



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

MIKROSKOPIE MAGNETICKÝCH SIL A TRANSPORTNÍ VLASTNOSTI METAMAGNETICKÝCH NANOSTRUKTUR

MAGNETIC FORCE MICROSCOPY AND TRANSPORT PROPERTIES OF METAMAGNETIC
NANOSTRUCTURES

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Jiří Jaskowiec

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Vojtěch Uhlíř, Ph.D.

BRNO 2017

Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav fyzikálního inženýrství
Student: **Jiří Jaskowiec**
Studijní program: Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor: Fyzikální inženýrství a nanotechnologie
Vedoucí práce: **Ing. Vojtěch Uhlíř, Ph.D.**
Akademický rok: 2016/17

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:

Mikroskopie magnetických sil a transportní vlastnosti metamagnetických nanostruktur

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Metamagnetická fázová přeměna prvního druhu v tenkých vrstvách FeRh způsobí výrazné změny několika parametrů uspořádání současně. Jedná se o změnu charakteru magnetické výměnné interakce (z antiferomagnetické na feromagnetickou) a s ní spojenou magnetizaci, velikosti elementární buňky, elektrických a optických vlastností a entropie. Výrazné prostorové omezení má významný dopad na koexistenci fází a dynamiku fázové přeměny. Na základě elektrických transportních měření bylo zjištěno, že nanostrukтуры na bázi FeRh vykazují silnou asymetrii v dynamice fázové přeměny mezi zahříváním a chlazením. Bakalářská práce přispěje k objasnění tohoto jevu porovnáním elektrických transportních měření a zobrazením fázových domén pomocí mikroskopu magnetických sil (MFM).

Cíle bakalářské práce:

1. Rešerše současného stavu poznání.
2. Úprava stávajícího mikroskopu MFM pro měření transportních vlastností během zahřívání vzorku.
3. Kvantitativní zobrazení doménové struktury FeRh nanostruktur během magnetické fázové přeměny.

Seznam doporučené literatury:

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

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

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

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

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2016/17

V Brně, dne

L. S.

prof. RNDr. Tomáš Šikola, CSc.
ředitel ústavu

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

Abstrakt

Železo-rhodium (FeRh) je látka charakteristická svou fázovou přeměnou prvního druhu mezi antiferomagnetickou (AF) a feromagnetickou (FM) fází. U objemového FeRh je tato změna symetrická vůči směru přechodu. Symetrickou zůstává i při omezení objemového materiálu do tenké vrstvy FeRh. Tato práce se věnuje vlastnostem mezostruktur o laterální velikosti pod jeden mikrometr, ve kterých byla nedávno objevena asymetrie mezi přechodem AF-FM a FM-AF pomocí měření elektrického odporu nanodrátů FeRh v závislosti na teplotě. Pomocí metody mikroskopie magnetických sil v magnetickém poli kolmém na rovinu vzorku je zviditelněna fázová struktura mezostruktur FeRh při fázové přeměně. Kvantitativní analýzou měřeného magnetického signálu je ukázán vliv velikosti struktur na přechlazení FM fáze a skokový nárůst AF fáze při přechodu FM-AF.

Abstract

Iron-rhodium (FeRh) is a material featuring a first-order phase transition between anti-ferromagnetic (AF) and ferromagnetic (FM) phases. The phase transition is symmetric with respect to the direction of transition in bulk FeRh and FeRh thin films. The bachelor thesis focuses on the properties of mesostructures of sub-micron size, where asymmetry between the AF-FM and FM-AF transitions has been recently discovered using electrical transport measurements dependent on temperature. The phase domain structure of FeRh mesostructures during the phase transition is visualized by magnetic force microscopy (MFM) in an out-of-plane magnetic field. Quantitative analysis of the measured magnetic signal reveals the effect of structure size on supercooling of the FM phase and abrupt increase of the AF phase during the FM-AF transition.

Klíčová slova

železo-rhodium, fázová přeměna, mikroskopie magnetických sil, antiferomagnetismus, feromagnetismus

Keywords

iron-rhodium, phase transition, magnetic force microscopy, antiferromagnetism, ferromagnetism

JASKOWIEC, J. *Mikroskopie magnetických sil a transportní vlastnosti metamagnetických nanostruktur*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2017. 47 s. Vedoucí Ing. Vojtěch Uhlíř, Ph.D.

Prohlašuji, že bakalářskou práci na téma „Mikroskopie magnetických sil a transportní vlastnosti metamagnetických nanostruktur“ jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

V Brně dne

.....

(podpis autora)

Děkuji svému vedoucímu bakalářské práce Ing. Vojtěchu Uhlířovi, Ph.D., za příkladné vedení, za cenné připomínky a pečlivé korektury, za vstřícný a trpělivý přístup při řešení vyskytnuvších se problémů. Prof. RNDr. Jiřímu Spoustovi, Ph.D., děkuji za korektury a pozitivní naladění. Bc. Vojtěchu Schánilcovi a Bc. Štěpánu Kovaříkovi děkuji za optimalizaci MFM měření. Mgr. Jiřímu Liškovi, Ph.D., děkuji za provedení VSM měření. Děkuji Ing. Michalu Horkému za neúnavnou práci na optimalizaci výroby vzorků. Ing. Lukáši Flajšmanovi děkuji za pomoc s technickými obtížemi a za cenné rady. Svému spolužákovi Jakubu Holobrádkovi, se kterým sdílím radosti i strasti ze studia, děkuji za podporu a za hektolitry prolitého maté nejen při psaní této práce. Bc. Igoru Turčanovi a Bc. Gabriele Olivíkové děkuji za vytvoření skvělé atmosféry a podporu během posledních dvou týdnů psaní. Děkuji všem členům magnetické skupiny za velmi přátelský a vstřícný přístup.

V neposlední řadě bych chtěl poděkovat rodičům, sourozencům, jejich partnerům a všem přátelům za lásku a za neustálou podporu během prvních třech let studií na vysoké škole.

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

Jiří Jaskowiec

Obsah

1	Úvod	1
2	Základy magnetismu	2
2.1	Vektory popisující magnetické pole	2
2.2	Magnetismus v látce	2
2.3	Feromagnetismus	3
2.3.1	Magnetické domény	3
2.3.2	Hysterezní křivka	4
2.4	Antiferomagnetismus	4
2.4.1	Néelova teplota a magnetická susceptibilita	5
2.4.2	Antiferomagnetické domény	6
2.4.3	Typy antiferomagnetického uspořádání	6
2.5	Magnetorezistence	6
2.5.1	Anizotropní magnetorezistence	6
2.5.2	Obří magnetorezistence	7
3	Železo-rhodium FeRh	8
3.1	Slitiny železo-rhodia	8
3.2	Struktura FeRh	8
3.3	Fázová přeměna u FeRh	10
3.4	Tenké vrstvy FeRh	10
3.5	Řízení fázové přeměny	11
3.5.1	Vliv tlaku a napětí	11
3.5.2	Vliv dopování	12
3.5.3	Závislost magnetizace na teplotě a vnějším magnetickém poli	13
3.5.4	Vliv vnějšího magnetického pole	14
3.6	Magnetotransportní vlastnosti FeRh	15
3.7	Vliv laterálního omezení	15
3.8	Zobrazování FeRh metodou MFM	16
4	Experimentální část	19
4.1	Metody výroby vzorků	19
4.1.1	Magnetronové naprašování	19
4.1.2	Elektronová litografie	19
4.2	Charakterizace vzorků	20
4.2.1	Vibrační magnetometrie	20
4.2.2	Charakterizace topografie pomocí AFM a SEM	21
4.3	Zobrazování fázových domén	22
4.3.1	Mikroskopie magnetických sil	22
4.3.2	Měřicí sestava	24
4.4	Zpracování obrazu	26
4.4.1	Odstranění přeskoků	26
4.4.2	Zarovnání dat	27
4.4.3	Zobrazení domén v podobě binární informace	28

4.4.4	Reprezentace obrazu v odstínech šedé	30
5	Výsledky experimentu	31
5.1	Výsledky MFM – vzorek s nanoostrovy	31
5.2	Výsledky MFM – vzorek se strukturami	33
5.2.1	Měření disku o průměru 2 μm	33
5.2.2	Měření disku o průměru 1 μm	35
5.2.3	Měření disku o průměru 500 nm	37
5.2.4	Diskuse výsledků	38
6	Závěr	40
	Dodatek A	41
7	Literatura	44
8	Seznam použitých zkratk	47

1. Úvod

Počátky studia slitiny železo-rhodia (FeRh) sahají zpět až do konce 30. let minulého století, kdy Fallot [1] objevil fázovou přeměnu prvního druhu z antiferomagnetické (AF) do feromagnetické fáze (FM) u slitiny FeRh s téměř stejným atomovým zastoupením Fe a Rh. V dnešní době je známo mnoho látek vykazujících stejnou magnetickou přeměnu (např. CeFe₂Ru, Mn₂CrSb), FeRh je však ojedinelé tím, že jeho teplota přechodu z AF do FM je oproti jiným materiálům velmi blízká pokojové teplotě (≈ 360 K), čímž se stává velmi dobrým kandidátem ke studiu podstaty tohoto typu magnetické fázové přeměny.

Na základě dostupných publikací lze získat představu o průběhu výzkumu slitiny FeRh. Z počátku byla slitina zkoumána z hlediska svých objemových vlastností, poté byly zkoumány různé atomové poměry mezi Fe a Rh a následně sestaven fázový diagram [2], který ukazuje, že pouze slitina s úzkým intervalem 48–54% atomového zastoupení Rh vykazuje AF vlastnosti s fázovou přeměnou AF-FM. S rozvojem nanotechnologie došlo k postupnému prostorovému omezení zkoumaných objektů – výrobě tenkých vrstev FeRh. O tenkých vrstvách FeRh se uvažovalo jako o vhodném materiálu pro aplikace v magnetickém záznamu, konkrétně ve dvojvrstvě s FePt by tento materiál mohl být vhodný pro tepelně asistovaný magnetický zápis (HAMR z anglického *heat-assisted magnetic recording*), který by mohl umožňovat zápis dat s vyšší hustotou záznamu [3]. Omezí-li se tenká vrstva dále laterálně, získáme mezoskopické struktury¹, u kterých se objevují nové neobvyklé vlastnosti a právě jednou z těchto vlastností se zabývá tato bakalářská práce.

Konkrétněji, Vojtěch Uhlíř a kol. [4] sledovali elektrické transportní vlastnosti mezoskopických struktur FeRh a objevili silnou asymetrii mezi přechodem z AF do FM a přechodem z FM do AF. Transportním měřením lze detekovat fázovou přeměnu, neposkytuje však přesné informace o fázové přeměně z hlediska tvaru nukleujících fázových domén, jejich počtu a velikosti v závislosti na teplotě. Experimentální část této práce se věnuje zisku kvantitativních informací o tvaru a velikosti nukleujících domén měřením mezostruktur FeRh pomocí mikroskopie magnetických sil (MFM z anglického *magnetic force microscopy*), čímž přímo navazuje na práci Vojtěcha Schánilce [5]. Velký důraz je přitom kladen na zpracování a vyhodnocování naměřených dat.

¹Struktura s velikostí v řádech mikrometrů.

2. Základy magnetismu

Tato kapitola se věnuje vybraným částem teorie magnetismu, nastiňuje základní vztahy, které jsou dále užívány v textu.

2.1. Vektory popisující magnetické pole

Magnetické pole ve vakuu je obvykle popisováno jedním ze dvou vektorů, vektorem magnetické indukce \vec{B} , nebo vektorem magnetické intenzity \vec{H} . Ve vakuu mají stejnou orientaci a liší se pouze faktorem μ_0 , který nazýváme permeabilita vakua¹ $\vec{B} = \mu_0 \vec{H}$ [6]. V materiálu je navíc nutné uvažovat existenci magnetických momentů, jejichž příspěvek k magnetickému poli je vyjádřen pomocí veličiny magnetizace \vec{M} . Magnetizace je dána vektorovým součtem magnetických momentů v jednotkovém objemu materiálu

$$\vec{M} = \frac{1}{V} \sum_{i=1}^N \vec{\mu}_i, \quad (2.1)$$

kde N je počet magnetických momentů. Magnetická indukce \vec{B} v látce je pak dána rovnicí

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{M}). \quad (2.2)$$

Působením operace divergence na vztah 2.2 a s využitím podmínky solenoidálnosti pole magnetické indukce $\nabla \cdot \vec{B} = 0$ lze získat vyjádření 2.3, které umožňuje popsat rozložení magnetizace pomocí magnetických pólů, což vede ke zjednodušení mikromagnetických problémů:

$$\nabla \cdot \vec{H} = -\nabla \cdot \vec{M}. \quad (2.3)$$

Na obrázku 2.1 jsou znázorněna prostorová rozložení těchto tří polí v případě materiálu plně magneticky saturovaného ve vertikálním směru. Jsou zde patrné zřídla i nory magnetizace a také magnetické intenzity, zatímco magnetické indukční čáry tvoří uzavřené smyčky. Podrobnější odvození a diskusi předešlých vztahů lze nalézt v [7, 8].

Působením magnetického pole na materiál dochází k indukování magnetizace. Koeficientem úměrnosti χ mezi magnetizací \vec{M} a intenzitou magnetického pole \vec{H} je magnetická susceptibilita dána vztahem

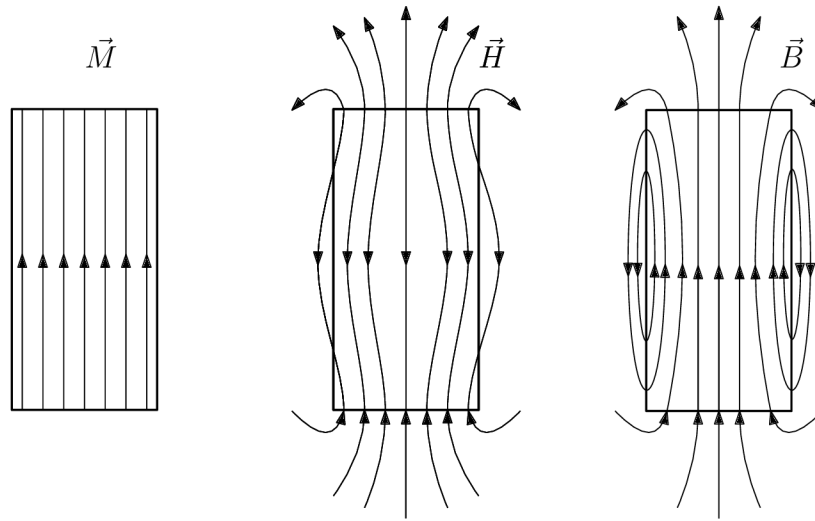
$$\vec{M} = \chi \vec{H}. \quad (2.4)$$

2.2. Magnetismus v látce

Z hlediska chování látek ve vnějším magnetickém poli se rozlišují látky diamagnetické, paramagnetické, feromagnetické, antiferomagnetické a další. Vlastnosti posledních dvou zmíněných typů látek jsou nezbytné pro popis metamagnetických² materiálů, jako je FeRh,

¹ $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{ Hm}^{-1}$.

²Metamagnetické materiály vykazují náhlou změnu magnetizace vyvolanou malou změnou vnějšího magnetického pole. Materiály s fázovou přeměnou AF-FM jsou jedním z příkladů těchto materiálů.



Obrázek 2.1: Zobrazení tří vektorových polí v oblasti vzorku s magnetizací \vec{M} , magnetickou intenzitou \vec{H} a magnetickou indukcí \vec{B} . Převzato a upraveno z [8].

a proto jim budou věnované samostatné sekce. Látkami diamagnetickými rozumíme takové, ve kterých převládá diamagnetický jev. Diamagnetismus provází veškeré látky a je způsoben magnetizací opačně orientovanou vůči směru externího pole, které ji indukuje. To se projevuje zeslabením přiloženého magnetického pole v látce [9]. Paramagnetismus je od diamagnetismu odlišný, protože provází pouze určité typy atomů, které nemají zcela zaplněné elektronové orbitály (vlastní nespárované elektrony). Vektorový součet magnetických momentů v paramagnetické látce je nenulový pouze po přiložení magnetického pole, které magnetické momenty srovnává stejným směrem a tím magnetické pole v látce mírně zesiluje [10].

2.3. Feromagnetismus

Na rozdíl od předešlých jevů diamagnetismu a paramagnetismu, je feromagnetismus (dále už jen FM) makroskopickou vlastností látek. Typickými zástupci feromagnetických látek je železo, kobalt a nikl, ale také jejich slitiny s různými (i neferomagnetickými) materiály [9]. Feromagnetismus je přítomen v látkách pouze do určité hraniční teploty, která je nazývána Curieovou teplotou T_C . Vztah susceptibility na teplotě popisuje tzv. Curieův-Weissův zákon [7]. Pro feromagnetické materiály je typická tvorba magnetických domén.

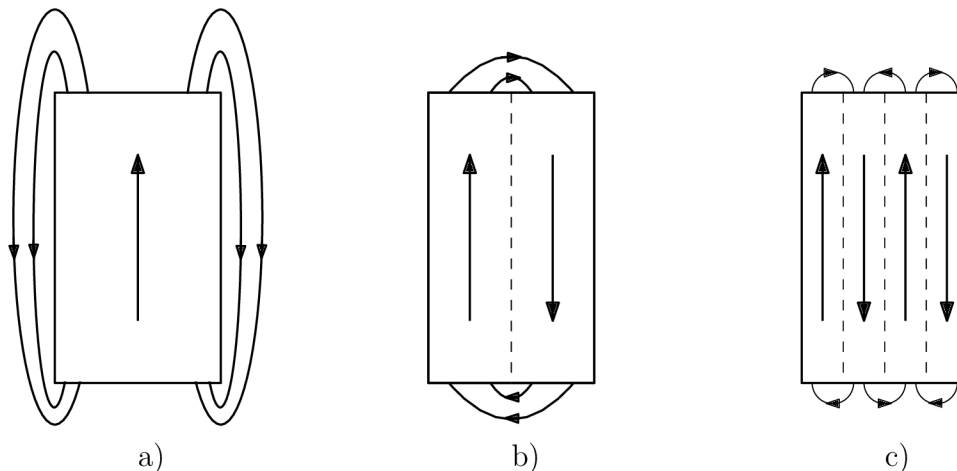
2.3.1. Magnetické domény

Vytváření magnetických domén (tj. oblastí, ve kterých jsou atomové dipóly shodně orientované) a feromagnetismus vůbec jsou těsně spjaty s kvantovým jevem nazývaným výměnná interakce. Výměnná energie je definovaná jako

$$E_{\text{ex}} = - \sum_{i,j} J_{ij} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j, \quad (2.5)$$

kde \vec{S}_i je orientace spinu a J_{ij} je konstanta výměnné interakce. Nabývá-li výměnná konstanta kladných hodnot, pak je energeticky nejméně náročné uspořádání se stejnou orien-

tací spinů. To je typické pro feromagnetické látky a dává feromagnetickým látkám jejich permanentní magnetismus. Výpočet výměnné konstanty je jednou z úloh kvantové fyziky [10].



Obrázek 2.2: Zobrazení vytvoření magnetických domén. Upraveno a převzato z [11].

Princip vzniku domény je ilustrován obrázkem 2.2. Vzorek na obrázku 2.2a je tvořen pouze jednou doménou, magnetizace je orientovaná pouze v jednom směru. V takovém uspořádání budí magnetizace silné magnetické pole vně vzorku. Proto je energeticky výhodnější rozdělení monodomény do dvou opačně orientovaných domén (viz obrázek 2.2b), které vytváří slabší pole vně vzorku. Na jejich rozhraní, kterému se říká doménová stěna, vzniká vlivem natáčení magnetických momentů vůči sobě přírůstek výměnné energie. Dělení na domény pak pokračuje do doby, dokud je vytvoření doménové stěny energeticky výhodné [11].

Domény se v krystalové struktuře mají tendenci se ustalovat podle význačného směru, tzv. snadné osy [11]. Energie, popsaná rovnicí

$$E_a = K_u \sin^2 \theta, \quad (2.6)$$

se nazývá energie anisotropie a popisuje tendenci magnetizace zaujímat směr snadné osy [8]. K_u je konstanta anisotropie a θ je úhel odklonu magnetizace od snadné osy.

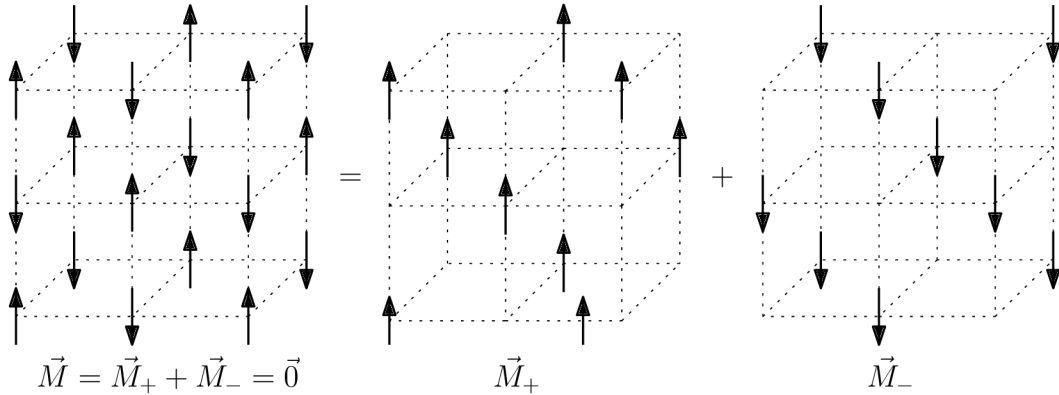
2.3.2. Hysterezní křivka

Pro diamagnetika a paramagnetika je vztahem mezi magnetizací vzorku \vec{M} a intenzitou externího pole \vec{H} přímá úměra. Jinak je tomu u materiálů feromagnetických. Vložíme-li například strukturu znázorněnou na obrázku 2.2b do magnetického pole, které směřuje vzhůru, začne se levá doména zvětšovat na úkor pravé domény. Tyto děje nejsou vratné [9, 11] a to má za následek hysterezní chování při zvyšování a při snižování externího pole. Více o hysterezi i feromagnetických materiálech lze najít v učebnicích [6–11].

2.4. Antiferomagnetismus

Materiály, u kterých je konstanta výměnné interakce J záporná, se nazývají antiferomagnetické (dále také AF). Pro tyto materiály je výměnná energie nejmenší, pokud jsou

vždy dva nejbližší spiny v krystalové mřížce orientovány antiparalelně. Antiferomagnetická mřížka se skládá ze dvou podmřížek s opačně orientovanými spiny, viz obrázek 2.3 [8].



Obrázek 2.3: Zobrazení mřížky antiferomagnetického materiálu, která se skládá ze dvou opačně spinově orientovaných podmřížek.

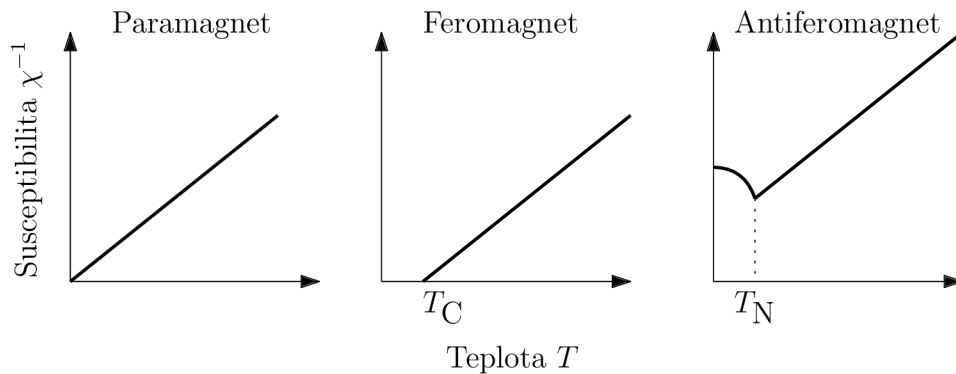
Výsledná magnetizace je dána součtem magnetizací dvou mřížek, a pokud na materiál nepůsobí vysoké vnější magnetické pole, je nulová.

2.4.1. Néelova teplota a magnetická susceptibilita

Feromagnetické látky ztrácejí své vlastnosti a stávají se paramagnetickými při teplotách vyšších než Curieova teplota T_C . Antiferomagnetické látky mají obdobnou mezní teplotu, kterou nazýváme Néelova teplota T_N . Pro teploty $T > T_N$ platí obdoba Curieova-Weissova zákona [7]

$$\chi \propto \frac{1}{T + T_N}. \quad (2.7)$$

Převrácené hodnoty susceptibility pro tři různé materiály (paramagnetický, feromagnetický a antiferomagnetický) jsou vyneseny na obrázku 2.4. Je zde vidět typická závislost susceptibility antiferomagnetického materiálu v porovnání s ostatními druhy magnetických materiálů. Převrácená hodnota susceptibility se zvyšující se teplotou klesá až do mezní teploty T_N , kdy začne s teplotou lineárně růst dle vztahu 2.7 [8].



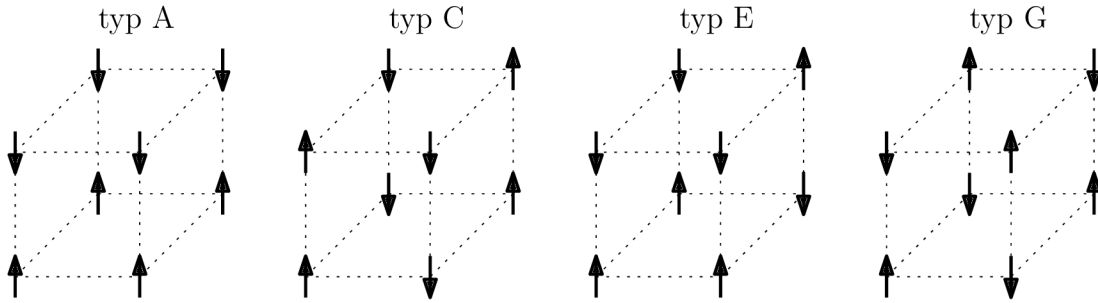
Obrázek 2.4: Teplotní závislost převrácených hodnot susceptibility pro tři různé magnetika s vyznačenou Curieovou teplotou T_C , Néelovou teplotou T_N .

2.4.2. Antiferomagnetické domény

Magnetické domény ve FM materiálech vznikají vlivem minimalizace dipolární energie magnetického pole. AF materiály mají toto pole vzhledem k nulové magnetizaci nulové, to však není důvodem k vytvoření jednodoménové struktury. Vlivem nedokonalostí v krystalové mřížce vznikají v AF materiálech domény s různým natočením spinové osy [6].

2.4.3. Typy antiferomagnetického uspořádání

Existuje více různých způsobů, jak v AF mřížce uspořádat spiny, aby výsledná magnetizace byla nulová. Pro prostou kubickou krystalovou mřížku (sc z anglického *simple cubic*) jsou tato uspořádání zobrazena na obrázku 2.5. Nejčastějším typem uspořádání spinů v AF látce je typ G a to kvůli nejmenší výměnné energii [7].



Obrázek 2.5: Čtyři typy uspořádání antiferomagnetické látky v sc mřížce [7].

2.5. Magnetorezistence

Dochází-li u materiálu ke změně elektrického odporu R po přiložení vnějšího magnetického pole, hovoříme o magnetorezistenci (MR), která je definována vztahem

$$\text{MR} = \frac{R - R_{\text{sat}}}{R_{\text{sat}}}, \quad (2.8)$$

kde R_{sat} je hodnota odporu v saturaci. V některých zdrojích lze nalézt, že se v definici místo saturačního odporu R_{sat} vyskytuje odpor v nulovém poli R_0 . Tato definice je nevýhodná, neboť odpor R_0 je hůře reprodukovatelný, protože může být závislý na historii vzorku [12, 13].

2.5.1. Anizotropní magnetorezistence

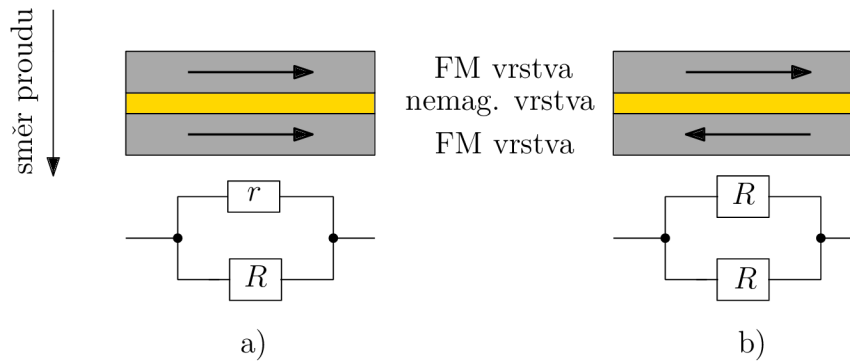
Prochází-li látkou s magnetizací \vec{M} elektrický proud o proudové hustotě \vec{j} , je její odpor závislý na úhlu φ sevřeném vektory \vec{M} a \vec{j} . Tento jev byl nazván anizotropní magnetorezistencí (AMR). Rezistivitu v magnetickém poli lze odvodit z planárního Hallova jevu [9]. Obecně pak lze psát závislost rezistivity na úhlu vztahem

$$\rho(\varphi) = \rho_{\perp} + (\rho_{\parallel} - \rho_{\perp}) \cos^2 \varphi, \quad (2.9)$$

kde ρ_{\parallel} je rezistivita při paralelní orientaci vektorů \vec{M} a \vec{j} a ρ_{\perp} je rezistivita při kolmé orientaci \vec{M} a \vec{j} [12].

2.5.2. Obří magnetorezistence

Ve vodivých multivrstvách založených na kombinaci FM materiálu, nemagnetického materiálu a FM materiálu (viz obrázek 2.6) byl pozorován jev, který dostal podle svých vlastností název obří magnetorezistence (GMR z anglického *giant magnetoresistance*). V nemagnetických materiálech jsou v elektrickém proudu stejnoměrně zastoupeny obě možné spinové polarizace elektronů. V magnetické látce dochází k narušení této symetrie díky zvýšenému rozptylu elektronů s majoritní orientací spinu na Fermiho mezi, což souvisí s magnetizací materiálu. Proto dochází při průchodu elektrického proudu magnetickou látkou k jeho spinové polarizaci. Jsou-li magnetizace obou FM vrstev orientovány stejným směrem, dochází ve druhé vrstvě ke statisticky menšímu rozptylu elektronů polarizovaných první vrstvou. To je reprezentováno v odporové analogii menším odporem r . Naproti tomu elektrony s opačnou spinovou polarizací podléhají většímu rozptylu, což vykazuje v odporové analogii větší odpor R . Pokud jsou vektory magnetizace v obou vrstvách opačné, dochází k rozptylu obou spinových polarizací stejně, to způsobí průchod s větším odporem R . [12, 14].



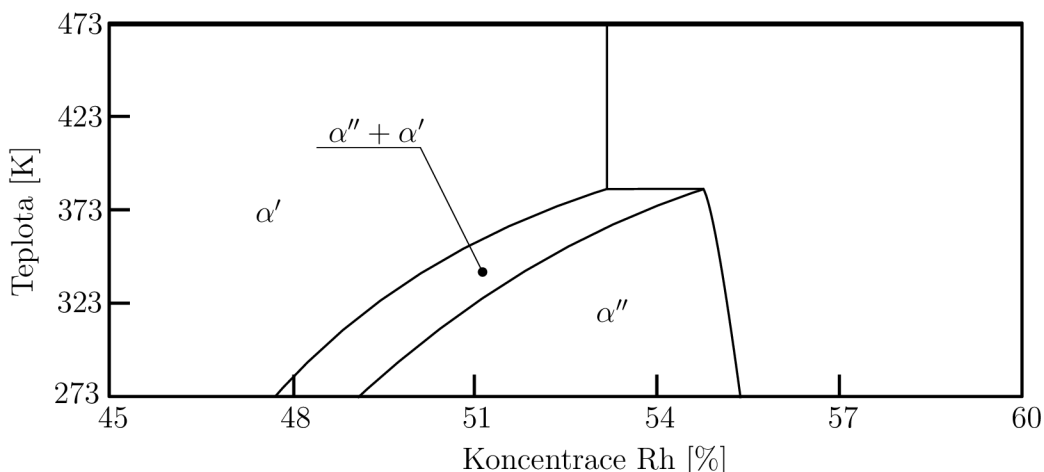
Obrázek 2.6: Zobrazení trojvrstvy FM-nmag.-FM vrstvy s rezistorovou analogií, ve které $r < R$. a) Při souhlasné orientaci magnetizace FM vrstev dochází k průchodu proudu s menším odporem. b) Při opačné orientaci magnetizace FM vrstev dochází k průchodu proudu s větším odporem. Upraveno a převzato z [12].

3. Železo-rhodium FeRh

Slitina železo-rhodia je intenzivně zkoumanou látkou již od konce třicátých let 20. století. Fallot a Hocart [1] byli první, kteří u objemové slitiny FeRh popsali fázovou přeměnu prvního druhu z AF fáze do FM fáze při teplotě $T_{AF-FM} \approx 370$ K. Dalšímu intenzivnímu zkoumání byla slitina FeRh podrobena až v šedesátých letech s rozvojem experimentálních technik na bázi rentgenového záření a neutronů [15].

3.1. Slitiny železo-rhodia

Procentuální zastoupení rhodia ve slitině výrazně ovlivňuje jeho vlastnosti. Fázová přeměna prvního druhu je přítomna pouze v úzkém intervalu koncentrace Rh ve slitině (přibližně 48–54 %), viz obrázek 3.1. Z obrázku je patrné, že při zahřívání slitiny ve zmíněném intervalu se AF fáze α'' mění ve fázi FM α' , nastává koexistence obou fází a při dalším zvyšování teploty je látka plně přeměněna na fázi α' . Podrobí-li se látka zahřívání nad Curieovu teplotu, která je ve studovaném intervalu přibližně $T_C \approx 400$ –500 K, stává se paramagnetickou [2]. Fázová přeměna prvního druhu u železo-rhodia je podrobněji rozebrána v sekci 3.3.



Obrázek 3.1: Detail fázového diagramu FeRh v závislosti na složení slitiny v procentech Rh. Ilustruje existenci fáze α'' , fáze α' a jejich vzájemnou koexistenci v intervalu 48–54 %. Převzato a upraveno z [2, 5].

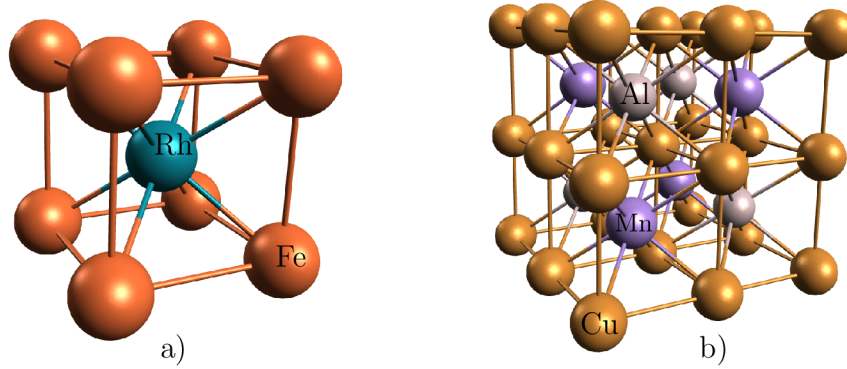
Při snižování, či zvyšování zastoupení rhodia se slitina může nacházet ve svých dalších modifikacích. Může tak zaujímat kubickou krystalovou mřížku prostorově centrovanou (bcc z anglického *body-centered cubic*), nebo plošně centrovanou (fcc z anglického *face-centered cubic*). Kompletní fázový diagram a jeho podrobnější rozbor je možno nalézt v práci [5].

3.2. Struktura FeRh

V předešlé sekci 3.1 byly zdůrazněny dvě fáze, α'' a fáze α' . Kromě odlišných magnetických vlastností (AF a FM fáze) jsou odlišné také velikosti elementární krystalové buňky.

3.2. STRUKTURA FERH

Pro obě fáze je typické, že mají svou chemickou strukturu¹ odvozenou od struktury chloridu cesného CsCl, tedy prostou kubickou mřížku s dvouatomovou bází – Fe s polohou 000 a atomem Rh v poloze $\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}$, uvažujeme-li střed souřadného systému v poloze atomu Fe v rohu dolní podstavy. Mřížka je ilustrována obrázkem 3.2a [2, 15, 16].



Obrázek 3.2: a) Chemická struktura fáze α'' a α' FeRh odpovídající struktuře CsCl. b) Magnetická struktura odpovídající svou strukturou krystalu Cu_2AlMn typickou pro α'' , kde Cu představují atomy Rh a atomy Al, Mn atomy Fe s opačnými spiny. Struktura má pak vzorec $\text{Rh}_2\text{Fe} \uparrow \text{Fe} \downarrow$. Fialové atomy představují Mn, stříbrné Al a zlaté Cu [2].

Mřížkový parametr těchto látek je závislý na množství rhodia ve slitině. Jeho hodnoty v intervalu 48–54 % Rh zobrazuje tabulka 3.1 [17].

Tabulka 3.1: Experimentálně měřené mřížkové parametry [17].

Složení slitiny [% Rh]	Teplota [K]	Struktura	Mřížkový parametr [nm]
48	296	CsCl(AF)	0,2989
49	296	CsCl(AF)	0,2993
50	296	CsCl(AF)	0,2986
	350	CsCl(AF)	0,2987
	350	CsCl(FM)	0,2997
51	350	CsCl(AF)	0,2987
52	350	CsCl(AF)	0,2986

Z hlediska magnetických vlastností² je AF fáze α'' v $\text{Fe}_{50}\text{Rh}_{50}$ typu G (viz obrázek 2.5), což znamená, že každý atom Fe \uparrow je obklopen šesti atomy Fe \downarrow . Mřížka je prostá kubická s bází typu AlCu_2Mn , viz obrázek 3.2b, kde Cu, Al, Mn atomy jsou nahrazeny postupně Rh, Fe \downarrow , Fe \uparrow [2]. V FM fázi α' se na atomu Rh objevuje nenulový moment. Směr veškerých magnetických momentů je kolineární. Velikost magnetického momentu atomu Fe v AF fázi α'' byla stanovena jako $\mu_{\text{Fe}} = 3,3 \mu_{\text{B}}^\dagger$ a atomu Rh je nulová, zatímco ve fázi FM α' je $\mu_{\text{Fe}} = 3,2 \mu_{\text{B}}$ a $\mu_{\text{Rh}} = 0,9 \mu_{\text{B}}$ [18, 19]. Příslušné konfigurace magnetických momentů jsou schématicky zachyceny na obrázku 3.3.

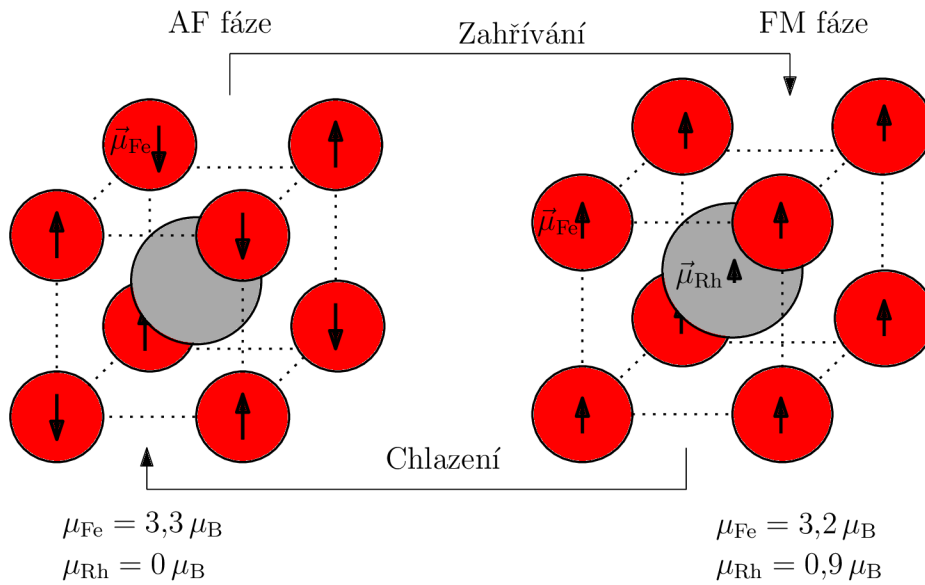
¹Rozložení atomů v mřížce.

²Rozložení magnetických momentů atomů v mřížce.

[†]Bohrův magneton $\mu_{\text{B}} = 9,274 \cdot 10^{-24} \text{ J/T}$.

3.3. Fázová přeměna u FeRh

Pro magnetické látky je typická fázová přeměna druhého druhu, tj. z látky feromagnetické na paramagnetickou. Tento druh přeměny je charakteristický vzájemnou nerozlišitelností fází a spojitou změnou parametru uspořádání (magnetizace) při teplotě přechodu³. Naproti tomu fázová přeměna prvního druhu je méně častá a popisuje přeměnu AF-FM. Pro tuto přeměnu je typická vzájemná koexistence dvou fází, což ilustruje obrázek 3.1 [20]. Při zahřívání se parametr uspořádání mění skokově, což odpovídá změně z AF fáze s celkovým nulovým magnetickým momentem do FM fáze s magnetickým momentem nenulovým. Tento děj je ilustrován obrázkem 3.3 [21].



Obrázek 3.3: Fázová přeměna prvního druhu u FeRh doprovázená skokovou změnou magnetizace při zahřívání z nulové hodnoty na nenulovou.

Při fázové přeměně z AF do FM dochází ke skokové změně dalších veličin. Z údajů v tabulce 3.1 lze vyvodit, že dochází k malému zvětšení objemu o $\approx 2\%$. Dále dochází k velké změně entropie a rezistivity, která bude podrobněji diskutována v sekci o magnetotransportních vlastnostech 3.6 [4, 15].

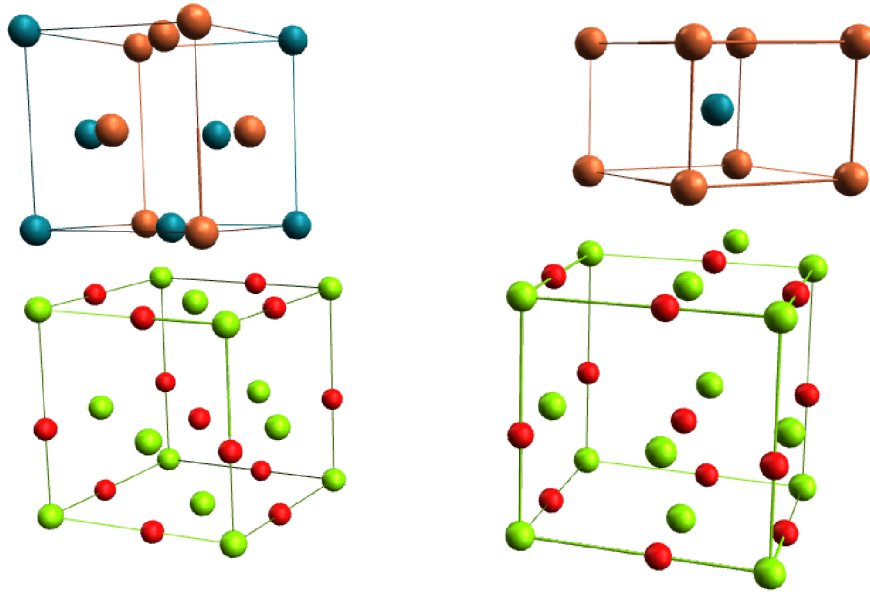
Samotný mechanismus fázové přeměny není přes velké množství publikací plně vysvětlen. První model navrhl Kittel v roce 1960 a byl založen na změně konstanty výměnné interakce vlivem termální expanze. Jeho model byl později vyvrácen, protože byl nekompatibilní s experimentálním zjištěním, které ukazovalo velkou změnu entropie při přechodu z AF do FM. Přebytek entropie činí FM fázi stabilnější, což vede k hysterezi [21]. Teplotní a magnetická hystereze je rozebrána v sekci 3.5 pojednávající o řízení fázové přeměny.

3.4. Tenké vrstvy FeRh

V předešlých sekcích bylo popsáno železo-rhodium z hlediska jeho krystalových a materiálových vlastností ve velkých objemech. Experimentální část této práce se věnuje pozorování tenkých vrstev a struktur, které jsou epitaxně narostlé na substrátu MgO (001).

³Kritický bod.

Obecně se k růstu vrstev využívá i jiných substrátů, např. safíru Al_2O_3 (0001). První detailnější studium tenkých epitaxních vrstev bylo provedeno skupinou pod vedením M. Castiella, která studovala růst FeRh na výše zmíněných substrátech. Při růstu na MgO^4 (001) objevili, že při různých teplotách depozice se mění velikost mřížkové konstanty. Konkrétně vrstva tlustá 5 nm narostlá při teplotě 473 K vykazuje mřížkovou konstantu rovnou $a = 0,374 \pm 0,005$ nm. Důvodem je, že při 473 K se FeRh nachází ve své fcc modifikaci. Velký rozdíl mezi mřížkovou konstantou MgO a FeRh vede ke vzniku dislokací podél celého rozhraní. Naproti tomu vrstva rostoucí při teplotě 973 K roste na MgO jako se s mřížkovou konstantou o velikosti $a = 0,2987$ nm otočenou o 45° , což vede k menšímu kompresnímu napětí. Růst vrstev je naznačen na obrázku 3.4 [22]. Stejný typ růstu je charakteristický také pro tlustší vrstvy, což vede k nutnosti depozice za vysokých teplot. Více o vlivu substrátu na vlastnosti FeRh vrstev lze nalézt v práci [5].



Obrázek 3.4: Růst epitaxní vrstvy na substrátu MgO (001). Vlevo růst fcc FeRh fázi při 473 K, vpravo růst sc FeRh při 973 K. Červená barva atomů odpovídá kyslíku, zelená hořčíku, modrá rhodiu a hnědá železu. Převzato a upraveno z [22].

3.5. Řízení fázové přeměny

Teplota přechodu fázové přeměny $T_{\text{AF-FM}}$ se dá ovlivňovat např. působením vnějšího magnetického pole, které stabilizuje FM fázi. Dále se dá ovlivňovat napětím indukovaným substrátem, působením isotropního tlaku, či dopováním slitin příměsími třetího prvku [4, 15, 16].

3.5.1. Vliv tlaku a napětí

Působení isotropního tlaku na slitinu FeRh vyvolá posunutí teploty počátku fázové přeměny v rozmezí 4,33–6,3 K/kbar a změnu Curieovy teploty v rozmezí 0,6–0,75 K/kbar [23]. Vliv

⁴S mřížkovou konstantou $a_{\text{MgO}} = 0,421$ nm.

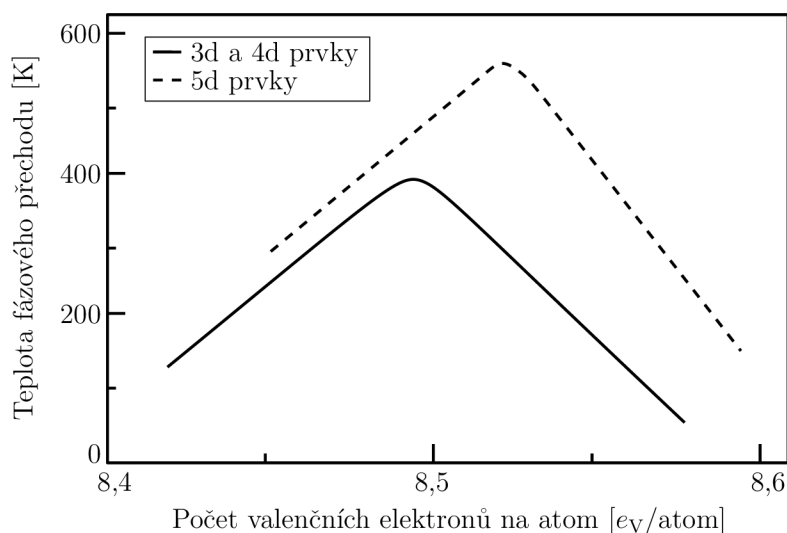
tlaku na posunutí teploty počátku fázové přeměny platí i pro tenké vrstvy FeRh, kde je isotropní tlak způsoben napětím mezi vrstvou a substrátem, či napětím mezi vrstvou a krycí vrstvou. Velikost teplotních posuvů pro slitiny FeRh byly zaneseny do tabulky 3.2.

Tabulka 3.2: Přehled teplot fázové přeměny z AF do FM a Curieových teplot a jejich závislosti na tlaku. Převzato a upraveno z [23].

[% Rh]	$T_{\text{AF-FM}}$ [K]	T_{C} [K]	$\frac{dT_{\text{AF-FM}}}{dp}$ [K/kbar]	$\frac{dT_{\text{C}}}{dp}$ [K/kbar]
50	353	660	4,33	
50	370	680	4,7	-0,60
51	316	667	5,75	-0,60
52	333	675	6,3	
52,8	315	661	5,4	-0,75
53	335		5,1	

3.5.2. Vliv dopování

Posun teploty přechodu může být zajištěn také dopováním FeRh. U slitiny $\text{Fe}_{1-x}\text{RhM}_x$, kde M_x je prvek dopující slitinu FeRh, se posun teploty řídí tzv. Slaterovým-Paulingovým trendem zobrazeným na obrázku 3.5. Zde je vykreslena teplota přechodu FeRh dopovaného 3d, 4d a 5d prvky v závislosti na počtu valenčních elektronů na atom (průměrná koncentrace elektronů ve valenčním pásu dopovaných FeRh slitin na atom mřížky). Speciﬁcky dopováním malého množství (obvykle v jednotkách atomových procent) Pt, Ir, Au, Ru a Os dochází k posunu teploty přechodu k vyšším teplotám. Naopak prvky Pd, Ni a Cu teplotu přechodu snižují [15].

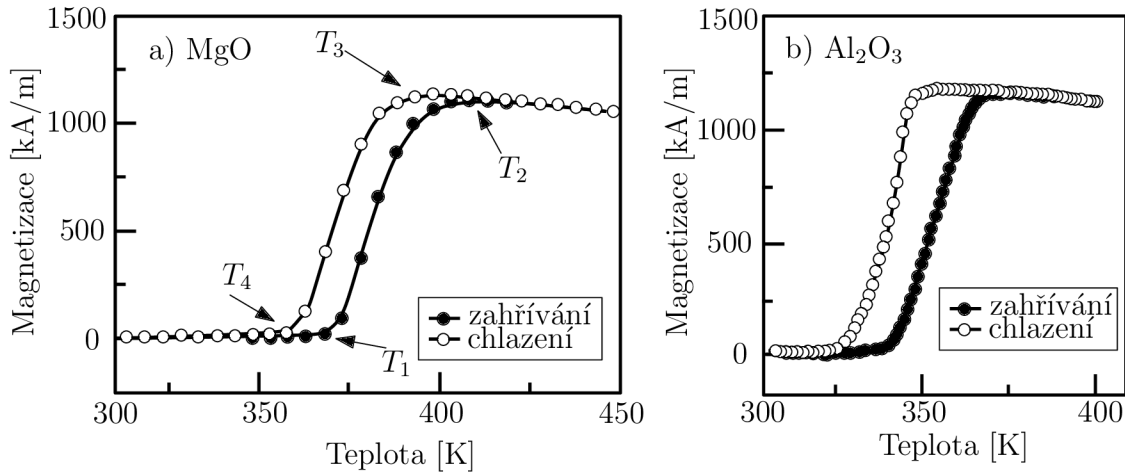


Obrázek 3.5: Teplota fázového přechodu v závislosti na počtu valenčních elektronů na atom. Převzato a upraveno z [15].

Schopnost měnit teplotu přechodu dopováním slitiny FeRh otevírá možnost k vytvoření kontrolovatelného rozhraní dvou magnetických fází ve dvou různě dopovaných slitinách.

3.5.3. Závislost magnetizace na teplotě a vnějším magnetickém poli

Maat a kol. [16] sledovali průběh magnetizace na teplotě pro epitaxně narostlé vrstvy tlusté 110 nm na MgO (001) a c-saříru Al_2O_3 (0001). Velikost magnetizace byla určena vibračním magnetometrem (VSM z anglického *vibrating sample magnetometry*). Z rentgenové difrakční analýzy zjistili, že FeRh roslé na MgO (001) vykazuje kompresní napětí na rozhraní, na rozdíl od FeRh roslého na c-saříru, z čehož se předpokládalo, že teplota přechodu bude nižší u FeRh vrstvy narostlé na c-saříru⁵ [16]. To bylo potvrzeno při měření teplotní hysterese v magnetickém poli 1 T v rovině vzorku (zobrazena na obrázku 3.6). Teplota přechodu pro FeRh roslé na MgO (001) (viz obrázek 3.6a) je o ≈ 30 K vyšší než v případě FeRh na Al_2O_3 (0001) (obrázek 3.6b). Na obrázku 3.6a je dále vyneseno několik důležitých teplot. Během zahřívání při teplotě T_1 začínají nukleovat FM domény. Při dalším zahřívání dochází k nárůstu magnetizace až do maxima při teplotě T_2 . Při teplotách $T > T_2$ nastává pokles magnetizace dle Curieovy-Weissovy křivky, která je obecně pozorována u FM materiálů. Při chlazení dochází k opětovnému nárůstu magnetizace až do teploty T_3 , při které je její hodnota maximální. Při dalším snižování teploty dochází k nukleaci AF domén, tudíž ke snižování celkové magnetizace až do teploty T_4 , při které už jsou všechny FM domény nahrazeny AF doménami [5, 16].



Obrázek 3.6: Teplotní hysterese pro vrstvu FeRh o tloušťce 110 nm ve vnějším magnetickém poli 1 T v rovině vzorku. a) Pro vrstvu FeRh epitaxně vyrostlou na MgO (001), s vynesenými specifickými teplotami. b) Pro vrstvu FeRh epitaxně vyrostlou na Al_2O_3 (0001). Převzato a překresleno z [16].

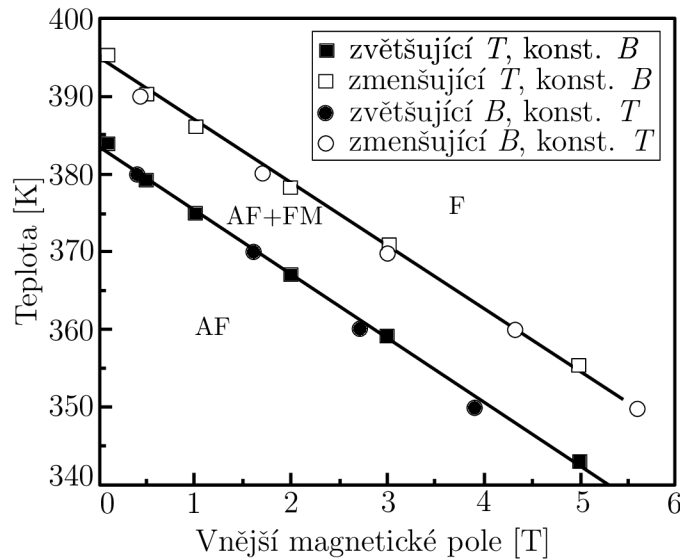
Pomocí výsledků na obrázku 3.6 definovali Maat a kol. [16] teploty přechodu $T_{\text{AF-FM}}$ a $T_{\text{FM-AF}}$ přesněji jako teploty, při kterých má magnetizace hodnotu rovnu polovině maximální hodnoty magnetizace. Z dat lze také určit přibližnou šířku hysterese, která se pohybuje kolem 15 K. V dokonalém vzorku by mělo platit, že $T_1 = T_2 > T_3 = T_4$, což neplatí pro standardní vzorky vlivem přítomnosti poruch krystalové mřížky.

⁵Vliv napětí na posun teploty přechodu byl rozebrán v sekci 3.5.1.

3.5.4. Vliv vnějšího magnetického pole

Maat a kol. [16] provedli další experimenty, ve kterých se zaměřovali na reverzibilitu magnetizace během zahřívání a chlazení. Za tímto účelem provedli několik dalších experimentů pro různé hodnoty vnějšího magnetického pole. Pro magnetizaci v závislosti na teplotě získali obdobné křivky, které vykazovaly změnu v teplotě T_1 a teplotě T_3 . Zjistili, že při zvětšování vnějšího magnetického pole se teplota T_1 a teplota T_3 zvyšují. Pro teplotu přechodu T_{AF-FM} a T_{FM-AF} platí stejný pokles jako pro teploty T_1 a T_3 přibližně o -8 K/T , který je v souladu s měřením objemového vzorku [24].

Při dalším měření sledovali závislosti magnetizace ve vnějším poli na teplotě $M(T)$ a závislost remanentní magnetizace na teplotě $M_R(T)$. Závislosti byly získány tak, že vzorek byl zahříván (ochlazen) ve vnějším magnetickém poli na určitou teplotu T_i , následně byla změřena magnetizace $M(T_i)$, načež bylo vnější magnetické pole odebráno a změřena remanentní magnetizace $M_R(T_i)$. Podrobnější analýzou bylo zjištěno, že T_{AF-FM} , T_{FM-AF} i $T_{AF-FM}(M_R)$ klesají při zvyšování vnějšího magnetického pole, zatímco $T_{FM-AF}(M_R)$ je nezávislá na vnějším magnetickém poli. Z těchto pozorování vyplývá, že přiložení vnějšího magnetického pole stabilizuje FM fázi [15, 16].



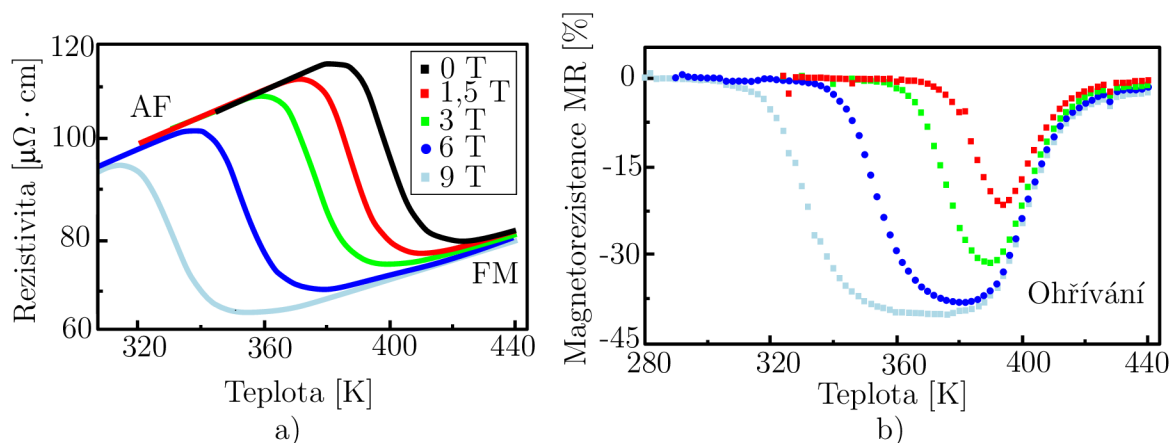
Obrázek 3.7: Fázový diagram T - B zobrazující oblasti stability fází pro vrstvu FeRh o tloušťce 110 nm na substrátu MgO (001) určený měřením magnetizace v závislosti na teplotě v konstantním vnějším magnetickém poli a závislosti magnetizace na vnějším magnetickém poli při konstantní teplotě. Na obrázku jsou vyznačeny oblasti stability fází AF, AF+FM, FM. Převzato a překresleno z [16].

Maat a kol. [16] provedli ještě třetí experiment, při kterém zahřáli (ochladili) vzorek na stálou teplotu mezi T_1 a T_2 a měnili vnější magnetické pole v rozmezí od -5 do 5 T. Získali tak závislost magnetizace na vnějším magnetickém poli $M(B)$ při konstantní teplotě. Po každé proměřené závislosti $M(B)$ při konstantní teplotě vnější magnetické pole odebrali a vzorek zchladili na 235 K , aby redukovali historii. Poté vzorek zahřáli na jinou teplotu a měření se opakovalo. V těchto hysterezních smyčkách definovali B_{AF-FM} a B_{FM-AF} jako pole, při kterém má vzorek magnetizaci rovnou polovině hodnoty saturační magnetizace. Fázový diagram 3.7 byl sestaven vynesáním hodnot B_{AF-FM} a B_{FM-AF} z každé polní hysterezní smyčky s konstantní teplotou a vynesáním hodnot T_{AF-FM} a T_{FM-AF} z každé teplotní

hysterezní smyčky při konstantním vnějším magnetickém poli. Z obrázku 3.7 je zřejmé, že oba soubory hodnot vykazují stejnou lineární závislost teploty fázového přechodu na vnějším poli se směrnicí $dT/dB = -8 \text{ K/T}$ [16].

3.6. Magnetotransportní vlastnosti FeRh

Změnu fáze z AF do FM doprovází pokles elektrického odporu o přibližně 50% [15]. Velikost změny odporu i závislost elektrického odporu na teplotě lze regulovat vnějším magnetickým polem. Působení vnějšího magnetického pole způsobí v FeRh posun teploty přechodu (viz sekce o vlivu vnějšího magnetického pole 3.5.4). Tento posuv teploty přechodu se projevuje v transportních vlastnostech FeRh, zejména v rezistivitě ρ . Sharma a kol. [25] provedli detailní studii transportních vlastností na tenké vrstvě o tloušťce 100 nm vyrostlé na substrátu MgO (001). Zjistili, že nachází-li se FeRh mimo svou přechodovou oblast, vykazuje $d\rho/dT > 0$, což je typické pro kovy. V přechodové oblasti vykazuje $d\rho/dT < 0$, viz obrázek 3.8a. Z detailního měření rezistivity na teplotě pro různé velikosti magnetického pole v rovině vzorku následně stanovili velikost magnetorezistence podle vzorce $MR = (\varrho(B) - \varrho(0))/\varrho(0)$, kde $\varrho(B)$ je rezistivita ve vnějším poli B a $\varrho(0)$ při nulovém vnějším poli. Závislost $MR(T)$ je na obrázku 3.8 [25].



Obrázek 3.8: Transportní vlastnosti vrstvy FeRh o tloušťce 100 nm vyrostlé na MgO (001). a) Závislost rezistivity na teplotě. b) Závislost vypočítané magnetorezistence na teplotě z údajů uvedených v a) [25].

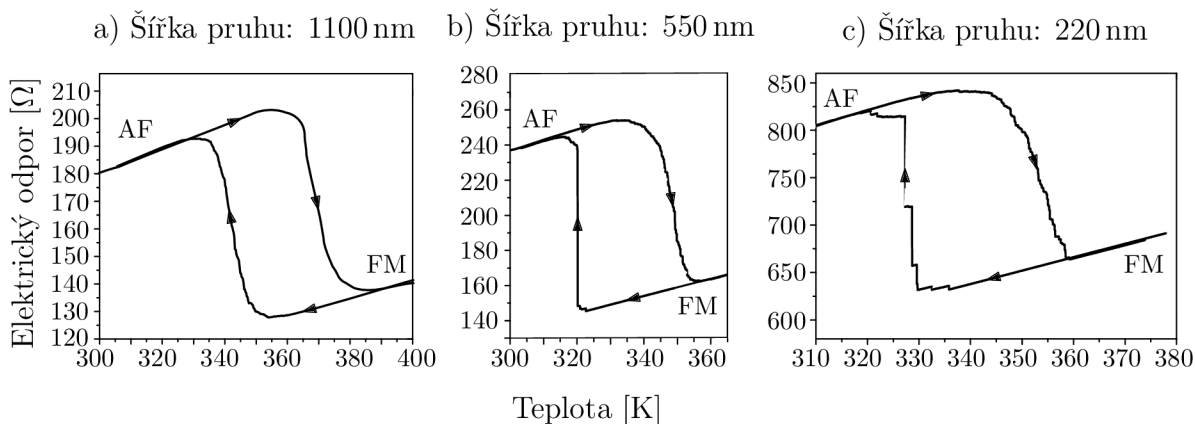
3.7. Vliv laterálního omezení

Publikované studie [16, 25] ukázaly, že se FeRh ve formě tenké vrstvy chová v mnohých vlastnostech (např. závislost velikosti magnetizace na teplotě [16], nebo závislost elektrického odporu na teplotě [25]) jako FeRh v objemovém materiálu. Dalším krokem ve zkoumání FeRh bylo omezit tenkou vrstvu v jednom ze svých laterálních rozměrů – vytvořit tenký pruh FeRh.

Uhlíř a kol. [4] zkoumali elektrický odpor tenkých pruhů FeRh v závislosti na teplotě a objevili přitom silnou asymetrii mezi přechodem AF-FM a FM-AF. Asymetrie se objevuje při omezení šířky pruhu přibližně pod 1000 nm, což ilustruje obrázek 3.9. Na obrázku 3.9a je zobrazeno měření elektrického odporu pro pruh široký 1100 nm v závislosti

3.8. ZOBRAZOVÁNÍ FERH METODOU MFM

na teplotě, které jeví stejný charakter jako měření elektrického odporu tenkých vrstev (viz sekce 3.6) – přechody AF-FM a FM-AF jsou spojitě [4].



Obrázek 3.9: Závislost elektrického odporu na teplotě. a) Měření pro pruh široký 1100 nm, vykazující spojitě přechody. b) Měření pro pruh široký 550 nm s asymetrií a jednou výraznou schodovitou změnou odporu. c) Měření pro pruh široký 220 nm s výraznou asymetrií mezi přechody a několika schodovitými změnami odporu. Převzato a upraveno z [4].

Při dalším provedeném měření tentokrát pro pruh o šířce 550 nm (viz obrázek 3.9b), se objevila asymetrie mezi fázovými přechody. Přechod AF-FM vykazuje fázovou změnu obdobnou pro FeRh ve formě tenké vrstvy, zatímco přechod FM-AF vykazuje náhlou, skokovitou změnu v elektrickém odporu. Přesné chování přeměny FM-AF se může pro různé vzorky lišit, např. při měření pruhu o šířce 220 nm (obrázek 3.9c) bylo zjištěno více schodovitých změn než u pásu se šířkou 550 nm. Společným jmenovatelem je však skokový charakter fázové přeměny při chlazení, zatímco při zahřívání je fázová přeměna spojitá [4].

Zmíněné asymetrické chování přechodu FM-AF je vysvětleno na základě odlišného charakteru AF a FM výměnné interakce. FM interakce není narušena drobnými nehomogenitami ve struktuře, jako jsou defekty v krystalové mřížce a hranice zrn, zatímco v případě AF materiálů jsou velikosti domén těmito nehomogenitami vymezeny. Tato vlastnost způsobuje odlišné množství nukleačních center v AF a FM fázi, a proto při přechodu FM-AF dochází k výraznému přechlazení zdrojové FM fáze. Pokud jsou při přechodu FM-AF přítomna nukleační centra ve formě zbytkových AF domén, je přechod typický vícenásobnými skoky, v limitním případě se fázová přeměna stane opět spojitou [4, 5].

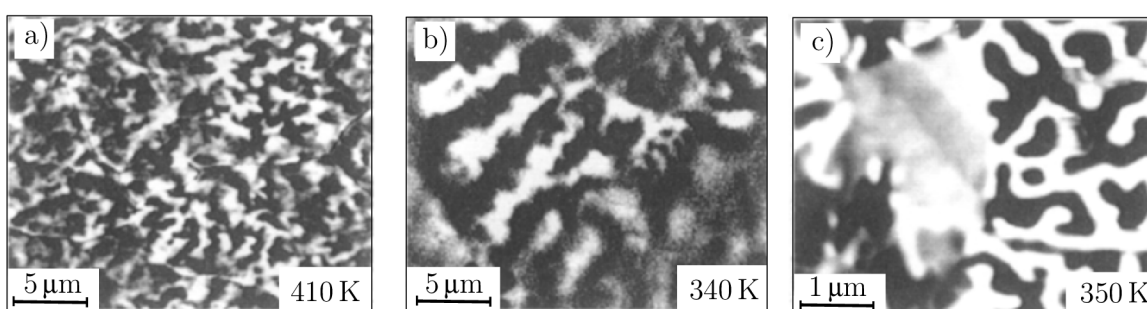
3.8. Zobrazování FeRh metodou MFM

Přímým způsobem, jak ukázat koexistenci obou fází, je zobrazit magnetické domény během fázové přeměny. Takové zobrazení umožňuje např. rozptylové magnetické pole, které FM fáze ve svém okolí vytváří. Mikroskopie magnetických sil (MFM z anglického *magnetic force microscopy*) využívá interakci magnetického hrotu s rozptylovým polem kolem vzorku pro zobrazení magnetických domén s vysokým prostorovým rozlišením. MFM je ústřední metodou pro tuto práci, a proto je podrobněji rozebrána v experimentální části o MFM zobrazování 4.3.1.

Metoda MFM již byla použita v dřívějších publikacích zaměřených na zobrazení magnetických domén v tenkých vrstvách FeRh. Yokoyama a kol. [26] provedli pozorování nu-

3.8. ZOBRAZOVÁNÍ FERH METODOU MFM

kleace FM fáze v AF fázi při zahřívání. Pro pozorování zvolili tři slitiny: FeRh, $\text{FeRh}_{0,82}\text{Pd}_{0,18}$ a $\text{FeRh}_{0,24}\text{Pt}_{0,76}$, které podléhají fázové přeměně při pokojové teplotě. Při měření detekovali fázový posuv rezonanční frekvence kmitajícího raménka vlivem silového gradientu způsobeného kolmou složkou magnetizace. Ohřev v rozsahu 300–450 K byl zajištěn malým termočlánkem umístěným pod vzorkem. Před měřením MFM provedli pro každý vzorek měření teploty fázového přechodu. Obrázek 3.10 zobrazuje měření MFM signálu, kde světlá a tmavá barva indikuje FM domény. Maximální posuv fáze kmitání raménka byl pro vzorky FeRh (obrázek 3.10a) a $\text{FeRh}_{0,82}\text{Pd}_{0,18}$ (obrázek 3.10b) v rozmezí 2–3°, zatímco pro $\text{FeRh}_{0,24}\text{Pt}_{0,76}$ (obrázek 3.10c) byl až 45°. To ukazuje, že kromě magnetizace rovnoběžné k rovině vzorku má slitina s Pt také magnetizaci kolmou k rovině vzorku, která je zodpovědná za silnější magnetický signál [26].



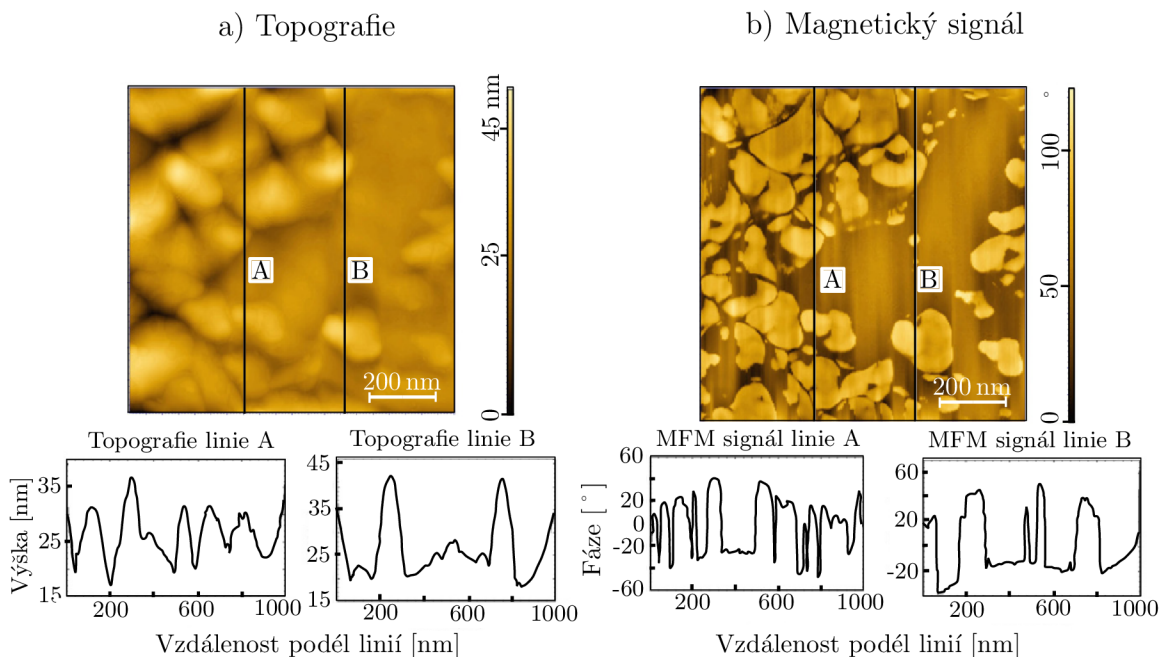
Obrázek 3.10: Magnetický signál tří slitin změřený metodou MFM. a) FeRh při teplotě 410 K. b) $\text{FeRh}_{0,82}\text{Pd}_{0,18}$ při teplotě 340 K. c) $\text{FeRh}_{0,24}\text{Pt}_{0,76}$ při teplotě 350 K. Převzato a upraveno z [26].

Podobné pozorování povrchu objemové vrstvy FeRh pomocí MFM provedli Manekar a kol. [27], kteří zkoumali slitinu se složením $\text{Fe}_{48}\text{Rh}_{52}$. Polykrystalickou strukturu vytvořili z terčů Fe (99,99%) a Rh (99,9%) v argonové obloukové peci. MFM měření provedli ve stejném módu jako Yokoyama a kol. [26] s hrotem o rezonanční frekvenci okolo 180 kHz a nominálním poloměrem hrotu 40 nm. Obrázek 3.11 zobrazuje měření vzorku při pokojové teplotě (≈ 298 K), který nebyl podroben žádnému namáhání změnou teploty nebo magnetického pole. Na obrázku 3.11a je zobrazena topografie povrchu, zatímco na obrázku 3.11b je zobrazen magnetický signál (posuv fáze). Na obou obrázcích jsou vyneseny linie A a B, podél nichž byly získány profily původního, neupraveného signálu z měření. Z obrázků je patrné, že dochází k provázání topografie vzorku (tedy strukturálních vlastností) s magnetickými vlastnostmi. Možné ovlivnění magnetického signálu a jeho chybné určení vlivem topografie vzorku bylo ale provedením dalších měření vyvráceno [27].

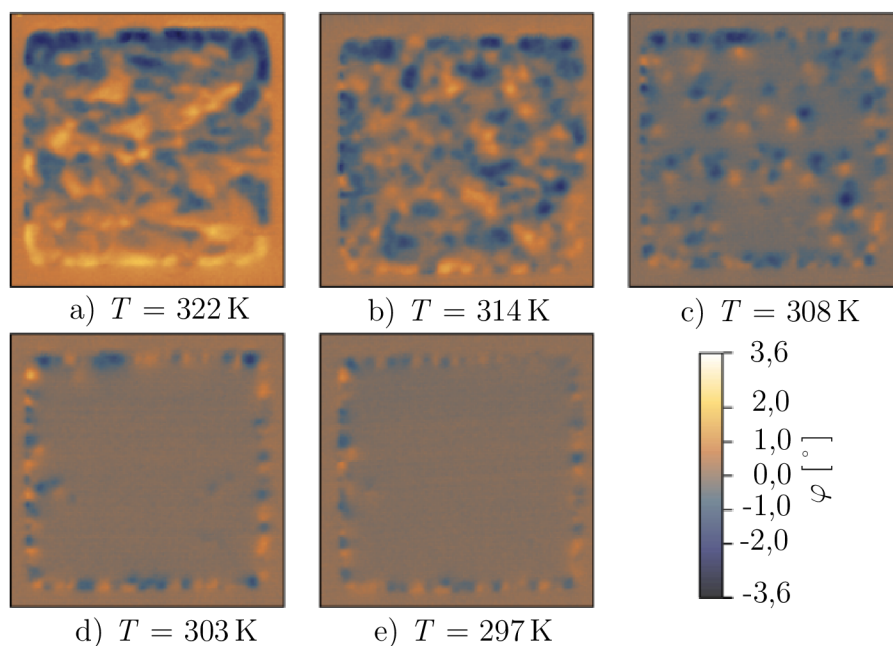
Dosud zmíněná pozorování fázové přeměny FeRh pomocí MFM byla dosažena pro objemové materiály. Fázová přeměna však byla pomocí MFM pozorována i u mezostruktur. Schánilec ve své bakalářské práci pozoroval čtvercovou strukturu FeRh o hraně 3 μm vytvořenou z vrstvy o tloušťce ≈ 40 nm. Měření provedl v teplotním rozmezí 297–383 K s magnetickým polem v rovině vzorku o velikosti 29 mT [5].

Na obrázcích 3.12a-e je zobrazena fázová přeměna v rozmezí teplot 322–297 K během chlazení. Struktura byla dostatečně velká, proto přeměna FM-AF probíhala spojitě bez skokovitých změn. Při nízkých teplotách blízkých pokojové teplotě jsou zřetelné feromagnetické okraje. Další FM domény začínají nukleovat během zahřívání při teplotách okolo 328 K. Při teplotách vyšších než 383 K je vzorek plně saturován a pozorujeme pouze FM

3.8. ZOBRAZOVÁNÍ FERH METODOU MFM



Obrázek 3.11: Měření povrchu objemového FeRh při pokojové teplotě. a) Topografie povrchu. b) Magnetický signál. Pro oba obrázky jsou vyneseny linie A a B s neupravenými daty z měření. Převzato a upraveno z [27].



Obrázek 3.12: MFM signál měřený při chlazení v teplotním rozmezí 322–297 K na čtvercové struktuře o hraně 3 μm . Převzato z [5].

domény. Kompletní zobrazení fázové přeměny pomocí MFM, jak pro zahřívání, tak pro chlazení, lze nalézt v [5].

4. Experimentální část

Hlavním úkolem experimentální části bylo provést kvantitativní pozorování fázové přeměny FeRh struktur pomocí MFM a porovnání s výsledky dřívějších elektrických transportních měření. Příslušné sekce postupují chronologicky – od metod výroby vzorku, přes základní charakterizaci topografie a magnetických vlastností až po samotná pozorování. Pozorování MFM bylo provedeno v magnetickém poli kolmém na vzorek o velikosti 0,4 T, což vede ke zpřesnění shody pozorovaného kontrastu s tvarem a velikostí FM domén. V podsekcích o zpracování dat jsou měření analyzována za účelem získání informace o velikosti jednotlivých domén v závislosti na velikosti topografických struktur.

4.1. Metody výroby vzorků

Výroba mikro- a nanostruktur byla provedena v několika navazujících krocích. V prvním kroku byly vyrobeny tenké vrstvy FeRh pomocí magnetronového naprašování. Následně byla k vytvoření mikro- a nanostruktur využita elektronová litografie v kombinaci s iontovým leptáním. Přesný zoptimalizovaný postup je uveden v Dodatku A.

4.1.1. Magnetronové naprašování

Magnetronové naprašování je metoda depozice z plynné fáze (PVD z anglického *physical vapor deposition*), při níž dochází k odprašování materiálu z příslušného terče a následnému růstu tenkých vrstev na substrátu. Materiál je z terče odprašován pomocí plazmatu, které je lokalizované v blízkosti terče magnetickým polem, čímž je zvýšena efektivita naprašování [28]. V zařízení od firmy BESTEC¹, které bylo použito pro výrobu tenkých vrstev FeRh, jsme použili jako pracovní plyn argon. Substrát, na který je FeRh naprašováno, ovlivňuje strukturní vlastnosti látky a s nimi spojenou fázovou přeměnu (viz sekce o tenkých vrstvách FeRh 3.4). Proto byl zvolen často používaný substrát MgO (001). Terč použitý k naprašování tenkých vrstev byl tvořen slitinou Fe₅₀Rh₅₀.

4.1.2. Elektronová litografie

Elektronová litografie (EBL z anglického *electron beam lithography*) je metoda používaná pro vytváření mikro- a nanostruktur pomocí elektronového svazku. Na substrát je nanášena vrstva citlivá na dopad elektronů, tzv. elektronový rezist. Z hlediska rezistů rozlišujeme dva typy – pozitivní a negativní. Pozitivní rezist po ozáření mění své vlastnosti a stane se snadněji rozpustitelný ve vývojce. Typickým zástupcem pozitivních rezistů je PMMA². Naproti tomu negativní rezist (např. HSQ³) se po ozáření stává hůře rozpustitelným a rozpouštědlem je odplaveno neozářené okolí [29]. Elektronová litografie na tenkých vrstvách FeRh byla provedena na přístroji TESCAN MIRA3⁴ a RAITH150 LIS⁵.

¹www.bestec.de

²Polymethylmetakrylát.

³Hydrogen silsesquioxan.

⁴www.tescan.com

⁵www.raith.com

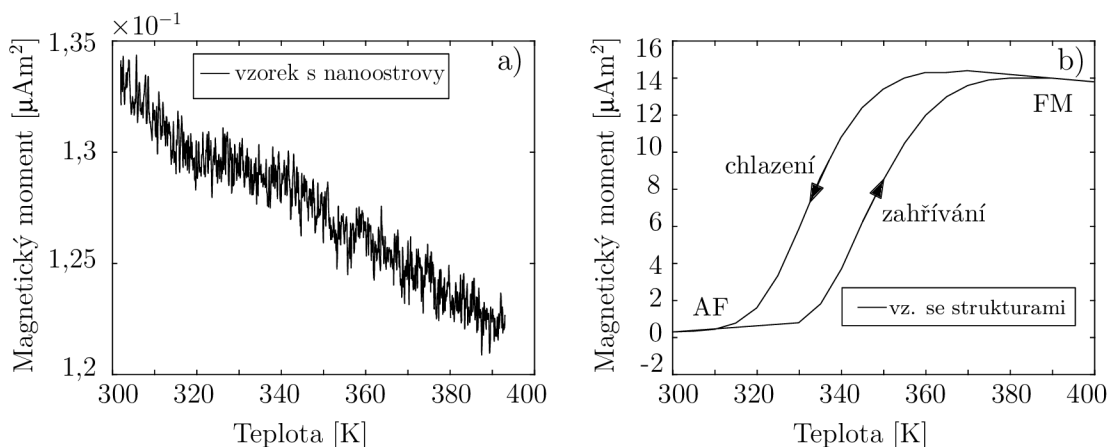
4.2. Charakterizace vzorků

Pro účely pozorování pomocí MFM byly vyrobeny dva vzorky, jejichž základem je tenká vrstva FeRh o nominální tloušťce 40 nm deponovaná na substrátu MgO (001). Na prvním vzorku jsou vytvořeny struktury o velikosti v řádu mikrometrů (nejmenší v řádu stovek nanometrů) za použití metod zmíněných v sekci 4.1. Na druhém vzorku byla změnou depozičních podmínek vytvořena nespojitá vrstva složená z nanoostrovů.

4.2.1. Vibrační magnetometrie

Průběh velikosti magnetizace v závislosti na teplotě byl změřen metodou vibrační magnetometrie (VSM z anglického *vibrating sample magnetometry*) v zařízení od firmy Cryogenic⁶. Metoda je založena na principu elektromagnetické indukce. Vzorek je umístěn do držáku, který kmitá v ose soustavy cívek. Magnetizace vzorku kolem sebe vytváří magnetické pole, které je vlivem kmitavého pohybu proměnné v čase. Proměnné magnetické pole indukuje v cívkách napětí, které je zaznamenáváno a je z něho vypočítána hodnota magnetického momentu [5, 30].

Metodou VSM byla charakterizována jak tenká vrstva pro výrobu nanostruktur pomocí litografických metod, tak vrstva složená z nanoostrovů (viz obrázek 4.1). Měření byla provedena v magnetickém poli v rovině vzorku o velikosti 1 T. Teplota byla ovládána kontinuálně rychlostí 1 K/min.



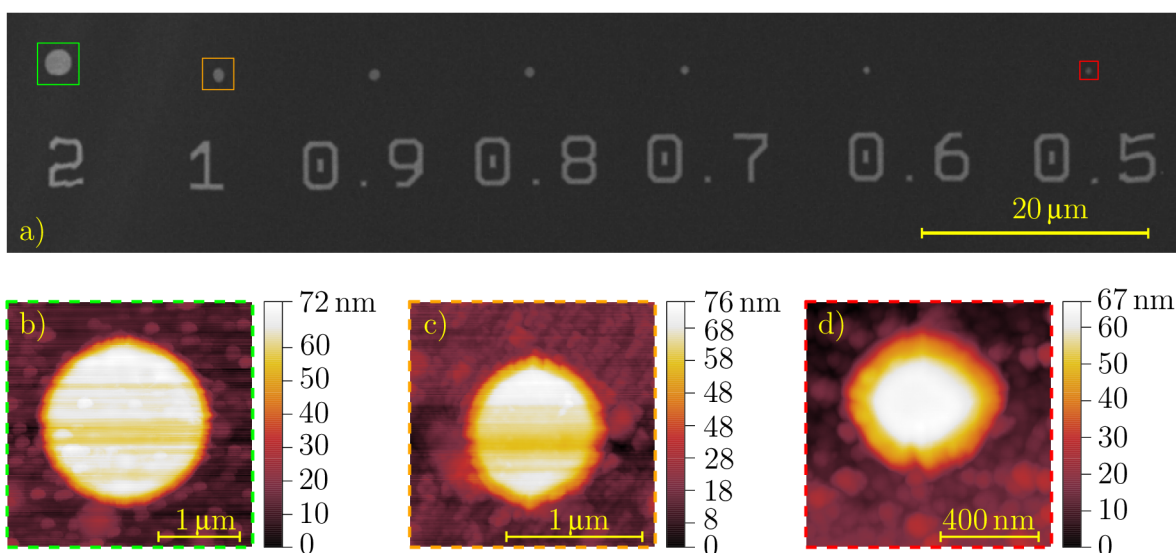
Obrázek 4.1: VSM měření závislosti magnetického momentu na teplotě při konstantním poli 1 T v rovině vzorku. a.) Závislost magnetického momentu pro vzorek s nanoostrovů vykazující feromagnetické chování. Zobrazena pouze křivka pro ohřev. b.) Závislost magnetického momentu tenké vrstvy o tloušťce ≈ 40 nm určené pro výrobu struktur na teplotě.

Měření vzorku s nanoostrovů je na obrázku 4.1a. Je zřejmý pokles magnetizace při zahřívání, což odpovídá Curieovu zákonu pro feromagnetickou fázi FeRh. Obrázek 4.1b ukazuje VSM měření pro souvislou vrstvu použitou k výrobě nanostruktur. Šířka hystereze ≈ 15 K naznačuje, že vzorek je kvalitní a neobsahuje velké množství defektů. Nukleace feromagnetických domén začíná při teplotě přibližně 330 K, tedy méně než je běžné pro vrstvy FeRh na substrátu MgO (001), což je zřejmě způsobeno zvýšeným obsahem Fe ve vrstvě. Nižší teplota fázového přechodu je však příznivá pro MFM zobrazování v současné měřicí aparatuře (popsané v sekci 4.3.2) v blízkosti pokojové teploty.

⁶www.cryogenic.co.uk

4.2.2. Charakterizace topografie pomocí AFM a SEM

Nano- a mezostruktury byly vyrobeny z vrstvy FeRh (výroba tenké vrstvy viz sekce 4.1.1) a pomocí elektronové litografie, která je popsána v sekci 4.1.2. Snímek pásu diskových struktur na obrázku 4.2a byl pořízen rastrovací elektronovou mikroskopií (SEM z anglického *scanning electron microscopy*) v elektronovém mikroskopu LYRA3⁷. Obrázky 4.2b-d zobrazují topografii jednotlivých disků, z měření metodou mikroskopie atomárních sil (AFM z anglického *atomic force microscopy*), které byly následně upraveny v programu Gwyddion v2.47⁸. Ukázalo se, že vzorky nejsou dokonalé disky (válce), ale komolé kužely. Pro disk o průměru 2 μm (viz obrázek 4.2b) byl průměr horní podstavy přibližně 1,8 μm a průměr dolní podstavy 2,2 μm . Stejný trend můžeme nalézt pro disk s průměrem 1 μm (obrázek 4.2c) s průměrem horní podstavy přibližně 0,8 μm a průměrem dolní podstavy 1,2 μm . Pro poslední sledovaný disk o průměru 500 nm byl průměr horní podstavy přibližně 400 nm a průměr dolní podstavy 600 nm. Všechny disky mají přibližně stejnou tloušťku ≈ 50 nm.



Obrázek 4.2: Charakterizace topografie struktur FeRh pomocí SEM a AFM. a) Snímek pásu disků pořízený SEM. b) Topografie povrchu pro disk s průměrem 2 μm . c) Topografie povrchu pro disk s průměrem 1 μm . d) Topografie povrchu pro disk s průměrem 500 nm.

Při měření topografie docházelo k řádkování obrazu, které mohlo být způsobeno nabalováním nečistot na hrot, či na vzorek. Řádkování šlo předcházet vyčištěním vzorku v acetonu a isopropylalkoholu nebo použitím nového hrotu. Při dalším skenování se však tento jev vrátil a během probíhajícího měření fázové přeměny již nebylo možné zajistit opětovné čištění vzorku, a proto byly takto změřené topografie ponechány.

Vzorek s vytvořenými nanoostrovky

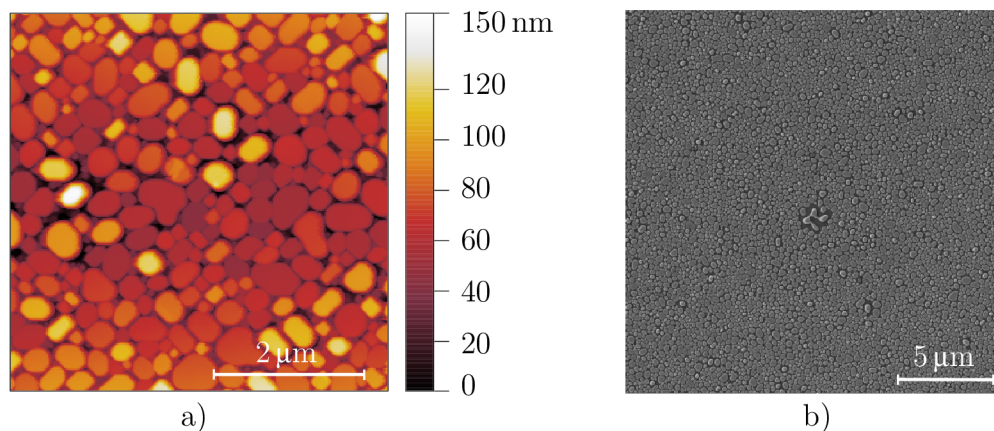
U vzorku s nanoostrovky je výška jednotlivých ostrovů různá a pohybuje se v intervalu ≈ 20 –200 nm. Výškové rozdělení bylo změřeno pomocí AFM a je zobrazeno na obrázku 4.3a. O laterální velikosti nanoostrovů lze získat představu jak z měření AFM 4.3a, tak

⁷www.tescan.com

⁸www.gwyddion.net

4.3. ZOBRAZOVÁNÍ FÁZOVÝCH DOMÉN

z měření SEM 4.3b. Střední velikost ostrovů je přibližně 500 nm. Výsledky MFM analýzy jsou uvedeny v sekci 5.1.



Obrázek 4.3: a) Zobrazení vzorku s nanoostrovy z měření AFM. b) Zobrazení vzorku s nanoostrovy z měření SEM.

4.3. Zobrazování fázových domén

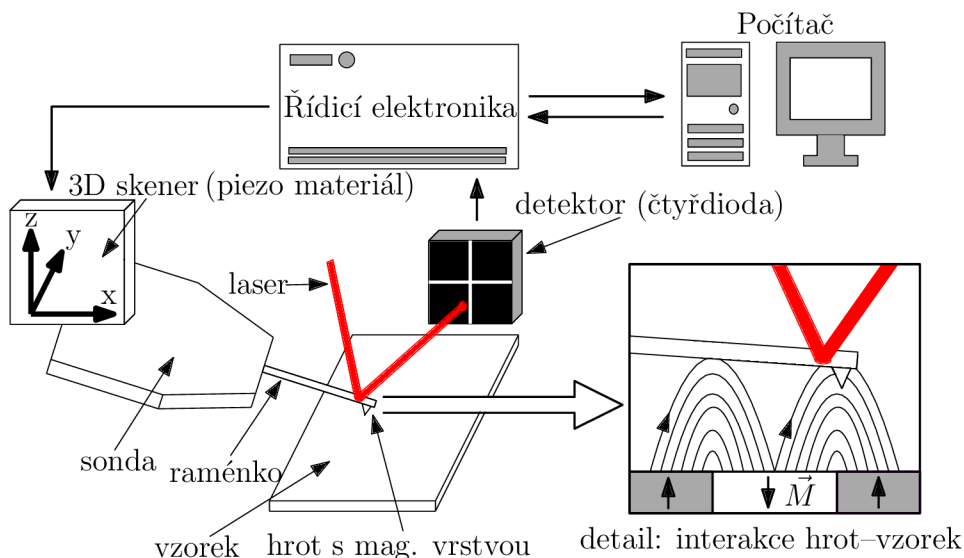
Hlavní metodou k pozorování fázové přeměny je MFM. MFM je prováděna v poli 0,4 T za účelem zviditelnění skutečného tvaru nukleujících feromagnetických domén. Podrobné informace o metodě jsou rozebrány v následujících sekcích.

4.3.1. Mikroskopie magnetických sil

MFM je metoda založená na principu AFM s tím rozdílem, že hrot umístěný na konci raménka sondy je pokoven tenkou magnetickou vrstvou, která zajišťuje možnost detekce magnetického signálu. Magnetický signál může být detekován v různých módech. Nejčastěji se užívá tzv. kontaktního nebo dynamického módu, který je využit v této práci. V dynamickém módu⁹ se raménko rozkmitá na hodnotu blízkou své rezonanční frekvenci. Vzorek ve svém okolí vytváří rozptylové magnetické pole, které interaguje s magnetizací hrotu. Působením síly pak dochází k posuvu rezonanční frekvence, což se projeví jako změna amplitudy nebo fáze kmitání [31, 32]. Schéma detekce MFM signálu je zobrazeno na obrázku 4.4. Na odraznou plochu raménka sondy dopadá laserový svazek, který se odráží a dopadá na čtyřdiodu. Ta signál převádí na napětí detekované v jednotlivých kvadrantech. Signál se následně předává řídicí elektronice, která zajišťuje zpětnou vazbu sondy, aby nedošlo k jejímu poškození. Signál je zaznamenáván a následně jsou z něho získány potřebné údaje o změně amplitudy nebo fáze kmitání.

Dynamický mód byl původně navrhnout pro detekci topografie na základě van der Waalovy interakce mezi hrotem a povrchem. Tato interakce je dominantní ve výšce $\approx 1-20$ nm nad vzorkem. Naproti tomu detekce magnetického signálu probíhá ve vyšších výškách, kde je vliv van der Waalových interakcí zanedbatelný [32]. Aby nedocházelo ke zkreslení magnetického signálu vlivem topografie, skládá se měření jednotlivých řádků obrazu ze dvou průchodů. Prvním průchodem je získána topografie vzorku, následně se hrot posune

⁹Užívá se aproximace pomocí buzeného tlumeného harmonického oscilátoru.



Obrázek 4.4: Schéma detekce MFM signálu. Převzato a překresleno z [31].

vzhůru o výšku parametru „lift-height“ a během druhého průchodu je udržována konstantní výška nad topografií získanou při prvním průchodu. Tím je při druhém průchodu eliminován vliv topografie na magnetický signál [31]. Ačkoli je konvenčně užíváno měření topografie dynamickým módem, v našem experimentu byl z důvodu větší stability nahrazen metodou *PeakForce Tapping* [33].

Metoda *PeakForce Tapping*

PeakForce Tapping mód [33] funguje podobně jako dynamický mód ke zjišťování topografie v tom smyslu, že se hrot vzorku dotýká pouze nepravidelně, čímž je eliminován vliv laterálních sil. Hlavní rozdíl spočívá v tom, že hrot při měření pracuje na nižších frekvencích (obvykle 1–10 kHz) než je jeho rezonanční frekvence. To je zásadní výhodou v případě měření magnetického vzorku magnetickým hrotem. Pokud je v případě magnetického vzorku topografie detekována ve standardním dynamickém módu, ve kterém kmitá hrot na rezonanční frekvenci, je signál velmi citlivý na nepatrné změny magnetického pole, což vede k ovlivnění topografie rozptylovým polem vzorku. Artefakty v měření topografie se následně přenáší do detekce magnetického signálu při druhém průchodu nad vzorkem. U metody *PeakForce Tapping* kmitá hrot mimo rezonanční frekvenci, a proto je vliv magnetického pole na měření topografie minimální.

Dalším významným rozdílem je modulace polohy pieza v ose z . Pro zjištění topografie se sonda nejprve vzdálí do vzdálenosti dané parametrem „PeakForce lift-height“ a následně se začne přibližovat k povrchu vzorku. Během přibližování k povrchu vzorku začne na hrot působit dalekodosahová přitažlivá van der Waalova interakce, která způsobí, že se hrot dostane do kontaktu se vzorkem. Při kontaktu převládne krátkodosahová odpudivá interakce, která při zobrazení působící síly na čase vytvoří tzv. „PeakForce“ bod. Při oddalování hrotu působí na hrot adhezní přitažlivé síly, obvykle způsobené kapilárním meniskem. Po oddálení mimo dosah sil je hrot volný. Jednotlivé „PeakForce“ body s nastavitelnou velikostí síly („PeakForce setpoint“) slouží jako spouštěcí mechanismus pro oddalování z -pieza, čímž je získána topografie. Pohyb z -pieza je modulován harmo-

4.3. ZOBRAZOVÁNÍ FÁZOVÝCH DOMÉN

nickou funkcí času na rozdíl od pilovité funkce v běžném módu, což zabraňuje nežádoucím rezonancím v bodech obratu [33].

Použití v experimentu

K měření MFM bylo použito přístroje Dimension Icon od firmy Bruker¹⁰ s hroty MESP¹¹ od stejné firmy. Tyto hroty mají nízkou tuhost s nominální hodnotou 3 Nm^{-1} a rezonanční frekvencí přibližně 70 kHz. Měření probíhalo v magnetickém poli o velikosti 0,4 T kolmém na vzorek. Topografie byla zjištěna metodou *PeakForce Tapping* s volbou parametru „PeakForce lift-height“ v rozmezí 25–60 nm. Druhý krok – měření magnetického signálu proběhl ve výšce v rozmezí 90–120 nm v dynamickém módu měření, kterým byla detekována fáze kmitání. Konkrétní volba „lift-height“ v obou dvou krocích zůstávala neměnná pro celé MFM měření fázové přeměny v závislosti na teplotě u konkrétní struktury. Pro zjednodušení bude dále v této práci celé MFM měření fázové přeměny v závislosti na teplotě u konkrétní struktury nazýváno jako celý soubor měření. Měření MFM bylo provedeno na sestavě popsané v sekci 4.3.2. Proces měření je velmi citlivý na nečistoty, a proto byl vzorek před samotným experimentem vyčištěn v acetonu a v isopropylalkoholu v ultrazvukové lázni. Následně byl vzorek osušen dusíkem. Po vysušení byl vzorek přilepen pomocí teplovodivé pasty k povrchu měděného plíšku stolečku. Přilepení vzorku pastou částečně zabraňuje teplotním driftům a zároveň zlepšuje tepelný kontakt mezi vzorkem a plíškem. Vzorky byly před měřením kvůli eliminaci případných zbytkových feromagnetických domén zchlazeny na teplotu 288 K, což je nejmenší teplota, kterou dovoluje současná sestava. Pro pozorování fázové přeměny bylo nutné provádět měření magnetického signálu při různých teplotách. Během nastavování teploty byla sonda s hrotem od povrchu oddálena, aby nedošlo k jejímu rozkmitání a kolizi s povrchem vlivem tepelného proudění vzduchu. Měření magnetického signálu při různých teplotách a v kolmém magnetickém poli je poměrně nestabilní, a proto je před kvantitativní analýzou fázové přeměny (kapitola 5) nutné provést sérii kroků vedoucí ke sjednocení parametrů naměřených dat, které budou podrobně rozebrány v části o zpracování dat 4.4.

4.3.2. Měřicí sestava

Zobrazování fázové přeměny pomocí MFM proběhlo na mikroskopu Dimension Icon s přidaným zařízením pro kontrolu teploty, které je přes měřicí kartu LabJack U3 HV¹² ovládáno v prostředí LABview¹³. Základem samotného zařízení jsou čtyři Peltierovy články zapojené do série, které zabezpečují teplotní rozsah přibližně 288–363 K. Teplota je měřena pomocí platinového čidla pt100. Princip funkce Peltierova článku a čidla pt100 je možné nalézt např. v práci [5]. Platinové čidlo pt100, Peltierovy články a magnet zajišťující magnetické pole o velikosti 0,4 T jsou kompaktně umístěny ve stolečku dle obrázku 4.5.

Stoleček je tvořen z chladiče, který byl vyroben z duralu. Chladič tvoří podstavu a zajišťuje stabilitu stolečku. Do něho byly vyfrézovány drážky, do kterých byly zasazeny Peltierovy články. Na Peltierových člancích je položen měděný plíšek, který je k chladiči přichycen čtyřmi plastovými šrouby z POM¹⁴. POM byl zvolen záměrně, aby nedošlo k te-

¹⁰www.bruker.com

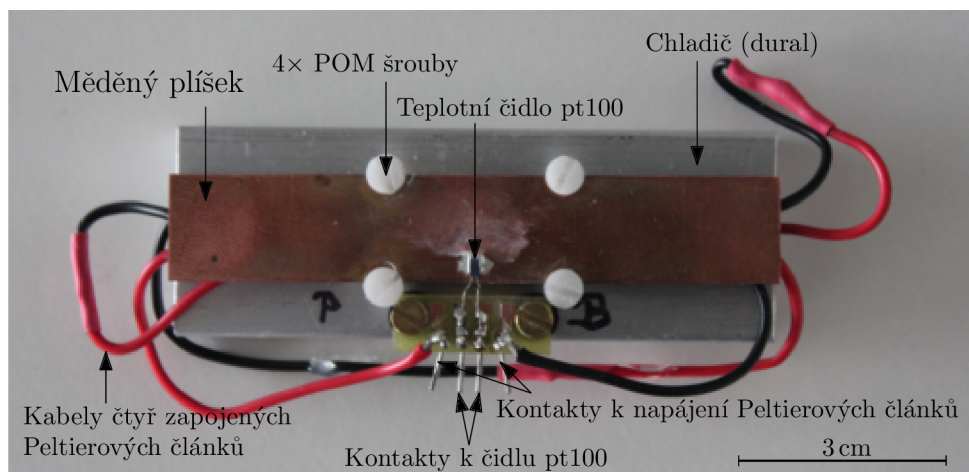
¹¹www.brukerafmprobes.com

¹²www.labjack.com

¹³www.ni.com/labview

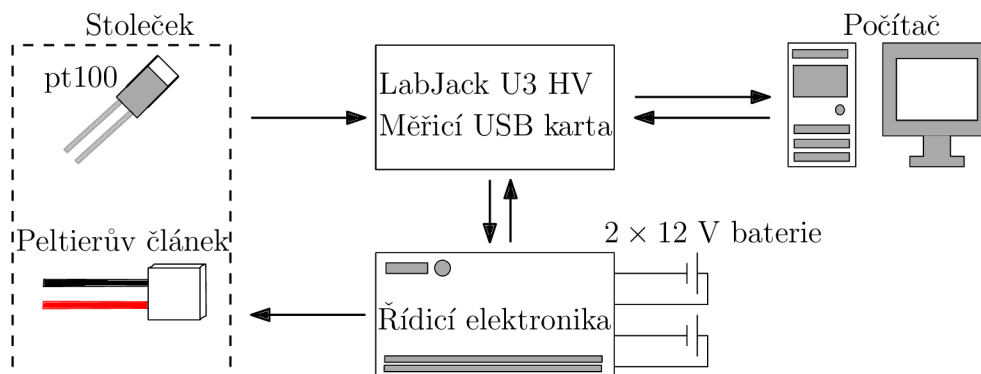
¹⁴Polyoxymetylén.

4.3. ZOBRAZOVÁNÍ FÁZOVÝCH DOMÉN



Obrázek 4.5: Fotografie stolečku užíteho k pozorování fázové přeměny s popsanými součástmi.

plnému kontaktu měděného plíšku a chladiče. Do chladiče byl dále vyfrézován prostor pro permanentní magnet tak, aby magnet nebyl v tepelném kontaktu s měděným plíškem. Na měděném plíšku je pomocí stříbrné vodivé pasty přilepeno teplotní čidlo pt100. Kontakty jsou pro větší stabilitu svedeny do tištěného spoje, který je zajištěn dvěma šroubky.



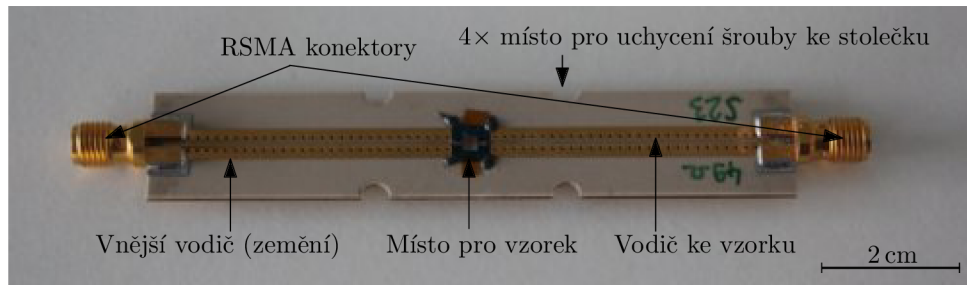
Obrázek 4.6: Schéma aparatury pro ovládání a měření teploty.

Měřicí karta LabJack U3 HV je napájena z počítače, zatímco napájení řídicí elektroniky, potažmo Peltierových článků, je vyřešeno dvěma paralelně zapojenými 12 V bateriemi. Schéma celkového zapojení je zobrazeno na obrázku 4.6. Ovládání teploty je založeno na principu PID¹⁵ regulace. Operátor si volí teplotu, které chce dosáhnout, pt100 změří současnou teplotu a pomocí systému zpětné vazby PID je zvolen proud, který protéká Peltierovými články, čímž je zajištěn ohřev nebo, v případě opačné polaroty proudu, chlazení.

Úprava měřicí sestavy MFM pro elektrické transportní měření

Pro budoucí měření transportních vlastností struktur FeRh současně s pozorováním feromagnetických domén pomocí MFM byl měděný plíšek z měřicí aparatury nahrazen vlnovodem (viz obrázek 4.7). Stoleček byl záměrně navržen tak, aby byl vlnovod snadno zaměnitelný s měděným plíškem. Vlnovod je opatřen dvěma RSMA konektory, které umožňují přenos vysokofrekvenčních signálů.

¹⁵Metoda regulace založena na proporcionálním, integrálním, diferenciálním přírůstku.



Obrázek 4.7: Fotografie vlnovodu, který je na stolečku snadno zaměnitelný s měděným plíškem, pro možnost měření transportních vlastností a zároveň pozorování fázové přeměny pomocí MFM.

Kontakt mezi vzorkem¹⁶ a vlnovodem je vytvořen 25 μ m zlatým vláknem pomocí přístroje Wire bonder TPT HB 16¹⁷. S touto drobnou úpravou je sestava kompatibilní pro měření odporu v závislosti na teplotě a pro současné zobrazování FM domén pomocí MFM jak v magnetickém poli kolmém na vzorek, tak bez přítomného pole. Dále bude sestavu možné využít k zobrazení fázové přeměny vyvolané elektrickým proudem.

4.4. Zpracování obrazu

Při měření MFM je informace o magnetickém signálu získána v podobě fáze kmitání hrotu, která je reprezentována prvky matice φ_{ij} , kde počet řádků i a sloupců j je dán nastavením velikosti skenovacího okna v pixelech. Z naměřených dat lze získat informace o velikosti a rozložení rozptylového pole nukleovaných domén a závislost těchto parametrů na velikosti pozorované struktury (v našem případě disku) a na teplotě. Pro získání kvantitativních výsledků bylo nutné, pomocí algoritmů společných pro celý soubor měření¹⁸, rozhodnout, které hodnoty fáze odpovídají nemagnetickému pozadí, a které odpovídají magnetickému signálu.

Dílčím cílem tedy bylo vytvořit binární obrázek¹⁹, který takové rozložení reprezentuje. Před tím však bylo nutné postupně řešit několik úkolů, které jsou rozebrány v následujících sekcích. Jednalo se zejména o odstranění impulzního šumu, srovnání střední hodnoty pozadí a nastavení prahové hodnoty pro tvorbu binárního obrázku.

4.4.1. Odstranění přeskoků

Při měření magnetického signálu docházelo k tzv. přeskokům, kdy hrot při měření vlivem rušení nebo chyby vynechá část nebo celý řádek. Velikost chybně změřené fáze je pak až o 30° větší než hodnota z intervalu nejčastěji měřených hodnot. Konkrétní histogramy sestavené ze surových hodnot měření²⁰ pro disk s průměrem 1 μ m a pro disk s průměrem 2 μ m jsou na obrázku 4.8. Histogramy jsou vytvořeny pro 256 \times 256 hodnot fází, které byly rozděleny do 250 intervalů, přičemž rozsah x-ové osy odpovídá maximu φ_{\max} a minimu φ_{\min} detekovaných fází konkrétního měření. Histogram na obrázku 4.8a je příkladem histo-

¹⁶Vzorek se strukturou, na které byly připraveny kontakty metodou elektronové litografie.

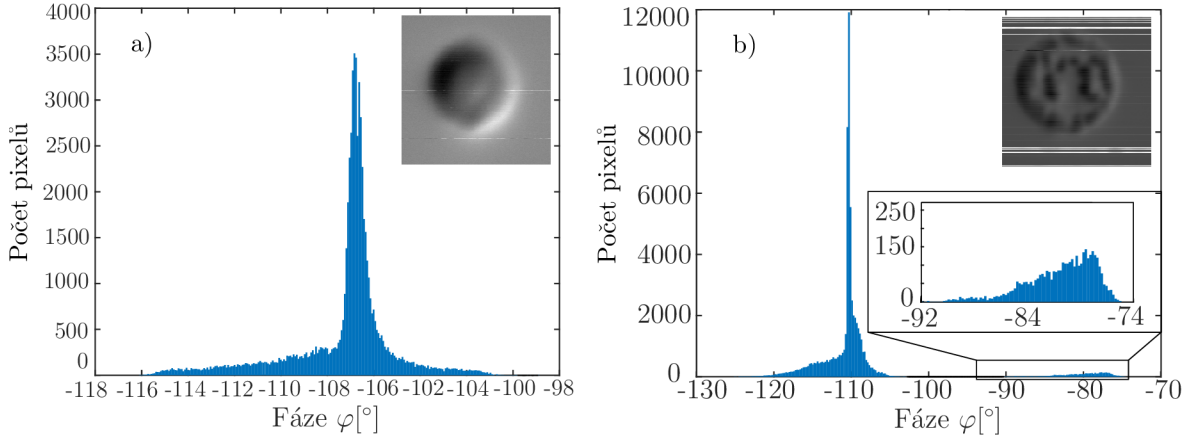
¹⁷www.tpt-wirebonder.com

¹⁸Kompletní MFM měření fázové přeměny pro jednu strukturu.

¹⁹Obrázek, ve kterém je magnetickému signálu přiřazena 1 a nemagnetickému pozadí 0.

²⁰Přesnější specifikace měření disku s průměrem 1 μ m: teplota 353 K, chlazení. Dále měření disku s průměrem 2 μ m: teplota 343 K, ohřev.

gramu pro měření bez přeskoků. Fáze většiny pixelů je spojitě rozdělená kolem nejčastější hodnoty, zatímco histogram na obrázku 4.8b zobrazuje histogram měření s přeskoky, pro který je typické, že se naměřená fáze rozpadá do dvou nebo více spojitých oblastí.



Obrázek 4.8: Histogramy z neupravených hodnot měření magnetického signálu (fáze). a) Histogram měření téměř bez přeskoků. b) Histogram měření s velkým množstvím přeskoků.

První oblast, která obsahuje hodnoty uspořádané kolem výrazného maxima²¹, odpovídá oblasti hodnot magnetického signálu a nemagnetického pozadí, zatímco zbylé oblasti odpovídají hodnotám impulzního šumu. Oblast magnetického signálu a nemagnetického pozadí je vymezena hodnotami, které byly označeny jako nové φ_{\min} (počátek spojitě oblasti) a jako nové φ_{\max} (konec spojitě oblasti).

Odstranění impulzního šumu bylo provedeno ve dvou krocích. Prvně byla na jednotlivé prvky matice fází φ_{ij} aplikována funkce f , která pixelům s hodnotou fáze mimo interval stanovený φ_{\min} , φ_{\max} (tedy zejména přeskokům) přiřadí hodnotu φ_{median} nemagnetického pozadí.

$$f(\varphi_{ij}) = \begin{cases} \varphi_{ij}, & \text{pokud } \varphi_{\min} < \varphi_{ij} < \varphi_{\max} \\ \varphi_{\text{median}}, & \text{pokud } \varphi_{ij} < \varphi_{\min} \vee \varphi_{ij} > \varphi_{\max}, \forall i, j = 1, 2, \dots, N, \end{cases} \quad (4.1)$$

kde N je počet řádků²². Působením funkce f ztratíme informaci od části dat, ve kterých nenastal přeskok. Velikost ztráty je závislá na tvaru histogramu a pro výsledky měření prezentované v této práci je zanedbatelná.

Aplikací funkce f došlo k přepsání vysokých hodnot fáze přeskočků za medián fáze pozadí, čímž nebyly přeskočkové odstraněny, ale pouze zakryty. Abychom zajistili, že v oblastech disku nebudou šrámy při tvorbě binárního obrázku zahrnuty do nemagnetického pozadí, použili jsme mediánový filtr. Ten pro každý pixel načte hodnoty z pixelů v jeho n -okolí, ze kterého nalezneme medián, kterým nahradí původní hodnotu pixelu. Při použití filtru dochází k částečné ztrátě informace, která je zanedbatelná. Pro úpravu dat byl volen mediánový filtr s počtem nejbližších sousedů $n = 5$.

4.4.2. Zarovnání dat

V odborných publikacích a další literatuře [26,27,31] je zvykem posouvat hodnoty fáze tak, aby medián fáze φ_{median} měl nulovou hodnotu, přičemž není brán zřetel na původní hod-

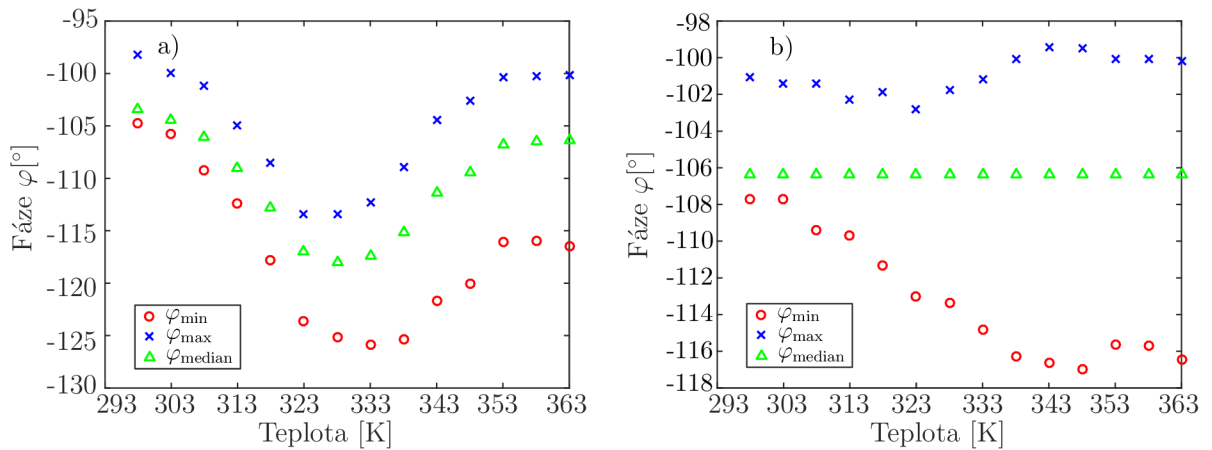
²¹Ve smyslu nejčastější hodnoty, nikoliv maxima detekované fáze φ_{\max} .

²²Je předpokládána čtvercová matice.

noty změřené fáze. Tento postup je vhodný, pokud se měření kvantitativně neporovnávají mezi sebou a fáze slouží pouze pro škálování barevné reprezentace dat. Při porovnávání jednotlivých měření mezi sebou je však vhodné původní hodnoty fáze zachovat.

Před tvorbou binárních obrázků, pomocí kterých lze studovat velikosti a počet magnetických domén, je nutné celý soubor měření srovnat podle vhodného referenčního parametru – ideální je střední hodnota nemagnetického pozadí, která by měla být stejná pro každé jednotlivé měření. Pro každé jednotlivé měření tedy byla stanovena střední hodnota nemagnetického pozadí jako medián nemagnetického pozadí získaného z okolí mimo měřený disk. Technicky to bylo provedeno analýzou hodnot fáze mimo zvolený kruh (masku) o poloměru r se středem v měřeném disku. Následně byl celý soubor měření zarovnán pomocí φ_{median} jednotlivých měření tak, aby si jejich mediány byly rovny.

Konkrétní závislosti pro φ_{min} , φ_{max} , a φ_{median} na teplotě T jsou vyneseny na obrázku 4.9, kde je zobrazen celý soubor měření při chlazení u disku s průměrem 1 μm . Před srovnáním jsou hodnoty mediánu $\varphi_{\text{median}}(T)$ různé (viz obrázek 4.9a) a vykazují nemonotónní závislost na teplotě. Následně byl celý soubor měření zarovnán tak, aby mediány jednotlivých měření $\varphi_{\text{median}}(T)$ odpovídaly hodnotě $\varphi_{\text{median}}(363\text{ K})$ ²³ (viz obrázek 4.9b).



Obrázek 4.9: Závislosti detekované fáze φ_{min} , φ_{max} , a φ_{median} na teplotě pro měření fázové přeměny u disku s průměrem 1 μm během chlazení. a) Nesrovnané hodnoty fáze. b) Srovnané hodnoty fáze podle φ_{median} měření pro 363 K.

4.4.3. Zobrazení domén v podobě binární informace

Po provedení předchozích kroků jsou hodnoty pixelů představujících impulzní šum přepsány hodnotou mediánu fáze jednotlivých měření a následně vyhlazeny mediánovým filtrem, aby nevystupovaly v binárním obrazu. Celý soubor měření byl srovnán pomocí hodnot mediánů nemagnetického pozadí jednotlivých měření na jednu konkrétní hodnotu.

Rozdělení dat na magnetický signál a nemagnetické pozadí bylo provedeno aplikací prahové funkce na jednotlivé prvky matice fází, která magnetickému signálu přiřadí „1“ a nemagnetickému pozadí „0“. Nemagnetický signál odpovídá intervalu fází, který je uza-

²³Teplota 363 K odpovídá stavu, kdy je již struktura zcela ve feromagnetické fázi.

4.4. ZPRACOVÁNÍ OBRAZU

vřen hraničními body a , b , jejichž nalezení je rozebráno níže. Aplikaci prahové funkce g na prvky matice fáze lze matematicky vyjádřit jako:

$$g(\varphi_{ij}) = \begin{cases} 1, & \text{pokud } \varphi_{ij} < a \vee \varphi_{ij} > b \\ 0, & \text{pokud } a < \varphi_{ij} < b, \forall i, j = 1, 2, \dots, N. \end{cases} \quad (4.2)$$

Hranice (tj. dva body a a b) oddělující nemagnetické pozadí a magnetický signál není jednoznačná a pro její definici bylo pohlíženo na nemagnetické pozadí z okolí mimo strukturu z několika perspektiv:

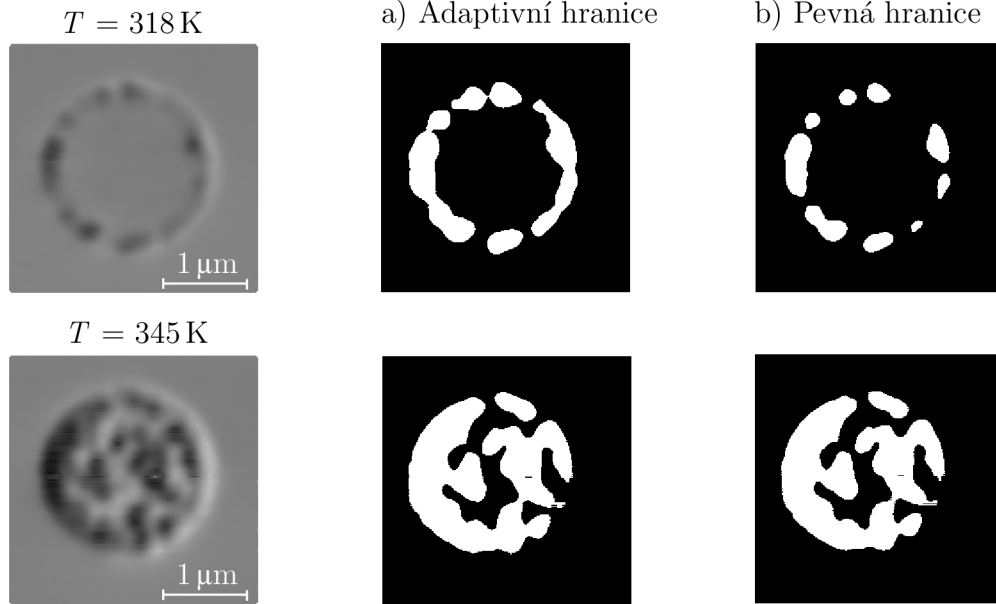
- 1) Nemagnetické pozadí je gaussovské a poloha hranice je určena intervalem $\langle \bar{\varphi} - n \cdot \sigma; \bar{\varphi} + n \cdot \sigma \rangle$, kde $\bar{\varphi}$ je průměrná hodnota nemagnetického pozadí, σ směrodatná odchylka a n je kvantil Studentova rozdělení.
- 2) Nemagnetickým pozadím je prohlášena poměrná část $1 - \alpha$ kumulovaného histogramu četnosti hodnot.
 - a) Poloha hranice je pak definována jako vnější krajní body intervalu, ve kterých dosáhne součet relativních četností $\alpha/2$ a $1 - \alpha/2$.
 - b) Sčítání relativních četností je prováděno od hodnoty mediánu φ_{median} symetricky k nižším a vyšším hodnotám fáze dokud není součet relativních četností roven požadovanému podílu $1 - \alpha$. Následně byly hranice vytvořeny tak, aby hodnota φ_{median} ležela uprostřed intervalu $\langle \varphi_{\text{median}} - X; X + \varphi_{\text{median}} \rangle$, kde X je a nebo b podle větší z hodnot bodů $|\varphi_{\text{median}} - a|$, $|\varphi_{\text{median}} - b|$.

Postupy 1) a 2a) přibližně vymezují hranice nemagnetického pozadí, ale výsledný interval je příliš úzký pro prahovou funkci, což vede k nadhodnocení FM fáze v obrázku pro libovolné n a α . Postup 2b) dává nejlepší výsledky. Hodnota α byla optimalizována tak, aby rozptýl hodnot hranic a , b z celého souboru měření nabýval hodnoty ve svém lokálním minimu. Po získání hranic pro prahovou funkci mohlo být na jejich použití pohlíženo dvěma přístupy:

- 1) Pro každé jednotlivé měření z celého souboru měření je stanovena hranice zvlášť (adaptivní přístup).
- 2) Pro každé jednotlivé měření z celého souboru měření je aplikována pevná hodnota hranice určená průměrem všech hranic z celého souboru měření.

Jednotlivé přístupy jsou ilustrovány obrázkem 4.10 pro měření fázové přeměny disku s průměrem $2\mu\text{m}$. Působení prahové funkce při adaptivních hranicích je méně stabilní, např. pro teplotu 318 K dochází při porovnání k pevně zvolené hranici (danou průměrem všech hranic) k nadhodnocení feromagnetické fáze, zatímco pro 345 K jsou výsledky téměř totožné.

Pro další vyhodnocování dat byl zvolen postup 2b) s pevnou hranicí stanovenou jako průměr všech hranic celého souboru měření, s nejistotou vyjádřenou jako standardní odchylka průměrné hranice. Ze získaných binárních obrázků již bylo možné sledovat parametry fázových domén v závislosti na teplotě a velikosti struktur. O dosažených výsledcích je pojednáno v kapitole 5.



Obrázek 4.10: Znázornění výsledků prahové funkce aplikované na matici fází disku s průměrem $2\mu\text{m}$, při chlazení na 318 K (horní řada) a ohřevu na 345 K (dolní řada). a) Použití adaptivní hranice. b) Použití pevné hranice.

4.4.4. Reprezentace obrazu v odstínech šedé

Pro vizualizaci neprahovaných dat²⁴ byly hodnoty fáze celého souboru měření pomocí hodnot mediánů jednotlivých měření φ_{median} zarovnány tak, aby nové hodnoty mediánu byly rovny nuly. Následně byly vytvořeny obrázky tak, aby hodnota φ_{median} ležela uprostřed rozsahu černobílého spektra. Obrázek ve stupnici šedé $0-255$ byl naškálován na rozsah $\varphi_{\text{median}} \pm X$, kde X je φ_{max} nebo φ_{min} podle větší z hodnot $|\varphi_{\text{max}} - \varphi_{\text{median}}|$, $|\varphi_{\text{median}} - \varphi_{\text{min}}|$, čímž došlo k symetrizaci intervalu vzhledem k φ_{median} .

Veškeré výše zmíněné operace s daty byly provedeny pomocí skriptu vytvořeného v programu MATLAB R2016a²⁵.

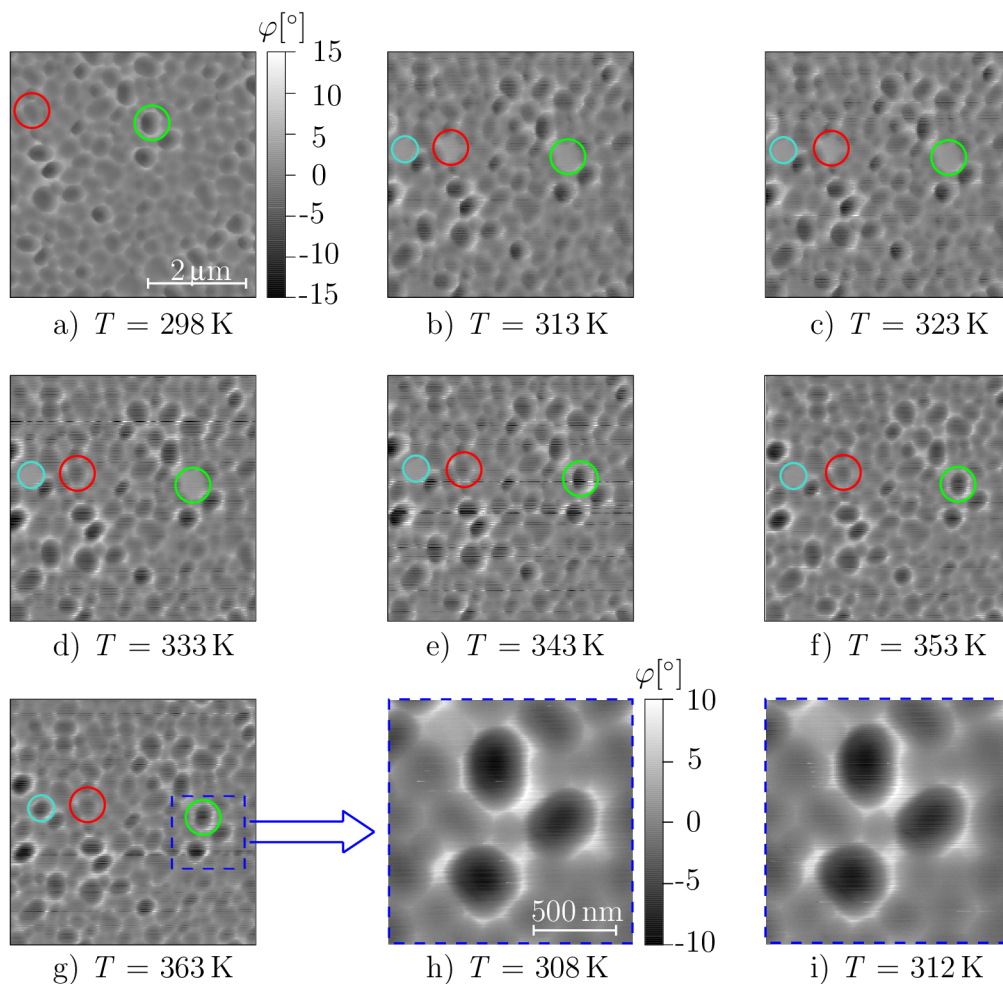
²⁴Data, na které nebylo působeno prahovou funkcí g .

²⁵www.mathworks.com/products/matlab.html

5. Výsledky experimentu

5.1. Výsledky MFM – vzorek s nanoostrovky

Ostrůvky FeRh na vzorku jsou dle analýzy pomocí VSM (sekce 4.2.1) feromagnetické, což jsme prověřili měřením MFM při různých teplotách. Feromagnetický charakter ostrůvků byl potvrzen měřením v magnetickém poli 0,4 T kolmém k rovině vzorku v teplotním rozsahu 298–363 K. Měření MFM pro jednotlivé teplotní kroky jsou zobrazena na obrázcích 5.1a-g. Při měření byl ve výšce 120 nm nad povrchem vzorku detekován silný magnetický signál s fázovým rozpětím $\approx \pm 15^\circ$. Data jsou upravena zarovnáním mediánu fáze na nulu (viz sekce 4.4.4) s jednotnou škálou odstínů šedé podle maxima a minima detekované fáze. Při měření se vzrůstající teplotou došlo několikrát ke změně barevného kontrastu u nanoostrovů vyznačených barevnými kolečky.



Obrázek 5.1: Pozorování magnetického signálu nanoostrovů FeRh. a-g) Teplotní vývoj měření se skenovacím oknem o hraně 5 μm v rozmezí 298–363 K s pozorovanými změnami v magnetickém kontrastu označenými barevnými kolečky. h-i) Vybraní dva reprezentanti měření 308–323 K, při kterém zůstal magnetický kontrast beze změny.

Pozorovaná změna magnetického kontrastu při měření MFM je v literatuře [34, 35] vysvětlována dvěma možnostmi, buď dochází k přepnutí magnetizace hrotu, nebo ke změně

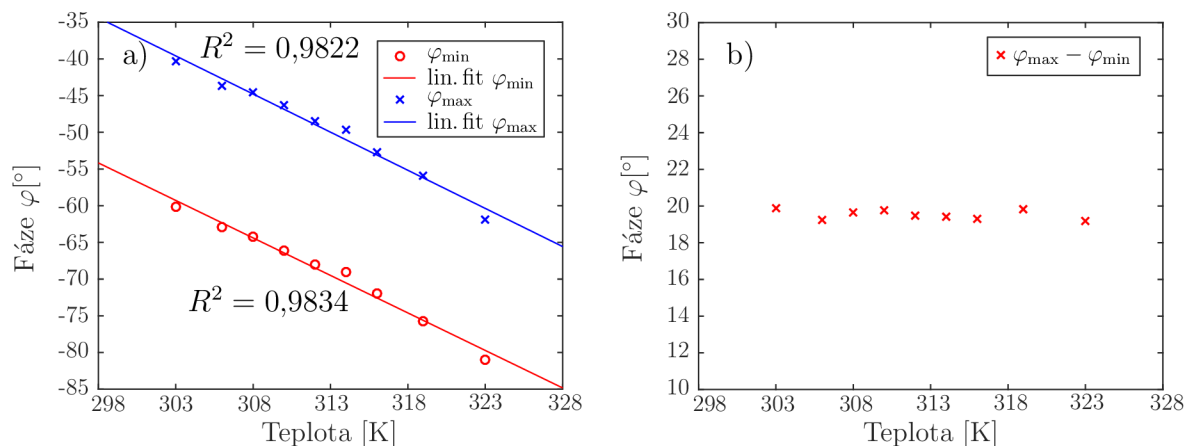
5.1. VÝSLEDKY MFM – VZOREK S NANOOSTROVY

magnetizace struktury na vzorku, vyvolané nehomogenním magnetickým polem hrotu. Hroty užívané pro měření nanoostrovů mají nominální koercitivitu ≈ 40 mT a jsou stabilizovány vnějším kolmým polem o velikosti 0,4 T, což zmenšuje pravděpodobnost jejich přepnutí vlivem rozptylového pole ostrůvků. Po přepnutí hrotu by také mělo dojít k převrácení magnetického kontrastu v obrázku z černého na bílý, což nepozorujeme.

Možností přepínání magnetizace struktury vlivem nehomogenního magnetického pole byla studovaná Changem a kol. [35], skupina dokázala cíleně (pomocí magnetického pole hrotu) ovlivňovat magnetizaci vybraných feromagnetických struktur, které byly z počátku uniformně zmagnetované v rovině vzorku. Pokud by v našem případě docházelo k přepnutí magnetizace vybraných nanoostrovů, pozorovali bychom lokální změnu kontrastu (z černé na bílou), což nepozorujeme – magnetický signál z nanoostrovů je šedý, tedy nemagnetický.

Pro prozkoumání možnosti, že je pozorování spojeno s fázovou přeměnou, bylo provedeno detailnější měření při teplotním rozsahu 303–323 K v oblasti vyznačené modrým čtvercem na obrázku 5.1g, kde při předchozím měření došlo ke změně magnetického kontrastu. Na celém teplotním intervalu nebyla detekována podobná změna magnetického kontrastu jako v případě měření se skenovacím oknem $5 \mu\text{m}$ a navíc bylo seskupení nanoostrovů od počátečního měření ve FM fázi, způsobené nejspíš nedostatečným zchlazením a vlivem vnějšího rozptylového pole ostatních FM ostrůvků.

Ke zvýšení magnetického signálu (změna kontrastu z šedé na černou) dochází při zvyšování teploty, s výjimkou počáteční teploty $T = 298$ K, kdy se nanoostrovky nacházely nejspíš ve svém metastabilním FM stavu. K jejich přechodu do AF fáze zřejmě došlo při dočasném poklesu teploty, který nebyl zaznamenán měřením. Při dalším zvyšování teploty došlo k očekávanému přechodu AF-FM. V souladu s výše zmíněnými argumenty je změna magnetického kontrastu při zvyšování teploty způsobena fázovou přeměnou.



Obrázek 5.2: a) Zobrazení detekovaných hodnot φ_{\min} a φ_{\max} s proloženými přímkami. b) Téměř konstantní rozdíl φ_{\max} a φ_{\min} ilustrující, že ve feromagnetickém stavu se rozpětí fází s teplotou nemění.

Jednotlivým měřením z pozorování v teplotním rozsahu 303–323 K byla pomocí metody ze sekce 4.4.1 nalezena příslušná φ_{\min} a φ_{\max} ¹, které jsou vyneseny v závislosti na teplotě na obrázku 5.2a. Lineární regresí v programu MATLAB R2016a byla data proložena přímkami, se zjištěnými směrnici $d\varphi_{\max}/dT = (-1,039 \pm 0,125)^\circ/\text{K}$ a $d\varphi_{\min}/dT =$

¹Počátek spojitěho histogramu a jeho konec.

5.2. VÝSLEDKY MFM – VZOREK SE STRUKTURAMI

$(-1,022 \pm 0,119)^\circ/\text{K}$. Pro posouzení správnosti lineární regrese je na obrázku ke křivkám doplněna hodnota sumy reziduí.

Z obrázku 5.2b je patrné, že rozsah detekovaných fází ($\varphi_{\max} - \varphi_{\min}$) zůstává pro nanostruktury ve FM fázi konstantní, s drobnými odchylkami v souladu s přibližnou chybou detekce fáze $\approx 0,5^\circ$. U struktur, které prochází fázovou přeměnou z AF do FM fáze, se tento rozsah zvětšuje (viz obrázek 4.9b).

5.2. Výsledky MFM – vzorek se strukturami

U struktur FeRh s laterálním rozměrem menším než 1000 nm (viz sekce 3.7) dochází ke změně charakteru fázového přechodu FM-AF oproti AF-FM. MFM měření vybraných struktur – disků s průměrem 2 μm , 1 μm a 500 nm – v poli o velikosti 0,4 T kolmém k rovině vzorku mělo za cíl přispět k poodhalení charakteru skokového přechodu FM-AF z hlediska doménové struktury. Nejprve je uveden výčet provedených měření s fází reprezentovanou v odstínech šedé (sekce 4.4), podmínek, za kterých byla měření provedena, a základních charakteristik. Následně jsou v samostatné sekci s kvantitativními výsledky různé velikosti disků porovnávány mezi sebou.

5.2.1. Měření disku o průměru 2 μm

Jediným celistvým souborem měření s proměřenými AF-FM i FM-AF přechody je měření pro 2 μm disk. Měření magnetického signálu bylo provedeno nad topografií vzorků ve výšce 120 nm s velikostí čtvercového skenovacího okna o hraně 3 μm na 256 pixelech. Tyto podmínky jsou stejné i pro měření dalších disků, nebude-li zmíněno jinak.

Přechod AF-FM – zahřívání

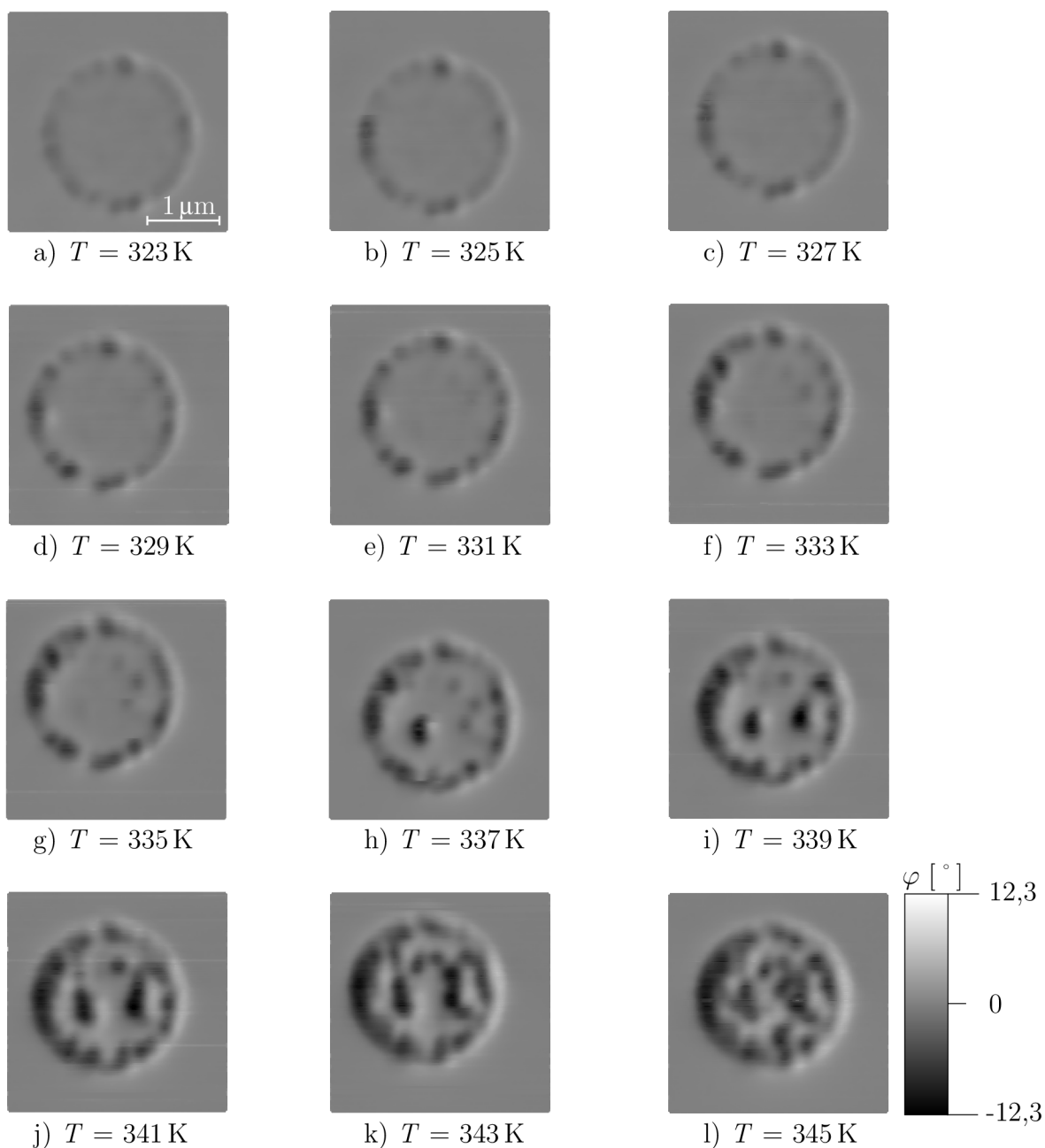
Jednotlivá měření pro ohřev v teplotním intervalu 323–345 K s krokem 2 K jsou vynesena na obrázcích 5.3a-l, pro které je volena jednotná barevná škála, která je zobrazena na obrázku 5.3l. Již od počátečního měření na obrázku 5.3a při 323 K je znukleováno několik FM domén na okrajích vzorku, ty se se vzrůstající teplotou (obrázky 5.3a-e) zvětšují. Při měření s teplotou 333 K na obrázku 5.3f dochází k nukleaci prvních FM domén mimo FM okraj. Při dalším zvětšování teploty (obrázky 5.3g-l) dochází k nukleaci dalších FM domén a sílení magnetického signálu nových i stávajících domén. Tento trend by pokračoval i pro vyšší teploty než 345 K na obrázku 5.3l až do stavu, kdy by byly veškeré domény plně satureovány.

Přechod FM-AF – chlazení

Měření pro přechod FM-AF (chlazení) bylo provedeno z maximální dosažitelné teploty 363 K do 288 K s nepravidelným krokem. Ve zmíněném rozsahu teplot byly změřeny také teploty 353, 343, 333, 328, 323, 318 K. Výsledky měření jsou zobrazeny na obrázcích 5.4a-h se společnou fázovou škálou² zobrazenou na obrázku 5.4i. Obrázek 5.4a při 363 K není plně satureován a obsahuje místa odkud nepochází žádný signál, což indikuje AF domény. S následujícím chlazením (viz obrázky 5.4a-d) dochází k rozrůstání AF domén. Při teplotě

²Stejná jako pro ohřev.

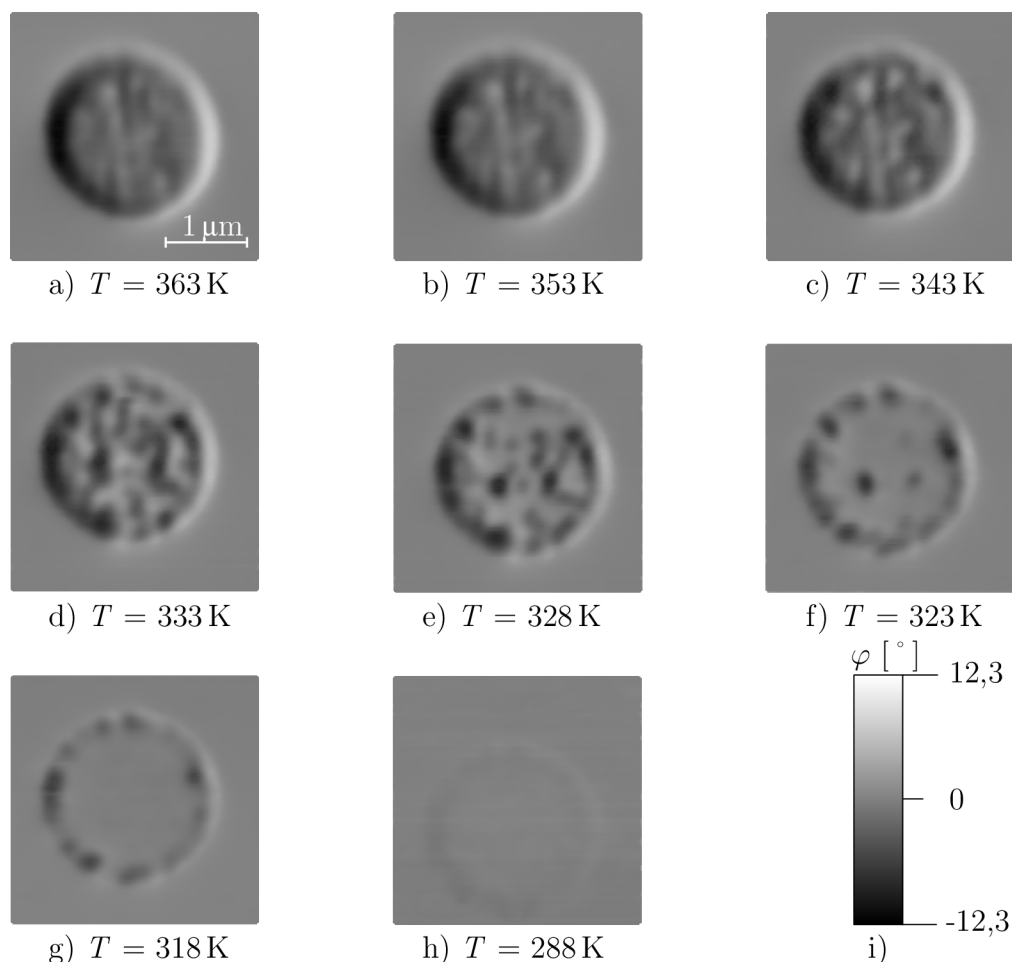
5.2. VÝSLEDKY MFM – VZOREK SE STRUKTURAMI



Obrázek 5.3: MFM signál pro FeRh disk o průměru $2\mu\text{m}$ procházející při ohřevu fázovou přeměnou AF-FM v měřeném teplotním intervalu 323–345 K. Pro obrázky a)–l) je volena jednotná fázová škála, která je zobrazena na obrázku l). Se vzrůstající teplotou dochází k zesilování signálu pocházejícího z FM domén na okrajích, zároveň dochází k nukleaci nových FM domén. Při teplotách okolo 333 K začínají nukleovat domény i mimo okraj vzorku. Tyto dva trendy neustávají po celý teplotní interval.

328 K dochází k převládnutí AF fáze nad FM fází. Při dalším snižování teploty dochází k zeslabování magnetického signálu až do teploty 288 K, kdy feromagnetický okraj téměř vymizí.

5.2. VÝSLEDKY MFM – VZOREK SE STRUKTURAMI



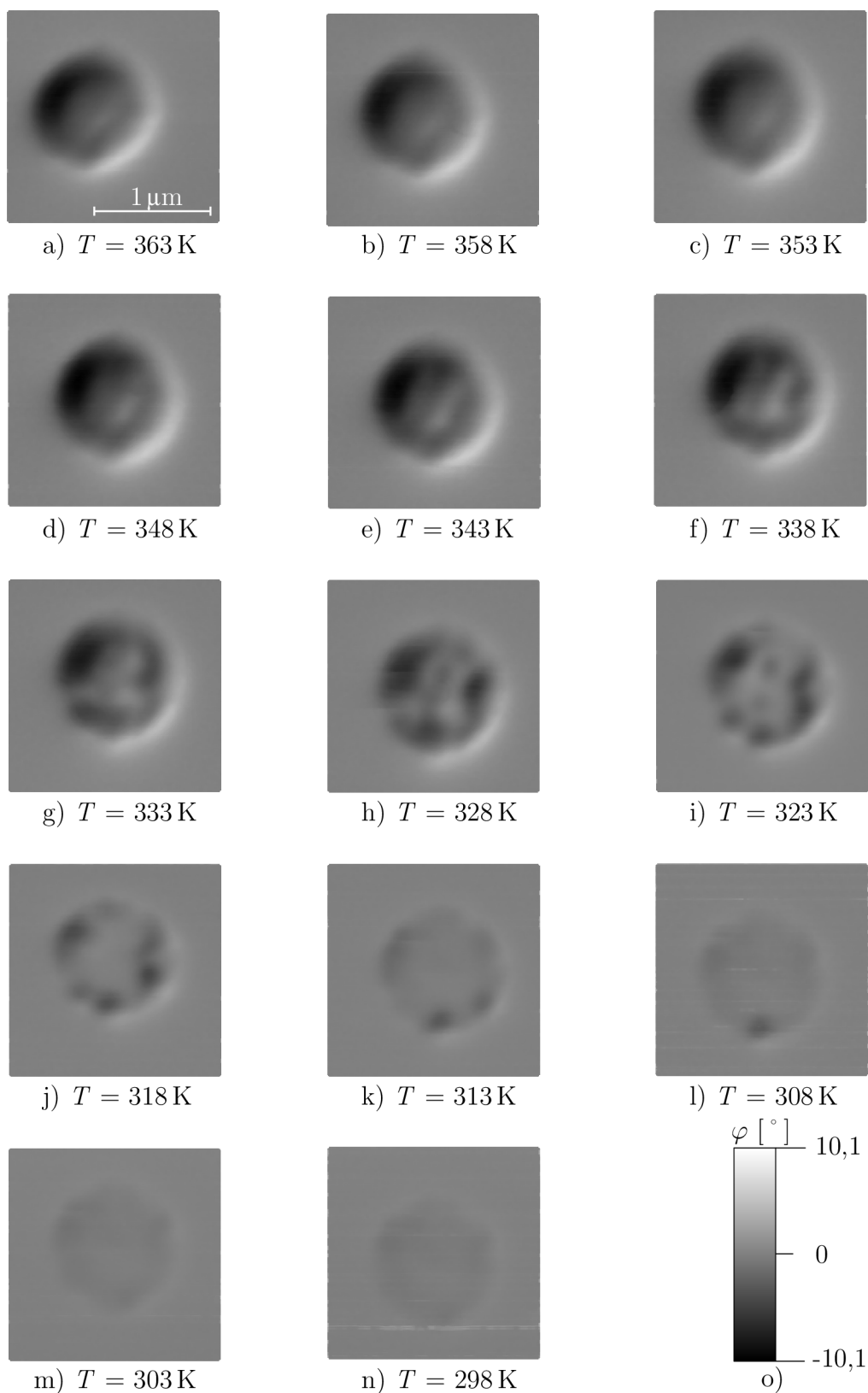
Obrázek 5.4: MFM signál pro FeRh disk o průměru $2 \mu\text{m}$ procházející při chlazení fázovou přeměnou FM-AF v měřeném teplotním intervalu 363–288 K. Pro obrázky je volena jednotná fázová škála, která je zobrazena na obrázku i). Při 363 K ještě není struktura plně saturovaná a při snižování teploty dochází k anihilaci FM domén za vzniku AF domén, čímž klesá signál. Po ochlazení na 288 K téměř mizí FM okraj.

5.2.2. Měření disku o průměru $1 \mu\text{m}$

S téměř stejnými parametry jako pro disk s průměrem $2 \mu\text{m}$ byl změřen MFM signál během fázové přeměny pro disk s průměrem $1 \mu\text{m}$. Skenovací okno bylo voleno jako čtverec o hraně $2 \mu\text{m}$ a bylo provedeno měření pouze pro chlazení v teplotním rozsahu 363–298 K s krokem 5 K. Měření magnetického signálu s jednotnou škálou (obrázek 5.5i) jsou zobrazena na obrázcích 5.5a-n.

Při 363 K (obrázek 5.5a) byl disk plně saturován. Disk v saturovaném stavu setrval i ve třech následujících teplotních krocích (obrázky 5.5b-d), kde došlo ke stabilizaci FM fáze na rozdíl od disku o průměru $2 \mu\text{m}$. Došlo k tzv. podchlazení (anglicky v odborných publikacích *supercooling*). Razantní změna v magnetickém signálu nastala při chlazení v intervalu teploty 338–323 K zobrazeném na obrázcích 5.5f-i. Při dalším chlazení (viz obrázky 5.5j-n) dochází k zeslabování magnetického signálu vlivem anihilace FM domén a nukleaci AF domén.

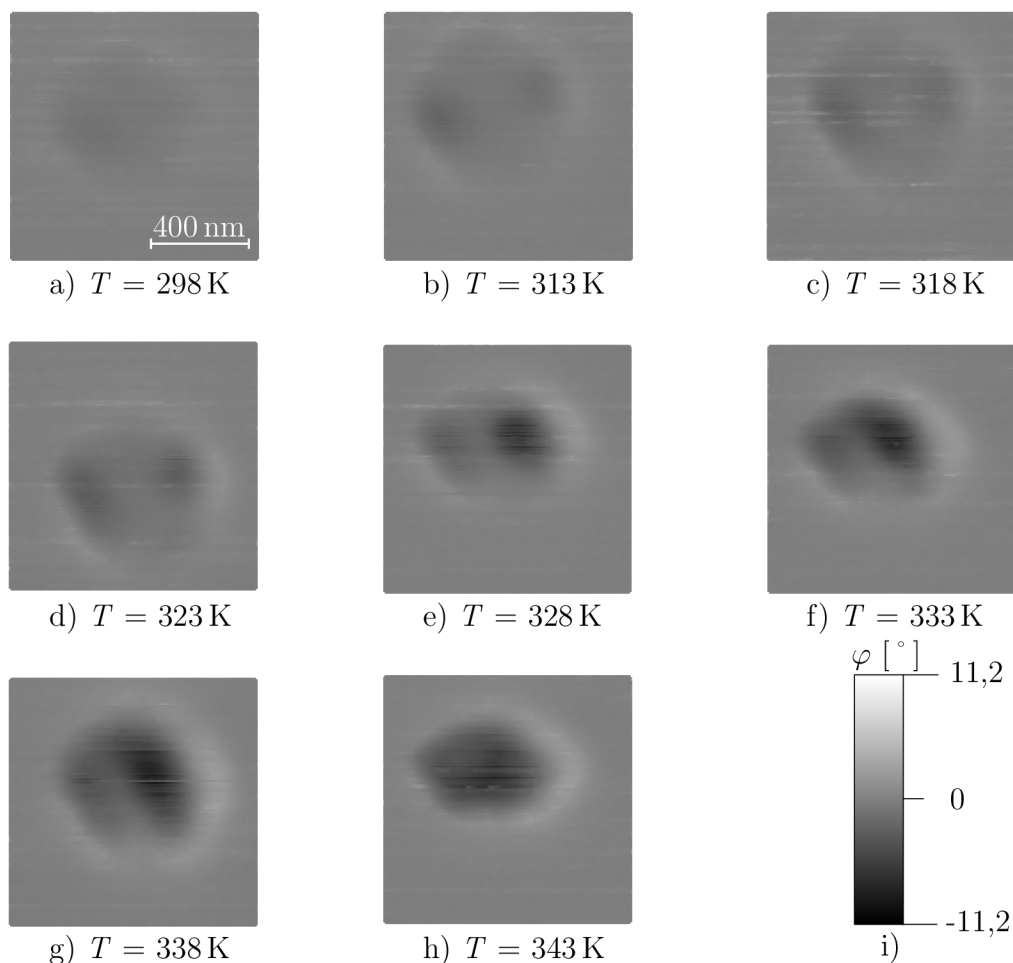
5.2. VÝSLEDKY MFM – VZOREK SE STRUKTURAMI



Obrázek 5.5: MFM signál pro FeRh disk o průměru 1 μm procházející při chlazení fázovou přeměnou FM-AF v měřeném teplotním intervalu 363–288 K s pravidelným krokem 5 K. Pro obrázky a)–n) je volena jednotná fázová škála, která je zobrazena na obrázku o). Při 363 K je struktura plně saturovaná.

5.2.3. Měření disku o průměru 500 nm

Poslední ze sady měření disků se týkalo disku o průměru 500 nm. Kvůli technickým problémům se podařilo změřit pouze ohřev (přechod AF-FM). Pro měření bylo voleno mikronové skenovací okno a měření bylo provedeno v teplotním intervalu 298–343 K. Měření je zobrazeno na obrázcích 5.6a-h. Na obrázku 5.6i je vynesena fázová škála. Protože byl magnetický signál slabší než u větších disků, byla měření magnetického signálu provedena v menší výšce – 100 nm nad povrchem.



Obrázek 5.6: MFM signál pro FeRh disk o průměru 500 nm procházející při ohřevu fázovou přeměnou AF-FM v měřeném teplotním intervalu 298–343 K. Pro obrázky a)–h) je zvolena jednotná fázová škála uvedená na obrázku i). Měření na obrázku e) a h) podlehla teplotnímu driftu, což se projevilo deformací obrazu.

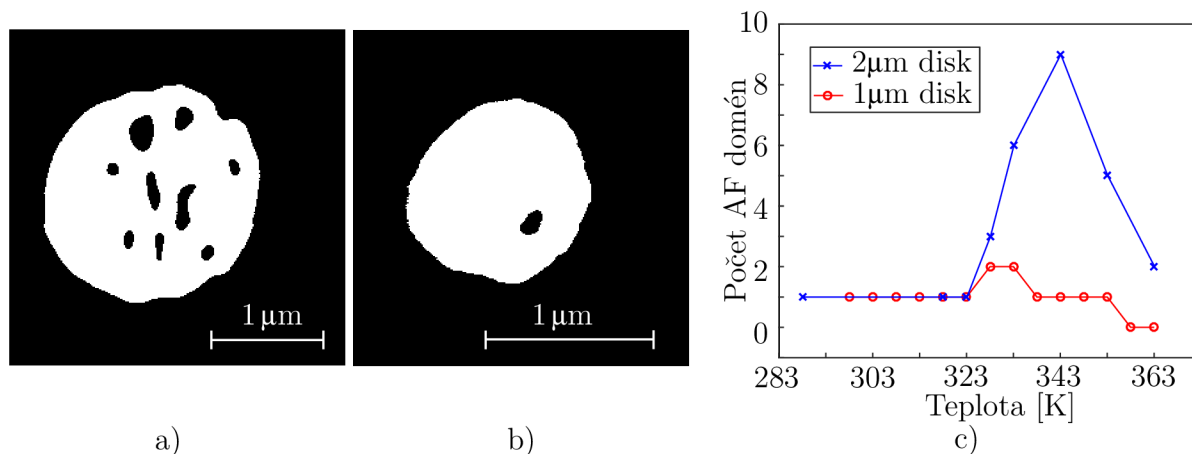
Měření bylo ze zatím nevysvětlených důvodů zatíženo velkým množstvím přeskoků. Takto chybně změřené hodnoty se dařilo částečně odstranit postupem zmíněným v sekci 4.4.1. Měření disku také podléhalo velkým teplotním driftům (deformace obrazu), patrným zejména v obrázcích 5.6e a 5.6h, které proto nejsou vhodné pro další vyhodnocování uvedené v sekci 5.2.4. Vlivem prostorového omezení byl feromagnetický okraj při teplotě 298 K na obrázku 5.6a zredukován do dvou rozpoznatelných domén. Při dalším zahřívání se tyto domény zvětšovaly a okolo teploty $\approx 343 \text{ K}$ došlo k jejich sloučení,

viz obrázek 5.6h. I přes značnou deformaci lze z obrázku usuzovat, že saturační teplota disku s průměrem 500 nm je přibližně 343 K.

5.2.4. Diskuse výsledků

V souborech měření pro disky s průměry 1 μm a 2 μm byla bílá barva přiřazena místům, odkud přichází magnetický signál, a černá místům, odkud nepřichází³. Bílá místa tedy korespondují s FM doménami, černá místa uvnitř disku korespondují s AF doménami. Na obrázku 5.7a-b jsou vyneseny dva z binárních obrázků pro měření disků s průměrem 2 μm a 1 μm při stejné teplotě během chlazení.

Při chlazení disku s průměrem 2 μm se ukázalo, že růst AF domén probíhá z více nukleačních center než u disku s průměrem 1 μm , což odpovídá transportním měřením. Větší počet nukleačních center pak ovlivňuje průběh přeměny – v materiálu existuje větší pravděpodobnost, že dojde k přeměně FM-AF za vyšších teplot. Díky dostatečnému počtu nukleačních center také disk o průměru 2 μm nevykazuje skokovou přeměnu, která byla pozorována při měřeních elektrického odporu [4]. Počet AF domén stanovených jako počet souvislých oblastí je v závislosti na teplotě vyneseno na obrázku 5.7c. Snižování počtu domén není způsobeno anihilací AF domén, ale jejich sloučením do větších celků.



Obrázek 5.7: a) Zobrazení devíti AF domén (absence magnetického signálu uvnitř disku) při chlazení u disku s průměrem 2 μm při teplotě 343 K. b) Zobrazení jediné AF domény při chlazení disku o průměru 1 μm při teplotě 343 K. c) Počet AF domén v závislosti na teplotě pro chlazení disku s průměrem 2 μm a 1 μm .

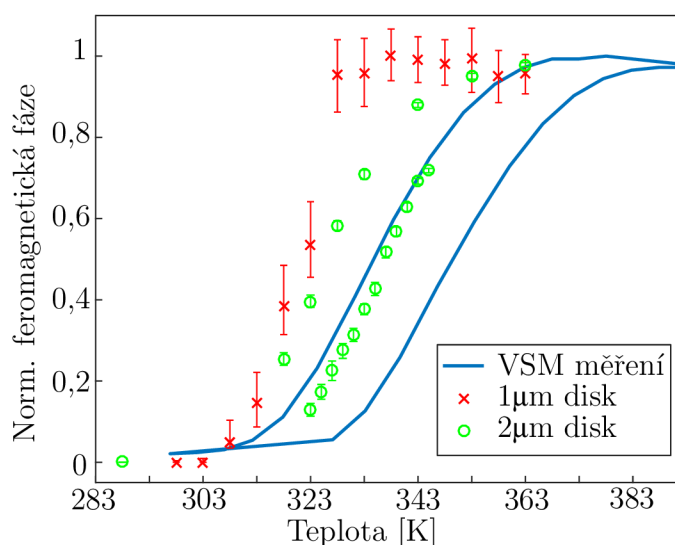
Hysterezní smyčka

U disku s průměrem 1 μm je chování při přechodu FM-AF rozdílné od větších struktur, prostorové omezení zde má větší vliv. Tento fakt byl ilustrován obrázkou 5.7a-c znázorňujícími počet AF domén (nukleačních center) na teplotě. Silnou asymetrii přechodů AF-FM a FM-AF u menšího z disků lze také potvrdit sestrojením hysterezních křivek, uvedených na obrázku 5.8.

Jednotlivé body odpovídající množství FM fáze u 2 μm a 1 μm disků byly vytvořeny z binárních obrázků sečtením všech pixelů bílé barvy, čímž byl získán počet pixelů odpovídající magnetickému signálu pro konkrétní teplotu. Součet byl normován v případě

³Transformace MFM zobrazení na binární obrázek je popsána v sekci 4.4.3.

5.2. VÝSLEDKY MFM – VZOREK SE STRUKTURAMI



Obrázek 5.8: Hysterezní smyčka srovnávající normovaný VSM signál a normovanou velikost FM domén ve FeRh discích s průměry 2 µm a 1 µm.

disku o průměru 1 µm svým maximem a v případě disku o průměru 2 µm předpokládaným saturevaným stavem⁴. Aby bylo možné VSM měření porovnávat s magnetickým signálem disků, musela být závislost magnetizace na teplotě korigována vztahem, který uvedl Maat a kol. [16]

$$\Delta T = \frac{dT}{dB} M(T). \quad (5.1)$$

Při výpočtu byla hodnota magnetického momentu z magnetometru dělena objemem magnetické vrstvy ($\approx 50 \text{ nm} \times 5 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$). Následně byla magnetizace normovaná svou maximální hodnotou.

Magnetická přeměna u prostorově omezených struktur nastává za nižších teplot než u signálu VSM odpovídajícího tenké vrstvě, což je způsobeno větším stupněm volnosti pro relaxaci pnutí. Pro disk s průměrem 2 µm lze vypočítat přibližně stejnou šířku hystereze $\approx 15 \text{ K}$ a spojitě přechody mezi AF-FM, FM-AF jako u tenké vrstvy. Pro disk s průměrem 1 µm lze vypočítat silné přechlazení a strmý nárůst AF fáze v oblasti 328–333 K.

⁴Saturevaný stav byl získán z binárního obrázku pro 363 K. V tomto obrázku byly uvnitř disku zbývající AF domény, které byly při normování fáze započteny jako FM.

6. Závěr

Bakalářská práce se v rešeršní části zabývala popisem dosavadních pozorování a vlivu prostorových omezení na magnetickou fázovou přeměnu v FeRh. Byla také doplněna o základy z teorie magnetismu, které byly nutné pro pochopení experimentální části.

Hlavním úkolem experimentální části bylo provést kvantitativní pozorování doménové struktury mezostruktur FeRh při skokovém přechodu FM-AF a výsledky následně porovnat s předchozím výzkumem asymetrie fázového přechodu provedeným pomocí měření elektrického odporu. Pro zobrazení doménové struktury, tvarů a velikostí fázových domén byla použita metoda MFM ve vnějším magnetickém poli o velikosti 0,4 T kolmém k rovině vzorku. Bylo provedeno měření fázové přeměny v závislosti na teplotě pomocí MFM pro tři různě velké struktury tvaru disku s průměry 2 μm , 1 μm a 500 nm a dále pro naprašování vytvořené nanoostrovy.

Pro porovnání s předchozím výzkumem bylo nutné MFM výsledky kvantifikovat. Měření fázové přeměny disku s průměrem 500 nm podléhalo velkým teplotním driftům, a proto nebylo vhodné pro kvantitativní analýzu. Z kvantitativní analýzy počtu nukleárních center při fázové přeměně disků s průměry 2 μm a 1 μm bylo zjištěno, že při chlazení disku s průměrem 2 μm dochází při přechodu z FM do AF fáze ke vzniku většího počtu nukleárních center než u disku s průměrem 1 μm . To má za následek spojitější přechod z FM do AF fáze u většího z disků, oproti náhlému – skokovitému přechodu menšího z disků. Z magnetického signálu byly dále sestrojeny hysterezní smyčky, které ukazují, že u disku s průměrem 2 μm dochází ke spojitým přechodům AF-FM a FM-AF se srovnatelnou šířkou hystereze jako u tenké vrstvy, ze které byly disky vyrobeny. U disku s průměrem 1 μm bylo naopak pozorováno přechlazení FM fáze a náhlý nárůst AF fáze při přechodu FM-AF v rozsahu teplot 328–333 K. Tyto výsledky byly prezentovány na mezinárodní konferenci INTERMAG 2017 pořádané v Dublinu [36].

Dále byl změřen MFM signál vzorku s nanoostrovami vytvořenými přímo při naprašování. Vzorek byl dle VSM analýzy feromagnetický, ale měření magnetického signálu pomocí MFM objevilo změnu magnetického kontrastu některých nanoostrovů, což bylo vysvětleno fázovou přeměnou AF-FM, která byla silně ovlivněna rozptylovými poli okolních FM nanoostrovů.

Pro navazující experimenty týkající se měření transportních vlastností a měření MFM zároveň byla vylepšena současná měřicí sestava přidáním vlnovodu. V následujících experimentech bude nutno omezit vliv teplotních driftů a zabudovat do algoritmů kvantitativní analýzy jejich korekci. Dále bude nutné se zaměřit na měření struktur menších než 1 μm s detailním proměřením teplotního intervalu, ve kterém dochází ke schodovitým změnám.

Dodatek A

Proces magnetronového naprašování

Před depozicí byl monokrystalický substrát MgO (001) uvnitř magnetronu zahříván na teplotu 723 K po dobu 20 minut pro desorpci nečistot a stabilizaci teploty před depozicí. Depozice probíhala při tlaku $2,8 \cdot 10^{-3}$ mbar pomocí argonového plazmatu při výkonu zdroje 50 W. První 4 minuty probíhal růst při teplotě 723 K s cílem rovnoměrně pokrýt povrch substrátu. Poté byla během probíhající depozice zvýšena teplota na 873 K, po dalších 4 minutách byla (za neustálé depozice) teplota zvýšena na teplotu 1073 K a při této teplotě pokračovala depozice po zbylých 12 minut. V závislosti na depoziční rychlosti bylo dosaženo tenké vrstvy o tloušťce okolo 40–50 nm. Vrstva byla následně podrobena žíhání při teplotě 1073 K po dobu 45 minut pro dosažení co nejlepšího krystalického uspořádání ve formě mřížky CsCl. Po dokončení žíhání byl vzorek ochlazen na pokojovou teplotu, při které byla deponována vrstva Pt o tloušťce 2–3 nm, která chrání FeRh před oxidací. Dalším krokem při vytváření mikro- a nanostruktur je elektronová litografie, pro její účely byla na substrát nadeponovaná vrstva Ta pro zlepšení adhezních vlastností.

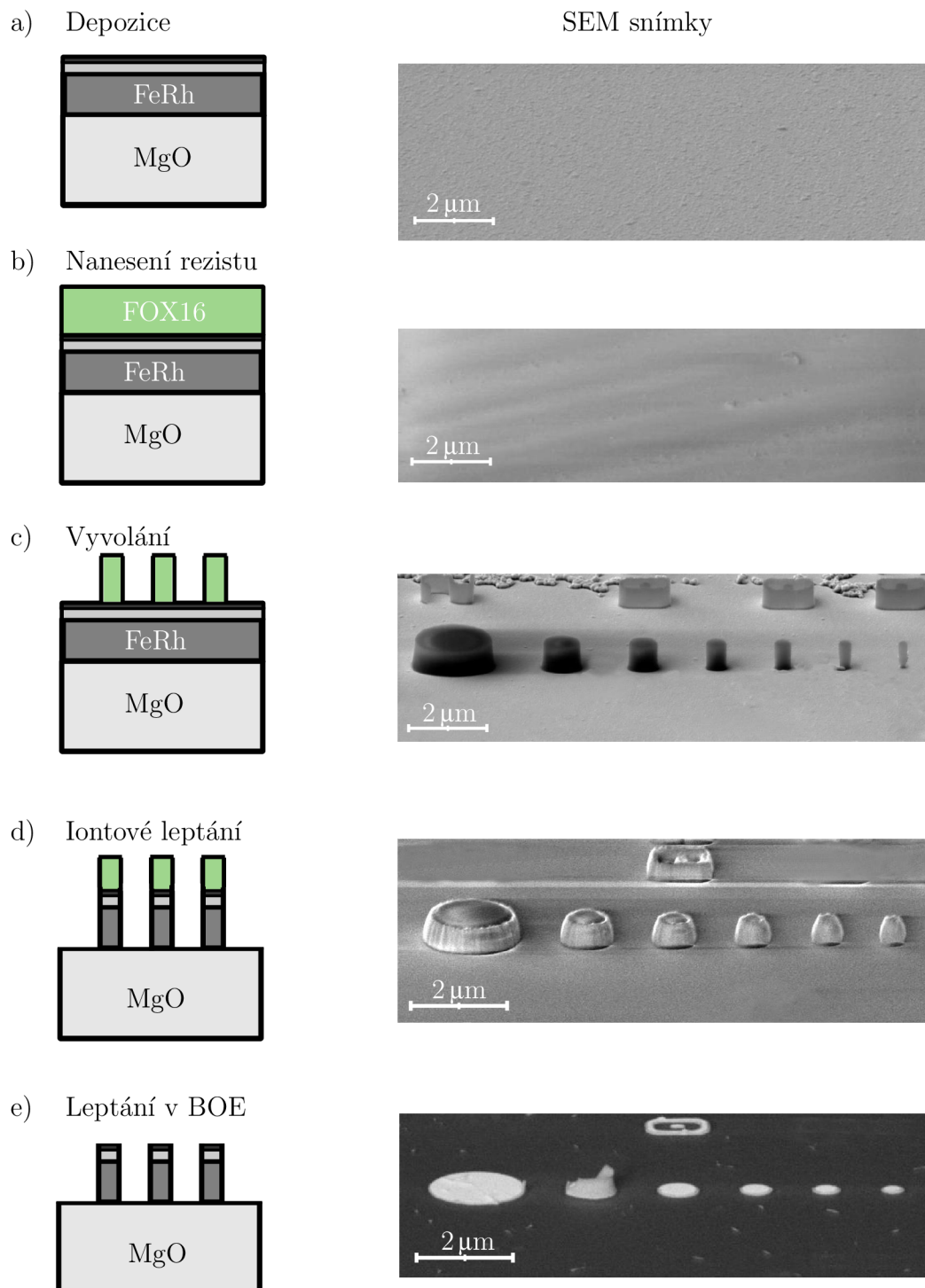
Proces elektronové litografie

Při výrobě struktur na vzorku se postupovalo podle následujících kroků, ilustrované obrázkem 6.1:

- **Čištění a vyhřívání vzorku** – Vzorek byl čištěn v acetonu a v isopropylalkoholu (IPA) v ultrazvukové lázni. Dále byl vzorek vyhříván na plotýnce při 393 K za účelem desorpce vody a uhlovodíků absorbovaných na povrchu vzorku.
- **Nanesení rezistu** – Negativní elektronový rezist FOX16 byl nanesen pomocí spincoateru¹. Spincoater otáčel vzorkem s frekvencí 4000 otáček za minutu, čímž po nanesení rezistu byla vytvořena vrstva o tloušťce 600 nm. Následně byl rezist vypečen na plotýnce o teplotě 353 K po dobu 2 minut. Po vypečení rezistu byl vzorek co nejdříve přenesen do elektronového mikroskopu, protože rezist FOX16 na vzduchu velmi rychle degraduje.
- **Elektronová litografie** – Na požadovaných místech byl vzorek ozářen elektronovým svazkem s dávkou v rozmezí 600–700 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ při 30 kV.
- **Vyvolání vzorku** – Po litografii byl vzorek okamžitě vložen na 90 sekund do vývojky TMAH. Za stálého míchání byl neozářený FOX16 odplaven. Vzorek byl následně omyt demineralizovanou vodou.
- **Iontové odleptání** – Vzorek byl vystaven odprašování pomocí Ar plazmatu, čímž byla odstraněna veškerá naprášená tenká vrstva kromě oblastí chráněných modifikovaným rezistem.

¹Pro zlepšení adheze rezistu na bázi HSQ (tedy včetně FOX16) na substrátu je vhodné použít tenkou vrstvu Ta.

- **Odstranění zbytku rezistu** – Pro odstranění zbytku rezistu ze struktur FeRh byl vzorek vnořen do roztoku BOE².



Obrázek 6.1: Proces výroby mikro- a nanostruktur s přidáním SEM snímků. a) Depozice tenkých vrstev v magnetronu. b) Nanesení rezistu pomocí spincoateru. c) Vyvolání ozářených částí. d) Plošné iontové leptání Ar plazmatem. e) Leptání zbytku rezistu v BOE

²BOE je směs 49% HF a 40% NH₄F v poměru 1:6.

Pro vytvoření vodivých kontaktů na struktuře FeRh musí být proveden další stupeň elektronové litografie, jednotlivé kroky jsou popsány v následujícím postupu:

- **Čištění a vyhřívání vzorku II** – Vzorek byl čištěn v acetonu a v isopropylalkoholu (IPA) v ultrazvukové lázni. Dále byl vzorek vyhříván na plotýnce při 393 K za účelem desorpce vody a uhlovodíků absorbovaných na povrchu vzorku.
- **Nanesení rezistu II** – Pozitivní elektronový rezist CSAR 62 byl nanesen stejnou metodou jako rezist FOX16, čímž vznikla rovnoměrná vrstva rezistu o tloušťce asi 400 nm, která byla následně vypékána 1 minutu při 423 K.
- **Elektronová litografie II** – Vzorek byl ozářen elektronovým svazkem, na požadovaných místech určených pro kontakty, s dávkou v rozmezí 110–130 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ při 30 kV.
- **Vyvolání II** – Vzorek byl ponořen do vývojky AR 600-546 na přibližně 60 sekund, čímž byl odplaven ozářený rezist. Proces vyvolávání byl zastaven v ustalovači (IPA) a následně byl vzorek opláchnut demineralizovanou vodou.
- **Naprášení vrstvy Au** – Pomocí magnetronového naprašování byla ze zlatého terče deponována vrstva zlata na vzorek.
- **Odstranění rezistu II** – Vzorek byl ponořen do organického rozpouštědla pomocí něhož byl odplaven rezist, na kterém bylo naprášeno zlato. Tím došlo k vytvoření zlatých kontaktů.

7. Literatura

- [1] Fallot, M.; Hocart, R.: Sur l'apparition du ferromagnétisme par elevation de temperature dans des alliages de fer et de rhodium. *Revue Scientifique*, ročník 77, **1939**: s. 498–499.
- [2] Swartzendruber, L. J.: The Fe-Rh (Iron-Rhodium) system. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, ročník 5, **1984**: s. 456–462.
- [3] Kryder, M. H.; Gage, E. C.; McDaniel, T. W.; aj.: Heat Assisted Magnetic Recording. *Proceedings of the IEEE*, ročník 96, **2008**: s. 1810–1835.
- [4] Uhlíř, V.; Arregi, J. A.; Fullerton, E. E.: Colossal magnetic phase transition asymmetry in mesoscale FeRh stripes. *Nature Communications*, ročník 7, **2016**: str. 13113.
- [5] Schánilec, V.: *Magnetická fázová přeměna v prostorově omezených strukturách*. Bakalářská práce, Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, **2016**.
- [6] Stöhr, J.; Siegmann, H.: *Magnetism: From Fundamentals to Nanoscale Dynamics*. Springer, **2006**, ISBN 9783540302827.
- [7] Blundell, S.: *Magnetism in Condensed Matter*. OUP Oxford, **2001**, ISBN 9780198505914.
- [8] Coey, J.: *Magnetism and Magnetic Materials*. Cambridge University Press, **2010**, ISBN 9780521816144.
- [9] Halliday, D.; Resnick, R.; Walker, J.: *Fyzika – 2. díl*. VUTIUM, **2013**, ISBN 9788021441231.
- [10] Hilzinger, R.; Rodewald, W.: *Magnetic Materials: Fundamentals, Products, Properties, Applications*. Publicis Publishing, **2013**, ISBN 9783895783524.
- [11] Feynman, R. P.; Leighton, R. B.; Sands, M.: *Feynmanovy přednášky z fyziky – 2. díl*. Fragment, **2013**, ISBN 9788025316436.
- [12] Vaňatka, M.: *Magnetické multivrstvy pro aplikace ve spintronice*. Bakalářská práce, Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, **2013**.
- [13] Kameš, J.: *Studium magnetických nanostruktur pro spintroniku*. Diplomová práce, Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, **2009**.
- [14] Dau, F. N. V.: The emergence of spin electronics in data storage. *Nature Materials*, ročník 6, **2007**: s. 813–824.
- [15] Lewis, L. H.; Marrows, C. H.; Langridge, S.: Coupled magnetic, structural, and electronic phase transitions in FeRh. *Journal of Physics D: Applied Physics*, ročník 49, **2016**: str. 323002.

- [16] Maat, S.; Thiele, J.; Fullerton, E. E.: Temperature and field hysteresis of the antiferromagnetic-to-ferromagnetic phase transition in epitaxial FeRh films. *Physical Review B*, ročník 72, **2005**: str. 214432.
- [17] Zakharov, A. I.; Kadomtseva, A. M.; Levitin, P. Z.; aj.: Magnetic and magnetoelastic properties of a metamagnetic iron-rhodium alloy. *Journal of Experimental and Theoretical Physics*, ročník 19, **1964**: s. 1348–1353.
- [18] Rosenberg, M.; Kuncser, V.; Crisan, O.; aj.: A Mössbauer spectroscopy and magnetic study of FeRh. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, ročník 177-181, **1998**: s. 135–136.
- [19] Shirane, G.; Nathans, R.; Chen, C. W.: Magnetic moments and unpaired spin densities in the Fe-Rh alloys. *Physical Review*, ročník 134, **1964**: str. A1547.
- [20] Papon, P.; Schnur, S.; Leblond, J.; aj.: *The Physics of Phase Transitions: Concepts and Applications*. Springer Berlin Heidelberg, **2007**, ISBN 9783540333906.
- [21] Moruzzi, V. L.; Marcus, P. M.: Antiferromagnetic-ferromagnetic transition in FeRh. *Physical Review B*, ročník 46, č. 5, **1992**: s. 2864–2873.
- [22] Castiella, M.; Gatel, C.; Bobo, J. F.; aj.: Structural investigation of magnetic FeRh epitaxial films. *Materials Research Express*, ročník 2, **2015**: str. 086401.
- [23] Wayne, R. C.: Pressure Dependence of the Magnetic Transitions in Fe-Rh Alloys. *Physical Review*, ročník 170, **1967**: s. 523–527.
- [24] Kouvel, J. S.: Unusual nature of the abrupt magnetic transition in FeRh and its pseudobinary variants. *Journal of Applied Physics*, ročník 37, **1966**: s. 1257–1258.
- [25] Sharma, M.; Aarbogh, H. M.; Thiele, J. U.; aj.: Magnetotransport properties of epitaxial MgO(001)/FeRh films across the antiferromagnet to ferromagnet transition. *Journal of Applied Physics*, ročník 109, **2011**: str. 083913.
- [26] Yokoyama, Y.; Usukura, M.; Yuasa, S.; aj.: MFM observation of magnetic phase transitions in ordered FeRh systems. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, ročník 177-181, **1998**: s. 181–182.
- [27] Manekar, M.; Mukherjee, C.; Roy, S. B.: Imaging of time evolution of the first-order magneto-structural transition in Fe-Rh alloy using magnetic force microscopy. *A Letters Journal Exploring The Frontiers of Physics*, ročník 80, **2007**: str. 17004.
- [28] Kelly, P.; Arnell, R.: Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications. *Vacuum*, ročník 56, **2000**: s. 159–172.
- [29] Stepanova, M.; Dew, S.: *Nanofabrication: Techniques and Principles*. Springer Vienna, **2011**, ISBN 9783709104248.
- [30] Smith, D. O.: Development of a vibrating-coil magnetometer. *Review of Scientific Instruments*, ročník 27, č. 5, **1956**: s. 261–268, ISSN 00346748.

- [31] Hopster, H.; Oepen, H.: *Magnetic Microscopy of Nanostructures*. Springer Berlin Heidelberg, **2006**, ISBN 9783540266419.
- [32] Turčan, I.: *Mikroskopie magnetických sil v proměnném magnetickém poli*. Bakalářská práce, Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, **2015**.
- [33] Kaemmar, S. B.: *Introduction to Bruker's ScanAsyst and PeakForce Tapping AFM Technology*. Bruker, **2011**.
- [34] Alekseev, A.; Popkov, A.; Shubin, A.; aj.: Effect of horizontal magnetization reversal of the tips on magnetic force microscopy images. *Ultramicroscopy*, ročník 136, **2014**: s. 91–95.
- [35] Chang, J.; Yi, H.; Cheol Koo, H.; aj.: Magnetization reversal of ferromagnetic nanoparticles under inhomogeneous magnetic field. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, ročník 309, **2007**: s. 272–277.
- [36] Schánilec, V.; Horký, M.; Jaskowiec, J.; aj.: Magnetization reversal of ferromagnetic nanoparticles under inhomogeneous magnetic field. Posterová prezentace - INTERMAG Dublin, **2017**, url: www.intermag2017.com.

8. Seznam použitých zkratek

AF	Antiferomagnetismus, antiferomagnetický
AF-FM	Fázová přeměna z antiferomagnetické do feromagnetické fáze
AFM	Mikroskopie atomárních sil
AMR	Anizotropní magnetorezistence
BOE	Směs roztoků HF a NH ₄ F v poměru 1:6
EBL	Elektronová litografie
FeRh	Železo-rhodium
FM	Feromagnetismus, feromagnetický
FM-AF	Fázová přeměna z feromagnetické do antiferomagnetické fáze
FOX16	Druh negativního rezistu
GMR	Obří magnetorezistence
HAMR	Vysokoteplotní magnetický zápis
HSQ	Hydrogensilsesquioxan – negativní rezist, využívaný při EBL
IPA	Isopropylalkohol
MFM	Mikroskopie magnetických sil
MIBK	Methylisobutylketon
MR	Magnetorezistence
PMMA	Polymethylmetakrylát
POM	Polyoxymetylén
PVD	Fyzikální depozice z plynné fáze
SEM	Řádkovací elektronová mikroskopie
TMAH	Tetramethylamoniumhydroxid – vývojka
VSM	Vibrační magnetometr