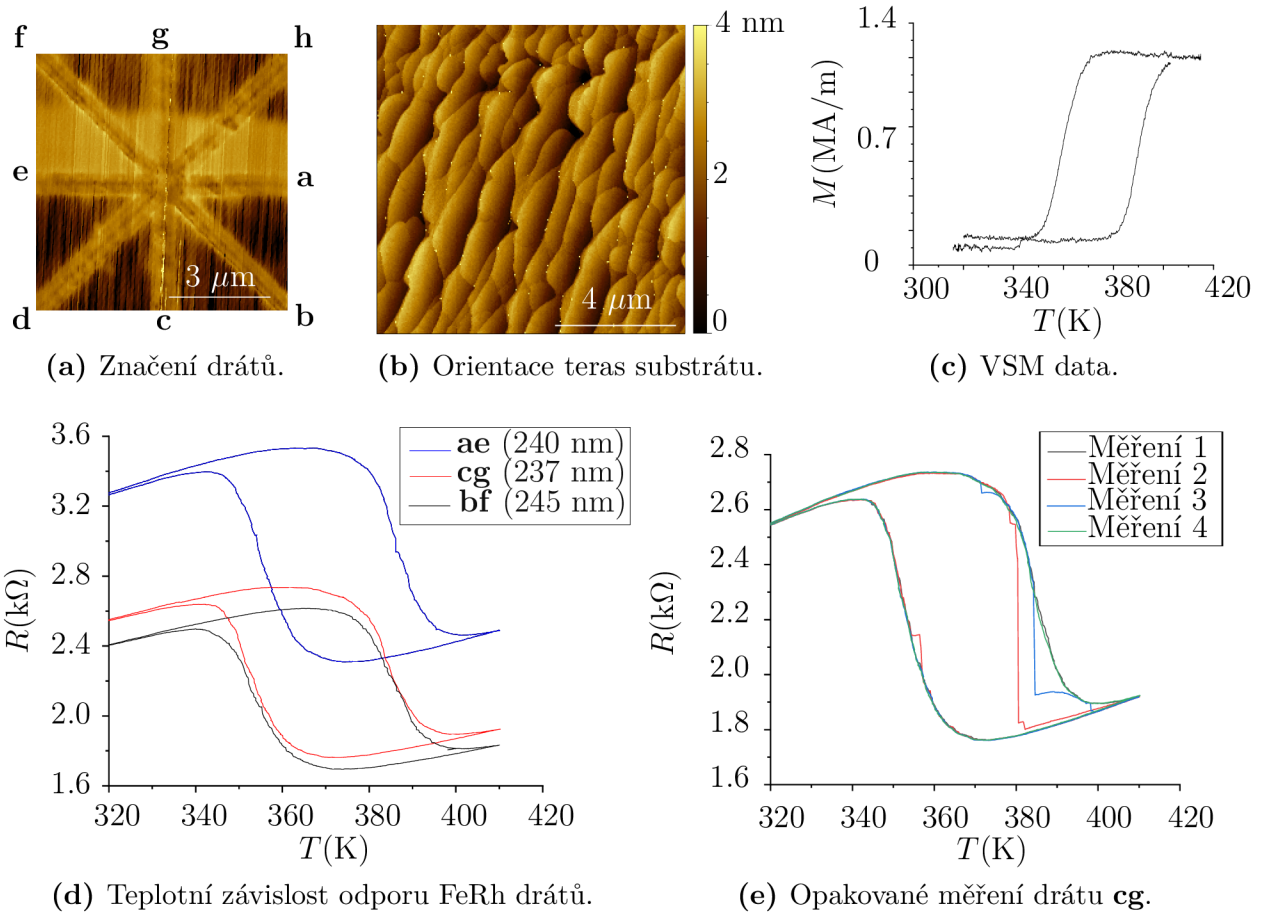
struktur FeRh připravených na substrátu žíhaném na 800 °C po dobu 1 h. Mezi závislostmi  $R(T)$  jednotlivých drátů není patrný žádný významný rozdíl. Vertikální posun smyček je částečně dán odlišnou šířkou drátů, kdy s rostoucí šířkou drátů klesá odpor. Vzhledem k dvoubodovému měření může být tento mírný posuv vyvolán i přívodními vodiči. Na všech smyčkách je patrná mírná asymetrie, kdy lze pozorovat několik diskrétních skoků při FM-AF přechodu, což odpovídá článku [23]. Nárůst počtu diskrétních skoků je patrně dán velkou délkou nanodrátů ( $\sim 18 \mu\text{m}$ ), na základě čeho se formuje vždy větší počet nukleačních center pro fázový přechod. V případě drátů kratších než  $5 \mu\text{m}$  byly dříve pozorovány FM-AF přechody v jediném skoku, zatímco v našem případě lze pozorovat 5–6 diskrétních skoků v odporu při FM-AF přechodu. V transportních vlastnostech různě orientovaných drátů z FeRh nebyl pozorován žádný vliv krátkého žíhání substrátu MgO. Rovněž nebyla pozorována závislost transportních vlastností FeRh nanodrátů na orientaci, v níž byly dráty připraveny. Teplota fázového přechodu FeRh nanodrátů se dobře shoduje s teplotou přechodu tenké vrstvy (viz obrázek 4.18c). K mírného poklesu teploty fázového přechodu u FeRh nanodrátů dochází vlivem relaxace pnutí vyvolaného substrátem po vytvoření prostorově omezených struktur z tenkých vrstev. Tento teplotní pokles může být řádově až desítky K [36].



**Obrázek 4.18:** (a) Teplotní závislost odporu drátů na vzorku se substrátem žíhaným na 800 °C po dobu 1 h. Legenda uvádí měřenou orientaci drátů podle schématu na obrázku (b) a skutečnou šířku drátů. (b) Orientace příslušných drátů s odpovídající doménovou strukturou měřenou pomocí MFM za teploty 80 °C při ohřevu vzorku. (c) VSM data příslušného vzorku pro porovnání teploty přechodu tenké vrstvy a nanodrátů.

Obrázek 4.19 shrnuje data vztahující se k elektrickému transportu FeRh drátů připravených na MgO substrátu žíhaném po dobu 12 h na teplotě 1050 °C. Z celkových čtyřech

orientací FeRh drátů byly proměřeny pouze tři, z důvodu defektu drátu v orientaci **dh**. Teplotní závislosti odporu drátů jednotlivých orientací jsou zobrazeny na snímku 4.19d. Teplota fázového přechodu nanodrátů v tomto případě přesněji odpovídá teplotě přechodu tenké vrstvy FeRh, pokles teplot není patrný. I přes šířku drátů okolo 250 nm nebyly pozorovány žádné diskrétní skoky při chlazení, což je dáno velkým množstvím nukleačních center při FM-AF přechodu, které je patrně způsobeno vysokým počtem defektů vyvolaných velkou hustotou povrchových teras substrátu. V případě drátu s orientací **cg** byla provedena celkem 4 měření (viz obrázek 4.19e) za totožných podmínek a při dvou měřeních byl pozorován výrazný diskrétní skok při AF-FM přechodu, zatímco zbytek smyčky velice přesně odpovídal ostatním měřením. Tento nestabilní jev nastává pouze za nejasně definovaných podmínek, není pravidelně opakovatelný, a proto nelze jednoznačně stanovit, zda souvisí s povrchem substrátu. Pro drát orientovaný napříč terasami substrátu došlo k velmi výraznému nárůstu odporu i přes zanedbatelný rozdíl v šířkách drátů (viz 4.19e). Tento jev byl pozorován i na druhé totožné hvězdicovité struktuře připravené na témže vzorku. Výrazný nárůst odporu přiřazujeme velkému množství defektů ve směru drátu napříč terasami substrátu.



**Obrázek 4.19:** Měření transportních vlastností nanodrátů z FeRh připravených na substrátu žíhaném na teplotě **1050 °C** po dobu **12 h**. (a) Označení jednotlivých drátů a odpovídající doménová struktura získaná při MFM měření při 100 °C. (b) Odpovídající terasovitá struktura substrátu vzhledem k orientaci drátů. (c) Hysterezní smyčka tenké vrstvy FeRh z níž jsou struktury připraveny pro porovnání teploty přechodu. (d),(e) Teplotní závislosti elektrického odporu jednotlivých FeRh drátů podle značení na snímku (a).



# Závěr

Cílem této bakalářské práce bylo prověření vlivu povrchových teras MgO substrátu na metamagnetický fázový přechod v nanostrukturách FeRh. Rešeršní část práce shrnuje základy magnetismu, magnetických uspořádání materiálů, a kromě popisu samotného FeRh a MgO pojednává také o epitaxním růstu. Experimentální část zahrnuje analýzu chování substrátu a jeho reakci na teplotní žíhání spolu s přípravou nanostruktur z FeRh na žíhaných substrátech a následnou analýzu fázového přechodu v těchto nanostrukturách.

V rámci přípravy nanostruktur na epitaxních vrstvách FeRh byl optimalizován postup přípravy struktur menších než 100 nm pomocí elektronové litografie bez výrazného narušení krystalické struktury. Tento postup není vázán na FeRh a může být použit pro jakoukoliv vrstvu.

Byl pozorován výrazný nárůst počtu povrchových teras na MgO substrátu vlivem dlouhého žíhání, což vedlo k nárůstu počtu defektů v tenkých vrstvách FeRh připravených na těchto substrátech. Terasy vždy měly jeden dominantní směr, podél něhož bylo vyvoláno větší množství defektů v FeRh. Toto strukturální narušení v FeRh se projevilo na fázovém přechodu mezi antiferomagnetickou (AF) a feromagnetickou (FM) fází FeRh. V případě tenké vrstvy došlo k rozšíření samotné fázové přeměny FeRh asi o 50 %. Pomocí mikroskopu magnetických sil byl pozorován preferenční směr domén v nanodrátech FeRh při AF-FM přechodu, a to jak na vzorku s žíhaným, tak i s nežíhaným substrátem. Tento směr patrně souvisel s krystalografickou orientací FeRh a neprojevil se na elektrických transportních vlastnostech různě orientovaných nanostruktur. S rostoucím počtem povrchových teras byl pozorován nárůst počtu nukleačních center při fázové přeměně při transportním měření, což indikuje výrazný nárůst strukturálních poruch v FeRh. V případě nízkého počtu povrchových teras substrátu nebyl pozorován žádný vliv směru orientace nanodráty vzhledem k terasám substrátu na transportní vlastnosti FeRh, zatímco v případě vysokého počtu povrchových teras došlo k makroskopickému nárůstu odporu drátů orientovaných napříč terasami, kde lze očekávat největší počet strukturálních poruch.

Tento výsledek potvrzuje výrazný vliv substrátu na epitaxní vrstvy s malým vzájemným rozdílem mřížkových parametrů a přispívá k popisu faktorů ovlivňujících metamagnetický fázový přechod v FeRh. Úplný popis fázového přechodu napomáhá k aplikačnímu využití FeRh a podobných materiálů v odvětvích jako je magnetokalorika či biosenzorika.

Budoucí experimenty budou zaměřeny na další optimalizaci litografického procesu nanostruktur z epitaxních vrstev FeRh pro získání struktur o rozměrech desítek nanometrů a na následný popis jevů v takto malých strukturách FeRh. Bylo ověřeno, že výrazná restrukuralizace povrchu substrátu má spíše negativní vliv na kvalitu FeRh vrstev, a proto je potřeba hledat jiné cesty pro navýšení kvality epitaxního FeRh.





# Literatura

- [1] FALLOT, M. a HOCART, R. Sur l'apparition du ferromagnétisme par élévation de température dans des alliages de fer et de rhodium. *Revue Scientifique*. 1937, **77**, 498-499.
- [2] ROTTMAYER, et al. Heat-Assisted Magnetic Recording. *IEEE Transactions on Magnetics*. 2006, **42**(10), 2417-2421. DOI: 10.1109/TMAG.2006.879572. ISSN 0018-9464.
- [3] MOYA, X., S. KAR-NARAYAN a MATHUR, N. D. Caloric materials near ferroic phase transitions. *Nature Materials*. 2014, **13**(5), 439-450. DOI: 10.1038/nmat3951. ISSN 1476-1122.
- [4] MOECKLY, B. H., et al. Growth of YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub> thin films on MgO: The effect of substrate preparation. *Applied Physics Letters*. 1990, **57**(16), 1687-1689. DOI: 10.1063/1.104137. ISSN 0003-6951.
- [5] SCHROEDER, J. L., et al. Beware of poor-quality MgO substrates: A study of MgO substrate quality and its effect on thin film quality. *Journal of Crystal Growth*. 2015, **420**, 22-31. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2015.03.010. ISSN 00220248.
- [6] ZHANG, Q. Y., et al. Rehabilitation of MgO(001) Substrate Surface for Growth of Single-Crystal LaBaCo<sub>2</sub>O<sub>5+δ</sub> Films by Magnetron Sputtering. *Cryst. Growth Des.* 2016, **16**(8), 4272-4277. DOI: 10.1021/acs.cgd.6b00308. ISSN 1528-7483.
- [7] BLUNDELL, S. *Magnetism in condensed matter*. New York: Oxford University Press, 2001. ISBN 01-985-0592-2.
- [8] COEY, J. M. D. *Magnetism and magnetic materials*. Cambridge: Cambridge University Press, 2010. ISBN 05-218-1614-9.
- [9] SEDLÁK, B. a ŠTOLL, I. *Elektřina a magnetismus*. Vyd. 3., V nakl. Karolinum 2. Praha: Karolinum, 2012. ISBN 978-80-246-2198-2.
- [10] KITTEL, C. *Introduction to solid state physics*. 8th ed. Hoboken, NJ: Wiley, 2005. ISBN 978-0471415268.
- [11] SPALDIN, N. A. *Magnetic materials: fundamentals and applications*. 2nd ed. Cambridge: Cambridge University Press, 2011. ISBN 978-0-521-88669-7.
- [12] MAAT, S., THIELE, J.-U. a FULLERTON, E. E. Temperature and field hysteresis of the antiferromagnetic-to-ferromagnetic phase transition in epitaxial FeRh films. *Physical Review B*. 2005, **72**(21). DOI: 10.1103/PhysRevB.72.214432. ISSN 1098-0121.
- [13] LEWIS, L. H., MARROWS, C. H. a LANGRIDGE, S. Coupled magnetic, structural, and electronic phase transitions in FeRh. *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2016, **49**(32). DOI: 10.1088/0022-3727/49/32/323002. ISSN 0022-3727.
- [14] SHARMA, M., et al. Magnetotransport properties of epitaxial MgO(001)/FeRh films across the antiferromagnet to ferromagnet transition. *Journal of Applied Physics*. 2011, **109**(8). DOI: 10.1063/1.3573503. ISSN 0021-8979.

- [15] SWARTZENDRUBER, L. J. The Fe-Rh (Iron-Rhodium) system. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*. 1984, **5**(5), 456-462. ISSN 1054-9714. Dostupné z: <https://link.springer.com/article/10.1007/BF02872896>.
- [16] ALGARABEL, P. A., et al. Giant room-temperature magnetoresistance in the FeRh alloy. *Applied Physics Letters*. 1995, **66**(22), 3061-3063. DOI: 10.1063/1.114278. ISSN 0003-6951.
- [17] THIELE, J.-U., et al. Magnetic and Structural Properties of FePt–FeRh Exchange Spring Films for Thermally Assisted Magnetic Recording Media. *IEEE Transactions on Magnetics*. 2004, **40**(4), 2537-2542. DOI: 10.1109/TMAG.2004.829325. ISSN 0018-9464.
- [18] ZAKHAROV, A. I. Magnetic and magnetoelastic properties of a metamagnetic iron-rhodium alloy. *Soviet Physics, JETP*. Moscow, 1964, **19**(6), 1348-1353. ISSN 0038-5646. Dostupné z: <http://www.jetp.ac.ru/cgi-bin/e/index/e/19/6/p1348?a=list>.
- [19] PAPON, P., LEBLOND, J. a MEIJER, P. H. E. *The physics of phase transitions: concepts and applications*. 2nd rev. ed. New York: Springer-Verlag, 2006. ISBN 978-3-540-33389-0.
- [20] KOUVEL, J. S. Unusual Nature of the Abrupt Magnetic Transition in FeRh and Its Pseudobinary Variants. *Journal of Applied Physics*. 1966, **37**(3), 1257-1258. DOI: 10.1063/1.1708424. ISSN 0021-8979.
- [21] BARUA, R., JIMÉNEZ-VILLACORTA, F. a LEWIS, L. H. Predicting magnetostructural trends in FeRh-based ternary systems. *Applied Physics Letters*. 2013, **103**(10). DOI: 10.1063/1.4820583. ISSN 0003-6951.
- [22] DAVEY, W. P. The Lattice Parameter and Density of Pure Tungsten. *Physical Review*. 1925, **26**(6), 736-738. DOI: 10.1103/PhysRev.26.736. ISSN 0031-899X.
- [23] UHLÍŘ, V., ARREGI, J. A. a FULLERTON, E. E. Colossal magnetic phase transition asymmetry in mesoscale FeRh stripes. *Nature Communications*. 2016, **7**(1). DOI: 10.1038/ncomms13113. ISSN 2041-1723.
- [24] MATTHEWS, J. W. *Epitaxial growth*. New York: Academic Press, 1975. ISBN 978-0-12-480901-7.
- [25] WANG, Y.-L., et al. Toward a Detailed Understanding of Si(111)-7×7 Surface and Adsorbed Ge Nanostructures: Fabrications, Structures, and Calculations. *Journal of Nanomaterials*. 2008, 1-18. DOI: 10.1155/2008/874213. ISSN 1687-4110.
- [26] ZAMA, H., et al. Atomically Flat MgO Single-Crystal Surface Prepared by Oxygen Thermal Annealing. *Japanese Journal of Applied Physics*. 2001, **40**(Part 2, No. 5A), L465-L467. DOI: 10.1143/JJAP.40.L465. ISSN 00214922.
- [27] KELLY, P. J. a ARNELL, R.D. Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications. *Vacuum*. 2000, **56**(3), 159-172. DOI: 10.1016/S0042-207X(99)00189-X. ISSN 0042207X.

- [28] Inc. AJA INTERNATIONAL: *What is sputtering?* [online]. [cit. 2019-01-20]. Dostupné z: <http://www.ajaint.com/what-is-sputtering.html>.
- [29] SWANN, S. Magnetron sputtering. *Physics in Technology*. 1988, **19**(2), 67-75. ISSN 0305-4624. Dostupné z: <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/0305-4624/19/2/304/meta>.
- [30] FONER, S. Versatile and Sensitive Vibrating-Sample Magnetometer. *Review of Scientific Instruments*. 1959, **30**(7), 548-557. DOI: 10.1063/1.1716679. ISSN 0034-6748.
- [31] CUI, Z. *Nanofabrication: Principles, Capabilities and Limits*. New York: Springer, 2008. ISBN 978-0-387-75577-9.
- [32] MIRONOV, V. L. *Fundamentals of Scanning Probe Microscopy*. Nizhniy Novgorod: Institute for physics of microstructures, The Russian Academy of Sciences, 2004. Dostupné z: [https://www.researchgate.net/publication/317042630\\_Fundamentals\\_of\\_Scanning\\_Probe\\_Microscopy](https://www.researchgate.net/publication/317042630_Fundamentals_of_Scanning_Probe_Microscopy).
- [33] KAEMMER, S. B. *Introduction to Bruker's ScanAsyst and PeakForce Tapping AFM Technology*, Bruker Corporation, 2011. Dostupné z: [https://www.bruker.com/fileadmin/user\\_upload/8-PDF-Docs/SurfaceAnalysis/AFM/ApplicationNotes/Introduction\\_to\\_Brukers\\_ScanAsyst\\_and\\_PeakForce\\_Tapping\\_Atomic\\_Force\\_Microscopy\\_Technology\\_AFM\\_AN133.pdf](https://www.bruker.com/fileadmin/user_upload/8-PDF-Docs/SurfaceAnalysis/AFM/ApplicationNotes/Introduction_to_Brukers_ScanAsyst_and_PeakForce_Tapping_Atomic_Force_Microscopy_Technology_AFM_AN133.pdf).
- [34] Bruker AFM Probes. *Bruker Nano Inc.* [online]. [cit. 2019-01-10]. Dostupné z: <https://www.brukerafmprobes.com/Product.aspx?ProductID=3726>.
- [35] Bruker AFM Probes. *Bruker Nano Inc.* [online]. [cit. 2019-01-11]. Dostupné z: <https://www.brukerafmprobes.com/p-3948-mesp-v2.aspx>.
- [36] ARREGI, J. A., et al. Magnetization reversal and confinement effects across the metamagnetic phase transition in mesoscale FeRh structures. *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2018, **51**(10). DOI: 10.1088/1361-6463/aaaa5a. ISSN 0022-3727.

# Seznam použitých zkratek a symbolů

AF	Antiferomagnetismus, antiferomagnetický
AF-FM	Fázová přeměna z antiferomagnetické fáze do feromagnetické
AFM	Mikroskopie atomárních sil
BCC	Prostorově centrovaná kubická mřížka
BOE	Pufrovaný oxid ( $\text{HF} + \text{NH}_4\text{F}$ )
EBL	Elektronová litografie
FCC	Plošně centrovaná kubická mřížka
FeRh	Železo-rhodium
FM	Feromagnetismus, feromagnetický
FM-AF	Fázová přeměna z feromagnetické fáze do antiferomagnetické
IP	V rovině vzorku
IPA	Isopropylalkohol
MFM	Mikroskopie magnetických sil
MgO	Oxid hořečnatý
OOP	Kolmo na rovinu vzorku
PVD	Fyzikální depozice z plynné fáze
RIE	Reaktivní iontové leptání
SC	Prostá kubická mřížka
TMAH	Hydroxid tetrametyl-amonný
UHV	Ultra vysoké vakuum
UVL	Litografie ultrafialovým zářením
VSM	Vibrační magnetometrie