



Instytut Fizyki Molekularnej  
Polskiej Akademii Nauk

---

ROZPRAWA DOKTORSKA

*Modyfikacja międzywierzchni cienkich warstw Co i jej  
wpływ na anizotropię magnetyczną oraz  
oddziaływania Dzyaloshinskiego-Moriyi  
i exchange-bias*

mgr inż. Mateusz Kowacz

---

**Promotor:** dr hab. inż. Piotr Kuświk, prof. IFM PAN

**Promotor pomocniczy:** dr inż. Michał Matczak

Poznań, 2024



*Pracę tę dedykuję mojej śp. Mamie*



## Streszczenie

*W pracy przedstawiono wyniki badań związanych z modyfikacją właściwości magnetycznych czterech różnych układów warstwowych charakteryzujących się polikrystaliczną budową i wykazujących prostopadłą anizotropię magnetyczną. Badania prowadzono dla układów zawierających warstwę Co, których właściwości magnetyczne modyfikowano poprzez bombardowanie jonami Ga z różną dawką i energią oraz poprzez zastosowanie różnego rodzaju warstw otaczających Co.*

*Wykazano, że warstwa NiO wnosi istotny przyczynek powierzchniowy do efektywnej anizotropii magnetycznej, który faworyzuje prostopadłe namagnesowanie warstwy Co w szerokim zakresie jej grubości. Efekt ten powiązano z obecnością oddziaływania exchange-bias na międzywierzchni Co/NiO. Pokazano, że odpowiednio dobrane warunki wygrzewania z późniejszym chłodzeniem w polu magnetycznym pozwalają na modyfikację wartości pola exchange-bias w szerokim zakresie, przy zachowaniu silnej prostopadłej anizotropii. Zademonstrowano także, że ten rodzaj anizotropii magnetycznej można uzyskać w warstwie Co otoczonej z dwóch stron warstwami NiO, demonstrując tym samym ważną rolę warstw tlenków antyferromagnetycznych w kontrolowaniu anizotropii magnetycznej.*

*Stechiometryczna warstwa NiO odgrywa również istotną rolę w indukowaniu oddziaływania Dzyaloshinskiego-Moriyi. W badaniach prowadzonych dla układu warstwowego NiO/Co/Pt udokumentowano występowanie silnego oddziaływania Dzyaloshinskiego-Moriyi (2 pJ/m) faworyzującego lewoskrętną chiralność spinów w ścianie domenowej. Na podstawie uzyskanych wyników i analizy doniesień literaturowych pokazano korelację między składem chemicznym warstw tlenku niklu, a wartościami oddziaływania Dzyaloshinskiego-Moriyi, przy czym największe wartości uzyskano dla stechiometrycznych warstw NiO, które badane były w rozprawie.*

*Bombardowanie układu warstwowego Ir/Co/Pt wykonano przy użyciu zogniskowanej wiązki jonów. Wyniki eksperymentalne, wsparte symulacjami Monte-Carlo, pozwoliły wykazać, że odpowiednio dobrana energia jonów  $Ga^+$  prowadzi do znaczących różnic efektywności procesów mieszania balistycznego w obrębie górnej i dolnej międzywierzchni Co. Ta asymetria umożliwiła wykazanie, że w przypadku takich układów warstwowych prostopadła anizotropia magnetyczna głównie pochodzi*

*od dolnego interfejsu (Ir/Co). Uzyskane silne różnice w procesach mieszania na dwóch międzywierzchniach warstwy ferromagnetycznej otwierają drogę do modyfikacji właściwości magnetycznych indukowanych przez określoną międzywierzchnię.*

**Słowa kluczowe:** *prostopadła anizotropia magnetyczna, cienkie warstwy magnetyczne, bombardowanie zogniskowaną wiązką jonów, oddziaływanie exchange-bias, oddziaływanie Dzyaloshinskiego-Moriya, antyferromagnetyczne tlenki metalu.*

## Abstract

*The work presents the results of research related to the modification of magnetic properties of four different layered systems which are characterized by polycrystalline structure and exhibit perpendicular magnetic anisotropy. The research was conducted on Co layers, where the magnetic properties were modified by bombarding them with Ga<sup>+</sup> ions of varying doses and energies, as well as by using various surrounding layers.*

*It was shown that a NiO layer contributes a significant surface contribution to the effective magnetic anisotropy, which favors perpendicular magnetization of the Co layer over a wide range of its thickness. This effect was linked to the presence of the exchange-bias interaction at the Co/NiO interface. It was demonstrated that appropriately chosen annealing conditions, with subsequent cooling in a magnetic field, allow the modification of the exchange-bias field value over a wide range while maintaining a strong perpendicular anisotropy. It was also demonstrated that this type of magnetic anisotropy can be achieved in a Co layer surrounded on both sides by NiO layers, thus demonstrating the important role of antiferromagnetic oxide layers in controlling magnetic anisotropy.*

*In the NiO/Co/Pt layered system, a strong Dzyaloshinskii-Moriya interaction (i.e.,  $D = 2$  pJ/m) favoring left-handed chirality of spins in the domain wall was documented. Based on the obtained results and literature analysis, a correlation between the chemical composition of nickel oxide layers and the values of Dzyaloshinskii-Moriya interaction was shown. The highest value was measured for stoichiometric NiO layers, showing that this layer plays a significant role in inducing the Dzyaloshinskii-Moriya interaction.*

*Bombardment of the Ir/Co/Pt layered system was carried out using a focused ion beam. Experimental results, supported by Monte-Carlo simulations, demonstrated that a properly chosen energy of Ga<sup>+</sup> ions leads to significant differences in the efficiency of ballistic mixing processes within the upper and lower Co interfaces. This asymmetry demonstrated that in such layered systems, perpendicular magnetic anisotropy mainly originates from the lower interface (Ir/Co). The obtained strong differences in mixing processes at the two interfaces of the ferromagnetic layer pave the way for modifying magnetic properties induced by a specific interface.*

**Keywords:** *perpendicular magnetic anisotropy, thin magnetic layers, focused ion beam bombardment, exchange-bias interaction, Dzyaloshinskii-Moriya interaction, antiferromagnetic metal oxides.*



## Podziękowania

Chciałbym podziękować wszystkim członkom Zespołu Cienkich Warstw i Nanostruktur Instytutu Fizyki Molekularnej PAN, zwłaszcza dr. hab. inż. Piotrowi Kuświkowi prof. IFM PAN, prof. Feliksowi Stobieckiemu i dr. inż. Michałowi Matczakowi za okazaną pomoc podczas realizacji badań, które pozwoliły napisać niniejszą pracę.

Dziękuję również prof. Andrzejowi Maziewskiemu z Wydziału Fizyki Uniwersytetu w Białymstoku i członkom jego zespołu za wsparcie w realizacji badań układu warstwowego NiO/Co/Pt.

Praca ta powstała dzięki funduszom z Narodowego Centrum Nauki: SONATA-BIS (UMO-2015/18/E/ST3/00557) i OPUS (UMO-2019/33/B/ST5/02013).



# Spis Treści

<b>Wprowadzenie .....</b>	<b>13</b>
<b>1 Właściwości magnetyczne układów warstwowych .....</b>	<b>15</b>
1.1 Energia swobodna cienkiej warstwy ferromagnetycznej.....	15
1.1.1 Energia wymiany .....	16
1.1.2 Energia Zeemana.....	17
1.2 Anizotropia magnetyczna.....	18
1.2.1 Anizotropia magnetokrystaliczna.....	19
1.2.2 Anizotropia kształtu .....	20
1.2.3 Anizotropia powierzchniowa .....	21
1.2.4 Anizotropia efektywna .....	22
1.2.5 Model Stonera-Wohlfartha .....	23
1.3 Domeny magnetyczne i ściany domenowe .....	27
1.3.1 Struktura ściany domenowej Néela i Blocha.....	28
1.3.2 Ruch ściany domenowej w polu magnetycznym.....	30
1.4 Oddziaływania wymienne między warstwami .....	35
1.4.1 Oddziaływanie exchange-bias .....	35
1.4.2 Oddziaływanie Dzyaloshinskiego-Moriya .....	43
<b>2 Bombardowanie jonowe układów warstwowych.....</b>	<b>49</b>
2.1 Oddziaływanie jonów z ciałem stałym .....	50
2.2 Mieszanie balistyczne atomów .....	53
2.3 Efekty termiczne .....	56
2.4 Symulacje Monte-Carlo bombardowania jonowego .....	57
2.5 Wpływ bombardowania jonowego na właściwości magnetyczne.....	58
<b>3 Preparatyka próbek .....</b>	<b>63</b>
3.1 Osadzanie układów warstwowych.....	64
3.1.1 Osadzanie warstw metalicznych metodą rozpylania magnetronowego .....	65
3.1.2 Osadzanie warstw NiO z wykorzystaniem impulsów światła emitowanego z lasera.....	68
3.2 Strukturyzacja układów warstwowych.....	69
3.2.1 Strukturyzacja topologiczna realizowana z wykorzystaniem bezmaskowej fotolitografii .....	69
3.2.2 Strukturyzacja magnetyczna realizowana z wykorzystaniem zogniskowanej wiązki jonów.....	71

<b>4 Metody pomiarowe .....</b>	<b>75</b>
4.1 Zjawiska magnetoptyczne w ciele stałym.....	75
4.1.1 Zachowanie światła w ośrodku magnetycznym .....	76
4.1.2 Konfiguracja polarna magnetoptycznego efektu Kerrra .....	77
4.1.3 Pomiary procesu przemagnesowania z wykorzystaniem magnetoptycznego magnetometru.....	78
4.1.4 Obserwacja struktury domenowej z wykorzystaniem mikroskopu polaryzacyjnego .....	81
4.2 Budowa i zasada działania mikroskopu sił atomowych.....	84
<b>5 Wpływ warstwy NiO na właściwości magnetyczne warstwy Co w układach warstwowych NiO/Co/Au, NiO/Co/Pt i NiO/Co/NiO .....</b>	<b>89</b>
5.1 Pomiary podstawowych właściwości magnetycznych układów warstwowych NiO/Co/Au, NiO/Co/Pt i NiO/Co/NiO.....	91
5.2 Wpływ procesu wygrzewania i chłodzenia w polu magnetycznym na prostopadłą anizotropię magnetyczną i oddziaływanie exchange-bias w układach NiO/Co/Au i NiO/Co/NiO.....	100
5.3 Wpływ koncentracji stechiometrycznej fazy NiO na oddziaływanie Dzialoshinskiego-Moriya w układzie Pt/Co/NiO.....	107
5.4 Wnioski.....	113
<b>6 Wpływ bombardowania jonami na strukturę międzywierzchni i anizotropię magnetyczną układu warstwowego Ir/Co/Pt .....</b>	<b>115</b>
6.1 Określenie optymalnej grubości warstwy Co układu Ir/Co/Pt przeznaczonego do bombardowania jonowego .....	116
6.2 Właściwości magnetyczne układu Ir/Co/Pt przed i po bombardowaniu jonami Ga <sup>+</sup> .....	118
6.3 Zmiana profili koncentracji układu warstwowego Ir/Co/Pt wywołana bombardowaniem jonami Ga <sup>+</sup> określona za pomocą symulacji Monte-Carlo .....	123
6.4 Wnioski.....	131
<b>Podsumowanie .....</b>	<b>133</b>
<b>Spis stosowanych akronimów.....</b>	<b>135</b>
<b>Spis rysunków.....</b>	<b>139</b>
<b>Spis tabel.....</b>	<b>151</b>
<b>Spis literatury .....</b>	<b>153</b>

## Wprowadzenie

Cienkie warstwy magnetyczne są od wielu lat przedmiotem intensywnych badań, ponieważ znajdują wiele zastosowań, w szczególności do przechowywania i przetwarzania informacji [1]. W ostatnim czasie znacząco wzrosło zapotrzebowanie na pamięci masowe o wysokiej gęstości zapisu. Spowodowało ono rozwój technologii cienkowarstwowych pozwalający uzyskać znaczący wzrost gęstości zapisu poprzez zastosowanie układów z silną prostopadłą anizotropią magnetyczną (PMA, z ang. *perpendicular magnetic anisotropy*) [2], w których ustawienie momentów magnetycznych w bitach skierowane jest prostopadle do powierzchni dysku. Jednym ze sposobów wyindukowania lub wzmocnienia tego rodzaju anizotropii jest wykorzystanie anizotropii powierzchniowej [3, 4]. Jest ona szczególnie silna, gdy warstwa ferromagnetyka (FM), którym najczęściej jest Co, znajduje się w otoczeniu warstw metali ciężkich (HM, z ang. *heavy metal*) z grupy 5d (np. Au, Pt, Pd) [5–9]. Od niedawna wiadomo również, że takie wzmocnienie można osiągnąć poprzez zastąpienie HM warstwami tlenków metali (MO, z ang. *metal oxides*), np. MgO, AlO<sub>x</sub> [10–14]. Szczególnym przypadkiem warstw MO są warstwy antyferromagnetycznych tlenków metali (AFO, z ang. *antiferromagnetic oxides*), np. NiO, CoO. Wykazano, że wzmacniają one PMA [15], a kluczową rolę w tym procesie odgrywa oddziaływanie typu exchange-bias (EB) [16, 17] obecne na międzywierzchni FM/AFO. Dodatkowo zasugerowano, że taka międzywierzchnia wymusza również oddziaływanie Dzyaloshinskiego-Moriya (DM) [18, 19]. Oddziaływanie to jest obecnie szeroko badane, gdyż przy odpowiednich warunkach pozwala na pojawienie się skyrmionów [20, 21]. Oczekuje się, że układy warstwowe z PMA, w których występują skyrmiony, ze względu na ich dużą stabilność i możliwość kontroli ich ruchu prądem spinowo spolaryzowanym, przyczynią się do powstania nowej generacji pamięci masowych. Biorąc pod uwagę, że oddziaływanie EB w układach warstwowych pozwala stabilizować skyrmiony bez zewnętrznego pola magnetycznego [22], układy z PMA wykazujące równocześnie oddziaływania DM i EB należy uznać za ciekawy i ważny,

z punktu widzenia potencjalnych zastosowań, obiekt badawczy. Uwzględniając, że zarówno anizotropia powierzchniowa jak i oddziaływania EB i DM uwarunkowane są nie tylko materiałami tworzącymi takie układy warstwowe, ale również strukturą międzywierzchni rozdzielających sąsiadujące ze sobą warstwy, do planu realizowanych prac włączono badania dotyczące modyfikacji struktury międzywierzchni poprzez bombardowanie jonowe.

W pierwszej części rozprawy skupiono się na warstwach Co otoczonych warstwami NiO i metalem ciężkim (Au i Pt). Wszystkie te układy przy odpowiednio dobranych grubościach warstwy Co wykazywały PMA i oddziaływanie EB, a głównym celem tych badań było określenie wpływu antyferromagnetycznej warstwy NiO na anizotropię magnetyczną warstw Co oraz w przypadku układu NiO/Co/Pt również jej wpływu na oddziaływanie DM występujące na międzywierzchni Co/NiO.

Druga część pracy dotyczy procesu mieszania balistycznego w obrębie międzywierzchni FM/HM indukowanej bombardowaniem jonowym. Taką modyfikację przeprowadzono dla układu warstwowego Ir/Co/Pt stosując bombardowanie jonami  $\text{Ga}^+$  o energiach  $E_{\text{ion}} = 5, 8 \text{ i } 30 \text{ keV}$  w zakresie dawek ( $F$ ) od  $10^{12}$  do  $10^{15} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$ . Do bombardowania zastosowano zogniskowaną wiązkę jonów (FIB, z ang. *focused ion beam*), a interpretacja wyników eksperymentalnych wsparta została symulacjami Monte-Carlo przy użyciu kodów SRIM (z ang. *The Stopping and Range Ions in Matter*) i TRIDYN (akronim pochodzi od złożenia TRIM (z ang. *The Transport Range and Ions in Matter*) i skrótu DYN (z ang. *Dynamic*)). Celem tych badań było określenie procesów odpowiedzialnych za zmiany właściwości magnetycznych w funkcji energii jonów  $\text{Ga}^+$ .

## *Właściwości magnetyczne układów warstwowych*

Badania właściwości magnetycznych układów cienkowarstwowych w zależności od otoczenia warstwy magnetycznej są przedmiotem zainteresowania od wielu lat. W szczególności dotyczy to układów wykazujących jednocześnie PMA, oddziaływania EB i DM. Wynika to z istotnej roli tych właściwości w zastosowaniach magnetycznych układów warstwowych w technologiach informatycznych związanych z przetwarzaniem i przechowywaniem informacji oraz w urządzeniach spintronicznych i magnonicznych.

Niniejszy rozdział ma na celu omówienie, w oparciu o aktualny stan wiedzy, podstawowych właściwości magnetycznych układów warstwowych. Materiał przedstawiony w tym rozdziale daje podstawy do wyjaśnienia wyników przedstawionych w rozprawie doktorskiej.

### **1.1 Energia swobodna cienkiej warstwy ferromagnetycznej**

Każdy ferromagnetyk, jak również ferromagnetyczny układ warstwowy, dąży do minimalizacji energii swobodnej, co w konsekwencji zapewnia stabilny w czasie rozkład momentów magnetycznych. Wtedy układ znajduje się w swoim lokalnym minimum energii całkowitej ( $E_{\text{total}}$ ). Najważniejszymi wkładami do  $E_{\text{total}}$  rozpatrywanymi w ramach tej rozprawy są:

- energia wymiany pomiędzy momentami magnetycznymi atomów ( $E_{\text{ex}}$ ),
- energia anizotropii magnetokrystalicznej ( $E_{\text{mc}}$ ),
- energia anizotropii kształtu, której źródłem jest energia rozmagnesowania (demagnetyzacji) ( $E_{\text{dem}}$ ),
- energia Zeemana ( $E_{\text{z}}$ ).

Warto zwrócić uwagę, że istotny wpływ na  $E_{\text{total}}$  ma także najbliższe otoczenie warstwy FM, które może prowadzić do pojawienia się dodatkowych wkładów do  $E_{\text{total}}$ . Jednym z nich jest energia anizotropii powierzchniowej ( $E_s$ ), która poprzez kontakt warstwy HM z warstwą FM (np. Au/Co, Pt/Co, Ir/Co) może faworyzować ustawienie wektora namagnesowania prostopadle do powierzchni warstwy. Dodatkowo warstwy otaczające warstwę FM, które wykazują silne oddziaływanie spin-orbita prowadzą do pojawienia się wkładu związanego z międzywierzchniowym oddziaływaniem Dzialoshinskiego-Moriya (iDM, przedrostek „i” w skrócie pochodzi od słowa angielskiego: *interfacial* oznaczającego międzywierzchnię) (Rozdz. 1.4.2.) [21]. Innym przykładem może być warstwa antyferromagnetyka (AF), która poprzez oddziaływanie wymienne pomiędzy spinami (momentami magnetycznymi) warstwy FM i AF na międzywierzchni może wprowadzić jednozwrotową anizotropię magnetyczną, za którą odpowiedzialne jest oddziaływanie EB (Rozdz. 1.4.1.) [16, 17]. Ciekawym przykładem warstw otaczających warstwę FM są AFO, gdyż są źródłem zarówno PMA, oddziaływań EB jak i iDM [23–25]. Dlatego są aktualnie ważnym i ciekawym obiektem badań. Biorąc pod uwagę wszystkie wymienione wyżej wkłady, energia  $E_{\text{total}}$  badanych próbek ma następującą postać:

$$E_{\text{total}} = E_{\text{ex}} + E_Z + E_{\text{mc}} + E_{\text{dem}} + E_s + E_{\text{EB}} + E_{\text{DM}}. \quad (1.1)$$

Wyrażenie na  $E_{\text{total}}$  może być rozszerzone również o człon związany z magnetostrykcją (lub z jego odwrotnym efektem), czyli energią odgrywającą znaczącą rolę w momencie, gdy na układ zaczynają działać siły skręcające i/lub ściskające w wyniku przyłożonego pola magnetycznego. Opis tego zjawiska został pominięty w tym rozdziale, ponieważ nie badano go.

### 1.1.1 Energia wymiany

Podstawowym źródłem uporządkowania magnetycznego w materiałach magnetycznych jest oddziaływanie wymiany pomiędzy momentami magnetycznymi sąsiadujących ze sobą atomów, które opisuje  $E_{\text{ex}}$ . W tej pracy skupiono się głównie na uporządkowaniu ferromagnetycznym i antyferromagnetycznym (choć istnieją jeszcze inne uporządkowania, jak np. ferrimagnetyczne, sperimagnetyczne, helimagnetyczne, itp.). Uporządkowanie antyferromagnetyczne i ferromagnetyczne występuje wówczas, gdy energia wymiany pomiędzy momentami magnetycznymi



jest większa od energii cieplnej (termicznej) ( $Q$ ) układu. Dlatego podgrzanie ferromagnetyka do temperatur wyższych niż temperatura Curie ( $T_C$ ) oraz antyferromagnetyka do temperatur wyższych niż temperatura Néela ( $T_N$ ) prowadzi do zaniku uporządkowania magnetycznego, czyli przejścia do stanu paramagnetycznego.

Energię wymiany dla ciał stałych dobrze opisuje model Heisenberga:

$$E_{\text{ex}} = - \sum_{i,j}^N J_{i,j} (\vec{S}_i \cdot \vec{S}_j), \quad (1.2)$$

gdzie  $J_{i,j}$  jest całką wymiany a  $\vec{S}_i$  i  $\vec{S}_j$  to spiny sąsiadujących ze sobą atomów materiału magnetycznego [26]. Jeśli  $J_{i,j} > 0$  to spiny są ustawione równolegle ( $\uparrow\uparrow$ ), co odpowiada stanowi ferromagnetycznemu (wówczas wypadkowy moment magnetyczny jest niezerowy). Natomiast w odwrotnej sytuacji, czyli  $J_{i,j} < 0$ , spiny te ułożone są antyrównolegle ( $\uparrow\downarrow$ ), co odpowiada stanowi antyferromagnetycznemu, który wykazuje zerowy wypadkowy moment magnetyczny.

Z wartości  $J_{i,j}$  wynika stała wymiany, która opisuje gęstość energii wymiany pomiędzy sąsiadującymi ze sobą spinami [27]:

$$A \approx J_{i,j} S^2 Z_c / a_0, \quad (1.3)$$

gdzie  $Z_c$  jest liczbą atomów na jednostkę komórki – jeden atom dla kubicznej prostej, dwa atomy dla przestrzennie centrowanej i trzy atomy dla ściennie centrowanej (fcc, z ang. *face-centered cubic*) komórki;  $a_0$  jest stałą sieciową.

### 1.1.2 Energia Zeemana

Oddziaływanie pomiędzy lokalnym wektorem namagnesowania ( $\vec{M}$ ) próbki a zewnętrznym polem magnetycznym ( $\vec{H}_{\text{ext}}$ ) opisuje energia Zeemana:

$$E_Z = - \mu_0 \int_V \vec{M} \cdot \vec{H}_{\text{ext}} dV, \quad (1.4)$$

gdzie  $\mu_0$  jest przenikalnością magnetyczną próżni ( $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$  H/m), a  $V$  jest objętością materiału ferromagnetycznego. Całkując tę energię po objętości  $V$ , otrzymuje się następujące wyrażenie:

$$E_Z = - M_S |\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}}| \cos\vartheta, \quad (1.5)$$

gdzie  $M_S$  jest namagnesowaniem nasycenia charakterystycznym dla określonego materiału ferromagnetycznego, a  $\vartheta$  jest kątem pomiędzy wektorem namagnesowania

$\vec{M}$  a wektorem  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}}$ . Z warunku na minimum energii  $\partial_{\vartheta} E_Z = 0$  i  $\partial_{\vartheta}^2 E_Z > 0$  wynika, że energia Zeemana osiąga minimalną wartość dla  $\vec{M}$  równoległego do  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}}$ .

## 1.2 Anizotropia magnetyczna

Jak wspomniano wcześniej jednym ze składników  $E_{\text{total}}$  jest energia związana z anizotropią magnetyczną. Jest to ważna właściwość materiału, która przy braku zewnętrznego pola magnetycznego określa uprzywilejowane kierunki orientacji  $\vec{M}$ . Są to tzw. kierunki łatwego magnesowania (łatwe osie). Jakiegokolwiek odchylenie wektora  $\vec{M}$  od tej osi wiąże się ze wzrostem energii opisanej w następujący sposób:

$$E_A = K f(\theta_1, \theta_2, \theta_3), \quad (1.6)$$

gdzie  $K$  jest stałą anizotropii magnetycznej,  $f$  jest pewną funkcją wektora  $\vec{M}$  zależną od kosinusów kierunkowych kątów  $\theta_1, \theta_2, \theta_3$ . Minimum energii opisanej wzorem (1.6.) bez udział zewnętrznego pola magnetycznej ( $\mu_0 H_{\text{ext}} = 0$ ) pozwala określić kierunek łatwej osi. Z kolei maksimum tej energii pozwala wyznaczyć kierunek osi trudnej. Znając wartość  $E_A$ , przy założeniu, że na rozpatrywany układ nie oddziałują dodatkowe czynniki, można określić pracę (wykonaną przez  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}}$ ) potrzebną do zmiany kierunku wektora  $\vec{M}$  z kierunku odpowiadającego osi łatwej na kierunek osi trudnej (patrz również rozdział 1.2.5. poświęcony modelowi Stonera-Wohlfhartha).

W przypadku badanych układów cienkowarstwowych energię  $E_A$  można wyrazić w następujący sposób:

$$E_A = K_1 \sin^2 \beta + K_2 \sin^4 \beta, \quad (1.7)$$

gdzie  $\beta$  jest kątem pomiędzy wektorem namagnesowania  $\vec{M}$  a normalną do płaszczyzny warstw.  $K_1$  i  $K_2$  są odpowiednio stałymi anizotropii magnetycznej pierwszego i drugiego rzędu. Anizotropia magnetyczna  $K_1$  jest związana z przyczynkami objętościowymi ( $K_V$ ), takimi jak anizotropia magnetokrystaliczna, anizotropia kształtu i anizotropia związana z naprężeniem (magnetostrykcją) oraz przyczynkami powierzchniowymi ( $K_S$ ). Z kolei, w pracy [28] wymieniono trzy główne mechanizmy odpowiedzialne za pojawienie się anizotropii magnetycznej  $K_2$ . Pierwszą z nich jest tzw. jednoczesne występowanie anizotropii jednoosiowej pochodzącej od międzywierzchni i anizotropii magnetokrystalicznej [29] (w pracy [28] jest to określone jako mieszanina tych dwóch rodzajów anizotropii). Drugi mechanizm jest

związany z osłabieniem energii wymiany  $E_{\text{ex}}$  w momencie, kiedy zaczyna rosnąć grubość warstwy FM [30]. Ostatni, trzeci, mechanizm jest związany z tzw. przestrzenną niestabilnością anizotropii pierwszego rzędu  $K_1$  [31]. Na podstawie wyników badań prezentowanych w literaturze można zauważyć, że obecność niezerowej wartości  $K_2$  powoduje pojawienie się anizotropii magnetycznej typu łatwy stożek w sytuacji, gdy układ znajduje się blisko reorientacji spinowej (SRT, z ang. *spin reorientation transition*) [32]. W przypadku magnetycznych układów warstwowych reorientacja spinowa zazwyczaj dotyczy zmiany położenia łatwej osi od kierunku prostopadłego do powierzchni warstwy do sytuacji, gdy oś łatwa leży w płaszczyźnie warstwy FM. Dla takich układów czasami obserwuje się szeroki zakres przejścia SRT w funkcji grubości warstwy FM [28, 33].

Przyjmuje się, że jeśli  $K_1 > 0$ , to oś łatwa jest zorientowana wzdłuż normalnej do płaszczyzny warstwy. Taką anizotropię magnetyczną nazywamy PMA. Natomiast w sytuacji, gdy  $K_1 < 0$ , to oś łatwa leży w płaszczyźnie warstwy. W przypadku, gdy nie występują czynniki wyróżniające kierunek w płaszczyźnie, to taki stan określa się jako anizotropię typu łatwa płaszczyzna (EMA, z ang. *easy-plane magnetic anisotropy*). W przeciwnym przypadku gdy jest wyróżniony kierunek w płaszczyźnie warstwy, to anizotropia taka nazywana jest anizotropią w płaszczyźnie.

W rozdziale poświęconym energii swobodnej magnetycznych układów warstwowych (Rozdz. 1.1.) wymienione zostały różne przyczynki determinujące anizotropię magnetyczną. Najważniejsze z nich omówione są w kolejnych podrozdziałach.

### 1.2.1 Anizotropia magnetokrystaliczna

Anizotropia magnetokrystaliczna jest ważnym przyczynkiem do  $E_{\text{total}}$  w materiałach magnetycznych o budowie krystalicznej. Za ten rodzaj anizotropii odpowiada oddziaływanie spin-orbita, czyli oddziaływanie momentu spinowego elektronów z orbitalnym momentem atomowym. Następnie w wyniku oddziaływania kulombowskiego orbitalne momenty atomowe oddziałują z siecią krystaliczną [34]. W konsekwencji wyróżnić można łatwe osie anizotropii, które są ściśle związane z kierunkami krystalograficznymi, pod warunkiem, że inne czynniki są zanedbywalne.

W przypadku materiałów, które nie wykazują uporządkowania krystalograficznego (materiały amorficzne) lub nie posiadają wyróżnionej orientacji krystalograficznej krystalitów (materiały polikrystaliczne bez tekstury) anizotropia magnetokrystaliczna jest zanedbywalna.

### 1.2.2 Anizotropia kształtu

Anizotropia kształtu jest ściśle związana z rozkładem pola magnetycznego rozmagnesowania ( $\mu_0 \vec{H}_{\text{dem}}$ ). Źródłem tego pola są bieguny magnetyczne występujące na powierzchni materiału w wyniku nieciągłości wektora namagnesowania  $\vec{M}$ , tj., gdy  $\nabla \cdot \vec{M} \neq 0$ . Rozkład  $\mu_0 \vec{H}_{\text{dem}}$  w otoczeniu warstwy FM jest zależny od jej kształtu. Opisuje to energia rozmagnesowania:

$$E_{\text{dem}} = -\frac{1}{2} \mu_0 \int_V \vec{M} \cdot \vec{H}_{\text{dem}} dV. \quad (1.8)$$

Zaś  $\vec{H}_{\text{dem}}$  można opisać korzystając z zależności:

$$\vec{H}_{\text{dem}} = -\mathcal{N} \vec{M}, \quad (1.9)$$

gdzie  $\mathcal{N}$  jest tensorem zależnym od kształtu rozpatrywanego materiału i opisuje się go w następujący sposób:

$$\mathcal{N} = \begin{pmatrix} \mathcal{N}_a & 0 & 0 \\ 0 & \mathcal{N}_b & 0 \\ 0 & 0 & \mathcal{N}_c \end{pmatrix}. \quad (1.10)$$

W wyrażeniu 1.10.  $\mathcal{N}_a$ ,  $\mathcal{N}_b$  i  $\mathcal{N}_c$  znajdujące się na diagonalnej są wartościami powiązanymi z trzema głównymi kierunkami przestrzennymi, a całkowity ślad tego tensora wynosi  $4\pi$ . Warstwę FM można traktować jako dwuwymiarowy obiekt, stąd można przyjąć, że czynniki  $\mathcal{N}_a$  i  $\mathcal{N}_b$  wynoszą zero, a  $\mathcal{N}_c = 4\pi$ . Ostateczna postać wzoru (1.8.) dla warstw o jednostkowej objętości ma następującą postać:

$$E_{\text{dem}} = 2\pi \mu_0 M_S^2 \cos^2 \beta. \quad (1.11)$$

Na podstawie wzoru (1.11.) można wywnioskować, że w przypadku cienkiej warstwy FM (czyli takiej, gdy wymiary w płaszczyźnie warstwy są znacznie większe od grubości warstwy)  $E_{\text{dem}}$  faworyzuje ułożenie wektora  $\vec{M}$  w jej płaszczyźnie niezależnie od grubości warstwy. Tym samym dla materiałów wykazujących duże wartości  $M_S$  (np. metale 3d) ten rodzaj anizotropii jest zazwyczaj dominujący.

### 1.2.3 Anizotropia powierzchniowa

W cienkich warstwach, a w szczególności w warstwach wielokrotnych, poza kształtem, ważnym czynnikiem decydującym o orientacji osi łatwej są również przyczynki powierzchniowe, które zaczynają dominować wraz z redukcją grubości warstwy FM. Niekiedy ten rodzaj anizotropii jest nazywany anizotropią Néela, na cześć francuskiego naukowca L. Néela (laureata Nagrody Nobla), który zaproponował teoretyczny opis mechanizmów odpowiedzialnych za ten rodzaj anizotropii [3]. Pierwsze eksperymentalne potwierdzenie istnienia tego rodzaju anizotropii uzyskał U. Gradmann w 1986 [4].

Występowanie powierzchniowej anizotropii powoduje zazwyczaj ustawienie osi łatwej prostopadle do powierzchni warstwy, a jej źródłem jest złamanie lokalnej symetrii otoczenia atomów warstwy FM zlokalizowanych w bezpośrednim sąsiedztwie międzywierzchni np. FM/HM. Atomy warstwy FM najbliższe międzywierzchni mają inny wkład energetyczny do całkowitej anizotropii niż atomy znajdujące się wewnątrz tej warstwy [5].

W układach wielowarstwowych energia anizotropii powierzchniowej silnie zależy od rodzaju atomów znajdujących się w otoczeniu warstwy FM. W przypadku warstwy Co pokazano, że warstwy HM, takie jak Pt, Pd, Au, znajdujące się w bezpośrednim jej sąsiedztwie mają znaczący wpływ na wzmocnienie anizotropii powierzchniowej [6–9]. Pomiary prowadzone dla układów warstwowych typu  $\text{HM}_1/\text{Co}(t_{\text{Co}})/\text{HM}_2$  w funkcji grubości warstwy Co ( $t_{\text{Co}}$ ) pokazały, że dla tych metali zakres  $t_{\text{Co}}$  odpowiadający występowaniu PMA jest szczególnie duży. Zgodnie z wynikami pracy Nakajima [9], dla układu wielowarstwowego Co/Pt, za ten efekt odpowiedzialna jest hybrydyzacja orbitali 3d atomów Co oraz 5d atomów metali ciężkich. Ten sam mechanizm postulują autorzy pracy [7] w przypadku warstwy Co w otoczeniu warstwy Pd.

Wzmocnienie PMA zaobserwowano również w układach warstwowych, w których warstwa FM jest w otoczeniu warstw MO. W wyniku hybrydyzacji orbitali 3d atomów Co lub Fe oraz orbitali 2p atomów O obecnych na międzywierzchni FM/MO dochodzi do wzmocnienia PMA [12], np. w układzie Pt/Co/ $\text{AlO}_x$  [13]. W pracy [13] wykazano, że wzmocnienie PMA wynika z pojawienia się CoO na międzywierzchni Co/ $\text{AlO}_x$  w wyniku utleniania warstwy Co. Zaś w pracy [14] autorzy wykazali, że mechanizmy wzmocnienia PMA nie powinny ograniczać się tylko do

wspomnianej hybrydyzacji orbitali 3d ferromagnetyków i orbitali 2p atomów O. Zasugerowali, że mechanizmów, które wzmacniają PMA może być o wiele więcej. Jednym z nich może być międzywierzchniowe oddziaływanie EB w układach wykazujących to oddziaływanie z powodu obecności AFO na międzywierzchni FM/AFO. Takimi przykładami mogą być układy Au/Co/NiO [15], CoO/NiO [35] czy układ składający się z  $\text{Co}_{0,33}\text{Ni}_{0,67}\text{O}/[\text{Co}_{0,47}\text{Ni}_{0,53}/\text{Co}_{0,33}\text{Ni}_{0,67}\text{O}]_5$  [36]. W tych przypadkach mechanizmem odpowiedzialnym za wzmocnienie PMA mogą być nieprzyszpilone momenty magnetyczne warstwy FM na międzywierzchni FM/AFO [37]. Ponadto z literatury wiadomo, że obecność warstwy AF (AFO) na międzywierzchni FM/AF(AFO) prowadzi do pojawienia się jednozwrotowej anizotropii magnetycznej [16, 17, 38]. W konsekwencji dochodzi do zwiększenia wartości  $K_s$  stałej anizotropii magnetycznej, co przyczynia się do wzmocnienia PMA.

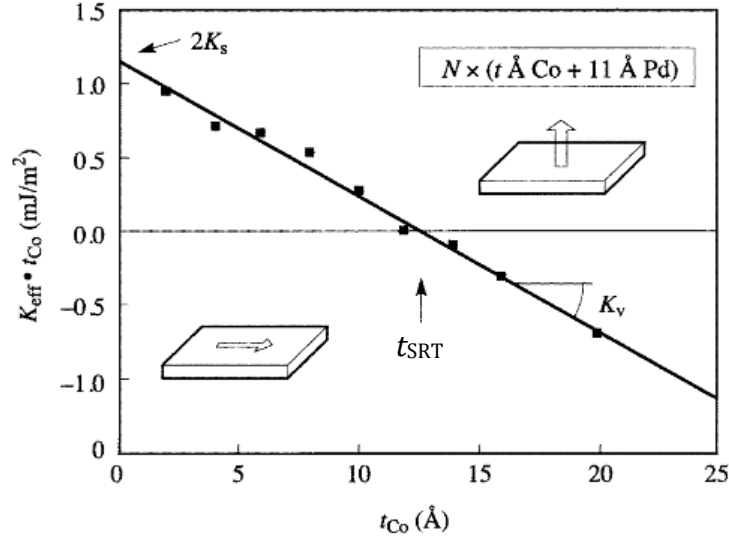
Omawiając anizotropię powierzchniową, należy zaznaczyć, że dla niektórych układów warstwowych (np. Au/Ni, Cu/Ni) anizotropia powierzchniowa jest ujemna. Wówczas faworyzuje ona ułożenie wektora  $\vec{M}$  w płaszczyźnie warstwy FM [5, 39].

Wkład anizotropii powierzchniowej do efektywnej anizotropii jest tym większy im mniejsza jest grubość warstwy FM ( $t_{\text{FM}}$ ). Dlatego dla bardzo cienkich warstw ten rodzaj anizotropii może dominować nad pozostałymi wkładami.

#### 1.2.4 Anizotropia efektywna

Efektywną anizotropię magnetyczną, której źródła omówiono w poprzednich podrozdziałach (Rozdz. 1.2.1.-1.2.3.) można podzielić fenomenologicznie na wkłady związane z objętością ( $K_V = -2\pi\mu_0 M_S^2 + K^*$ ) i powierzchnią ( $K_s$ ) warstwy FM. Warto zwrócić uwagę, że w tym przypadku  $K_V$  zawiera wkład od anizotropii kształtu i inne wkłady ( $K^*$ ) (np. anizotropia magnetokrystaliczna, anizotropia związana z naprężeniem). Oba składniki,  $K_V$  i  $2K_s$ , stanowią wkład do wspomnianej wcześniej stałej anizotropii magnetycznej pierwszego rzędu  $K_1$ , która nazywana jest również stałą anizotropii efektywnej ( $K_{\text{eff}}$ ) ( $K_1$  można opisywać jako  $K_{\text{eff}}$  pod warunkiem, że  $K_1$  ma dominujący udział w  $K_{\text{eff}}$ ) i może być wyrażona jako:

$$K_1 \equiv K_{\text{eff}} = K_V + \frac{2K_s}{t_{\text{FM}}}. \quad (1.12)$$



**Rysunek 1.1:** Liniowe dopasowanie wzoru (1.13.)  $K_{\text{eff}} t_{\text{FM}}$  do punktów eksperymentalnych z pomiarów  $N$ -krotnie powtórzonego układu warstwowego Pd/Co [40].

Ze względu na to, że wkład do powierzchniowej anizotropii pochodzi od obu powierzchni warstwy FM przy  $K_s$  występuje czynnik 2. Taki zapis jest poprawny jedynie wówczas, gdy obie powierzchnie warstwy FM są takie same. W rzeczywistości wkłady zazwyczaj nie są takie same a określenie wartości  $K_s$  niezależnie dla każdej powierzchni nie jest łatwe. Dlatego, w pewnym uproszczeniu, wartość  $K_s$  przyjmuje się jako średnią wartość przyczynku powierzchniowego pochodzącego od dolnej i górnej powierzchni warstwy FM.

W celu wyznaczenia wartości  $K_v$  i  $2K_s$  często korzysta się z przekształcenia wzoru (1.12.) do postaci (1.13.), dopasowując go do danych eksperymentalnych (Rys. 1.1.):

$$K_{\text{eff}} t_{\text{FM}} = K_v t_{\text{FM}} + 2K_s. \quad (1.13)$$

Przy takim zapisie iloczyn  $K_{\text{eff}} t_{\text{FM}}$  jest liniową funkcją  $t_{\text{FM}}$  i pozwala, z dopasowania, wyznaczyć  $K_v$  i  $K_s$  (Rys. 1.1.). Innym ważnym parametrem, który można z tej zależności wyznaczyć jest wartość  $t_{\text{FM}}$ , dla której spełniony jest warunek  $K_{\text{eff}} = 0$ , czyli SRT. Grubość tę określa się w następujący sposób (Rys. 1.1.):

$$t_{\text{SRT}} = -\frac{2K_s}{K_v}. \quad (1.14)$$

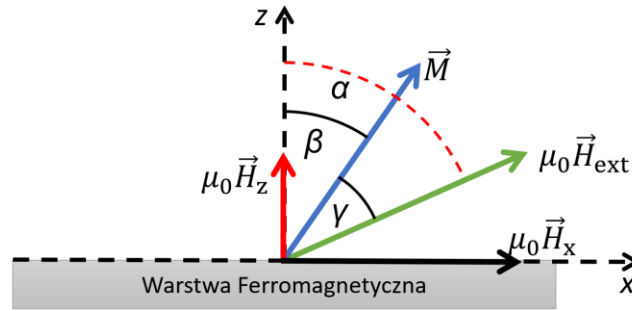
### 1.2.5 Model Stonera-Wohlfartha

Zależność pomiędzy położeniem wektora  $\vec{M}$  a wartością i orientacją  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}}$  dla określonych stałych anizotropii opisuje model Stonera-Wohlfartha (SW) (czasami

określany jako model jednodomenowy, gdyż nie uwzględnia on obecności domen). W modelu tym całkowita energia  $E_{\text{SW}}$  jest zapisana jako suma energii Zeemana (wzór (1.5.)) oraz energii związanej z anizotropią magnetyczną (wzór (1.7.)):

$$E_{\text{SW}} = -M_S |\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}}| \cos(\alpha - \beta) + K_1 \sin^2 \beta + K_2 \sin^4 \beta, \quad (1.15)$$

gdzie  $\alpha$  jest kątem między wektorem  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}}$  a normalną do płaszczyzny. Z kolei  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}}$  jest złożeniem wektora  $\mu_0 \vec{H}_z$  i  $\mu_0 \vec{H}_{x(y)}$  (Rys. 1.2.). Wektor  $\mu_0 \vec{H}_z$  odpowiada polu magnetycznemu przyłożonemu prostopadle do powierzchni próbki, zaś  $\mu_0 \vec{H}_{x(y)}$  odpowiada polu magnetycznemu przyłożonemu równolegle do tej powierzchni.



**Rysunek 1.2:** Graficzne przedstawienie położenia wektora namagnesowania  $\vec{M}$  i wektora pola magnetycznego  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}}$  względem płaszczyzny warstwy ferromagnetycznej.

Minimalizując energię własną układu można określić położenia wektora  $\vec{M}$ .

W tym celu należy rozwiązać równanie 1.15. dla warunków na minimum energii:

$$\partial_\beta E_{\text{SW}} = 0, \quad (1.16)$$

$$\partial_\beta^2 E_{\text{SW}} > 0, \quad (1.17)$$

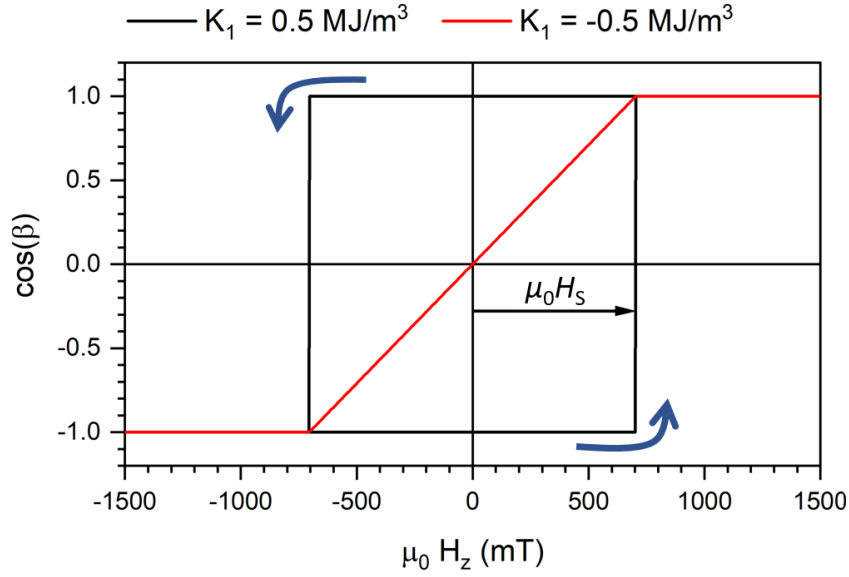
co po obliczeniu daje następujące wyrażenia:

$$-\mu_0 |H_{\text{ext}}| M_S \sin(\alpha - \beta) + (K_1 + K_2 - K_2 \cos(2\beta)) \sin(2\beta) = 0, \quad (1.18)$$

$$\mu_0 |H_{\text{ext}}| M_S \sin(\alpha - \beta) + 2(K_1 + K_2) \cos(2\beta) - 2K_2 \cos(4\beta) > 0, \quad (1.19)$$

które pozwalają określić położenie wektora namagnesowania  $\vec{M}$  w funkcji  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}}$  (tj. zależność  $\cos \beta(\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}})$  opisującą proces magnesowania warstwy).





**Rysunek 1.3:** Obliczone z wykorzystaniem wzorów (1.18.) i (1.19.) krzywe przemagnesowania w funkcji zewnętrznego pola magnetycznego  $\mu_0 H_z$ . Do obliczeń przyjęto: namagnesowanie nasycenia  $M_S = 1,42 \text{ MA/m}$ ,  $K_1 = 0,5 \text{ MJ/m}^3$  (czarna krzywa) i  $K_1 = -0,5 \text{ MJ/m}^3$  (czerwona krzywa). Dla uproszczenia rachunków  $K_2 = 0$ . Na wykresie zaznaczono wartość pola magnetycznego  $\mu_0 \vec{H}_S$  potrzebnego do ustawienia  $\vec{M}$  w kierunku  $\mu_0 \vec{H}_z$ . Dla  $K_1 > 0$  ( $K_1 < 0$ ) kierunek z jest kierunkiem łatwego (trudnego) magnesowania. Niebieskimi strzałkami oznaczono schematycznie kierunek zmian wartości  $\cos(\beta)$  w funkcji  $\mu_0 H_z$  dla przypadku  $K_1 = 0,5 \text{ MJ/m}^3$ .

Dla  $\alpha=0$  i  $K_2=0$  wzory (1.18.) i (1.19.) upraszczają się i pozwalają na numeryczne obliczenie krzywej przemagnesowania (pętli histerezy). Tak obliczone pętle histerezy można porównać z wynikami doświadczalnymi, które w przypadku tej pracy były mierzone magnetometrem wykorzystującym polarny magnetoptyczny efekt Kerra (P-MOKE, z ang. *polar magneto-optical Kerr effect*) (Rozdz. 4.1.). W tych pomiarach sygnał mierzony w funkcji  $H_z$  jest proporcjonalny do składowej  $\vec{M}$  równoległej do osi z. Obliczone numerycznie, dla  $K_1 = 0,5 \text{ MJ/m}^3$  (linia czarna) i  $K_1 = -0,5 \text{ MJ/m}^3$  (linia czerwona),  $M_S = 1,42 \text{ MA/m}$  (wartość dla Co), krzywe magnesowania są przedstawione na rys. 1.3. Analizując te zależności można zauważyć, że czarna krzywa magnesowania obliczona dla  $K_1 > 0$  (czyli warstwy z PMA) wykazuje histerezę i ma prostokątny kształt, co jest charakterystyczne dla przemagnesowania wzdłuż łatwej osi. Natomiast czerwona krzywa magnesowania obliczona dla  $K_1 < 0$  (czyli warstwy z osią łatwą w płaszczyźnie) ma przebieg bezhisterezowy (proces zachodzi przez koherentną rotację  $\vec{M}$ ), co jest charakterystyczne dla przemagnesowania w kierunku trudnym.

Na podstawie wzorów (1.18.) i (1.19.) można również wyznaczyć wartość pola  $\mu_0 H_S$  (Rys. 1.3.), która zapewnia orientację  $\vec{M}$  wzdłuż  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}}$  (w rozważanym

przypadku, gdy pomiar jest przeprowadzany w konfiguracji P-MOKE,  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}} = \mu_0 \vec{H}_z$ ) (Rys. 1.3.):

$$\mu_0 H_S = -\frac{2K_1}{M_S}. \quad (1.20)$$

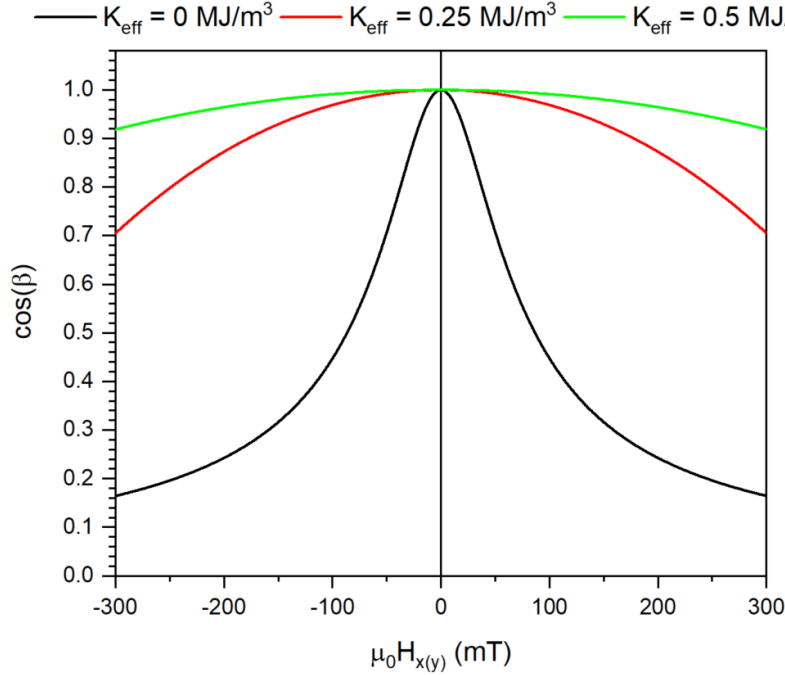
Otrzymane na podstawie wzoru (1.20.) wartości  $\mu_0 H_S$  są takie same dla obu przypadków przedstawionych na rys. 1.3.

Dla czarnej krzywej na rys. 1.3. reorientacja  $\vec{M}$  (o  $180^\circ$ ) zachodzi po zmianie kierunku  $\mu_0 \vec{H}_z$  w polu  $\mu_0 \vec{H}_S$ , które zgodnie z omawianym modelem, odpowiada polu koercji ( $\mu_0 H_C$ )  $\mu_0 H_C = \mu_0 H_S$ . W polu  $\mu_0 H_z = 0$  (stan remanencji)  $\vec{M}$  wykazuje orientację zgodną z kierunkiem  $\mu_0 H_z > \mu_0 H_S$  jakie było przyłożone przed zredukowaniem  $\mu_0 H_z$  do zera. W realnych układach warstwowych  $\mu_0 H_C < \mu_0 H_S$ , co jest związane z obecnością defektów powierzchniowych i sieciowych, a także niezerową temperaturą otoczenia.

Dla przypadku, któremu na rys. 1.3. odpowiada linia czerwona, przemagnesowanie zachodzi wzdłuż kierunku trudnego. Wówczas wraz ze wzrostem  $\mu_0 H_z$ ,  $\vec{M}$  jest wychylany od położenia odpowiadającego łatwej płaszczyźnie w kierunku osi trudnej (równoległej do współrzędnej  $z$ ). W polu  $\mu_0 H_z = \mu_0 H_S$  wektor  $\vec{M}$  przyjmuje orientację zgodną z osią  $z$ . Dla tej sytuacji  $H_S$  określane jest również jako pole anizotropii magnetycznej  $\mu_0 H_K$ . Wartość tego pola pozwala wyznaczyć stałą  $K_1$  na podstawie wzoru (1.20.).

Sposób wyznaczenia wartości  $K_1$  na podstawie pomiarów realizowanych z wykorzystaniem P-MOKE dla warstwy FM wykazującej PMA jest pokazany w pracy [41]. Pomiar ten polega na zmierzeniu krzywej przemagnesowania w polu  $\mu_0 \vec{H}_{x(y)}$  (przyłożonym wzdłuż powierzchni próbki) przy jednoczesnym stosowaniu dodatkowego pola  $\mu_0 \vec{H}_z$  (przykładanego wzdłuż normalnej do płaszczyzny) o stałej wartości. Wartość pola  $\mu_0 \vec{H}_z$  powinna być tak dobrana, aby zapewnić stan jednodomenowy mierzonej warstwy, a tym samym umożliwić stosowanie modelu SW. Korzystając z wzorów (1.18.) i (1.19.), pozwalających określić położenie wektora  $\vec{M}$  (kąt  $\beta$ ), można, na podstawie dopasowania do zmierzonych w taki sposób krzywych magnesowania, określić  $K_1$  i  $K_2$ . Na rys. 1.4. przedstawiono przykładowe krzywe przemagnesowania (zależności  $\cos\beta(\mu_0 \vec{H}_{x(y)})$  obliczone dla  $\mu_0 H_z = 50$  mT). Krzywe te zostały wyznaczone numerycznie rozwiązując równania podane we

wzorach (1.18.) i (1.19.) dla sytuacji  $K_1 = 0$  (czarna krzywa),  $K_1 = 0,25 \text{ MJ/m}^3$  (czerwona krzywa) i  $K_1 = 0,5 \text{ MJ/m}^3$  (zielona krzywa) przy założeniu, że  $K_2 = 0$ .

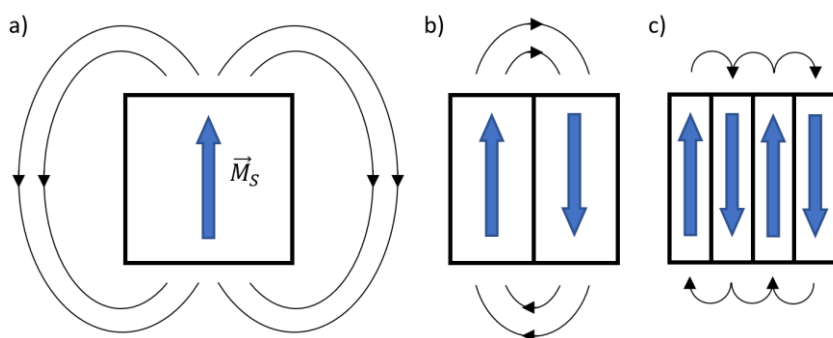


**Rysunek 1.4:** Obliczone numerycznie z wykorzystaniem wzorów (1.18.) i (1.19.) krzywe magnesowania w funkcji pola  $\mu_0 H_{x(y)}$  przykładanego wzdłuż płaszczyzny warstwy przy udziale dodatkowego pola  $\mu_0 H_z = 50 \text{ mT}$ . W obliczeniach przyjęto  $M_s = 1,42 \text{ MA/m}$  i  $K_1 = 0 \text{ MJ/m}^3$  (czarna krzywa),  $K_1 = 0,25 \text{ MJ/m}^3$  (czerwona krzywa) i  $K_1 = 0,5 \text{ MJ/m}^3$  (zielona krzywa) oraz założono, że  $K_2 = 0$ .

### 1.3 Domeny magnetyczne i ściany domenowe

Domena magnetyczna jest to obszar, w którym momenty magnetyczne mają ten sam kierunek i zwrot. To zapewnia minimum energii wymiany wewnątrz domeny. W sytuacji, gdy w materiale ferromagnetycznym wszystkie momenty magnetyczne są zorientowane w tym samym kierunku, to wówczas taki materiał wykazuje stan jednodomenowy (Rys. 1.5. a). W ferromagnetyku taki stan występuje wówczas, gdy pole magnetyczne jest większe niż  $\mu_0 H_s$  ( $\mu_0 H_{\text{ext}} > \mu_0 H_s$ ). Ten stan również można osiągnąć, gdy rozmiary cząstki ferromagnetycznej są mniejsze od szerokości ściany domenowej [42]. W tym stanie ferromagnetyk jest źródłem pola magnetycznego, które powoduje wzrost  $E_{\text{dem}}$  (wzór (1.8.)). Podział na mniejsze domeny pozwala zminimalizować  $E_{\text{dem}}$  (Rys. 1.5. b-c). Dla warstwy z anizotropią jednoosiową (np. wykazującej PMA) orientacja namagnesowania w sąsiednich domenach jest wzajemnie antyrównoległa, a kierunek jest zgodny z kierunkiem osi łatwej, co zapewnia minimalizację energii związanej z anizotropią. Wówczas pomiędzy takimi

domenami można wyróżnić obszary, w których momenty magnetyczne zmieniają swoją orientację w sposób płynny, a ich kierunki nie są zgodne z kierunkiem osi łatwej. Takie obszary nazywa się ścianami domenowymi, a ich obecność powoduje wzrost energii wymiany i anizotropii.



**Rysunek 1.5:** Schematyczne przedstawienie rozkładu pól magnetycznych wokół warstwy FM w stanie jednodomenowym (a) i z podziałem na domeny magnetyczne (b, c).

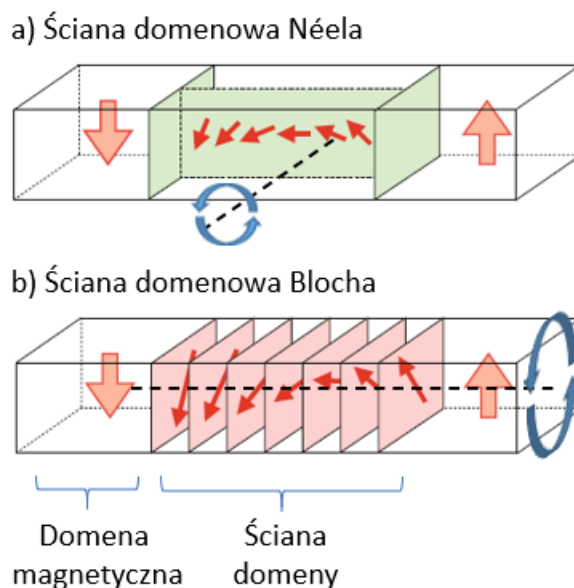
### 1.3.1 Struktura ściany domenowej Néela i Blocha

W magnetycznych układach cienkowarstwowych występują dwa główne typy ścian domenowych. Są to ściany domenowe Néela i Blocha (Rys. 1.6.). Różnią się one kierunkiem osi rotacji momentów magnetycznych. W ścianie domenowej typu Néela, rotują wzdłuż płaszczyzny prostopadłej do płaszczyzny ściany domenowej. Natomiast w ścianie domenowej Blocha momenty magnetyczne rotują w płaszczyźnie równoległej do płaszczyzny domeny. Rodzaj ściany domenowej zależy od energii ściany domenowej ( $\sigma_{DW}$ ), która związana jest z jej obecnością. Zależności energii obu typów ścian domenowych od grubości warstwy FM wykazującej anizotropię magnetyczną w płaszczyźnie (Rys. 1.7.) pokazują, że istnieje pewna graniczna grubość warstwy FM, poniżej której powstają ściany domenowe typu Néela, a powyżej której ściany domenowe Blocha [43]. Dla warstw FM faworyzujących prostopadłe ułożenie momentów magnetycznych sytuacja jest odwrotna. Przedstawiona na rys. 1.7. powierzchniowa energia ściany domenowej Blocha definiowana jest jako:

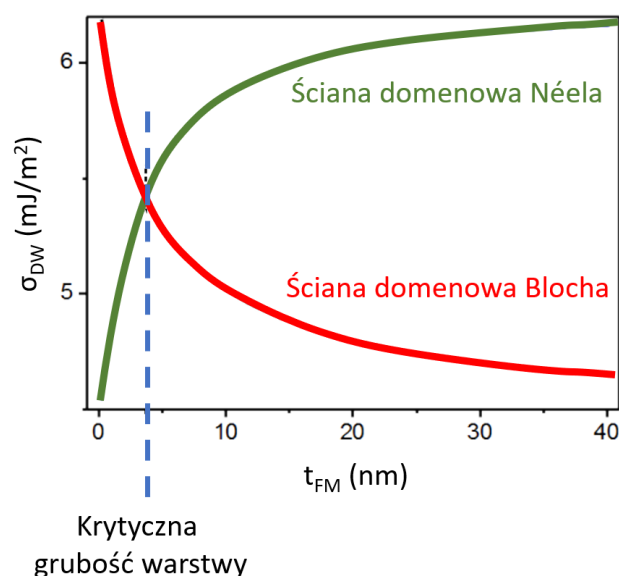
$$\sigma_0 = 2\pi\sqrt{A K_{\text{eff}}}, \quad (1.21)$$

a jej szerokość opisuje zależność:

$$\Gamma = \sqrt{A/K_{\text{eff}}}. \quad (1.22)$$



**Rysunek 1.6:** Ilustracja struktury ściany domenowej a) Néela i b) Blocha. Czarną przerywaną kreską zaznaczono osie obrotu momentów magnetycznych wewnątrz ściany domenowej (na podstawie rysunku zamieszczonego w [44]).



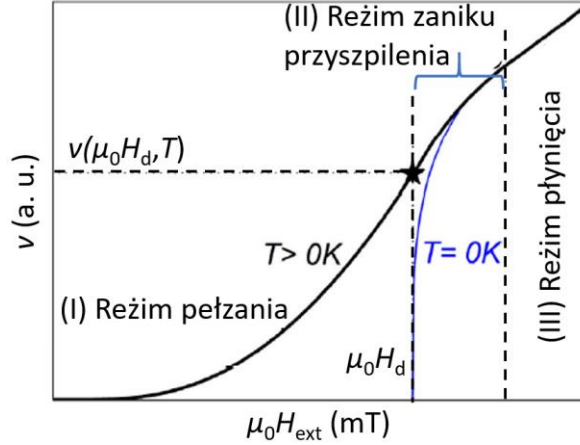
**Rysunek 1.7:** Zależność energii  $\sigma_{DW}$  od grubości warstwy FM, która wykazuje anizotropię magnetyczną w płaszczyźnie. Czerwona i zielona krzywa reprezentują odpowiednio energię ściany domenowej Blocha (wzór (1.21.)) i energię ściany domenowej Néela. Niebieska pionowa przerywana kreska wyznacza graniczną grubość warstwy, poniżej której powstaje ściana domenowa Néela, a powyżej formuje się ściana domenowa Blocha. Rysunek został wykonany na podstawie pracy [43].

Należy podkreślić, że trudno jest jednoznacznie określić szerokość ściany domenowej, co wynika z płynnej zmiany kierunku momentu magnetycznego w ścianie. Istnieje kilka sposobów na wyznaczenie szerokości ściany domenowej [45]. Wszystkie definicje pokazują, że szerokość ściany domenowej Blocha maleje wraz ze wzrostem anizotropii magnetycznej, przy czym jej energia rośnie (wzór (1.21.)) [46]. Wynika z tego, że przy formowaniu ściany domenowej dochodzi do konkurencji

między energią  $E_{\text{ex}}$  (zależnej od stałej wymiany  $A$  (wzory (1.2.) i (1.3.))) a energią  $E_A$ . Energia  $E_{\text{ex}}$  sprzyja powstawaniu szerokich ścian, ponieważ sąsiadujące ze sobą w ścianie domenowej momenty magnetyczne dążą do równoległego względem siebie ustawienia. Natomiast minimalizacja energii związanej z anizotropią magnetyczną wymusza ustawienie momentów magnetycznych zgodnie z kierunkiem osi łatwej, a to prowadzi do powstawania wąskich ścian.

### 1.3.2 Ruch ściany domenowej w polu magnetycznym

Jednym z ważnych, ze względu na zastosowania, parametrów charakteryzujących warstwę FM jest prędkość propagacji ściany domenowej. Ponadto obserwacja propagacji ściany domenowej pod wpływem pola magnetycznego pozwala m. in. określić wartość oddziaływania DM [47–49] (oddziaływanie to jest szerzej omówione w następnym rozdziale). Zazwyczaj ruch ściany domenowej podyktowany jest przez fluktuacje termiczne, czy oddziaływania wymienne i defekty materiału oraz przez zewnętrzne czynniki takie jak pole magnetyczne [50], prąd spinowo spolaryzowany lub spinowy [51]. Ruch ściany domenowej pod wpływem  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}}$  uwarunkowany jest oddziaływaniem wymiennym pomiędzy sąsiednimi momentami magnetycznymi ściany domenowej i domeny. Ruch ten związany jest ze wzrostem domen, które mają namagnesowanie zorientowane zgodnie z  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}}$ . Odbywa się to kosztem domen o przeciwnej orientacji namagnesowania. Dla warstw wykazujących PMA namagnesowanie w domenach skierowane jest wzdłuż osi łatwej, czyli wzdłuż normalnej do warstwy (wówczas  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}} = \mu_0 \vec{H}_z$ ). Pod wpływem  $\mu_0 \vec{H}_z$  zachodzi wzrost powierzchni domen wykazujących zwrot  $\vec{M}$  zgodny z  $\mu_0 \vec{H}_z$  we wszystkich kierunkach w płaszczyźnie warstwy. Dla warstw z PMA procesy te można badać korzystając np. z mikroskopu polaryzacyjnego zapewniającego kontrast magnetyczny dzięki polarnemu magnetooptycznemu efektowi Kerra.



**Rysunek 1.8:** Zależność prędkości ruchu ściany domenowej od wartości przyłożonego pola magnetycznego dla temperatur  $T > 0$  (czarna krzywa) oraz dla  $T = 0$  (niebieska krzywa). Ruch dla  $T > 0$  można podzielić na trzy reżimy: (I) pełzania dla  $\mu_0 H_{\text{ext}} < \mu_0 H_d$ , (II) zaniku przyszpilenia, oraz (III) płynięcia dla  $\mu_0 H_{\text{ext}} > \mu_0 H_d$  (wykres pochodzi z pracy [52]).

Rys. 1.8. przedstawia wykres zależności prędkości ściany domenowej od zewnętrznego pola magnetycznego ( $v(\mu_0 H_{\text{ext}})$ ). Pozwala ona na wyróżnienie trzech reżimów ruchu ściany domenowej dla temperatur  $T > 0$  K (czarna krzywa). Dwa pierwsze reżimy są rozgraniczone polem magnetycznym  $\mu_0 H_d$  zwanym polem zaniku przyszpilenia (z ang. *depinning field*). Pierwszy reżim występujący dla pól magnetycznych spełniających warunek  $\mu_0 H_{\text{ext}} < \mu_0 H_d$  jest określany jako reżim pełzania (z ang. *creep regime*). Pozostałe dwa są nazywane reżimem zaniku przyszpilenia (z ang. *depinning regime*) i reżimem płynięcia (z ang. *flow regime*). Występują one odpowiednio dla  $\mu_0 H_{\text{ext}} > \mu_0 H_d$  i  $\mu_0 H_{\text{ext}} \gg \mu_0 H_d$  [52, 53]. W literaturze można również spotkać się z dodatkowym reżimem przejściowym pomiędzy reżimem zaniku przyszpilenia a reżimem płynięcia (z ang. *crossover regime*) [54]. Krytyczna wartość  $\mu_0 H_d$  rozgraniczająca reżim pełzania od pozostałych jest zależna od takich parametrów materiałowych jak: energia  $\sigma_{\text{DW}}$ ,  $M_s$ , oraz powierzchniowa gęstość defektów [55].

Na rys. 1.8. przedstawiono również zależności  $v(\mu_0 H_{\text{ext}})$  dla  $T = 0$  K (niebieska krzywa). Wówczas reżim pełzania zanika całkowicie, a proces przemagnesowania, poprzez propagację ściany domenowej, zachodzi w polach wyższych od  $\mu_0 H_d$ . Ponadto dla  $\mu_0 H_d > \mu_0 H_{\text{ext}}$  (reżim II i III) różnica pomiędzy zależnościami  $v(\mu_0 H_{\text{ext}})$  dla  $T = 0$  i  $T > 0$  praktycznie zanika. Świadczy to o tym, że jedynie w reżimie pełzania ruch ściany domenowej jest silnie związany z fluktuacjami termicznymi.

Prędkość ściany domenowej w reżimie pełzania jest opisywana najczęściej w następujący sposób (dla  $\mu_0 H_{\text{ext}} = \mu_0 H_z$  [49, 52–57]):

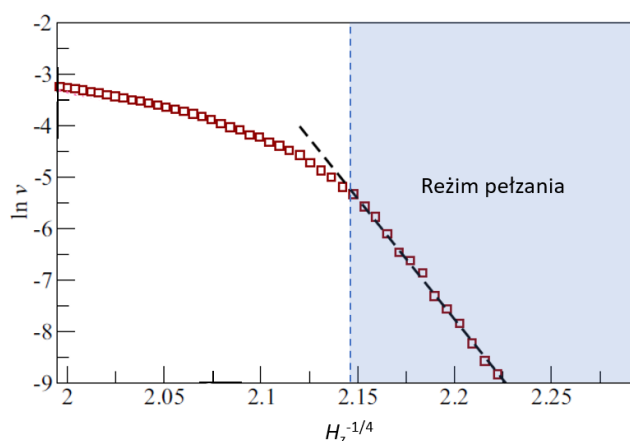
$$v(\mu_0 H_z) = v_0 \exp(\xi \mu_0 H_z^{-\mu}), \quad (1.23)$$

gdzie  $\mu$  to stała pełzania, która dla cienkich warstw magnetycznych wynosi  $\mu=1/4$  [50, 52, 53]. Związku prędkości ściany domenowej w reżimie pełzania z temperaturą  $T$  należy szukać w parametrach  $v_0$  i  $\xi$  występujących we wzorze (1.23.), które są zależne od temperatury otoczenia i parametrów materiałowych warstwy magnetycznej w następujący sposób:

$$v_0 = v(\mu_0 H_d) \exp(T_d/T), \quad (1.24)$$

$$\xi = -\mu_0 H_d^\mu \frac{T_d}{T}, \quad (1.25)$$

gdzie  $T_d$  to charakterystyczna temperatura, która definiuje wysokość efektywnej bariery przyszpilenia ( $U_c = -k_b T_d$ ) [54]. Na podstawie wzoru (1.23.) można zauważyć, że reżim pełzania jest spełniony tylko w zakresie pól magnetycznych zapewniających liniową zależność wartości logarytmów naturalnych z prędkości  $v$  w funkcji  $H_z^{-1/4}$  (Rys. 1.9.).



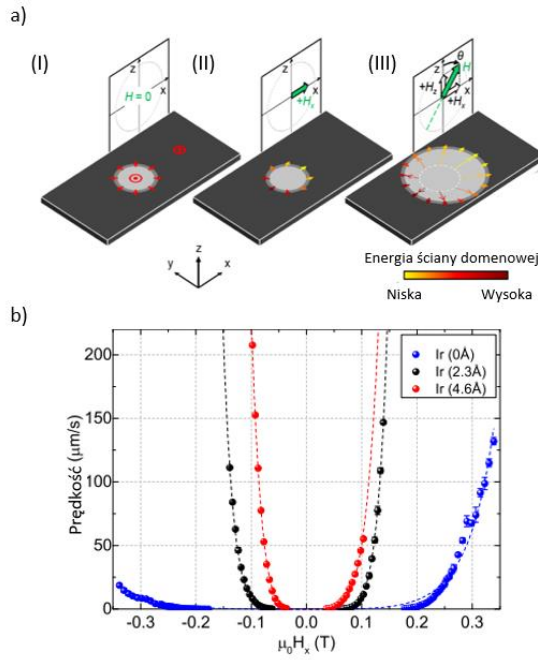
**Rysunek 1.9:** Zależność wartości logarytmu prędkości ściany domenowej od odwrotnej wartości przyłożonego pola magnetycznego. Niebieska przerywana pionowa linia oddziela reżim pełzania od pozostałych reżimów. Czerwone kwadraty reprezentują dane otrzymane z symulacji mikromagnetycznych mumax<sup>3</sup> a czarna przerywana linia jest liniowym dopasowaniem wzoru (1.23.) (wykres pochodzi z pracy [50]).

Sytuacja się zmienia, gdy niezależnie od pola  $\mu_0 \vec{H}_z$  dodatkowo występuje pole  $\mu_0 \vec{H}_{x(y)}$ . Wówczas wypadkowe pole  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}}$  jest zorientowane pod pewnym kątem do osi łatwej. Taka sytuacja prowadzi, jak pokazano w rozdziale 1.2.5., do wychylenia wektora  $\vec{M}$  w domenach od kierunku osi łatwej. Zaobserwowano, że dla pewnych warunków wzrost domen w polu  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}} = \mu_0 (\vec{H}_z + \vec{H}_{x(y)})$  zachodzi asymetrycznie. Przyczyną takiego ruchu jest rozkład momentów magnetycznych w ścianach domenowych typu Néela (Rys. 1.6. a). Jak pokazano na rys. 1.10. a, z jednej strony



domeny magnetycznej w ścianie domenowej spiny skierowane są zgodnie z kierunkiem pola  $\mu_0 \vec{H}_{x(y)}$ , co prowadzi do szybszego ruchu ściany domenowej w tym kierunku, ponieważ obniżeniu ulega energia tego fragmentu ściany. Z przeciwnej strony domeny sytuacja jest odwrotna, co prowadzi do wolniejszej propagacji. Dla takiej sytuacji parametr  $\xi$  we wzorze (1.23.) można wyrazić w następujący sposób [47–49]:

$$\xi(\mu_0 H_x) = \xi(0) [\sigma_{DW}(\mu_0 H_x) / \sigma_0]^\mu. \quad (1.26)$$



**Rysunek 1.10:** Panel (a) przedstawia schematycznie ruch ściany domenowej typu Néela: (I) stan domeny magnetycznej bez udziału zewnętrznego pola magnetycznego, (II) po przyłożeniu pola magnetycznego w płaszczyźnie  $\mu_0 \vec{H}_{x(y)}$  i (III) po przyłożeniu pola magnetycznego  $\mu_0 \vec{H}_{x(y)}$  i  $\mu_0 \vec{H}_z$ . Jasnoszary kolor reprezentuje obszar domeny magnetycznej, ciemno-szarym kolorem oznaczono ścianę domenową, Ciemny kolor oznacza obszar o przeciwnym namagnesowaniu niż domena magnetyczna. Kolory strzałek określają zmiany energii ściany domenowej (zgodnie z paskiem umieszczonym w prawym dolnym rogu panelu (a)) (schemat ten pochodzi z pracy [58]). Panel (b) przedstawia eksperymentalne wartości prędkości ściany domenowej po przyłożeniu impulsu pola magnetycznego  $\mu_0 H_z = 7 \text{ mT}$  w funkcji  $\mu_0 H_{x(y)}$  dla polikrystalicznej warstwy Pt(5 nm)/Co(0,7 nm)/Ir( $t_{Ir}$ )/Pt(3 nm), dla  $t_{Ir} = 0 \text{ nm}$  (niebieskie punkty),  $t_{Ir} = 2,3 \text{ Å}$  (czarne punkty),  $t_{Ir} = 4.6 \text{ Å}$  (czerwone punkty). Przerywana krzywa reprezentuje dopasowanie, wzorem (1.23.) z uwzględnieniem wzoru (1.26.), do punktów eksperymentalnych (wykres pochodzi z pracy [48]).

Na rys. 1.10. a pokazano, jak zachodzi propagacja ściany domenowej typu Néela w zewnętrznym polu magnetycznym  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}} = \mu_0 (\vec{H}_z + \vec{H}_{x(y)})$ . Gdy  $\mu_0 H_z = 0$  i  $\mu_0 H_{x(y)} = 0$  na domenę magnetyczną nie oddziałuje zewnętrzne pole magnetyczne (sytuacja I). W momencie przyłożenia pola magnetycznego w płaszczyźnie  $\mu_0 \vec{H}_{x(y)}$  (sytuacja II) dochodzi do obniżenia wartości  $\sigma_{DW}$  w części ściany domenowej, w której

momenty magnetyczne są zgodne ze zwrotem wektora  $\mu_0 \vec{H}_{x(y)}$ . Natomiast w tej części ściany domenowej, w której momenty magnetyczne zorientowane są antyrównolegle względem  $\mu_0 \vec{H}_{x(y)}$  zachodzi zwiększenie wartości  $\sigma_{DW}$ . W sytuacji, gdy oprócz pola  $\mu_0 \vec{H}_{x(y)}$  występuje pole  $\mu_0 \vec{H}_z$  o zwrocie zgodnym z  $\vec{M}$  w domenie magnetycznej, zachodzi jej niesymetryczny wzrost. W wyniku obniżenia wartości  $\sigma_{DW}$  z jednej strony domeny i podwyższenia z drugiej strony pod wpływem pola  $\mu_0 \vec{H}_{x(y)}$  ruch ściany domenowej zachodzi w taki sposób, że ta część ściany domenowej, która ma niższą energię porusza się szybciej niż ta, która ma wyższą energię (sytuacja III).

Na podstawie prac [59, 60] wyrażenie na energię ściany domenowej w funkcji kąta  $\psi$  i  $\mu_0 H_{x(y)}$  z uwzględnieniem oddziaływania DM można zapisać w następujący sposób:

$$\sigma_{DW}(\mu_0 H_{x(y)}, \psi) = \sigma_0 + 2K_D \Gamma \cos^2 \psi - \pi \Gamma M_S (\mu_0 H_{x(y)} + \mu_0 H_{DM}) \cos \psi, \quad (1.27)$$

gdzie  $K_D$  to gęstość energii anizotropii ściany domenowej opisana wyrażeniem podanym w pracy [61]:

$$K_D = \frac{N_x \mu_0 M_S^2}{2}, \quad (1.28)$$

gdzie  $N_x$  to współczynnik rozmagnesowania ściany domenowej. Natomiast  $\mu_0 H_{DM}$  jest polem magnetycznym pochodzącym od oddziaływania DM [59] i wynosi:

$$\mu_0 H_{DM} = \frac{D}{M_S \Gamma}, \quad (1.29)$$

gdzie  $D = |\vec{D}| \cdot \vec{D}$  to wektor oddziaływania DM (Rozdział 1.4.2.).

Z warunku na minimum zależności opisanej wzorem (1.27.) (czyli  $\frac{\partial \sigma_{DW}(\mu_0 H_{x(y)}, \psi)}{\partial \psi} = 0$ ) kosinus kąta  $\psi_{eq}$  w stanie równowagi wynosi:

$$\cos \psi_{eq} = \frac{\pi M_S (\mu_0 H_{x(y)} + \mu_0 H_{DM})}{4K_D}, \quad (1.30)$$

Wstawiając (1.30.) do wzoru (1.27.) otrzymuje się wyrażenie na powierzchniową energię ściany domenowej  $\sigma_{DW}(\mu_0 H_{x(y)})$ , które przyjmuje postać:

$$\sigma_{DW}(\mu_0 H_{x(y)}) = \sigma_0 - \frac{\pi^2 \Gamma M_S^2}{8K_D} (\mu_0 H_{x(y)} + \mu_0 H_{DM})^2, \quad (1.31)$$

jeśli spełniony jest warunek  $|\mu_0 H_{x(y)} + \mu_0 H_{DM}| < \frac{4K_D}{\pi M_S}$  [47, 48]. W tym przypadku suma wartości pola  $H_x$  i pola związanego z obecnością oddziaływania DM ( $\mu_0 H_{DM}$ ) nie jest w stanie wymusić rotacji momentów magnetycznych w obrębie ściany

domenowej Néela. Natomiast, gdy  $|\mu_0 H_{x(y)} + \mu_0 H_{DM}| > \frac{4K_D}{\pi M_S}$  w układzie występuje ściana Néela, której energię określa zależność:

$$\sigma_{DW}(\mu_0 H_{x(y)}) = \sigma_0 + 2K_D \Gamma - \pi \Gamma M_S |\mu_0 H_{x(y)} + \mu_0 H_{DM}|. \quad (1.32)$$

W szczególnym przypadku, gdy  $\mu_0(H_x + H_{DM}) = 0$  otrzymuje się odpowiednio wyrażenie na energię ściany domenowej Blocha (wzór (1.31.)) i Néela (wzór (1.32.)) i nie występuje asymetria ruchu ściany domenowej. Przykładowy przebieg krzywej prędkości ściany domenowej w funkcji  $\mu_0 H_{x(y)}$  jest przedstawiony na rys. 1.10. b. Na podstawie powyższych wzorów (1.31.) i (1.32.) można stwierdzić, że kierunek asymetrycznej propagacji ściany domenowej w  $\mu_0 \vec{H}_{ext}$  podyktowany chiralnością ściany domenowej, która jest indukowana oddziaływaniem DM.

## 1.4 Oddziaływania wymienne między warstwami

W podrozdziale tym omówiono dwa najważniejsze oddziaływania, DM i EB, występujące w badanych układach warstwowych. Warto wspomnieć, że w wielowarstwach magnetycznych również występują inne rodzaje oddziaływań, takie jak: dipolowe i typu oscylacyjnego RKKY (skrót pochodzi od nazwisk odkrywców: Ruderman–Kittel–Kasuya–Yosida).

### 1.4.1 Oddziaływanie exchange-bias

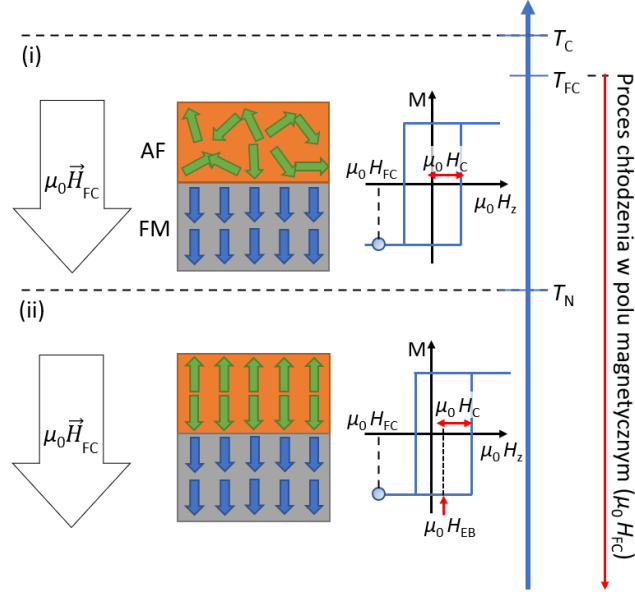
Ważną cechą oddziaływania EB obserwowanego w układach, w których występuje międzywierzchnia FM/AF (lub AF/FM) jest asymetria procesu przemagnesowania (pojawia się przesunięcie środka pętli histerezy względem  $\mu_0 H_{ext} = 0$ ). Efekt ten znalazł wiele zastosowań. Przykładowo wykorzystany był w głowicach odczytu informacji zapisanej na twardych dyskach magnetycznych. Głowice te wykorzystywały zjawisko gigantycznego magnetooporu w strukturach nazywanych zaworami spinowymi. Obecnie w zaworach spinowych najczęściej wykorzystuje się zjawisko tunelowego magnetooporu. Ważnym zastosowaniem zaworów spinowych są pamięci typu MRAM (z ang. *Magnetoresistive Random Access Memory*), czyli magnetooporowe pamięci o swobodnym dostępie, które stanowią zasoby operacyjne komputerów.

Oddziaływanie EB w nanocząstkach Co otoczonych antyferromagnetycznym CoO odkryli Meklejohn i Bean w 1956 r. prowadząc pomiary krzywych torsyjnych wykazujących periodyczność  $2\pi$  (co jest charakterystyczne dla układów z anizotropią jednozwrotową, ferromagnetyki z anizotropią jednoosiową wykazują w tych pomiarach periodyczność  $\pi$ ) oraz pomiary pętli histerezy, które wykazywały przesunięcie środka pętli histerezy o pewną wartość pola magnetycznego, zwanego polem EB ( $\mu_0 H_{EB}$ ) [16]. Wyjaśniono, że źródłem tych efektów jest oddziaływanie na międzywierzchni pomiędzy spinami warstw FM i AF, które dla odpowiednich warunków prowadzi do pojawienia się dodatkowego przyczynku do anizotropii magnetycznej zwanego jednozwrotową anizotropią magnetyczną [17]. Wartość pola  $\mu_0 H_{EB}$  zazwyczaj wyraża się w następujący sposób:

$$\mu_0 H_{EB} = -\frac{J_{EB}}{M_{st_{FM}}}, \quad (1.33)$$

gdzie  $J_{EB}$  to stała wymiany oddziaływania EB występującego na międzywierzchni FM/AF [62].

W celu wyindukowania tego oddziaływania zazwyczaj warstwy nanosi się w zewnętrznym polu magnetycznym  $\mu_0 \vec{H}_{dep}$  lub przeprowadza się tzw. proces chłodzenia (FC, z ang. *field cooling*) w zewnętrznym polu magnetycznym  $\mu_0 \vec{H}_{FC}$  od temperatury  $T > T_N$ . W obu technikach  $\mu_0 \vec{H}_{dep}$  i  $\mu_0 \vec{H}_{FC}$  są skierowane zgodnie z kierunkiem osi łatwej warstwy FM. Gdy temperatura jest w zakresie  $T_C > T > T_N$ , warstwa FM jest w stanie ferromagnetycznym a jej momenty magnetyczne są ustawione zgodnie ze zwrotem  $\mu_0 \vec{H}_{FC}$ , natomiast warstwa AF jest w stanie paramagnetycznym (sytuacja I na rys. 1.11.). Dla tej sytuacji oddziaływanie EB jest nieobecne na międzywierzchni FM/AF, co odpowiada symetrycznej pętli histerezy. Schładzając układ FM/AF poniżej temperatury  $T_N$  w obecności  $\mu_0 \vec{H}_{FC}$  momenty magnetyczne warstwy AF zlokalizowane na międzywierzchni przyjmują kierunek momentów magnetycznych warstwy FM, co powoduje pojawienie się oddziaływania EB. Efekt ten nazywa się przyszpileniem momentów magnetycznych warstwy FM na międzywierzchni FM/AF (sytuacja II na rys. 1.11.). Towarzyszy temu pojawienie się asymetrii pól przełączania. Różnica tych pól podzielona przez dwa determinuje pole  $\mu_0 H_{EB}$ .



**Rysunek 1.11:** Schematyczne przedstawienie zmiany struktury magnetycznej układu warstwowego FM/AF podczas chłodzenia od temperatury  $T_{FC}$  w polu magnetycznym  $\mu_0 \vec{H}_{FC}$  skierowanym wzdłuż kierunku osi łatwej warstwy FM wykazującej PMA (rys. na podstawie opisów w [16, 62, 63]).

W przypadku monokrystalicznych cienkich warstw AF, poniżej pewnej krytycznej  $t_{AF}$ ,  $\mu_0 H_{EB} = 0$ , pomimo iż warstwa ma nadal uporządkowanie AF ( $T < T_N$ ). Dopiero po schodzeniu poniżej tzw. temperatury blokowania  $T_B$  [64], pojawia się  $\mu_0 H_{EB} \neq 0$ . Taki efekt związany jest z anizotropią antyferromagnetyka ( $K_{AF}$ ). Żeby mogło dojść do pojawienia się asymetrii pól przełączających wynikającej z pojawienia się pola  $\mu_0 H_{EB}$ , układu warstwowego  $K_{AF}$  warstwy AF musi być większe od pewnej wartości krytycznej  $K_{AF,crit.}$  [62], która zależy od grubości warstwy AF ( $t_{AF}$ ) i  $J_{EB}$  w następujący sposób:

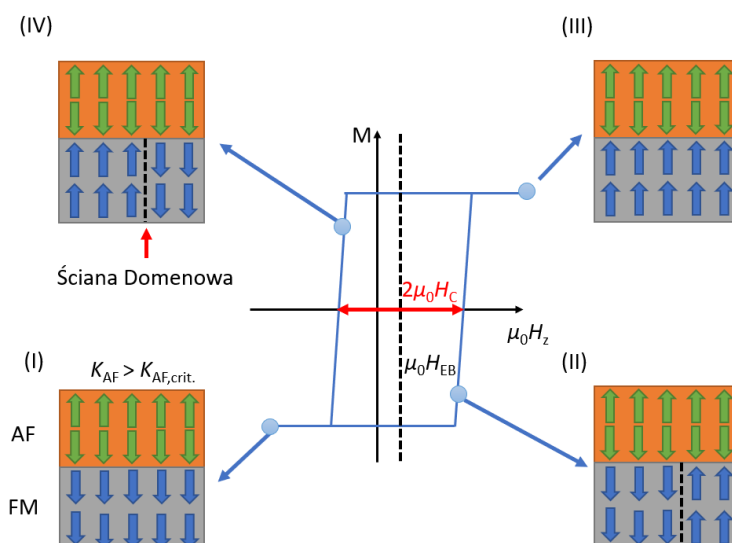
$$K_{AF,crit.} \propto \frac{J_{EB}}{t_{AF}}. \quad (1.34)$$

Spełniając warunek,  $K_{AF} > K_{AF,crit.}$ , dochodzi do przyszpilenia momentów magnetycznych warstwy FM przez momenty magnetyczne warstwy AF na międzywierzchni FM/AF, co prowadzi do pojawienia się  $H_{EB}$ . Wartość  $K_{AF}$  jest zależna od temperatury otoczenia  $T$  [65] w następujący sposób:

$$K_{AF}(T) = K_{AF}(0)(1 - T/T_N), \quad (1.35)$$

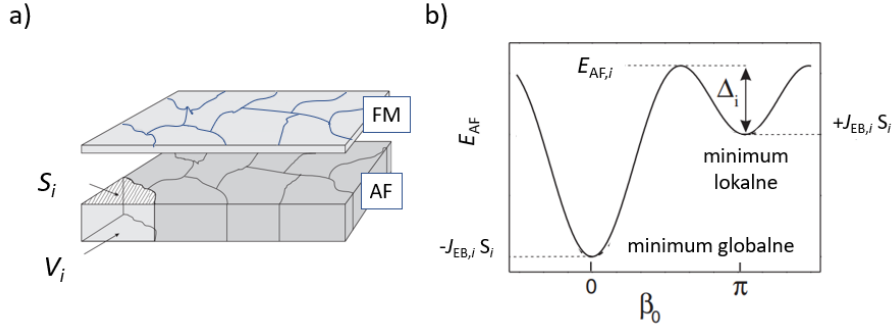
gdzie  $K_{AF}(0)$  to anizotropia magnetyczna warstwy AF dla  $T = 0$  K. Wzór (1.35.) wyjaśnia, że spełnienie warunku  $K_{AF} > K_{AF,crit.}$  jest nie tylko zależne od rodzaju antyferromagnetyka ( $K_{AF}(0)$ ,  $T_N$ ) i grubości  $t_{AF}$ , ale też od temperatury otoczenia  $T$ , w taki sposób, że z obniżaniem  $T$  dochodzi do zwiększenia  $K_{AF}$ . Dlatego dla cienkich warstw AF występuje zakres temperatur  $T_B < T < T_N$ , w którym momenty

magnetyczne warstwy AF na międzywierzchni FM/AF rotują wraz z momentami magnetycznymi warstwy FM a tym samym znika asymetria pól przełączających, co odpowiada warunkowi  $K_{AF} < K_{AF,crit.}$ . Jest to szczególny przypadek obecności oddziaływania EB, przy którym  $\mu_0 H_{EB} = 0$  (w dalszej części tekstu opisano inną możliwość występowania tego stanu). Warto podkreślić, że swobodne momenty magnetyczne warstwy AF na międzywierzchni AF/FM powodują wzrost  $\mu_0 H_c$  w trakcie pomiaru krzywej magnesowania.



**Rysunek 1.12:** Pętla histerezy dla układu AF/FM wykazującego PMA i gdy  $K_{AF} > K_{AF,crit.}$ . Na pętli histerezy wyszczególniono schematycznie cztery różne sytuacje w zależności od wartości i zwrotu pola magnetycznego  $\mu_0 \vec{H}_z$  (rysunek wykonano na podstawie rys. 6. w [62]).

Na rys. 1.12. przedstawiono w schematyczny sposób, zmiany struktury magnetycznej układu AF/FM z PMA i z  $K_{AF} > K_{AF,crit.}$  wywołane polem  $\mu_0 \vec{H}_z$ . W tym przypadku, w polu nasycającym warstwę ferromagnetyka jego momenty magnetyczne są skierowane zgodnie z kierunkiem  $\mu_0 \vec{H}_z$  (sytuacja I i III na rys. 1.12.). Natomiast momenty warstwy AF zlokalizowane na międzywierzchni są zwrócone do powierzchni warstwy FM i nie zmieniają swojej orientacji po przyłożeniu pola  $\mu_0 \vec{H}_z$ . Sytuacja II i IV na rys. 1.12. odpowiada przełączeniu kierunku namagnesowania warstwy FM przez podział na domeny magnetyczne w wyniku zmiany kierunku pola  $\mu_0 \vec{H}_z$ . W wyniku obecności przyszpilających momentów magnetycznych warstwy AF na międzywierzchni proces przemagnesowania, w zależności od zwrotu pola  $\mu_0 \vec{H}_z$ , zachodzi w różnych polach przełączających.



**Rysunek 1.13:** a) schematyczne przedstawienie warstw tworzących międzywierzchnię AF/FM w polikrystalicznym układzie warstwowym. Na tej ilustracji zaznaczono efektywną powierzchnię  $S_i$  styku  $i$ -tego ziarna warstwy AF z warstwą FM na międzywierzchni AF/FM oraz efektywną objętość  $V_i$   $i$ -tego ziarna. b) zmiana energii swobodnej  $E_{AF,i}$   $i$ -tego ziarna w funkcji kąta  $\omega_0$  pomiędzy osią łatwą warstwy FM a orientacją spinów warstwy AF na międzywierzchni (wzór (1.36.)). Rysunek (a) i wykres (b) pochodzą z pracy [66].

W badanych w tej pracy układach warstwę AF stanowiła polikrystaliczna warstwa NiO ( $T_N = 525$  K). Przedstawiony powyżej opis właściwości magnetycznych i procesu przemagnesowania warstw FM/AF jest jednym z wielu modeli, który pozwala w łatwy sposób wyjaśnić pojawienie się i zanik przyszpilenia momentów magnetycznych warstwy FM sprzężonej z monokrystaliczną warstwą AF. Jest to jednak opis niewystarczający w przypadku polikrystalicznych warstw AF. W przypadku polikrystalicznych warstw AF (AFO) występują ziarna o różnej objętości, co ma wpływ na oddziaływanie EB [66]. Opis oddziaływania EB dla takich układów opiera się na założeniu, że poszczególne ziarna warstwy AF w kontakcie z powierzchnią warstwy FM można traktować jako niezależnie od siebie magnetyczne domeny antyferromagnetyczne (Rys. 1.13. a) [66]. To pozwoliło określić energię swobodną  $i$ -tego ziarna warstwy AF w następujący sposób:

$$E_{AF,i} = K_{AF,i} V_i \sin^2(\omega_{0,i}) - J_{EB,i} S_i \cos(\omega_{0,i}) \quad (1.36)$$

gdzie  $V_i$  to efektywna objętość  $i$ -tego ziarna,  $S_i$  to efektywna powierzchnia styku  $i$ -tego ziarna AF z warstwą FM,  $\omega_{0,i}$  jest kątem pomiędzy kierunkiem namagnesowania warstwy FM a orientacją spinów  $i$ -tej domeny warstwy AF. Obliczając tę energię w funkcji kąta  $\omega_{0,i}$  można wyróżnić dwa minima, jedno globalne dla  $\omega_{0,i} = 0$  wynoszące  $-J_{EB,i} S_i$  oraz lokalne dla  $\omega_{0,i} = \pi$  wynoszące  $+J_{EB,i} S_i$  (Rys. 1.13. b). Minima te są oddzielone barierą energetyczną ( $\Delta_i$ ), którą wyraża się w następujący sposób:

$$\Delta_i = K_{AF,i} V_i - J_{EB,i} S_i + \frac{(J_{EB,i} S_i)^2}{K_{AF,i} V_i}. \quad (1.37)$$

Zgodnie z wzorem (1.36.) wszystkie ziarna spełniające warunek  $K_{AF,i} V_i > J_{EB,i} S_i$  (inaczej  $K_{AF,i} > K_{AF,crit,i}$  dla  $i$ -tego ziarna (wzór (1.33.))) posiadają  $\Delta_i > 0$ . Analizując to wyrażenie można zauważyć, że wraz ze wzrostem  $V_i$  dochodzi do zwiększenia  $\Delta_i$ . Wartość  $\Delta_i$  decyduje o energii jaką trzeba dostarczyć do układu, aby możliwa była reorientacja momentu magnetycznego  $i$ -tego ziarna AF znajdującego się w lokalnym minimum do globalnego minimum. Można to osiągnąć dostarczając energię termiczną  $Q$ , która jest proporcjonalna do  $k_B T$  ( $k_B$  to stała Boltzmanna) np. podgrzewając układ przed procesem FC lub bombardując jonami w taki sposób, aby był spełniony warunek  $\Delta_i < Q$ . Należy przy tym pamiętać, że wraz ze wzrostem rozmiaru ziaren AF przyszpilających momenty warstwy FM na międzywierzchni FM/AF, dochodzi do wzrostu wartości  $\Delta_i$ . Zwiększa to stabilność termiczną przyszpilenia warstwy FM przez ziarna AF. Ważnym parametrem wprowadzonym do opisu omawianego modelu jest też parametr definiujący szybkość przejścia momentu magnetycznego z minimum lokalnego do globalnego (oraz na odwrót). Został on pierwotnie opisany w pracy Fulcomera i Charapa z 1972 roku [67] i wyrazić go można jako [66]:

$$1/\tau = v_0 (e^{-\Delta_i/k_B T} + e^{-(\Delta_i + 2J_{EB,i} S_i)/k_B T}), \quad (1.38)$$

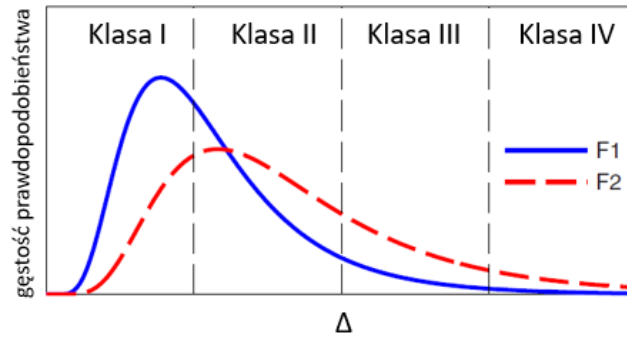
gdzie  $v_0$  jest charakterystyczną szybkością przełączenia momentu magnetycznego ziarna, która jest rzędu  $10^9 \text{ s}^{-1}$  [67]. Skoro w warstwie polikrystalicznej AF istnieje pewien statystyczny rozkład rozmiaru ziaren to można również, na podstawie tego modelu, założyć, że taka warstwa charakteryzuje się rozkładem  $\Delta_i$ . Tym samym cechuje się rozkładem wartości  $1/\tau$ , które są ściśle powiązane z rozmiarem ziarna. Istnienie rozkładu  $1/\tau$  powoduje, że ziarna warstwy AF na międzywierzchni AF/FM można podzielić na cztery klasy (Rys. 1.14.) [68]:

- I. Najmniejsze ziarna, których rozmiary są na tyle małe, że wykazują właściwości superparamagnetyczne [69]. Przy takich rozmiarach ziarna AF wykazują na tyle małą wartość  $\Delta_i$ , że ich momenty magnetyczne mają bardzo krótki czas relaksacji  $\tau$  w stosunku do czasu pomiaru. W efekcie takich fluktuacji termicznych ziarna te są niestabilne magnetycznie oraz nie biorą udziału w oddziaływaniu EB (nie dają wkładu ani do  $H_{EB}$  ani do  $H_C$ ).
- II. Ziarna AF, których momenty magnetyczne posiadają czas relaksacji  $\tau$  na tyle mały w stosunku do czasu pomiaru, że ich momenty magnetyczne są swobodne w taki sposób, że na międzywierzchni AF/FM rotują wraz z momentami magnetycznymi warstwy FM. Tak rotujące momenty



magnetyczne ziaren AF na międzywierzchni AF/FM powodują wzrost wartości  $\mu_0 H_C$ , ale nie powodują pojawienia się jednozwrotowej anizotropii magnetycznej ( $\mu_0 H_{EB} = 0$ ) [70].

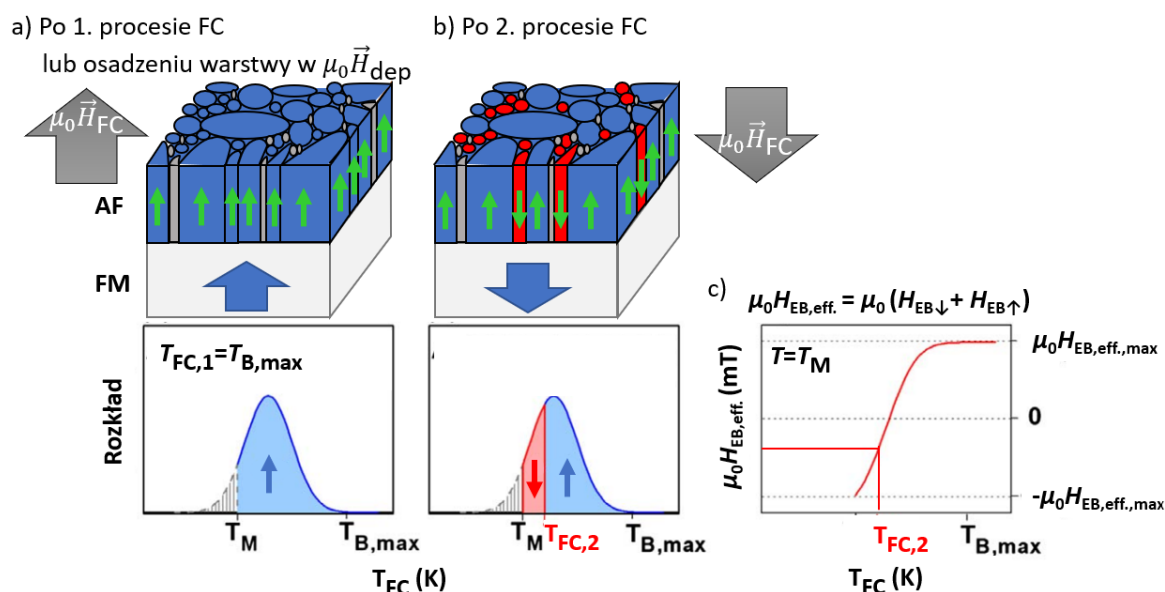
- III. Ziarna, których momenty magnetyczne posiadają czas relaksacji  $\tau$  większy od czasu pomiaru wykazują przyszpilenie momentów magnetycznych warstwy FM na międzywierzchni AF/FM, czyli indukują jednozwrotową anizotropię magnetyczną, co prowadzi do pojawienia się pola  $\mu_0 H_{EB}$ . Zazwyczaj te ziarna posiadają nieuporządkowane momenty magnetyczne, chyba, że przeprowadzi się proces FC lub nanoszenie warstwy w polu magnetycznym. Ziarna takie nazywa się ziarnami przyszpilającymi.
- IV. Ziarna, które mają na tyle dużą wartość  $\Delta_i$ , że ich momenty magnetyczne nie zmieniają swojej orientacji nawet w trakcie procesu FC. W warstwach polikrystalicznych ich ilość jest zazwyczaj niewielka, dlatego ich udział w analizie oddziaływania EB może być pominięty.



**Rysunek 1.14:** Schematyczne przedstawienie rozkładu ziaren w funkcji  $\Delta$  wszystkich ziaren w warstwie polikrystalicznej AF z podziałem na klasy zależne od czasu relaksacji  $1/\tau$  (patrz tekst). F1 i F2 odnoszą się do różnego rozkładu rozmiaru ziaren. Rysunek pochodzi z pracy [68].

Z przeprowadzonej powyżej dyskusji wynika, że polikrystaliczna struktura warstwy AF złożonej z ziaren o zróżnicowanej objętości implikuje rozkład  $T_B$  i  $\Delta$  (wzory (1.37.) i (1.38.)). Na rys. 1.15. przedstawiono schematycznie strukturę i rozkład momentów magnetycznych układu warstwowego FM/AF po dwóch kolejnych procesach FC różniących się kierunkiem pola  $\mu_0 \vec{H}_{FC}$  i wartością  $T_{FC}$ . Zakładamy, że proces FC nie wpływa na strukturę międzywierzchni FM/AF, a warstwa AF złożona jest z ziaren klasy I, II i III. Ułożenie momentów magnetycznych na międzywierzchni FM/AF w przyszpilających ziarnach warstwy AF w pierwszej sytuacji (Rys. 1.15. a) odpowiada stanowi po naniesieniu warstwy AF w zewnętrznym polu magnetycznym lub po procesie FC od temperatury  $T_{FC,1} \geq T_{B,max}$ . W tym

przypadku momenty te podczas schładzania lub osadzania przyjmują w temperaturze pomiaru  $T_M$  orientację zgodną z zewnętrznym polem magnetycznym  $\vec{H}_{\text{dep}}$  lub  $\vec{H}_{\text{FC}}$  (tj. zwrot  $\uparrow$ ). W  $T_M$  część ziaren warstwy AF wykazuje na tyle małą barierę energetyczną, że odpowiadają klasie I i II. Wówczas w  $T_M$  rozważany układ FM/AF (Rys. 1.15. a), wykazuje pewne efektywne pole oddziaływania  $H_{\text{EB,eff}} = -H_{\text{EB,eff,max}}$  (Rys. 1.15. c) pochodzące od ziaren AF klasy III.



**Rysunek 1.15:** Schematyczne przedstawienie warstwy AF złożonej z ziaren na powierzchni warstwy FM wraz kierunkami przyszpilenia (zielona strzałka) na międzywierzchni AF/FM i odpowiadającymi im wykresami rozkładu w funkcji temperatury. Za pomocą strzałki niebieskiej zaznaczono wypadkowy wektor namagnesowania w warstwie FM. Ziarna oznaczone kolorem szarym są ziarnami klasy I i II w temperaturze pomiaru ( $T_M$ ). Niebieskie ziarna są ziarnami klasy III wykazującymi orientację momentów magnetycznych na międzywierzchni FM/AF  $\uparrow$  a czerwone ziarna orientację  $\downarrow$ . Wykres (a) przedstawia rozkład ziaren po pierwszym procesie FC przeprowadzonym od temperatury  $T_{FC,1} = T_{B,max}$  w polu magnetycznym  $\mu_0 \vec{H}_{FC}$  o orientacji  $\uparrow$ , a wykres (b) po drugim procesie FC przeprowadzonym od temperatury  $T_{FC,2}$  w polu magnetycznym  $\mu_0 \vec{H}_{FC}$  o orientacji  $\downarrow$ , gdzie  $T_M < T_{FC,2} < T_{B,max}$ . Wykres (c) przedstawia zależność efektywnego pola  $\mu_0 H_{EB,eff}$  (będącego wypadkową wartością od ziaren wykazujących orientację momentów w warstwie AF  $\downarrow$  i  $\uparrow$  na międzywierzchni AF/FM) w funkcji temperatury, od której prowadzono proces FC.  $T_{FC,1}$  i  $T_{FC,2}$  oznaczają różne temperatury wygrzewania (temperatura, od której wykonuje się proces FC). Zaś  $T_M$ , i  $T_B$  oznaczają odpowiednio temperaturę pomiaru i temperaturę blokowania warstwy AF. Wykresy (a), (b), (c) pochodzą z referencji [71].

Jeżeli proces FC jest prowadzony od niższej temperatury  $T_{\text{FC},2}$  spełniającej warunek  $T_{\text{M}} < T_{\text{FC},2} < T_{\text{FC},1} = T_{\text{B,max}}$  wówczas dla części ziaren klasy III (ziarna oznaczona kolorem czerwonym, rys. 1.15. b), energia termiczna jest większa niż  $\Delta$ . To oznacza, że stają się swobodne (klasa II) w  $T_{\text{FC},2}$  i mogą w wyniku sprzężenia wymiennego ustawić się na międzywierzchni zgodnie z kierunkiem namagnesowania warstwy FM wymuszonym  $\mu_0 \vec{H}_{\text{FC},2}$ , które zorientowane jest przeciwnie do tego jakie

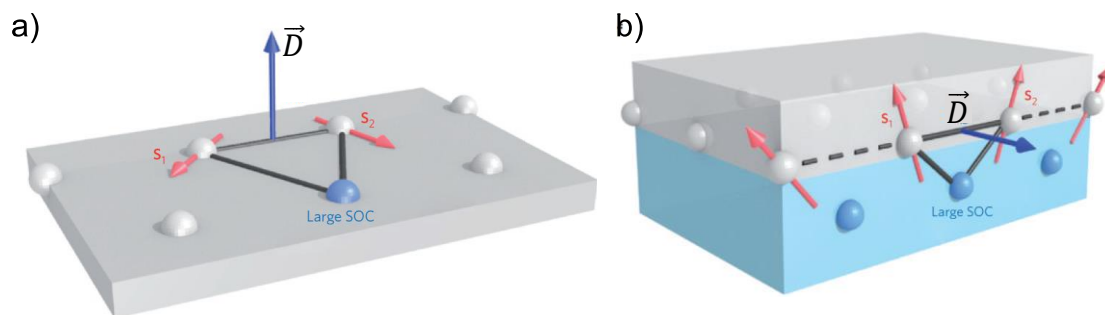
było przyłożone podczas osadzania warstwy lub procesu FC prowadzonego od  $T_{FC,1}$  czyli ↓. Podczas chłodzenia ziarna te stają się z powrotem ziarnami przyszpilającymi o zwrocie ↓ (Rys. 1.15. b). Należy dodać, że wraz ze wzrostem  $T_{FC,2}$  coraz większa liczba ziaren ma swobodne momenty, a w sytuacji gdy  $T_{FC,2} = T_{FC,1} = T_{B,max}$  możemy obrócić kierunek przyszpilenia wszystkich ziaren klasy III. To powoduje, że prowadząc proces FC od różnych  $T_{FC}$ , możliwe jest sterowanie wartością  $\mu_0 H_{EB,eff}$  w szerokich granicach (Rys. 1.15. c), ponieważ jest ona sumą wkładów od ziaren przyszpilonych w górę ( $\mu_0 H_{EB\uparrow}$ ) i w dół ( $\mu_0 H_{EB\downarrow}$ ). W rozważanym przypadku nie uwzględniano ziaren klasy IV spełniających warunek  $T_B > T_{FC,2}$ , gdyż dostarczone ciepło w  $T_{FC,2}$  nie jest dostateczne by możliwe było przekroczenie bariery pomiędzy lokalnym i globalnym minimum energii. W związku z tym w tych ziarnach nie zachodzi reorientacja momentów magnetycznych na międzywierzchni układu warstwowego FM/AF w prosie FC.

Warto zwrócić uwagę, że tylko dla bardzo dużych grubości polikrystalicznej warstwy AF średnia  $T_B$  jest równa wartości  $T_N$  [65, 70], ponieważ  $K_{AF}$  poszczególnych ziaren jest wówczas porównywalne z anizotropią magnetyczną litego AF.

#### 1.4.2 Oddziaływanie Dzyaloshinskiego-Moriyi

Oddziaływanie DM jest ważnym oddziaływaniem w układach warstwowych, ponieważ jest odpowiedzialne za chiralności spinów w ścianach domenowych. I. Dzyaloshinskii zaproponował opis tego oddziaływania na podstawie analizy symetrii układu krystalograficznego  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Analiza ta była prowadzona w celu wyjaśnienia mechanizmów odpowiedzialnych za tzw. "słaby" ferromagnetyzm w antyferromagnetycznych tlenkach metali ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MnCO}_3$  i  $\text{CoCO}_3$ ) [18]. Oddziaływanie DM można wyrazić hamiltonianem  $\mathcal{H}_{DMI}$ , który opisuje asymetryczny wkład do energii związany z oddziaływaniami pomiędzy spinami  $\vec{S}_1$  i  $\vec{S}_2$  sąsiadujących atomów warstwy magnetycznej (Rys. 1.16.):

$$\mathcal{H}_{DMI} = \vec{D} \cdot (\vec{S}_1 \times \vec{S}_2). \quad (1.39)$$



**Rysunek 1.16:** Schematyczne przedstawienie oddziaływania DM dla materiału litego (a) i układu warstwowego (b). Niebieski atom to atom HM (lub tlenku) o silnym sprzężeniu spin-orbita, szare atomy to atomy materiału magnetycznego, czerwone strzałki to spiny, niebieska strzałka to wektor  $\vec{D}$  [21].

Do opisu zawartego w pracy [18] Moriya zaproponował mechanizm odpowiedzialny za pojawienie się tego efektu, którym jest silne sprzężenie spin-orbita pochodzące od domieszek w materiałach litych [19].

Wartości energii oddziaływania DM zazwyczaj w literaturze oznacza się jako  $D = |\vec{D}|$ . Siła ta zależy od sposobu, w jaki symetria została złamana, czyli od ułożenia atomów magnetycznych i niemagnetycznych względem siebie. Jak pokazuje rys. 1.16., oddziaływanie DM może występować zarówno w materiałach litych jak i cienkich warstwach. To oddziaływanie występuje pomiędzy dwoma atomami magnetycznymi poprzez atom niemagnetyczny, które tworzą ze sobą powierzchnię trójkąta. W wyniku obecności oddziaływania DM dochodzi do wychylenia spinów atomów materiału magnetycznego. Kąt tego wychylenia zależy od wzajemnej odległości atomów tworzących powierzchnię trójkąta. W opisywanej sytuacji kierunek wektora  $\vec{D}$  jest prostopadły do płaszczyzny trójkąta utworzonego przez oddziałujące ze sobą atomy (Rys. 1.16.), a jego zwrot decyduje o kierunku wychylenia spinów. W przypadku układów warstwowych złamanie symetrii następuje na międzywierzchniach, co prowadzi do pojawienia się powierzchniowego oddziaływania DM (iDM), którego wypadkowy wektor  $\vec{D}$  jest zorientowany prostopadle do międzywierzchni [72]. Zazwyczaj wartość  $D$  w układach warstwowych zmienia się wraz z grubością materiału magnetycznego  $t_{FM}$  w następujący sposób:

$$D = \frac{D_S}{t_{FM}}, \quad (1.40)$$

gdzie  $D_S$  jest energią oddziaływania iDM na jednostkową grubość warstwy FM.

Wzór (1.39.) pokazuje, że iDM faworyzuje powstawanie ścian domenowych typu Néela w układach warstwowych z PMA. Jest tak dlatego, że dla ścian domenowych typu Néela, wektor powstały z iloczynu wektorowego  $\vec{S}_1 \times \vec{S}_2$  jest równoległy do wektora  $\vec{D}$ , stąd  $\mathcal{H}_{\text{DMI}} \neq 0$ . Natomiast w przypadku ścian domenowych typu Blocha wektor ten jest prostopadły do wektora  $\vec{D}$ , co powoduje, że  $\mathcal{H}_{\text{DMI}} = 0$ . Dlatego oddziaływanie DM w układach warstwowych z PMA sprzyja powstawaniu ściany domenowej Néela.

W przypadku układów cienkowarstwowych parametrami wpływającymi na efektywną wartość oddziaływania DM są: grubość warstwy FM [73–75], morfologia międzywierzchni, jej szorstkość [48, 76] oraz koncentracja pierwiastków w obrębie międzywierzchni [77]. Dodatkowo, rodzaj materiału warstwy ferromagnetycznej, jak również materiału warstw ją otaczających, ma istotny wpływ na wartość i znak wektora  $\vec{D}$ .

Obliczenia bazujące na teorii funkcjonału gęstości (DFT, z ang. *density functional theory*) oraz wyniki eksperymentalne (np. Tabela 1.1.) pokazują, że warstwa Co osadzona na warstwie Pt powoduje pojawienie się lewoskrętnej chiralności ściany domenowej ( $D > 0$ ). Z kolei w przypadku warstwy Co osadzonej na warstwie Ir obserwuje się prawoskrętą chiralność ściany domenowej ( $D < 0$ ) [11, 78].

Dla niektórych układów warstwowych wyniki obliczeń nie dają jednoznacznej odpowiedzi przy określaniu znaku  $D$ . Przykładowo dla układu Au/Co, wyniki obliczeń DFT opartego na tzw. kodzie FLEUR wykazują lewoskrętą chiralność [78], podczas gdy dla pakietu VASP wykazują prawoskrętą chiralność [11].

**Tabela 1.1:** Wartości międzywierzchniowego oddziaływania DM ( $D_s$ ) dla wybranych układów warstwowych (na podstawie [79]). Wartości w nawiasach podane są w nm. Więcej szczegółów zawarto w tabeli 1 w [79].

Układ warstwowy	$D_s$ (pJ/m)
Pt(4)/Co(1-2)/AlO <sub>x</sub> (2)	1,43
Pt(3)/Co(0,6)/AlO <sub>x</sub> (2)	1,32
Ta(3)/Pt(3)/Co(0,6-1,2)/AlO <sub>x</sub> (2)/Pt(3)	1,72
Ta(4)/Pt(3)/Co(1,4-2)/AlO <sub>x</sub> (2)/Pt(3)	2,20
Ta(4)/AlO <sub>x</sub> (1,95)/Co(1-1,4)/Pt(4)	-1,15

Ta(4)/AlO <sub>x</sub> (1,95)/Co(1,15)/Pt(4)	-1,63
Pt(3)/Co(0.7)/Ir(0-1,3)/Pt(1)	-0,56-0,84
Ta(4)/Pt(4)/Co(0,8-1,6)/Ir(4)	1,61
Ta(4)/Pt(4)/Co(1,2)/Ir(4)	2,05
Ta(4)/Ir(4)/Co(1,25-3)/AlO <sub>x</sub> (2)	0,84

Warto zwrócić uwagę na to, że zwrot wektora  $\vec{D}$  ulega zmianie, gdy zmienia się kolejność osadzania warstw. Efekt ten wykorzystuje się do wzmocnienia oddziaływania iDM (tzw. addytywne oddziaływanie iDM). W tym celu wytwarzane są trójwarstwowe układy, w których materiały są tak dobrane, aby  $\vec{D}$  od poszczególnych międzywierzchni miało ten sam zwrot. Wówczas wypadkowa wartość  $\vec{D}$  jest sumą wartości  $\vec{D}$  od poszczególnych międzywierzchni, np. Pt/Co/Ir, Ir/Co/Pt [48, 79, 80] (Tabela 1.1.).

Drugą grupą materiałów powodujących pojawienie się oddziaływania iDM są warstwy MO. W przypadku międzywierzchni FM/MO postuluje się, że za to oddziaływanie odpowiedzialny jest nie tylko sposób złamania symetrii, ale też obecność sprzężenia spin-orbita Rashby, które zachodzi np. między atomami Co a atomami O na międzywierzchni Co/MgO [11]. Oddziaływanie to jest ściśle związane z efektem Rashby [81]. Źródłem tego zjawiska jest poruszający się elektron w polu elektrycznym. Pole to pojawia się w wyniku oddziałujących ze sobą ładunków elektrycznych. Wówczas spin tego elektronu zaczyna oddziaływać z zewnętrznym polem magnetycznym. Zazwyczaj obecność tego pola prowadzi do rozszczepienia poziomów energetycznych elektronów ze spinem  $\uparrow$  i  $\downarrow$ . Dzięki temu jest możliwe pojawienie się sprzężenia spin-orbita pomiędzy atomami Co i O. Warto dodać, że oddziaływanie DM obserwowane jest również w innych układach warstwowych zawierających warstwę tlenku, np. Pt/Co/AlO<sub>x</sub> [77–79], Pt/CoFeB/AlO<sub>x</sub> [79], Ir/Co/AlO<sub>x</sub> [74] oraz Pt/Co/MgO [80] (Tabela 1.1.).

We wcześniejszych pracach zrealizowanych w naszym zakładzie wykazano, że w układach typu Au(60 nm)/Co(0,8 nm)/NiO(10 nm) warstwa NiO nie tylko powoduje pojawienie się anizotropii jednozwrotowej warstwy Co, ale również oddziaływania iDM [23, 24]. Na podstawie analizy procesów przemagnesowania (prowadzonych z wykorzystaniem magnetooptycznego magnetometru) sieci

trójkątów utworzonych z warstwy Au/Co/NiO określono wartość  $D_s = -1,49$  pJ/m [24]. Z kolei dla niestrukturyzowanego układu Au/Co/NiO, na podstawie analizy ruchu ściany domenowej (patrz rozdz. 1.3.2.) rejestrowanego za pomocą mikroskopu wykorzystującego efekty magnetoptyczne, określono, że  $D_s = -1,11$  pJ/m [23]. Obie metody pozwoliły również na wykazanie, że oddziaływanie iDM faworyzuje prawoskrętną chiralność ściany domenowej typu Néela.

Jak pokazano w pracy [25] oddziaływanie iDM silnie zależy od zawartości antyferromagnetycznej fazy stechiometrycznego NiO w osadzonej warstwie tlenku niklu. W pracy tej wykonywano próbki Pt/Co/NiO, w których warstwa NiO była osadzana w komorze UHV w różnym ciśnieniu parcjale Ar. W takich warunkach pokazano, że powstaje warstwa zawierająca zarówno fazę NiO i Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Zmniejszając ciśnienie parcjale Ar ( $p_{Ar}$ ), w zakresie od 1,0 do 0,13 Pa, podczas osadzania można uzyskać większą koncentrację stechiometrycznej fazy NiO i zmniejszyć koncentrację Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Zaobserwowano, że dla 40% koncentracji NiO (maksymalna koncentracja jaką w pracy [25] uzyskano dla  $p_{Ar} = 0,13$  Pa) oddziaływanie iDM jest najsilniejsze i wynosi  $D_s = -1.25$  pJ/m. Dlatego w rozdziale poświęconym wynikom badań własnych skupiono się na wpływie stechiometrycznych warstw NiO, wytwarzanych metodą osadzania za pomocą lasera impulsowego (PLD, z ang. *pulsed laser deposititon*), na oddziaływanie iDM w układzie NiO/Co/Pt.





## *Bombardowanie jonowe układów warstwowych*

Jony o energii  $E_{\text{ion}}$  w zakresie od kilku keV do kilku MeV uderzając w powierzchnię ciała stałego stopniowo wytracają swoją energię. Dzieje się tak w wyniku ich oddziaływania z jądrami atomów i elektronami bombardowanego materiału (Rys. 2.1.). Średnią wartość utraty energii jonu na jednostkę drogi ( $x$ ), którą przebywa, można opisać pochodną  $dE_{\text{ion}}/dx$ . Wartość  $dE_{\text{ion}}/dx$  zależy od początkowej wartości  $E_{\text{ion}}$ , masy ( $m_1$ ) i liczby atomowej ( $Z_1$ ) jonu, a także od masy ( $m_2$ ), liczby atomowej ( $Z_2$ ) atomów i gęstości bombardowanego materiału [82]. Zazwyczaj wartość  $dE_{\text{ion}}/dx$  wynikająca z oddziaływań jonu z materiałem jest rzędu 100 eV/nm i można ją zapisać jako sumę uwzględniającą zmiany energii wynikające z oddziaływań jon-jądro atomu (dolny indeks n) i oddziaływań jon-elektron (dolny indeks e) (rys. 2.1.):

$$\frac{dE_{\text{ion}}}{dx} = \left. \frac{dE_{\text{ion}}}{dx} \right|_n + \left. \frac{dE_{\text{ion}}}{dx} \right|_e. \quad (2.1)$$

Dla omawianej sytuacji  $dE_{\text{ion}}/dx$  zawsze przyjmuje wartości ujemne, gdyż  $E_{\text{ion}}$  maleje, gdy wartość przebytej drogi  $x$  rośnie. Dodatkowo parametr  $dE_{\text{ion}}/dx$  pozwala określić kolejny ważny parametr, jakim jest zdolność hamowania jonu w materiale (z ang. *stopping power*) i jest wyrażana wzorem:

$$S \equiv \frac{dE_{\text{ion}}/dx}{\rho_A}, \quad (2.2)$$

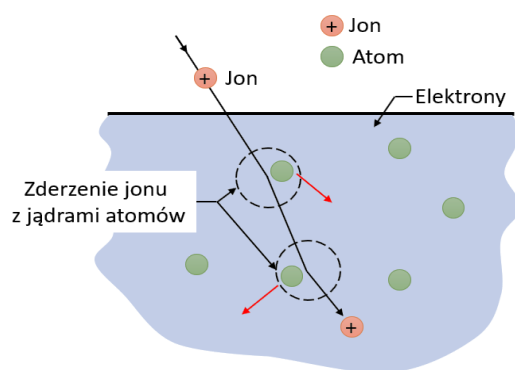
gdzie  $\rho_A$  jest gęstością atomową. Wzór (2.2.) można rozdzielić analogicznie jak wzór (2.1.) na przyczynę związany z oddziaływaniem jonów z jądrami atomowymi ( $S_n$ ) oraz z elektronami ( $S_e$ ).

Bombardowanie jonowe ciała stałego jest często wykorzystywane w celu zmiany jego właściwości fizycznych i/lub chemicznych. W przypadku cienkich

warstw magnetycznych, bombardowanie jonowe może modyfikować ich morfologię [83–85] (np. strukturę międzywierzchni [86–88]), a w konsekwencji wpłynąć na ich właściwości magnetyczne [86, 89–98] oraz elektryczne [99–103]. Podczas tego procesu zachodzi szereg różnych efektów, takich jak trawienie wierzchniej warstwy układu warstwowego, implantacja jonów do wnętrza materiału czy mieszanie atomów w obszarach międzywierzchni. Dochodzi również do emisji elektronów wtórnych, które mają wiele zastosowań np. wykorzystywane są do obrazowania materiału w mikroskopach typu FIB. Efekty te zależą głównie od liczby jonów na jednostkę powierzchni bombardowanego materiału, energii jonów  $E_{\text{ion}}$ , oraz rodzaju jonów i bombardowanych atomów.

## 2.1 Oddziaływanie jonów z ciałem stałym

Na wstępie rozdziału 2. wspomniano, że jon podczas wędrówki w materiale oddziałuje z jądrami atomowymi i z elektronami. Oba te oddziaływania są głównym źródłem efektów zachodzących w ciele stałym poddanym bombardowaniu jonami. Podczas oddziaływania jonów z jądrami atomowymi, energia jonu jest tracona na skutek serii elastycznych zderzeń z jądrami atomowymi. Utratę tej energii zazwyczaj opisuje się przy zastosowaniu uproszczonej teorii oddziaływań pomiędzy dwoma ciałami pomijając efekty relatywistyczne. Trajektoria jonu w materiale zmienia się z każdym kolejnym zderzeniem z atomami prowadząc do ich przesunięcia względem pierwotnych położeń (Rys. 2.1.).



**Rysunek 2.1:** Schemat oddziaływania jonu z atomami i elektronami podczas procesu bombardowania jonowego. Kółko z plusem reprezentuje jon, zielone kółko reprezentuje jądro atomu bombardowanego materiału. Natomiast niebieskie otoczenie wokół jąder atomowych reprezentuje elektrony. Okręgi zaznaczone czarną przerywaną linią oznaczają obszar zderzania jonu z atomem. Czerwone strzałki reprezentują kierunek ruchu atomu wybitego przez jon. Rysunek na podstawie [104].

W procesach związanych z oddziaływaniem jonów z elektronami, utrata energii jonu jest uzależniona od prędkości jonu w materiale. Jeśli prędkości te mieszczą się w zakresie  $v < v_0 Z_1^{2/3}$  (gdzie  $v_0$  to prędkość Bohra elektronu na orbicie atomu), ruch jonów w materiale jest wolniejszy niż elektronów, co prowadzi do wychwytu elektronu przez jon (tzw. rekombinacja jonów) i braku zderzeń między jonem a elektronami. W tym zakresie zdolność hamowania  $S_e(E_{ion})$  maleje liniowo powyżej pewnej energii  $E_{ion}$ . Gdy prędkość jonu, z powodu dużej początkowej energii, staje się na tyle duża, że przewyższa prędkości elektronów dochodzi do transferu energii na skutek wysokoenergetycznego zderzenia jonu z elektronami znajdującymi się w ciele stałym poddanym procesowi bombardowania jonowego. W trakcie tak wysokoenergetycznych zderzeń wartości  $S_e(E_{ion})$  są proporcjonalne do  $(Z_1/v)^2$ , co wynika z coraz krótszego czasu oddziaływań jon-elektron wraz ze wzrostem prędkości jonu  $v$ . Procesy te są silnie zależne od masy jonu i jego ładunku. Warto dodać, że ze względu na małą masę elektronu procesy te nie prowadzą do istotnych zmian trajektorii jonów i położeń atomów bombardowanego materiału, prowadzą natomiast do transferu utraconej energii jonów w energię cieplną. W zależności od wartości  $E_{ion}$  procesami dominującym mogą być procesy związane z balistycznymi zderzeniami jonów z jądrami atomowymi lub procesy związane z nieelastycznym oddziaływaniem jonów z elektronami. Gdy jest spełniony warunek  $S_n \gg S_e$ , to dominują procesy wynikające z balistycznych zderzeń jonów z jądrami atomów. W przeciwnym razie, gdy  $S_n \ll S_e$ , dominują procesy występujące podczas zderzeń z elektronami.

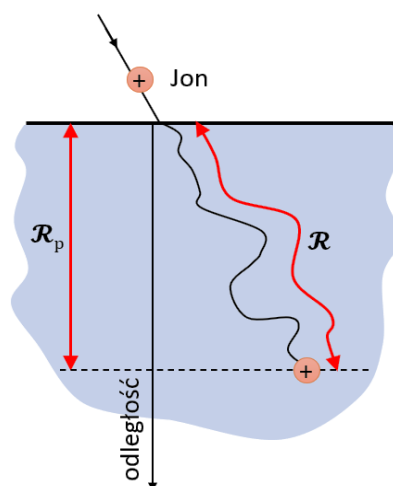
W wyniku opisanych powyżej procesów jony stopniowo tracą energię, co determinuje maksymalną drogę  $\mathcal{R}$  jaką mogą pokonać w ciele stałym. Parametr  $\mathcal{R}$  można określić w następujący sposób [82]:

$$\mathcal{R} = \int_{E_{ion}}^0 (dE_{ion}/dx)^{-1} dE_{ion}. \quad (2.3)$$

Ilustracja drogi  $\mathcal{R}$  jonu w bombardowanym materiale została przedstawiona na rys. 2.2.

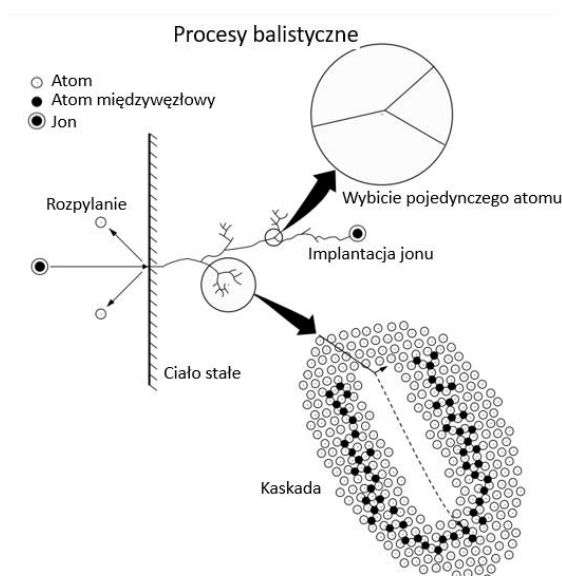
Trajektoria jonu zależy głównie od  $m_1$  i  $m_2$  oraz  $E_{ion}$ . Dla określonej wartości  $E_{ion}$  głębokość wnikania jonów maleje ze wzrostem  $m_2/m_1$  [104]. Biorąc pod uwagę, że proces bombardowania jonowego jest stochastyczny, każde kolejne zderzenie jonu wywołuje inną utratę energii oraz wpływa na drogę jaką pokonuje jon. Wówczas

można przeprowadzić analizę rozkładu jonów stosując rzut trajektorii jonu  $\mathcal{R}$  na płaszczyznę prostopadłą do powierzchni materiału (oznaczony na rysunku symbolem  $\mathcal{R}_p$ ). W dalszych rozważaniach zasięg jonu jest określany jako  $\mathcal{R}_p$  (Rys. 2.2.).



**Rysunek 2.2:** Droga  $\mathcal{R}$  jonu w materiale oraz jej rzut na płaszczyznę prostopadłą do powierzchni bombardowanego materiału  $\mathcal{R}_p$ . Na podstawie [104].

Jednym z procesów zachodzących podczas bombardowania jonowego jest implantacja jonów (Rys. 2.3.). Implantacja polega na domieszkowaniu bombardowanego materiału atomami pierwiastka, którego jony stosowano podczas bombardowania jonowego. W momencie, kiedy jon osiągnie zasięg  $\mathcal{R}_p$ , jego energia kinetyczna jest równa zero, co oznacza, że jon dalej nie porusza się i staje się obojętnym atomem, który zajmuje stabilną pozycję w materiale.



**Rysunek 2.3:** Rodzaje procesów balistycznych zachodzących w ciele stałym podczas bombardowania jonami o wysokich energiach  $E_{ion}$ . Na podstawie [104].

Innym procesem występującym podczas bombardowania jonowego są balistyczne przemieszczenia atomów, które w przypadku układów wielowarstwowych prowadzą do wzajemnego mieszania atomów zlokalizowanych w pobliżu międzywierzchni. Przemieszczenia atomów i efekt mieszania mogą być wywołane również dyfuzją atomów, która jest związana ze wzrostem temperatury pochodzącym od zderzeń typu jon-elektron, jon-atom (szczegółowe omówienie tego procesu znajduje się w rozdziale 2.3.).

Warunkiem wybicia atomu z jego pierwotnego położenia sieciowego jest przekazanie mu przez jon pewnej minimalnej energii, nazywanej energią progową  $E_d$ . Modelowanie tych procesów zostało opisane przez Kichina i Pease'a [105]. Model ten jest szerzej wyjaśniony w następnym podrozdziale.

Następnym procesem zachodzącym podczas bombardowania jonowego jest rozpylanie atomów z powierzchni materiału (Rys. 2.3.). W takiej sytuacji balistyczny proces wybijania atomów z ich pierwotnego położenia przez jony ma miejsce blisko powierzchni, a ruch wybijanych atomów ma składową skierowaną w kierunku przeciwnym do powierzchni. Jeśli w wyniku tego procesu energia atomu zlokalizowanego na powierzchni wzrośnie powyżej pewnej wartości, wynikającej z wiązań pomiędzy atomami, to atom ten opuści materiał. Zgodnie z zależnością Knudseną, emitowane z powierzchni atomy wykazują rozkład opisany zależnością  $\cos\theta$  ( $\theta$  to kąt pomiędzy normalną płaszczyzny materiału rozpylanego a wybitym atomem) [106].

Opisane powyżej procesy zazwyczaj prowadzą do powstawania defektów powierzchniowych lub wewnątrz materiału, zmiany rozkładu atomów oraz w przypadku układów wielowarstwowych, tworzenia stopów. Konsekwencją takich zmian mogą być również zmiany naprężenia w warstwie poddanej bombardowaniu jonami [107]. Warto zwrócić uwagę na to, że podczas procesu bombardowania jony mogą, ulegać wstecznemu rozpraszaniu, czyli po zderzeniu z atomem poruszają się przeciwny kierunkowi względem kierunku wiązki pierwotnej.

## 2.2 Mieszanie balistyczne atomów

W przypadku układów wielowarstwowych przemieszczenia atomów są istotne, ponieważ powodują mieszanie atomów w obszarze międzywierzchni, co może

zmieniać ich właściwości magnetyczne. Proces mieszania atomów można opisać modelem Kinchina i Pease'a [105].

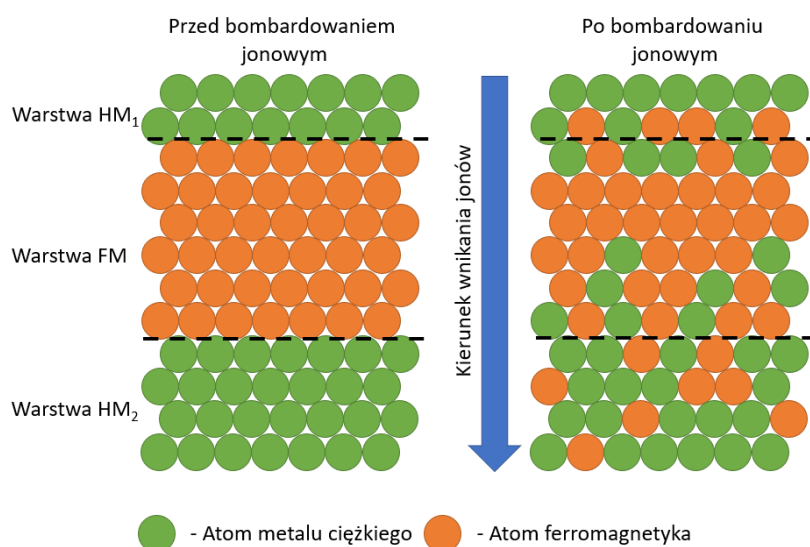
W wyniku zderzeń jonów z atomami dochodzi do przesunięcia z położenia sieciowego pojedynczego atomu (z ang. *recoil mixing*), bądź do wielokrotnych przesunięć atomów przypominających efekt domina, gdyż każdy przesunięty atom o dostatecznie dużej energii może przesunąć kolejny, co potocznie nazywane jest kaskadą (Rys. 2.3.). Efektywność tych procesów zależy od wartości transferu energii w trakcie przemieszczeń atomów z położenia równowagi.

Przemieszczenie atomu zachodzi, gdy transfer energii jest większy od wartości energii krytycznej ( $E_d$ ) niezbędnej do przesunięcia atomów z pozycji równowagi. Jeśli przekazana energia  $E$  jest mniejsza od  $E_d$  to atom zostaje wprowadzony w drgania i następuje dyssypacja energii w postaci ciepła. W tym przypadku nie następuje przesunięcie atomu. W literaturze parametrem określającym liczbę przesuniętych atomów bombardowanego materiału oznacza się jako  $\langle N_d(E) \rangle$ . Żeby doszło do przesunięcia pojedynczego atomu lub wielu atomów w kaskadzie transfer energii  $E$  musi być większy od  $E_d$ . Pojedyncze przemieszczenia zachodzą, gdy transfer energii jest w zakresie od  $E_d$  do  $2E_d$ . To wynika z faktu, że przemieszczony atom nie posiada dostatecznej energii niezbędnej do przesunięcia kolejnego atomu, ponieważ jego energia jest mniejsza od  $E_d$ , a swoją energię traci w postaci ciepła. W tym przypadku  $\langle N_d(E) \rangle = 1$ .

W przypadku, gdy energia atomu jest większa od  $2E_d$  to może on wprowadzić kolejny atom w ruch translacyjny generując kaskady. W tym przypadku parametr  $\langle N_d(E) \rangle$  rośnie liniowo w funkcji energii i jest proporcjonalny do wartości  $E/2E_d$ . Warto zwrócić uwagę, że kaskada jest bardziej efektywnym procesem mieszania atomów niż wybijanie pojedynczych atomów. W omawianym modelu należy również uwzględnić występowanie energii krytycznej ( $E_c$ ), powyżej której  $\langle N_d(E) \rangle$  przyjmuje stałą wartość równą  $E_c/2E_d$ . To wynika z silnych oddziaływań poruszających się atomów z elektronami, co prowadzi do przekazania całkowitej energii na jonizację. W konsekwencji nie ma dostatecznej energii do przemieszczenia kolejnych atomów. Warto mieć na uwadze, że model Kinchina-Peasa'a prowadzi do przeszacowania wartości  $\langle N_d(E) \rangle$ . Wynika to z tego, że w tym modelu przyjęto uproszczenie, że jony i atomy są traktowane jako twarde kule. Zaś dla  $E > E_c$  straty energetyczne zachodzą tylko z elektronami. To przeszacowanie można wyeliminować wprowadzając do

modelu Kinchina-Pease'a tzw. energię niszczenia. Poprawka ta pozwala na uzyskanie realistycznego opisu balistycznego mieszania, który uwzględnia zderzenia z elektronami w całym zakresie przekazywanych energii. Wspomniana energia niszczenia zazwyczaj jest o 20-30% mniejsza niż utrata energii wynikająca ze wspomnianych zderzeń elastycznych [82, 108].

Zaś w przypadku układów wielowarstwowych tworzonych przez różne materiały. Należy wziąć pod uwagę fakt, że atomy na poszczególnych międzywierzchniach mogą mieć różny stopień wymieszania (Rys. 2.4.). Devolder w pracy [86] na podstawie wyników uzyskanych z symulacji SRIM pokazał, że stopień wymieszania atomów na dolnej międzywierzchni jest większy niż na górnej co wynika z kierunku poruszania się jonu i utraty jego energii oraz efektywności oddziaływania jonów z atomami danej warstwy. Zmiany struktury międzywierzchni wywołane bombardowaniem jonowym zazwyczaj prowadzą do zmian właściwości magnetycznych poprzez np. zmiany szorstkości czy tworzenie stopu (o czym jest napisane w następnym rozdziale).



**Rysunek 2.4:** Schemat mieszania balistycznego w układzie warstwowym typu HM<sub>2</sub>/FM/HM<sub>1</sub> przed procesem (lewy rysunek) i po procesie (prawy rysunek) bombardowania jonowego. Zielone kółka reprezentują atomy HM a pomarańczowe atomy materiału ferromagnetycznego. Niebieska strzałka wskazuje na kierunek i zwrot wiązki jonów. Poziome przerywane kreski wyznaczają położenie międzywierzchni HM<sub>2</sub>/FM i FM/HM<sub>1</sub>, gdy układ jest w stanie przed bombardowaniem jonowym. Rysunek powstał na podstawie ilustracji zamieszczonej w pracy [87].

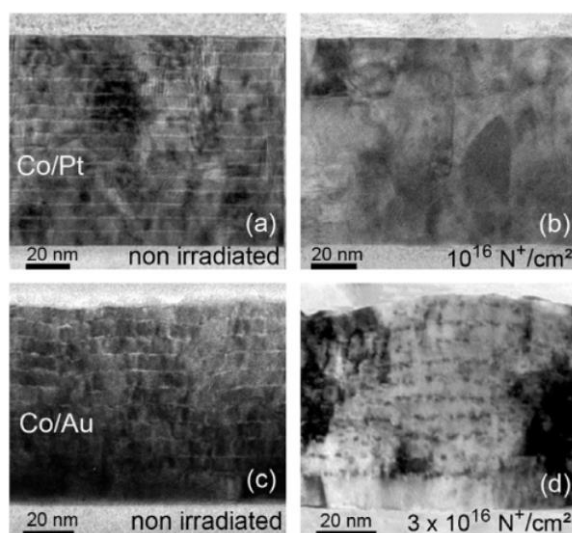
Podsumowując, mieszanie balistyczne jest złożonym procesem wynikającym z oddziaływań jonu z elektronami i jądrami atomów bombardowanego materiału. Efektywność tego procesu zależy od kilku czynników: energii  $E_{ion}$ , rodzaju i dawki  $F$

jonów użytych do bombardowania, oraz rodzaju materiału poddawanego bombardowaniu.

## 2.3 Efekty termiczne

W poprzednich podrozdziałach omówiony został transfer energii podczas bombardowania jonowego, który powoduje przesunięcie atomów i wzrost temperatury materiału. Stąd ważnym parametrem decydującym o efektywności mieszania atomów również jest entalpia mieszania ( $\Delta H_{\text{mix}}$ ), określana jako różnica pomiędzy entalpią powstałej mieszaniny a sumą entalpii poszczególnych składników biorących udział w mieszaniu.

Jeśli wartość  $\Delta H_{\text{mix}} < 0$  (proces egzotermiczny), to składniki łatwiej mieszają się tworząc stop (np. Pt-Co (Rys. 2.5. b) [87, 109]). Natomiast, jeśli  $\Delta H_{\text{mix}} > 0$  (proces endotermiczny), można oczekiwać odwrotnego efektu, czyli dwie substancje trudniej utworzą jednorodną mieszaninę (np. Au-Co,  $\Delta H_{\text{mix}} = 11$  kJ/mol (Rys. 2.5. d) [87]). Zaś sama wartość  $\Delta H_{\text{mix}}$  decyduje o efektywności procesu endotermicznego lub egzotermicznego.



**Rysunek 2.5:** Obrazy przekroju układów wielowarstwowych uzyskane za pomocą transmisyjnego mikroskopu elektronowego dla [Co/Pt]<sub>15</sub> (a) i [Co/Au]<sub>10</sub> (b) przed procesem bombardowania jonami N<sup>+</sup> oraz po bombardowaniu dawką 10<sup>16</sup> N<sup>+</sup>/cm<sup>2</sup> wielowarstwy [Co/Pt]<sub>15</sub> (c) i dawką 3×10<sup>16</sup> N<sup>+</sup>/cm<sup>2</sup> wielowarstwy [Co/Au]<sub>10</sub> (d) o energiach  $E_{\text{ion}} = 150$  keV [87].

W przypadku mieszania się atomów metali ciężkich podczas procesów termicznych zazwyczaj jest mowa o procesach związanych z dyfuzją atomów, czyli ruchem translacyjnym atomów wynikającym z przekazywania energii cieplnej.



Wówczas na efektywność mieszania wpływa temperatura. Przyjmuje się, że w niskich temperaturach procesy mieszania są niezależne od efektów termicznych. Zaś w wysokich temperaturach dyfuzja zachodząca w trakcie bombardowania jonowego lub grzania próbki, jest tym silniejsza im wyższa jest temperatura. Przejście pomiędzy tymi dwoma scenariuszami dla układu typu metal/metal odbywa się przeważnie w temperaturze wyższej od temperatury pokojowej. Temperaturę tę nazywa się krytyczną i jak pokazał Cheng w pracy [110], temperatura ta jest proporcjonalna do średniej wartości energii kohezji  $E_{koh}$ .  $E_{koh}$  jest definiowana jako energia, która jest wymagana do zerwania wiązań między atomami.

Podsumowując należy pamiętać, że mieszanie atomów w materiale litym lub w układach warstwowych może zachodzić poprzez translację atomów wywołaną zderzeniami jonów z atomami materiału lub poprzez dyfuzję. Efektywność dyfuzji można opisać za pomocą parametrów takich jak  $T$ ,  $\Delta H_{mix}$  i  $E_{koh}$ . Przykładowe opisy oddziaływania jonów z atomami ciała stałego, uwzględniające powyższe parametry, można znaleźć w publikacjach takich jak: [82, 104, 107].

## 2.4 Symulacje Monte-Carlo bombardowania jonowego

Procesy zachodzące w materiale podczas bombardowania jonowego można opisać korzystając z symulacji Monte-Carlo wykorzystujących kod SRIM. SRIM to grupa programów autorstwa J.F. Zieglera i J.P. Biersacka (<http://www.srim.org/>) [111], która opierając się na kwantowej mechanice zderzeń jon-atom pozwala obliczyć parametry omówione w poprzednim rozdziale. Symulacje te uwzględniają kulombowskie ekranowanie elektronów, włączając w to oddziaływania wymienne i korelacyjne pomiędzy przykrywającymi się powłokami elektronowymi. SRIM można stosować zarówno dla stopowych materiałów litych, jak i dla układów warstwowych o różnych grubościach i różnym składzie chemicznym. Każda iteracja pętli kodu jest przeprowadzona dla pojedynczego jonu, który uderza w nieuszkodzony materiał. Biorąc pod uwagę, że transfer energii podczas bombardowania opisany jest procesami stochastycznymi, to takie podejście pozwala określić prawdopodobieństwo znalezienia jonu lub atomu danego materiału w danym położeniu, ale nie pozwala śledzić zmian ich położenia w funkcji  $F$ . W celu określenia tych położenia w funkcji  $F$  zazwyczaj stosuje się kod TRIDYN. Kod TRIDYN

stworzył zespół prof. dr. W. Möllera w Centrum Helmholtza w Dreźnie (z niem. *Helmholtz-Zentrum Dresden - Rossendorf e. V.*, <https://www.hzdr.de>) [112]. Tak jak w przypadku SRIM, TRIDYN również wykorzystuje metody Monte-Carlo. Jednak, w przeciwieństwie do kodu SRIM, TRIDYN pozwala przewidywać stan materiału po bombardowaniu jonowym w zależności od zastosowanej dawki. Dzieje się tak dzięki temu, że każda iteracja pętli kodu bierze pod uwagę stan materiału z poprzedniej iteracji, czyli stan, który już wcześniej w procesie bombardowania uległ zmianie. Ponadto kod TRIDYN uwzględnia tzw. energię wiązania pomiędzy atomami zlokalizowanymi na powierzchni. Dzięki uwzględnieniu tej energii można dokładnie określić wydajność procesu rozpylania atomów z materiałów wieloskładnikowych i w ten sposób lepiej zamodelować zmiany wywołane bombardowaniem jonowym (np. określić grubość rozpylonej wierzchniej warstwy).

Oba kody mają swoje ograniczenia. Wykonując obliczenia z wykorzystaniem SRIM i TRIDYN przyjmuje się, że materiał, dla którego są prowadzone symulacje, jest w stanie amorficznym, a procesy mieszania atomów zachodzą głównie przez procesy balistyczne z pominięciem ważnych parametrów termodynamicznych, takich jak entalpia mieszania oraz dyfuzja, o których była mowa w rozdziale 2.3.

Wyniki uzyskane w ramach obliczeń kodem SRIM pozwalają przeprowadzić ilościową analizę procesu bombardowania jonowego. Natomiast wyniki otrzymane z symulacji TRIDYN pozwalają przeprowadzić analizę jakościową, np. określić profil koncentracji bombardowanego materiału w funkcji  $F$ . Zalety obu kodów SRIM i TRIDYN świetnie się uzupełniają i pozwalają określić wstępnie odpowiednie parametry procesu bombardowania jonowego takie jak rodzaj jonu, jego energię oraz zakresy dawek.

## 2.5 Wpływ bombardowania jonowego na właściwości magnetyczne

Modyfikacja właściwości magnetycznych układów warstwowych najczęściej jest prowadzona poprzez stosowanie różnych materiałów na warstwy otaczające warstwę FM lub poprzez wprowadzanie zmian w strukturze warstwy FM podczas jej osadzania (zmieniając parametry procesu osadzania). Stosowane są również metody modyfikacji właściwości magnetycznych układów warstwowych po procesie osadzania. Przykładowo proces podgrzania i schłodzenia próbki prowadzi do

wzmocnienia lub osłabienia oddziaływań wymiennych (np. EB) oraz zwiększenia lub redukcji przyczynków do anizotropii magnetycznej. Jednak termiczne metody nie zawsze mogą być stosowane, gdyż często towarzyszą im niepożądane procesy jak np. utlenianie, dyfuzja, zmiany struktury warstw i międzywierzchni. Aby uniknąć tego problemu, można wykorzystać inne procesy, jak np. omawiane w tym rozdziale bombardowanie jonowe.

Bombardowanie jonowe prowadzi do zmniejszenia PMA w cienkowarstwowych układach magnetycznych [89–92, 113–115]. Zaobserwowana zmiana PMA wynika głównie z procesów balistycznych, które zachodzą w pobliżu międzywierzchni (Rys. 2.5.) [89, 91]. Wraz ze wzrostem dawki dochodzi do coraz większego przemieszania atomów w tych obszarach, co prowadzi do zmniejszenia wkładu powierzchniowego przyczynku do efektywnej anizotropii magnetycznej [115]. Z drugiej strony, mieszanie się Co z Pt prowadzi do powstania stopu fcc Co-Pt [87], a więc prowadzi do redukcji grubości warstwy Co, co ma wpływ na anizotropię magnetyczną. Autorzy pracy [86], na podstawie pomiarów magnetoptycznych, wykazali, że w wyniku bombardowania jonowego ulega anizotropia magnetokrystaliczna, co jest źródłem obniżenia efektywnej anizotropii magnetycznej. Warto zauważyć, że w przypadku epitaksjalnych warstw Pt/Co/Pt bombardowanie jonowe wpływa na anizotropię magnetyczną poprzez relaksację naprężenia warstwy Co wynikającego z różnicy stałych sieci warstw Co i Pt [116]. Zaobserwowano również, że w pewnych warunkach bombardowanie jonowe prowadzi do indukowania PMA. Takie przykłady przedstawiono, np. w pracach [117–119], gdzie badano wpływ bombardowania jonami  $\text{Ga}^+$  o energii 30 keV na właściwości magnetyczne układu warstwowego Pt/Co/Pt.

Dla układów warstwowych wykazujących PMA ważnym parametrem jest określenie warunków, dla których zachodzi SRT. Dawkę jonów, przy której występuje SRT (Rozdz. 1.2.4.) określa się jako  $F_{\text{SRT}}$ . Wartość  $F_{\text{SRT}}$  zależy głównie od parametrów procesu bombardowania jonowego, takich jak energia jonu  $E_{\text{ion}}$ , rodzaj jonu i atomów bombardowanego materiału oraz zazwyczaj od grubości bombardowanej warstwy FM [114, 120, 121].

Innym ważnym parametrem, który ulega zmianie po bombardowaniu jonowym jest pole koercji [90, 94]. Zmiany  $\mu_0 H_c$  w funkcji  $F$  można opisać fenomenologicznym wyrażeniem zaproponowanym przez C.T. Rettnera w [90]:

$$\mu_0 H_C(F) = \mu_0 H_C^0 \exp(-\gamma F), \quad (2.4)$$

gdzie  $\mu_0 H_C^0$  jest polem koercji warstwy przed bombardowaniem,  $b$  jest stałą definiującą efektywność przemieszczania się atomów w próbce:

$$\gamma = 2n_{FM}/\delta_{FM}, \quad (2.5)$$

gdzie  $n_{FM}$  jest liczbą przesuniętych atomów warstwy FM w wyniku zderzenia z pojedynczym jonem, a  $\delta_{FM}$  jest gęstością powierzchniową atomów warstwy FM.

W publikacji [90] wykazano, że dla dużych wartości  $E_{ion}$  (w zakresie od kilkudziesięciu keV do MeV) w porównaniu z mniejszymi wartościami  $E_{ion}$  konieczna jest większa wartość  $F$ , aby uzyskać te same zmiany  $\mu_0 H_C / \mu_0 H_C^0$  i efektywnej anizotropii magnetycznej. Jest to spowodowane tym, że w reżimie wysokoenergetycznym procesy mieszania atomów zachodzą mniej efektywnie, ponieważ w tym zakresie energii jonów oddziaływania z jądrami atomów maleją wraz ze wzrostem  $E_{ion}$ , a zaczynają dominować oddziaływania z elektronami ( $S_n(E) < S_e(E)$ ). Pokazano również, że niezależnie od rodzaju jonu i  $E_{ion}$ , dla układu Pt/Co/Pt zachodzi następująca zależność  $F_{50} \gamma = \sim 0,693$ , gdzie  $F_{50}$  to dawka, przy której dochodzi do redukcji pola koercji o 50% względem  $\mu_0 H_C^0$ .

Bombardowanie jonowe prowadzi do zmniejszenia lub zwiększenia efektywnego oddziaływania EB w układach warstwowych FM/AF [93–95, 122]. Przykładem są badania przeprowadzone dla polikrystalicznej dwuwarstwy FM/AF (gdzie FM = Fe<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub> a AF = FeMn) wykazującej EMA, która została osadzona w polu magnetycznym  $\mu_0 H_{dep}$  [122]. Mougín i współautorzy pracy [122] wykazali istotny wpływ bombardowania jonami He<sup>+</sup> o energii 10 keV i  $2 \times 10^{13} < F < 10^{16}$  He<sup>+</sup>/cm<sup>2</sup> na wartości  $\mu_0 H_{EB}$  układu Fe<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub>/FeMn. Proces bombardowania został przeprowadzony w polu magnetycznym o kierunku zgodnym z kierunkiem  $\mu_0 \vec{H}_{dep}$ . Pomiar realizowane w celu określenia zmian właściwości magnetycznych po bombardowaniu jonowym były prowadzone za pomocą magnetometru L-MOKE (Rozdz. 4.1.). Na podstawie wyników uzyskanych z tych pomiarów zauważono, że występują dwa zakresy wartości  $F$ , w których zachodzą odmienne zmiany  $\mu_0 H_{EB}$ . Dla pierwszego zakresu dochodzi do wzrostu wartości  $\mu_0 H_{EB}$  względem wartości referencyjnej. Zaś drugi zakres, występujący dla wyższych dawek, charakteryzuje się redukcją wartości  $\mu_0 H_{EB}$  aż do stopniowego zaniku wraz ze wzrostem  $F$ . Źródłem wzrostu wartości  $\mu_0 H_{EB}$  dla małych dawek jest zwiększanie gęstości powierzchniowej

defektów w obrębie samej warstwy AF, które prowadzą do pojawienia się dodatkowych obszarów przyszpilających warstwę FM [123]. Zaś dla większych dawek mieszanie atomów na międzywierzchni AF/FM jest na tyle duże, że dochodzi do redukcji oddziaływania EB między warstwą AF i FM [93]. Ważne jest zwrócenie uwagi na fakt, że bombardowanie jonowe również dostarcza energię cieplną. Jeśli ta energia jest większa od bariery energetycznej  $\Delta$  pomiędzy minimum lokalnym a globalnym, to momenty magnetyczne ziaren AF mogą zmienić swoje ustawienie z minimum lokalnego do minimum globalnego (Rys. 1.13. b). Należy podkreślić, że zmiana przyszpilenia zachodzi tylko gdy dostarczona energia podczas bombardowania jonowego jest większa od wartości  $\Delta$  (Rozdz. 1.4.1.).

W ostatnich kilku latach podejmowane były nieliczne próby zmiany kierunku i wartości oddziaływania DM za pomocą bombardowania jonowego. W pracy [96] wykazano, że bombardowanie niskoenergetycznymi jonami  $\text{Ar}^+$  o  $E_{\text{ion}} = 100 \text{ eV}$  i dawce  $F = 2 \times 10^{15} \text{ Ar}^+/\text{cm}^2$  układu warstwowego Pt/Co/Pt zmienia znak oddziaływania DM (tj. chiralność spinów ściany domenowej). Efekt ten tłumaczony jest zmianami zachodzącymi w górnej międzywierzchni Co/Pt podczas bombardowania. Z drugiej strony, praca Nembacha i innych [97] pokazuje, że wysokoenergetyczne jony  $\text{He}^+$  o  $E_{\text{ion}} = 40 \text{ keV}$ , przy dawce  $F = 2 \times 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ , mają wpływ na oddziaływanie DM układu warstwowego Ta/CoFeB/Pt (ok. 20% zmiana wartości oddziaływania DM względem sytuacji przed bombardowaniem jonowym). Taka zmiana jest związana z modyfikacją struktury międzywierzchni. W pracy [97] pokazano, że powyżej pewnej wartości  $F$  można oczekiwać redukcji oddziaływania DM, ponieważ w wyniku bombardowania jonowego dochodzi do mieszania atomów i tym samym stopniowego zaniku złamania symetrii otoczenia atomów warstwy FM na międzywierzchniach. Zimmermann i inni [124] opierając się na obliczeniach DFT pokazali, że oddziaływanie DM redukuje się o 20% dla międzywierzchni  $\text{Pt}_{1-x}\text{Co}_x/\text{Co}_{x-1}\text{Pt}_x$  dla  $x = 0,2$  i pozostaje prawie niezmiennie w zakresie  $0,2 < x < 0,8$ . Dla  $x > 0,8$  oddziaływanie DM redukuje się ponownie o 10%.



## Preparatyka próbek

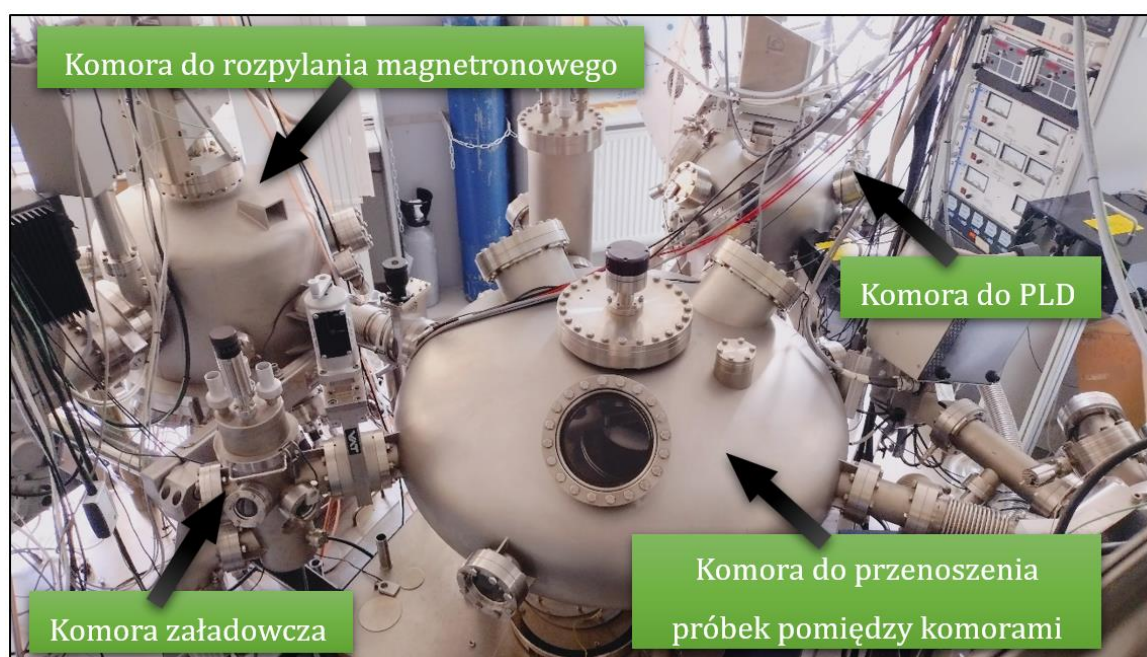
W rozdziale tym objaśniono metody wykorzystywane w osadzaniu cienkich warstw Co, Pt, Ir, Au, Ti i NiO, które zostały wykorzystane do stworzenia badanych magnetycznych układów wielowarstwowych (Rozdz. 3.1.). Opisano również metody pozwalające strukturyzować warstwy i modyfikować właściwości magnetyczne (Rozdz. 3.2.).

W podrozdziale 3.1. omówiono rozpylanie magnetronowe (MS, z ang. *magnetron sputtering*) w atmosferze argonu, które jest powszechnie stosowaną metodą osadzania cienkich warstw. Użyto ją do osadzenia warstw Co, Pt, Ir, Au, Ti. Drugą omówioną metodą w podrozdziale 3.1. jest osadzanie w atmosferze tlenu warstw NiO za pomocą PLD. Metody te należą do grupy osadzania materiału, w których wykorzystuje się fizyczne osadzanie z fazy gazowej (PVD, z ang. *physical vapour deposition*).

W kolejnym podrozdziale 3.2. opisano pozytywową bezmaskową fotolitografię, która w połączeniu z techniką *lift-off* stosowana była do strukturyzacji warstw. Technika ta pozwala z osadzanych warstw otrzymywać obiekty o lateralnych rozmiarach w zakresie mikronowym. Kolejną techniką modyfikacji warstw, która została omówiona w ramach tego rozdziału jest bombardowanie za pomocą FIB. Technika ta została wykorzystana do modyfikacji właściwości magnetycznych próbek omówionych w rozdziale 6.

### 3.1 Osadzanie układów warstwowych

Na rys. 3.1. przedstawiono zdjęcie aparatury do osadzania warstw metodami PVD, która znajduje się w laboratorium Zakładu Cienkich Warstw i Nanostruktur Instytutu Fizyki Molekularnej Polskiej Akademii Nauk (ZN3 IFM PAN). Aparatura ta składa się z komór próżniowych i pomp umożliwiających osiągnięcie wysokiej próżni ( $\sim 10^{-8}$  mbar) (HV, z ang. *high vacuum*). Centralną część systemu stanowi komora o kształcie spodka „UFO” pozwalająca, przy użyciu manipulatora, transportować próbki do trzech komór preparacyjnych oraz do komory załadowczej próbek. Na komory preparacyjne składają się: komora, do osadzania warstw za pomocą MS; komora do osadzania warstw z wykorzystaniem PLD, komora do nanoszenia warstw z wykorzystaniem dział jonowych. W ramach rozprawy układy warstwowe wytwarzane były z wykorzystaniem pierwszych dwóch technik (Rozdz. 3.1.1. i 3.1.2.), a dzięki połączeniu komór w sposób przedstawiony na rys. 3.1. transfer próbek między nimi odbywa się w warunkach HV.



**Rysunek 3.1:** Zdjęcie przedstawiające aparaturę HV (ciśnienie końcowe  $\sim 10^{-8}$  mbar) do osadzania warstw metodami PVD znajdującą się w laboratorium ZN3 IFM PAN. Na zdjęciu pokazano komory preparacyjne, które wykorzystano w rozprawie.

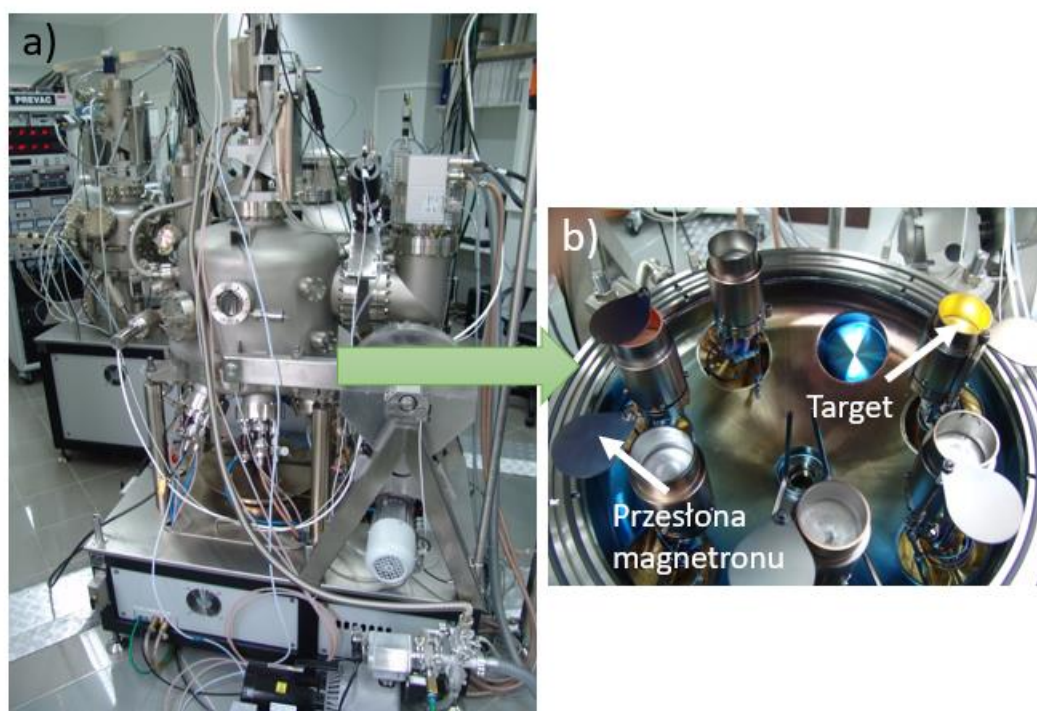
W rozdziale 1.4.1. dotyczącym oddziaływania EB wyjaśniono, że jedną z metod pozwalających wymuszenie jednowrotowej anizotropii magnetycznej związanej z obecnością tego oddziaływania w układach warstwowych FM/AF wykazujących PMA jest ich osadzanie w obecności pola magnetycznego skierowanego wzdłuż



normalnej do warstwy. Dlatego układy warstwowe badane w tej pracy zawierające warstwy FM i AF osadzone były z wykorzystaniem nośników podłoża zaopatrzonych w magnes trwałe.

### 3.1.1 Osadzanie warstw metalicznych metodą rozpylania magnetronowego

Warstwy Au, Ti, Co, Ir i Pt osadzone były z wykorzystaniem metody rozpylania magnetronowego. Proces prowadzony był w atmosferze Ar (próżnia bazowa  $p_{\infty} \leq 10^{-8}$  mbar, a ciśnienie parcjale Ar podczas osadzania wynosiło  $p_{Ar} \approx 10^{-3}$  mbar) w komorze wyposażonej w sześć źródeł magnetronowych przystosowanych do montażu na katodzie dwucalowych targetów (płytek wykonanych z osadzanego materiału) (Rys. 3.2.). Czystość targetów była większa niż 99,9%. Źródła magnetronowe są podłączone do zasilaczy stałoprądowych (DC, z ang. *direct current*) lub zmiennoprądowych o częstotliwości radiowej (RF, z ang. *radio frequency*). Podłoża stanowiły naturalnie utlenione płytki Si(001).

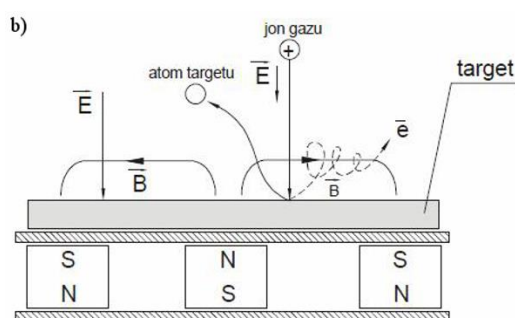


**Rysunek 3.2:** Zdjęcie komory próżniowej, w której prowadzono proces osadzania warstw z wykorzystaniem rozpylania magnetronowego (a). Panel (b) przedstawia dolną część komory, w której zamontowanych jest 6 źródeł magnetronowych zaopatrzonych w przesłony.

Źródła magnetronowe są obecnie najczęściej stosowane podczas osadzania cienkich warstw i układów warstwowych metodą rozpylania jonowego. Dotyczy to

zarówno badań laboratoryjnych, jak również wytwarzania warstw w warunkach przemysłowych. Jest to związane z zaletami tej metody, do których należy zaliczyć: jednorodność pokrycia, możliwość regulacji szybkości osadzania poprzez moc źródła, dużą powtarzalność procesu i prostą kontrolę jego parametrów.

Jony gazu roboczego o energii większej od energii progowej bombardując target wywołują rozpylenie materiału, z którego jest on wykonany. Wybite atomy i/lub agregaty atomowe docierają do podłoża tworząc warstwę. Jonizacja doprowadzanych do komory atomów argonu zachodzi w wyniku ich oddziaływania z elektronami przyspieszonymi w polu elektrycznym pomiędzy ekranem będącym na potencjale  $V = 0$  (pełniącym funkcję anody) i katodą (targetem) na ujemnym potencjale rzędu  $10^2$  V. Prawdopodobieństwo jonizacji zwiększa obecność pola magnetycznego, które w wyniku działania siły Lorentza zakrzywia trajektorie ruchu elektronów (Rys. 3.4.). Dzięki temu w źródłach magnetronowych obszar plazmy (obszar o dużej gęstości jonów i elektronów) zlokalizowany jest w sąsiedztwie targetu (Rys. 3.3.).



**Rysunek 3.3:** Schemat przedstawiający zasadę działania źródła magnetronowego. Źródło: [125].

Pod wpływem pola elektrycznego jony  $\text{Ar}^+$  są wyciągane z obszaru plazmy i przyspieszane w kierunku targetu uzyskując energie rzędu  $\sim 0,1$  keV, która wystarcza do wybitcia atomów z targetu (oddziaływanie jonów z powierzchnią ciała stałego zostało omówione w rozdziale 2.1.). Kątowy rozkład atomów wybitych z targetu ma kosinusoidalny charakter i opisuje go zależności Knudsena (Rozdz. 2.2.). Procesowi bombardowania targetu jonami towarzyszy emisja elektronów, które pozwalają na samoistne (bez wymuszonej emisji elektronów) podtrzymanie procesu jonizacji. Emitowane z powierzchni targetu atomy mogą częściowo ulegać jonizacji i podobnie jak jony  $\text{Ar}^+$  brać udział w rozpylaniu targetu. Ten dodatkowy mechanizm rozpylania staje się istotny w przypadku dużych szybkości osadzania (dużych mocy

zasilania źródła magnetronowego) [126], które nie były stosowane podczas wytwarzania układów warstwowych omawianych w tej pracy.

Ważnym parametrem procesu rozpylania magnetronowego, poza ciśnieniem gazu roboczego, jest stabilizowana wartość mocy ( $P$ ) jaka jest dostarczana do źródła magnetronowego z zasilacza RF lub DC. Szybkość osadzania jest wprost proporcjonalna do  $P$ . Inne ważne parametry procesu to odległość pomiędzy targetem i podłożem (wynosiła ona 12 cm) oraz temperatura podłoża (w realizowanych badaniach podłoże miało temperaturę pokojową). W tabeli 3.1 zostały przedstawione wartości mocy dla poszczególnych materiałów wraz z podaniem rodzaju zasilacza użytego podczas procesu osadzania.

**Tabela 3.1:** Moc  $P$  i rodzaj zasilaczy podłączonych do targetów użytych podczas nanoszenia warstw. Dane pochodzą z bazy danych ZN3 IFM PAN.

Rodzaj targetu	$P$ (W)	Rodzaj zasilacza	Szybkość osadzania ( $\text{\AA}/\text{s}$ )
Ti	50	RF	0,37
Au	20	RF	1,22
Co	15	DC	0,43
Ir	10	DC	0,34
Pt	8	DC	0,58

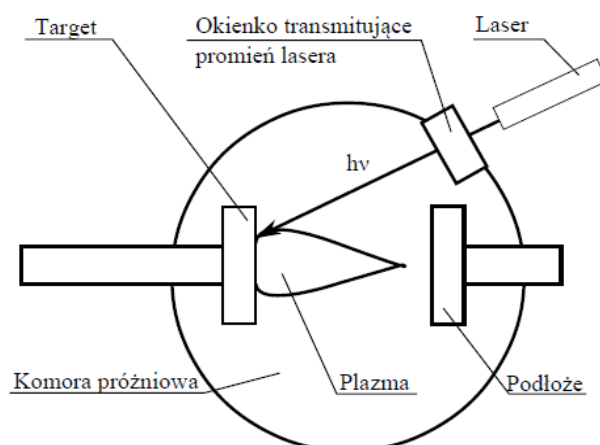
Dzięki zastosowaniu ruchomej przesłony zlokalizowanej bezpośrednio pod powierzchnią podłoża (od strony targetu), zaopatrzonej w sterowany silnikiem krokowym zautomatyzowany przesuw, możliwe było osadzenie warstw w kształcie klina (z gradientem grubości). Pozwala to otrzymać w ramach jednego procesu warstwę, której grubość zmienia się liniowo wzdłuż kierunku przesuwu przesłony. W przypadku badanych układów warstwowych umożliwiało to określenie właściwości magnetycznych w funkcji grubości określonej subwarstwy. Ważne jest, aby podczas wykonywania warstwy w kształcie klina szybkość przesuwu przesłony była dopasowana do szybkości osadzania poszczególnych materiałów, które zostały podane w tabeli 3.1.

Wszystkie prace związane z osadzeniem warstw metalicznych z wykorzystaniem rozpylania magnetronowego zostały wykonane przez dr. Marka Schmidta z zespołu ZN3 IFM PAN.

### **3.1.2 Osadzanie warstw NiO z wykorzystaniem impulsów światła emitowanego z lasera**

Osadzenie warstw z wykorzystaniem lasera impulsowego zazwyczaj stosowane jest przy nanoszeniu materiałów wieloskładnikowych. Jest tak dlatego, że ta metoda pozwala uzyskać skład chemiczny warstwy zbliżony do składu targetu [127–129]. W badaniach prezentowanych w tej rozprawie metoda ta wykorzystywana była do osadzania warstw tlenku niklu ze stechiometrycznego targetu NiO w atmosferze bogatej w tlen. Proces realizowano z wykorzystaniem lasera impulsowego Nd:YAG przy długości fali 532 nm, częstotliwości impulsów 2 Hz, i energii ok 40 mJ. Ze względu na dysocjację odparowywanego materiału, w celu uzyskania stechiometrycznej warstwy NiO konieczne było prowadzenie procesu w atmosferze tlenu (jest to określane jako reaktywne osadzanie). Na podstawie systematycznych badań określono, że dla podanej częstotliwości i energii impulsów światła można uzyskać stechiometryczne warstwy NiO przy parcjalnemu ciśnieniu tlenu  $p_{\text{ox}} = 3 \times 10^{-5}$  mbar. Szczegóły dotyczące badania składu tych warstw zostały zaprezentowane w rozdziale 5.3.

W procesie osadzania warstw metodą PLD można wyróżnić trzy główne etapy: (i) odparowanie termiczne atomów w wyniku wysokoenergetycznego oddziaływania promienia emitowanego przez laser z targetem; (ii) powstanie wysokoenergetycznej plazmy na skutek oddziaływania promienia lasera z odparowanymi atomami; (iii) anizotropową ekspansję adiabatycznej plazmy po każdym impulsie lasera. Podczas tych procesów dochodzi do odparowania atomów z targetu i powstania strumienia plazmy będącej nośnikiem zjonizowanych atomów, które poruszają się w stronę podłoża. Atomy po dotarciu do podłoża kondensują tworząc cienką warstwę osadzonego materiału. Na rys. 3.4. przedstawiono uproszczony schemat konfiguracji do osadzania warstw za pomocą PLD.



**Rysunek 3.4:** Uproszczony schemat osadzania warstw za pomocą lasera impulsowego.

Warstwy NiO były osadzane przez autora niniejszej pracy.

## 3.2 Strukturyzacja układów warstwowych

Jednym z głównych celów badań realizowanych w ramach pracy doktorskiej było wykorzystanie bombardowania jonowego do lokalnej modyfikacji właściwości magnetycznych układów warstwowych (Rozdz. 2.). Zadanie to realizowano z wykorzystaniem zogniskowanej wiązki jonów  $\text{Ga}^+$ . W celu określenia zmian właściwości magnetycznych w funkcji energii i dawki jonów modyfikacji poddane zostały obszary o rozmiarach  $200 \times 200 \mu\text{m}^2$ , które uzyskano poprzez topologiczną strukturyzację warstwy realizowaną z wykorzystaniem fotolitografii bezmaskowej w połączeniu z techniką lift-off (Rys. 3.5.).

### 3.2.1 Strukturyzacja topologiczna realizowana z wykorzystaniem bezmaskowej fotolitografii

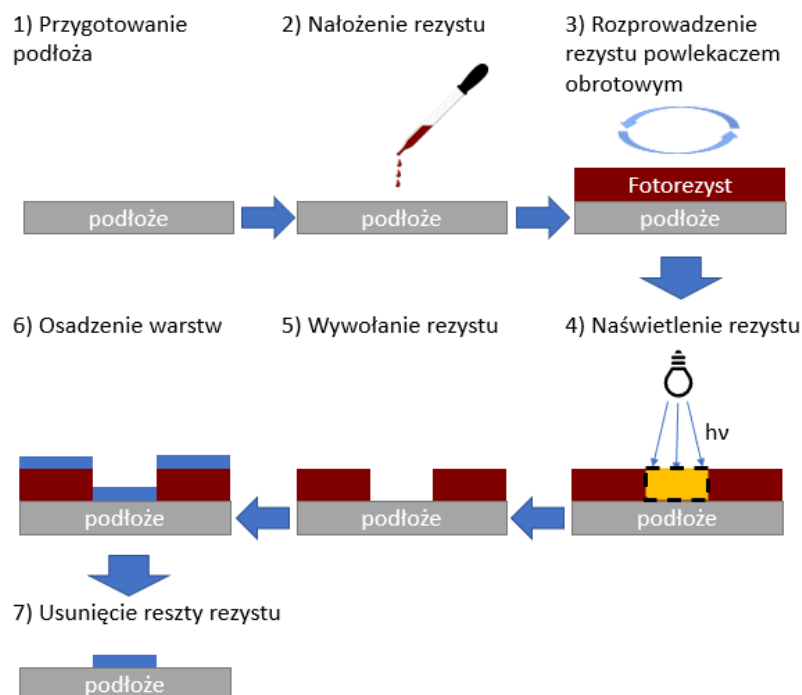
Proces fotolitografii bezmaskowej, w pierwszym etapie związanym z nałożeniem emulsji światłoczułej (rezystu), nie różni się od klasycznej fotolitografii. Etap ten realizowano z wykorzystaniem wirówki z prędkością obrotową 3500 obr./s w czasie 60 s. Stosowano pozytywową rezyst firmy Allresist GmbH o nazwie AR-3510, który był rozcieńczany w eterze metylowym glikolu propylenowego (PGMEA, z ang. *propylene glycol methyl ether acetate*) w proporcji 1:2. Zastosowanie PGMEA ma na celu zmianę lepkości emulsji, co wpływa na finalną jej grubość po nałożeniu na

podłoże lub warstwę. Przy zastosowaniu w metody *lift-off* nie powinna być ona mniejsza od trzykrotnej grubości osadzanych warstw. Pozwala to na wprowadzenie nieciągłości pomiędzy warstwami osadzonymi na rezyście a osadzonymi w miejscu wypłukanym z naświetlonego pozytywowego rezystu. To powoduje, że podczas usuwania resztek nienaświetlonego rezystu po naniesieniu warstw nie dojdzie do przypadkowego oderwania fragmentów osadzonej struktury. Po naniesieniu emulsji podłoże wraz z emulsją zostało wygrzane w celu odparowania resztek PGMEA i utwardzenia emulsji. Procesy związane z nakładaniem rezystu i jego wygrzewaniem prowadzono w pomieszczeniu czystej pracy.

Następnie tak przygotowane podłoże z emulsją zostało naświetlone za pomocą urządzenia MicroWriter firmy Durham Magneto Optics wyposażonego w laser emitujący światło o długości fali 405 nm i średnicy plamki 1  $\mu\text{m}$ . Dzięki zastosowaniu lateralnego ruchu stolika sterowanego komputerem, na którym znajdowała się próbka, możliwe było odwzorowanie zaprojektowanego wcześniej w komputerze wzoru bez używania twardej maski. Po naświetleniu, tj. zerwaniu wiązań polimeru (pozytywowego fotorezystu), został on wywołany. Wywołanie polegało na usunięciu naświetlonych obszarów za pomocą wywoływacza AP 3510 Firmy Allresist GmbH rozcieńczonego w proporcjach 1:1 z wodą miliQ (ultraczysta woda). Opisane powyżej etapy procesu bezmaskowej fotolitografii realizowane były w Wielkopolskim Centrum Zaawansowanym Technologii (WCZT).

Po wywołaniu, na tak przygotowane podłoże pokryte w określonych miejscach rezystem nanoszone były warstwy, metodami omówionymi wcześniej. Po naniesieniu warstw, korzystając z płuczki ultradźwiękowej, wypłukiwano resztę emulsji wraz z naniesioną na nią warstwą w acetonie przez 15 minut i ok. 1 minutę w izopropanolu. Po tych czynnościach warstwa pozostaje jedynie w tych miejscach, gdzie naniesiona została na podłoże nie pokryte rezystem.

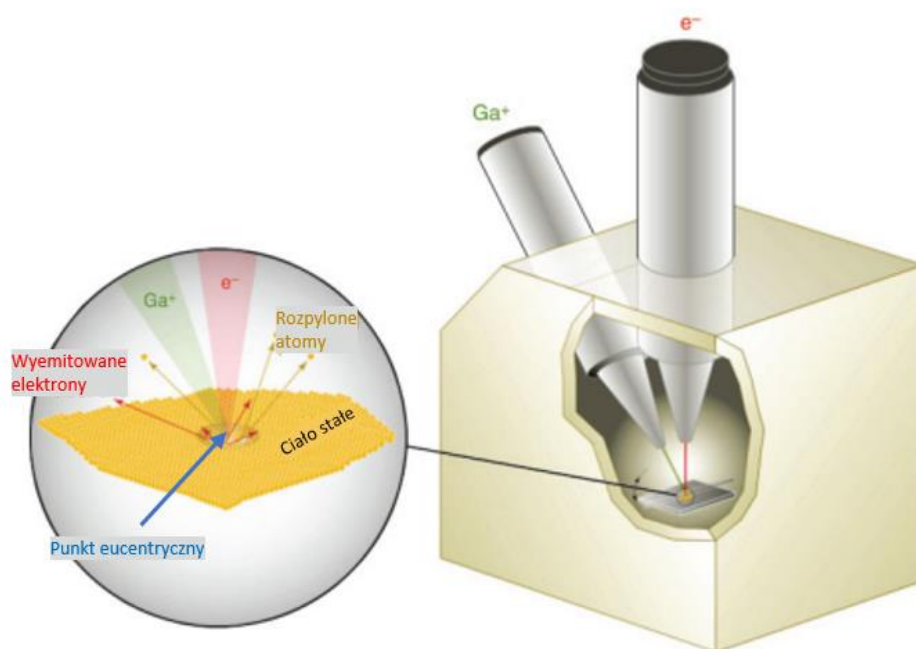
Na rys. 3.5. przedstawiono w schematyczny sposób kolejne kroki realizowane podczas strukturyzacji prowadzonej z wykorzystaniem techniki lift-off w połączeniu z bezmaskową fotolitografią pozytywową.



**Rysunek 3.5:** Schemat pokazujący zastosowanie techniki lift-off i bezmaskowej fotolitografii z zastosowaniem pozytywnego rezystu.

### 3.2.2 Strukturyzacja magnetyczna realizowana z wykorzystaniem zogniskowanej wiązki jonów

Do strukturyzacji magnetycznej wykorzystano zogniskowaną wiązkę jonów FIB. Proces realizowano korzystając z urządzenia FEI HELIOS NANOLAB 660 znajdującego się w WCZT. Urządzenie to wyposażone jest w działo elektronowe i działo jonowe (tzw. z ang. *dual beam system*). Działa te są tak ustawione, że kąt pomiędzy obiema wiązkami wynosi  $52^\circ$ . Obecność działu elektronowego pozwala obserwować powierzchnię próbki za pomocą technik skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM, z ang. *scanning electron microscopy*). SEM pozwala na obserwowanie powierzchni próbki bez niszczenia jej powierzchni wiązką jonową. Dzięki temu można wybrać interesujący obszar próbki przed rozpoczęciem procesu bombardowania jonowego. Aby możliwa była precyzyjna kontrola położenia próbki ustawia się ją w punkcie eucentrycznym obu wiązek, elektronów i jonów (Rys. 3.6.). Dzięki temu, że podczas bombardowania jonowego dochodzi do emisji elektronów wtórnych z powierzchni bombardowanego materiału, które podobnie jak w SEM docierają do detektora Everharta-Thornleya (ETD) możliwe jest obrazowanie powierzchni [130]. Jednakże, obserwacja z wykorzystaniem wiązki jonów

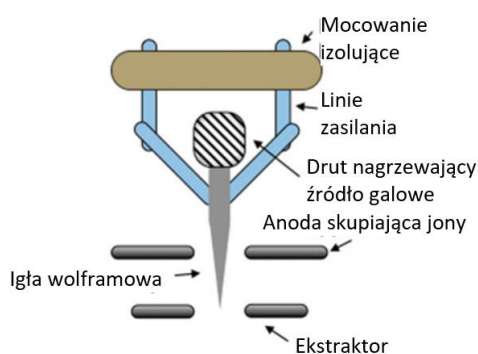


Jony  $\text{Ga}^+$  uzyskiwane są poprzez jonizację atomów ciekłego (stopionego) Ga. Takie źródła jonów w literaturze anglojęzycznej nazywane są LMIS (z ang. *liquid-metal ion source*). Schemat budowy LMIS przedstawia rys. 3.7 a. W metodzie LMIS metal (Ga) z zasobnika zainstalowanego na wolframowej igle jest podgrzewany do temperatury topnienia galu ( $\sim 30^\circ\text{C}$  w warunkach normalnych), i zwilża igłę. Następnie pod wpływem silnego pola elektrycznego powstającego w otoczeniu anody skupiającej jony (w literaturze anglojęzycznej często ten element jest określany jako *suppressor*) na końcu igły powstaje tzw. stożek Taylora. Stożek Taylora to ostro zakończony stożek ciekłego metalu, który powstaje w wyniku silnego pola elektrycznego. Emitowane z tego stożka atomy ulegają jonizacji pod wpływem dostatecznie wysokiego napięcia (powyżej napięcia progowego) na ekstraktorze

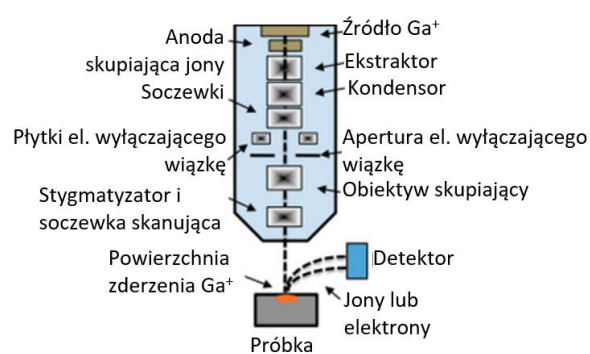


(anodzie). Wartość tego napięcia decyduje o wstępnej energii kinetycznej jonów. Kolumna działa jonowego wyposażona jest nie tylko w LMIS, ale również zespół soczewek elektrostatycznych i apertur (Rys. 3.7 b). Składa się na nie kondensator, który jest odpowiednikiem soczewki kondensującej w optyce. Przy czym tutaj kondensacja jonów realizowana jest z wykorzystaniem pola elektrostatycznego. Kolejnym ważnym elementem za soczewką kondensującą jest układ szybkiego wyłączenia wiązki. Realizowane jest to z wykorzystaniem soczewki, która po uruchomieniu wychyla wiązkę jonów względem centralnej osi kolumny, w taki sposób by jony nie docierały do powierzchni próbki (trafiały w aperturę umieszczoną poniżej tej soczewki). Trzecim ważnym elementem na drodze wiązki jonów jest soczewka skupiająca. Jak nazwa wskazuje, powoduje ona skupienie wiązki jonów na powierzchni próbki. Dzięki doborowi odpowiednich parametrów pola elektrostatycznego średnica wiązki jaka padała na powierzchnię próbki w trakcie wykonywania strukturyzacji była rozmiarów nanometrycznych. Ostatnim elementem działa jonowego jest soczewka elektrostatyczna (stygmatyzator), która polem elektrostatycznym formuje kształt wiązki na powierzchni próbki oraz zapewnia odchylenie wiązki jonów. Dzięki czemu możliwe jest skanowanie powierzchni próbki wiązką jonów[139, 140].

a)



b)



**Rysunek 3.7:** a) schemat działa emitującego jony  $Ga^+$ ; b) schemat budowy kolumny FIB. Rysunek pochodzi z [140].



## Metody pomiarowe

W tym rozdziale zostały opisane metody pomiarowe pozwalające określić właściwości magnetyczne, takie jak  $\mu_0 H_C$ ,  $\mu_0 H_{EB}$ ,  $K_{eff}$  na podstawie pętli histerezy z pomiarów przeprowadzonych magnetometrem wykorzystującym P-MOKE.

W niniejszej pracy, oprócz określenia podstawowych parametrów magnetycznych istotne było również ustalenie chiralności spinów w ścianie domenowej układu NiO/Co/Pt. Zrealizowano to poprzez analizę ruchu ściany domenowej rejestrowaną za pomocą mikroskopu polaryzacyjnego P-MOKE. W przypadku układów warstwowych NiO/Co/Au i NiO/Co/NiO istotne było również określenie rozmiarów ziaren, ponieważ rozkład rozmiaru ziaren warstwy antyferromagnetycznej istotnie wpływa na oddziaływanie EB w układach wykazujących polikrystaliczną budowę. Analiza ta została przeprowadzona na podstawie pomiarów mikroskopem sił atomowych (AFM, z ang. *atomic force microscopy*). Dlatego wymienione metody omówiono w kolejnych podrozdziałach.

### 4.1 Zjawiska magnetoptyczne w ciele stałym

Właściwości magnetyczne próbek takie jak  $\mu_0 H_C$ ,  $\mu_0 H_{EB}$ ,  $K_{eff}$  można określić badając proces przemagnesowania (mierząc pętlę histerezy). W ramach niniejszej pracy było to realizowane przy użyciu magnetometru i mikroskopu wykorzystujących (MOKE) [141]. W pomiarach magnetoptycznych wyróżnia się trzy konfiguracje: polarną (P-MOKE), podłużną (L-MOKE) i poprzeczną (T-MOKE) („L” i „T” są skrótami od ang. słów *longitudinal* i *tranverse*). Podział ten jest związany z orientacją mierzonej składowej magnetyzacji względem powierzchni próbki

i płaszczyzny padania światła. Ze względu na to, że badane warstwy wykazywały PMA stosowano układy pomiarowe pracujące w konfiguracji polarnej.

#### 4.1.1 Zachowanie światła w ośrodku magnetycznym

Zgodnie z ideą dualizmu korpuskularno-falowego światło można nie tylko opisać poprzez poruszające się w przestrzeni fotony, ale też jako falę elektromagnetyczną. Fala ta oddziałuje z ośrodkiem poprzez swoje składowe, elektryczną i magnetyczną, które są względem siebie prostopadłe.

W wyniku przyłożenia  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}}$  do materiału mogą, poza MOKE, zachodzić również inne zjawiska magnetoptyczne, takie jak efekty Faradaya, Voigta, czy Cottona-Moutona, oraz liniowy i kołowy dichroizm magnetyczny. Efekt Faradaya polega na skręceniu o pewien kąt płaszczyzny polaryzacji liniowo spolaryzowanego światła przechodzącego przez medium wzdłuż drogi optycznej. Skręcenie to zależy od wartości modułu wektora  $\vec{B}$  i długości drogi światła w ośrodku, przez który światło przechodzi. Efekt ten był pierwszym zjawiskiem magnetoptycznym odkrytym w historii przez M. Faradaya w 1845 r. [142]. Pomiary MOKE często są zakłócone przez efekt Faradaya zachodzący w elementach optycznych (soczewkach), na które działa rozproszone pole magnetyczne pochodzące np. od układu wytwarzającego pole magnetyczne (cewka lub elektromagnes). Powoduje to, pojawienie się dodatkowego przyczynku kwadratowego i liniowego, który jest widoczny jako pochylenie i wygięcie pętli histerezy w funkcji zewnętrznego pola magnetycznego. Zaś efekt Voigta jest zależny tylko od kwadratu wartości pola magnetycznego. Zazwyczaj zjawisko Voigta prowadzi do rotacji i eliptyzacji liniowo spolaryzowanego światła [143, 144]. Wszystkie te efekty występujące podczas oddziaływania światła z materiałem można zapisać jako uproszczony tensor przenikalności dielektrycznej  $\hat{\epsilon}$  [45, 145]:

$$\hat{\epsilon} = \epsilon \begin{bmatrix} 1 & -im_z Q_v & im_y Q_v \\ im_z Q_v & 1 & -im_x Q_v \\ -im_y Q_v & im_x Q_v & 1 \end{bmatrix}, \quad (4.1)$$

gdzie  $m_x, m_y, m_z$  to kosinusy kierunkowe wektora namagnesowania  $\hat{m} = \vec{M}/M_s$ ,  $Q_v$  definiuje magnetoptyczną stałą Voigta materiału, która opisuje skręcenie płaszczyzny polaryzacji w efekcie Faradaya (w trakcie transmisji światła) i Kerra (podczas odbicia światła). Dla amorficznego i izotropowego materiału zazwyczaj te

stałe są równe sobie w całym wyrażeniu  $W$  przypadku materiału charakteryzującego się symetrią kubiczną te stałe nie są sobie równe. Mimo, że w tensorze  $\hat{\epsilon}$  pozadiagonalne elementy są wartościami urojonymi, to zjawiska magnetoptyczne są zazwyczaj zdominowane przez części rzeczywiste, które znajdują się na diagonalnej tensora [145].

#### 4.1.2 Konfiguracja polarna magnetoptycznego efektu Kerrra

Z powodu tego, że w konfiguracji P-MOKE światło pada pod niewielkim kątem  $\theta$  (zazwyczaj bliskim  $0^\circ$  dla konfiguracji P-MOKE) względem normalnej powierzchni próbki (wówczas płaszczyzna padania światła jest równoległa z kierunkiem  $m_z$  próbki), a zewnętrzne pole magnetyczne jest przykładane prostopadle do płaszczyzny próbki, dochodzi do zaniku stałych pozadiagonalnych, których kosiny kierunkowe nie są równoległe z kierunkiem  $m_x$  i  $m_y$ , dlatego tensor (4.1.) przyjmuje postać:

$$\hat{\epsilon} = \epsilon \begin{bmatrix} 1 & -im_z Q_v & 0 \\ im_z Q_v & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}. \quad (4.2)$$

Ten zapis tensora uwzględnia dwie możliwe sytuacje. W pierwszej odbite światło jest zgodne w fazie ze światłem padającym. Wówczas zachodzi skręcenie płaszczyzny polaryzacji światła odbitego. W drugiej światło odbite nie jest zgodne w fazie ze światłem padającym, co daje wkład do eliptyczności światła (konsekwencja niezerowej stałej Voigta wzdłuż osi  $x$  i  $y$ ).

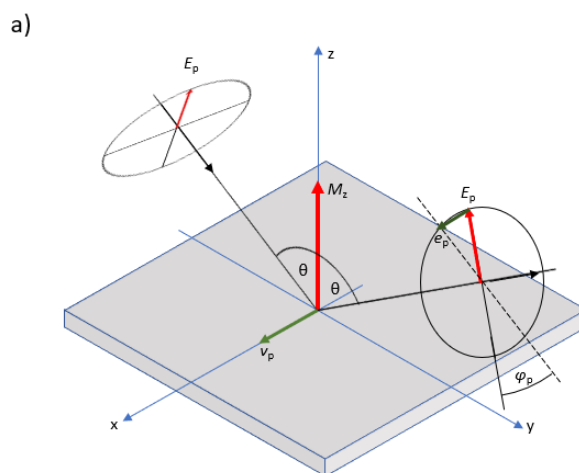
W wyniku oddziaływania składowej elektrycznej liniowo spolaryzowanego światła z elektronami zlokalizowanymi w przypowierzchniowym obszarze, elektrony poruszają się ruchem oscylacyjnym w kierunku składowej  $\vec{E}_p$  równoległej do płaszczyzny próbki. W przypadku materiału ferromagnetycznego ruch elektronów uwarunkowany jest również wewnętrznym polem magnetycznym o indukcji:

$$\vec{B} = \mu(\vec{H} + \vec{M}). \quad (4.3)$$

W wyniku tego pola na poruszające się elektrony działa siła Lorentza, która powoduje, że drgają nie tylko zgodnie z kierunkiem wektora  $\vec{E}_p$ , ale wykazują również składową drgań w płaszczyźnie próbki z prędkością  $\vec{v}_p$  (Rys. 4.1.). Wektor tej prędkości jest definiowany w następujący sposób [45]:

$$\vec{v}_p = -\vec{M}_z \times \vec{E}_p, \quad (4.4)$$

gdzie  $\vec{M}_z$  to składowa wektora namagnesowania próbki skierowana wzdłuż normalnej do jej powierzchni. Drgające w taki sposób elektrony są źródłem nowej fali elektromagnetycznej (nazywanej światłem odbitym) skierowanej pod kątem  $\theta$  do normalnej (w przypadku pomiarów prowadzonych w ramach tej pracy  $\theta \approx 0^\circ$ ). Ze względu na obecność składowej drgań  $\vec{v}_p$  światło odbite ma dodatkową składową o amplitudzie  $e_p$  proporcjonalnej do wartości siły Lorentza ( $\sim M_z E_p \cos(\theta)$ ) działającej na elektrony [45]. Jak pokazano na rys. 4.1. efektem występowania składowej  $e_p$  jest skręcenie płaszczyzny polaryzacji o kąt  $\varphi_p$ . Ten kąt w pomiarach P-MOKE jest nazywany kątem Kerra i jest proporcjonalny do składowej namagnesowania próbki równoległej do normalnej, czyli do  $\vec{M}_z$  (Rys. 4.1.).



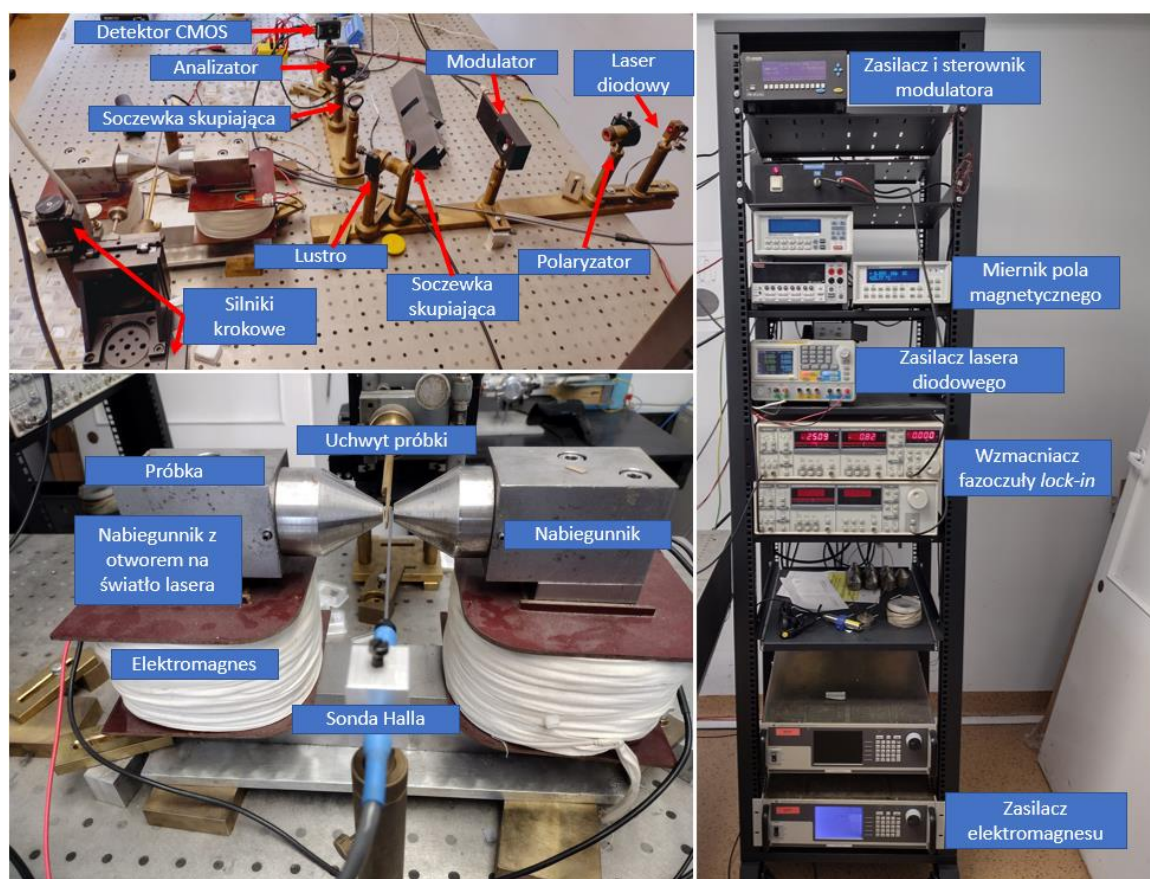
**Rysunek 4.1:** Schematyczne przedstawienie magnetoptycznego efektu Kerra w konfiguracji polarnej dla warstwy magnetycznej wykazującej prostopadłe namagnesowanie, gdy światło jest spolaryzowane zgodnie z kierunkiem wektora  $\vec{E}_p$ . Ilustracja na podstawie pracy [45].

#### 4.1.3 Pomiary procesu przemagnesowania z wykorzystaniem magnetoptycznego magnetometru

W pomiarach wykorzystano magnetometr, którego zdjęcie przedstawiono na rys. 4.2. Spolaryzowane liniowo światło lasera o długości 655 nm przechodzi przez otwór w nabiegunniku trafiając na próbkę. Przed przejściem przez otwór światło jest modulowane z częstotliwością 50 kHz za pomocą fotoelastycznego modulatora. Modulacja ta jest wykorzystywana do detekcji fazoczułej *lock-in* i generowana jest z wykorzystaniem zjawiska fotoelastyczności (również nazywanego efektem

piezooptycznym) polegającym na ściskaniu i rozciąganiu przezroczystego materiału. Plamka światła na powierzchni próbki ma eliptyczny kształt o półosiach  $170 \pm 10 \mu\text{m}$  i  $250 \pm 20 \mu\text{m}$ . Odbite od próbki światło przechodzi ponownie przez otwór w nabiegunniku i trafia na lustro ustawione pod kątem  $45^\circ$ , które kieruje promień światła na analizator i fotodiodę (PDA36A2, Thorlabs). Sygnał z fotodiody trafia do wzmacniacza fazoczułego (Stanford Research Systems), dla którego sygnałem referencyjnym jest sygnał sterownika modulatora. Sygnał ze wzmacniacza trafia do komputera przez interfejs GBIP. Do wzmacniacza fazoczułego, przez wejście AUX, jest podłączony również zasilacz (Kepco Power Supply), który zapewnia zasilanie elektromagnesów. Dzięki takiemu podłączeniu pole magnetyczne wytwarzane przez nabiegunniki może być sterowane z komputera. Wartość pola jest mierzona w pobliżu próbki za pomocą sondy Halla (HMMT-6J04-VR, LakeShore), która jest podłączona do miernika pola (455 DSP Gaussmeter, LakeShore). Następnie sygnał z miernika trafia, poprzez interfejs GBIP, do komputera. Dzięki temu krzywe magnesowania są mierzone w funkcji rzeczywistego pola magnetycznego przykładanego do próbki. Rozdzielczość takiego pomiaru zależy od zadanego zakresu zmian pola magnetycznego zmieniającego się w trakcie pomiaru, liczby punktów pomiarowych oraz czasu mijającego pomiędzy punktami pomiarowymi. Mierzony sygnał ( $\Phi$ ) jest wielkością, która jest proporcjonalna do kąta skręcenia płaszczyzny polaryzacji liniowo spolaryzowanego światła.

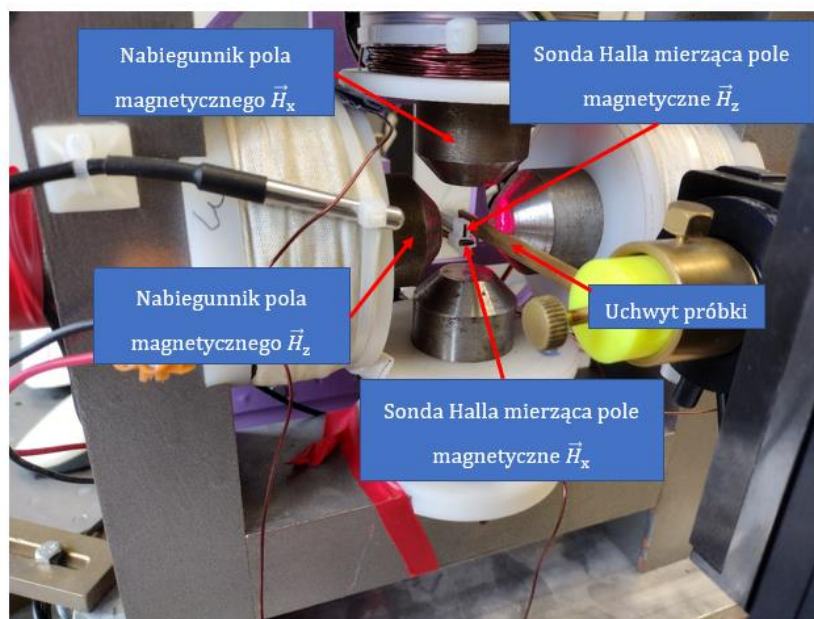
Uchwyt próbki, dzięki silnikom krokowym, zapewnia sterowany komputerowo przesuw w płaszczyźnie próbki. Umożliwia to zaprogramowanie seryjnego pomiaru wzdłuż określonego kierunku w płaszczyźnie warstwy lub przeskanowanie całej powierzchni próbki. Ta opcja pomiarów jest niezwykle ważna w badaniach układów warstwowych z gradientem grubości lub składu chemicznego subwarstw [146], gdyż pozwala w sposób precyzyjny określić wpływ tych parametrów na właściwości magnetyczne.



**Rysunek 4.2:** Zdjęcia przedstawiające budowę magnetometru P-MOKE w laboratorium zespołu ZN3 IFM PAN. Na górnym zdjęciu pokazano ułożenie poszczególnych elementów układu optycznego wraz z oznaczeniem. Na dolnym zdjęciu pokazano elektromagnes wraz z położeniem sondy Halla oraz próbki. Na zdjęciu prawym przedstawiono zespół zasilaczy i kontrolerów sterujących magnetometrem.

Kolejny układ pomiarowy wykorzystywany w pomiarach efektywnej anizotropii jest modyfikacją stanowiska przedstawionego na rys. 4.2. Modyfikacja ta polegała na zastosowaniu elektromagnesu, którego dwie pary nabiegunników pozwalają uzyskać pole magnetyczne w płaszczyźnie próbki i wzdłuż normalnej do niej. Pomiar pola magnetycznego w obu kierunkach realizowany jest przez dwie sondy Halla. Konfiguracja nabiegunników wraz z rozmieszczeniem sond Halla i uchwytu próbki jest przedstawiona na rys. 4.3. Zaletą omawianego stanowiska jest możliwość pomiaru krzywych namagnesowania w funkcji  $\mu_0 H_x$  przy udziale pola  $\mu_0 H_z = \text{const.}$  Jak pokazano w rozdziale 1.2.5. realizacja takiego pomiaru pozwala wyznaczyć stałą anizotropii magnetycznej dla próbek, które wykazują PMA.

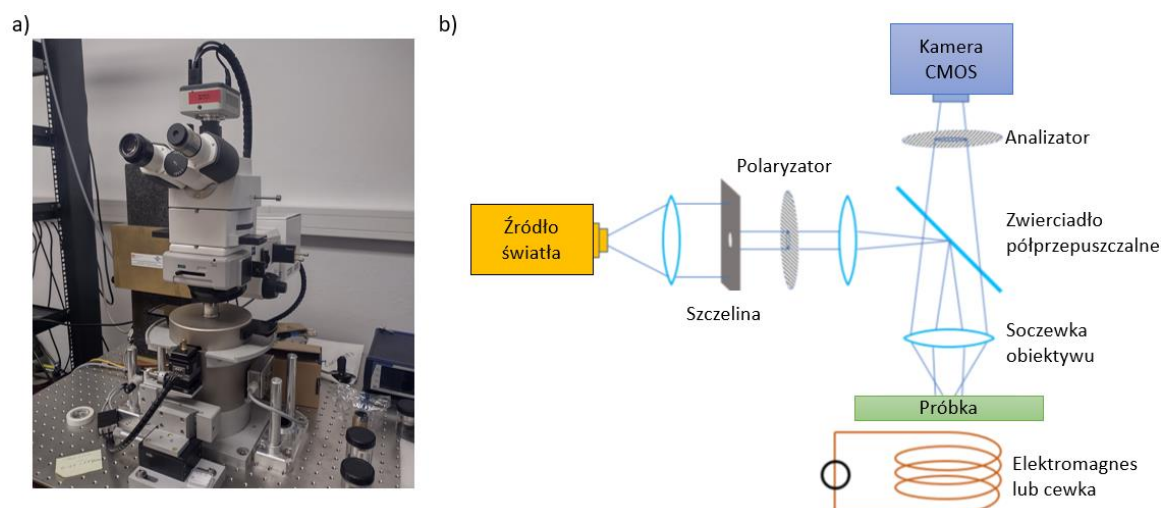




**Rysunek 4.3:** Zdjęcie przedstawiające elektromagnesy magnetometru P-MOKE do pomiaru stałej anizotropii magnetycznej  $K_{\text{eff}}$  w laboratorium zespołu ZN3 IFM PAN

#### 4.1.4 Obserwacja struktury domenowej z wykorzystaniem mikroskopu polaryzacyjnego

Obserwacje powierzchni ferromagnetyka prowadzone z wykorzystaniem mikroskopu polaryzacyjnego pozwalają, dzięki MOKE, uzyskać kontrast obszarów o zróżnicowanej orientacji namagnesowania, czyli obserwować strukturę domenową. Zdjęcie wraz ze schematem stanowiska przystosowanego do obserwacji struktury domenowej przedstawiono na rys. 4.4. W ramach realizowanych badań obserwacje takie prowadzono z wykorzystaniem mikroskopu polaryzacyjnego firmy Zeiss, który był zmodyfikowany przez firmę Evico Magnetics GmbH Dresden i wyposażony w elektromagnes z możliwością chłodzenia wodą w zamkniętym obiegu, pozwalający wytwarzać pole magnetyczne  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}} = \mu_0 (\vec{H}_z + \vec{H}_{x(y)})$  (Rys. 4.4. a). Wraz z mikroskopem została również dostarczona cewka powietrzna do pomiarów w polu  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}} = \mu_0 \vec{H}_z$ . Takie cewki wykorzystuje się w pomiarach, dla których wymagane jest zerowe pole magnetyczne w remanencji, czego nie zapewniają rdzenie elektromagnesów ze względu na namagnesowanie szczątkowe.



**Rysunek 4.4:** a) mikroskop polaryzacyjny firmy Zeiss zmodyfikowany przez firmę Evico Magnetics GmbH Dresden znajdujący się w pracowni ZN3 IFM PAN; b) schemat mikroskopu polaryzacyjnego MOKE. Na podstawie rysunku ze strony: <https://nabis.fisi.polimi.it/equipments/kerr-microscope/>.

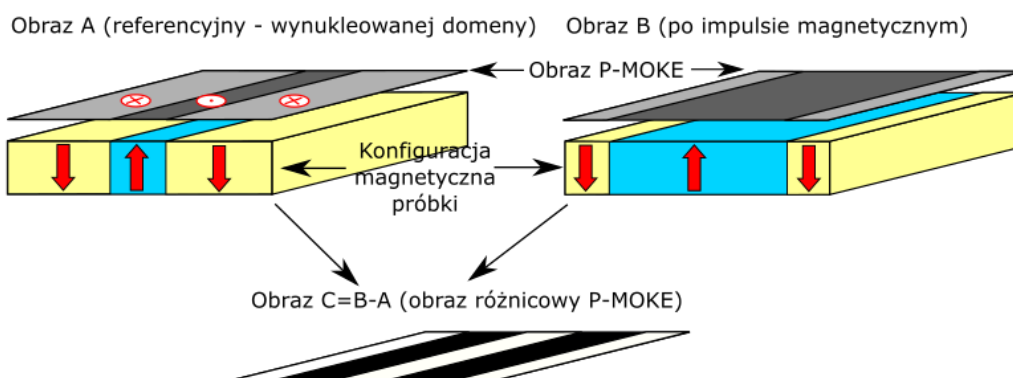
Światło emitowane z oświetlacza po przejściu przez szczelinę jest polaryzowane przez filtr polaryzacyjny. Następnie trafia na rozdzielacz wiązki światła (którego funkcję pełni zwierciadło półprzepuszczalne) ustawiony pod kątem  $45^\circ$  względem kierunku padającego światła. Dzięki temu promienie światła są od niego odbijane pod kątem ok.  $90^\circ$  i przechodząc przez soczewkę obiektywu są skupiane na powierzchni próbki. Światło odbite od próbki przechodząc przez analizator pada na matrycę detektora CMOS rejestrującą obraz. W przypadku obserwacji realizowanych w konfiguracji P-MOKE każda zmiana orientacji wektora  $\vec{M}$  względem normalnej powoduje zmianę intensywności światła po przejściu przez analizator. Dzięki temu istnieje możliwość nie tylko obserwacji powierzchni próbki (topografii), ale również ułożenia domen magnetycznych w funkcji zewnętrznego pola magnetycznego.

W niniejszej pracy podczas badań ustawiono polaryzator w taki sposób, że obserwowane domeny magnetyczne wykazujące namagnesowanie zwrócone od powierzchni w głąb materiału ( $\downarrow$ ) miały jasny odcień. Natomiast w odwrotnej sytuacji ( $\uparrow$ ) były obserwowane ciemniejsze obszary.

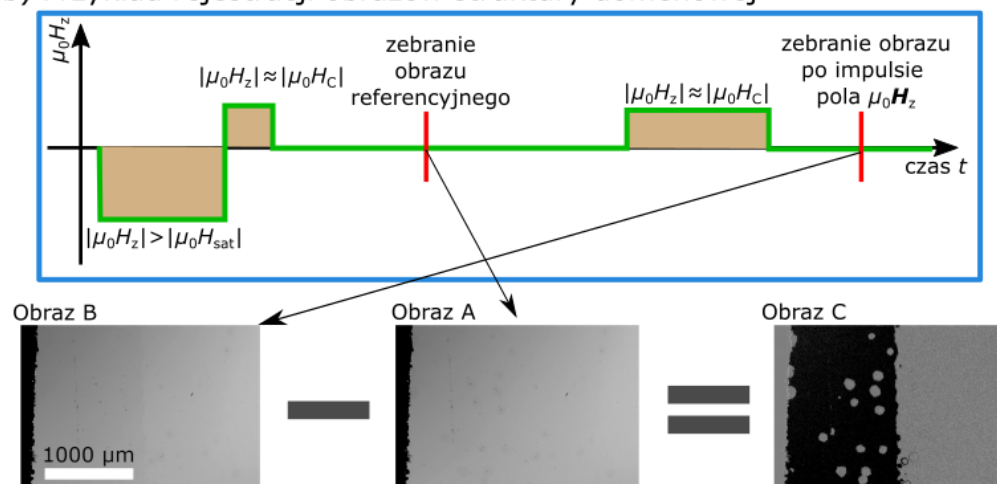
Zwykle różnica intensywności światła odbitego od domen magnetycznych zorientowanych  $\downarrow$  i  $\uparrow$  jest niewielka (Rys. 4.5. b – obraz B), co utrudnia rejestrację struktury domenowej. Dlatego często stosuje się technikę pozwalającą zwiększyć kontrast pomiędzy obszarami pochodzącym od domeny magnetycznej  $\downarrow$  i  $\uparrow$ . Polega ona na cyfrowym odjęciu od obrazu rejestrowanego na żywo (Rys. 4.5. a – obraz B) zdjęcia wykonanego w remanencji po np. uprzednim całkowitym nasyceniu próbki

(Rys. 4.5. a – obraz A). Ta procedura pozwala na znaczącą poprawę kontrastu (Rys. 4.5. a – obraz C). Cyfrowe odejmowanie obrazów uzyskanych za pomocą mikroskopu, nie tylko pozwala poprawić kontrast magnetyczny, ale również pozwala wyeliminować kontrast pochodzący od defektów i topografii powierzchni. Ponadto podobna metoda jest stosowana podczas analizy ruchu ściany domenowej, gdzie obraz referencyjny jest w tym przypadku obrazem wynukleowanej domeny magnetycznej (Rys 4.5. b – obraz A). Po odjęciu od takiego obrazu zdjęcia wykonanego po kolejnym impulsie pola magnetycznego  $\mu_0 H_z \approx \mu_0 H_c$  (Rys. 4.5. b – obraz B) otrzymuje się obraz przedstawiony na rys. 4.5. b – obraz C. Dzięki temu można śledzić względną zmianę położenia ściany domenowej pomiędzy impulsami pola.

#### a) Powstawanie obrazu różnicowego struktury domenowej



#### b) Przykład rejestracji obrazów struktury domenowej



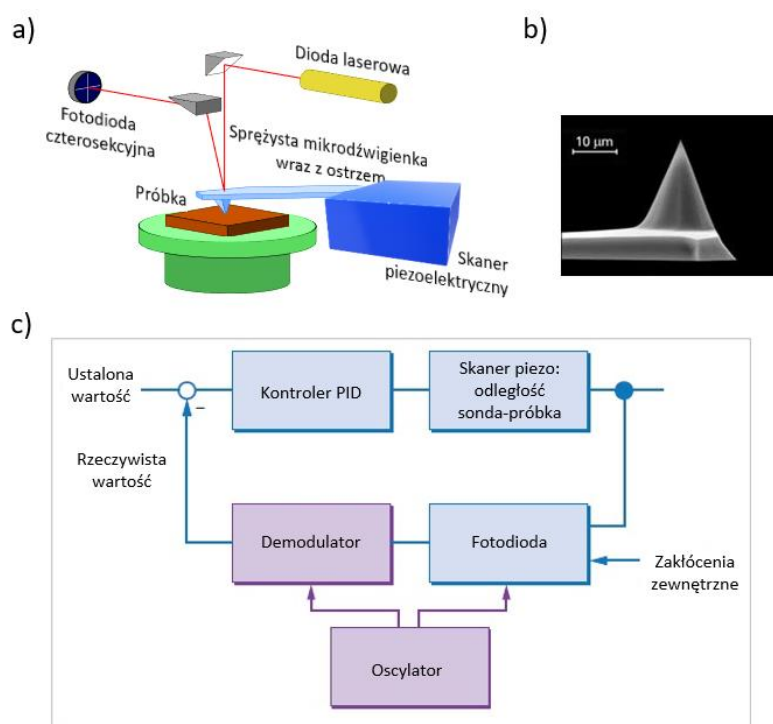
**Rysunek 4.5:** a) przedstawienie głównej idei tworzenia obrazów różnicowych w celu wzmocnienia kontrastu magnetycznego. Dla tego przykładu biały kolor jest przypisany do kontrastu pochodzącego od wektora namagnesowania  $\vec{M}_z$  skierowanego od powierzchni w głąb próbki a czarny odpowiada kontrastowi o przeciwnym zwrocie  $\vec{M}_z$ . Czerwone strzałki na warstwach oznaczają kierunki wektora  $\vec{M}$ ; b) przykład rejestracji obrazu struktury domenowej z wykorzystaniem metody przedstawionej w (a) za pomocą mikroskopu polaryzacyjnego w konfiguracji P-MOKE. W tym przypadku obrazem referencyjnym jest obraz po wynukleowaniu domen magnetycznych. Przykładowe zdjęcia w panelu b pochodzą z zasobów własnych.

## 4.2 Budowa i zasada działania mikroskopu sił atomowych

Omawiając anizotropię (Rozdz. 1.2.) i oddziaływania występujące w układach warstwowych (Rozdz. 1.4. i 1.5.) zwracano uwagę na to, że rozmiar krystalitów polikrystalicznych warstw i struktura międzywierzchni mają istotny wpływ na badane właściwości magnetyczne. W badaniach prezentowanych w rozdziale 5. AFM służył do określenia topografii powierzchni warstwy Au stanowiącej warstwę wierzchnią w układach zawierających warstwę NiO, takich jak Ti(4 nm)/Au(30 nm)/NiO(10 nm)/Co( $t_{Co}$ )/Au(2 nm) i Ti(4 nm)/Au(30 nm)/NiO(10 nm)/Co( $t_{Co}$ )/NiO(10 nm)/Au(2 nm). Uzyskane wyniki pozwoliły określić rozkład rozmiarów ziaren.

AFM został skonstruowany i opisany przez G. Binniga, C. F. Calvina oraz C. Gerbera w 1986 roku [147]. Pierwotnie AFM był wykorzystywany do obserwacji topografii powierzchni z dużą rozdzielczością zarówno materiałów przewodzących jak i nieprzewodzących [148–150]. Wraz z rosnącym zainteresowaniem pomiarami z wykorzystaniem AFM pojawiły się nowe warianty pomiarów. Najważniejsze z nich pozwalają na pomiar rozkładu siły tarcia, pól elektrycznych [151, 152], magnetycznych [153, 154], itd.

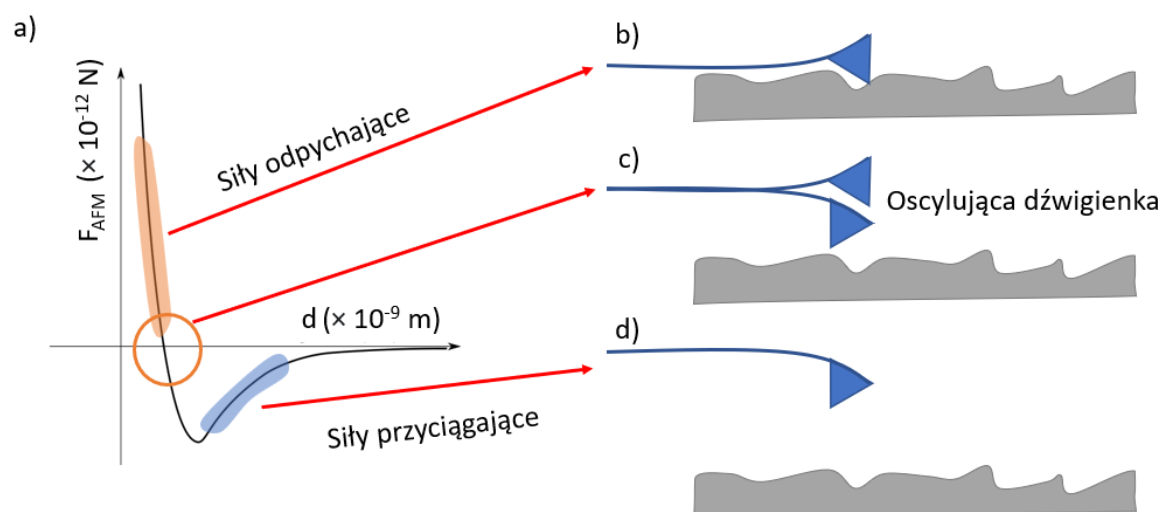
Na rys. 4.6. a przedstawiono schemat budowy AFM Agilent 5500 znajdujący się w Wielkopolskim Centrum Zaawansowanych Technologii, który był wykorzystany do obserwacji topografii powierzchni układów warstwowych. Najważniejszymi elementem AFM jest sprężysta dźwigienka, która zazwyczaj jest wykonana z krzemu [155] lub azotku krzemu ( $Si_3N_4$ ) [156]. Na końcu tej dźwigienki znajduje się ostrze (Rys. 4.6. b), które najczęściej ma kształt ostrosłupa prawidłowego (piramidy). Mogą też być stosowane inne kształty ostrza zapewniające ostre zakończenie (w idealnym przypadku ostrze powinno być zakończone pojedynczym atomem – co trudno zapewnić w warunkach rzeczywistych).



**Rysunek 4.6:** a) schemat budowy AFM, na którym zaznaczono najważniejsze elementy. (ilustracja pochodzi z [https://commons.wikimedia.org/wiki/File:AFM\\_schematic\\_\(EN\).svg](https://commons.wikimedia.org/wiki/File:AFM_schematic_(EN).svg)), b) zdjęcie ostrza używanego w mikroskopie sił atomowych wykonane SEM [157]. c) pętla sprzężenia zapewniająca rejestrację obrazu topografii powierzchni w trybie stałej siły. Diagram pochodzi z: <https://www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=3010>.

W wyniku oddziaływań zachodzących pomiędzy końcem ostrza a mierzoną powierzchnią, na ostrze działają siły przyciągania van der Waalsa ( $F_{AFM} < 0$ ) lub odpychania Coulomba ( $F_{AFM} > 0$ ). To, który rodzaj siły jest dominujący, zależy od odległości końca ostrza od powierzchni próbki (Rys. 4.7. a). Siły w zakresie  $F_{AFM} < 0$ , charakteryzuje daleki zasięg oddziaływania, dlatego wykorzystywane są w pracy AFM w trybie zwany bezkontaktowym (z ang. *non-contact mode*). W tym trybie ostrze nigdy nie dotyka powierzchni próbki (Rys. 4.7. b). W trybie kontaktowym (z ang. *contact mode*) są wykorzystywane siły w zakresie  $F_{AFM} > 0$ . Jak sama nazwa wskazuje, ostrze podczas takiego pomiaru prawie dotyka powierzchnię próbki (Rys. 4.7. c). W obu trybach pracy topografia jest mierzona ze stałą siłą lub stałą odległością. Stała siła jest zapewniona przez pętlę sprzężenia zwrotnego (Rys. 4.6. c). W kolejnym trybie, pracy znanym jako tryb przerywanego kontaktu (*Tapping Mode™*) (Rys. 4.7. c), AFM wykorzystuje się zakres odległości ostrze-próbka leżący pomiędzy zakresem sił odpychających i przyciągających ( $F_{AFM} \approx 0$ ). Tryb ten był stosowany podczas pomiarów topografii powierzchni układów warstwowych prezentowanych w rozdziale 5. niniejszej pracy. W trakcie tych pomiarów powierzchnia próbki jest

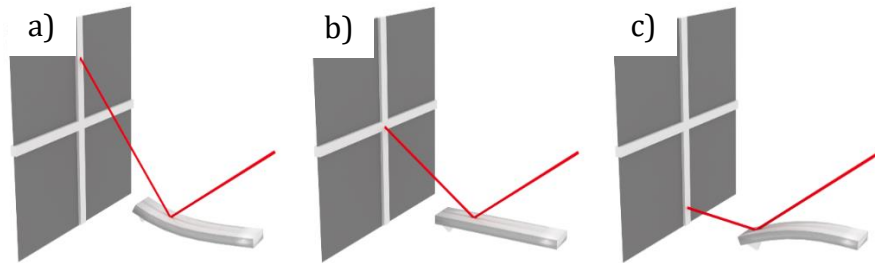
„oklepywana” przez ostrze dźwigienki z częstotliwością bliską częstotliwości rezonansowej dźwigienki ( $f_0$ ) i amplitudą wynoszącą kilka nanometrów. Typowa częstotliwość dla zastosowanej dźwigienki wynosiła  $f_0 = \sim 70$  kHz. Różnica między trybem kontaktowym a trybem przerywanego kontaktu jest taka, że tryb przerywanego kontaktu pozwala zniwelować problemy związane z adhezją i tarcieniem występującymi pomiędzy ostrzem a powierzchnią podczas pomiaru w trybie kontaktowym.



**Rysunek 4.7:** a) Zależność siły działającej na ostrze dźwigienki AFM ( $F_{AFM}$ ) w funkcji odległości ostrze – powierzchnia próbki ( $d$ ). Pomarańczowym kolorem zaznaczono zakres sił odpychających a niebieskim przyciągających. Pomarańczowym okręgiem zaznaczono zakres sił działających na ostrze w trybie przerywanego kontaktu. (b-d) przedstawiają trzy tryby pracy AFM: tryb kontaktowy (b), tryb przerywanego kontaktu (c) i tryb bezkontaktowy (d); ilustracja na podstawie opisu w pracy [154] i opisu ćwiczenia laboratoryjnego odbywającego się na Akademii Górniczo Hutniczej (<https://home.agh.edu.pl/~kmr/instrukcje/afm.pdf>).

W urządzeniu Agilent 5500 ruch dźwigienki wykorzystywany do skanowania powierzchni zapewniony jest przez elementy piezoceramiczne, które pod wpływem przyłożonego napięcia zmieniają swoje wymiary w zależności od polaryzacji i wartości napięcia. Elementy te w połączeniu z czterosekcyjną fotodiodą i układem sprzężenia zwrotnego zapewniają stałą siłę pomiędzy ostrzem dźwigienki i powierzchnią próbki (Rys. 4.6. c). Podczas pomiaru AFM światło z diody lasera pada na powierzchnię dźwigienki, od której odbija się padając na fotodiodę (Rys. 4.6. a). Pod wpływem sił działających na ostrze dźwigienka ugina się, co powoduje, że odbity promień światła zmienia swoje położenie na detektorze (Rys. 4.8.). To pozwala śledzić zmiany sygnału na jego wyjściu, co jest wykorzystywane do bezpośredniej rejestracji położenia dźwigni (mod stałej wysokości) lub jest przetwarzana przez układ sprzężenia zwrotnego (opartego o regulator proporcjonalno-całkujący-

różniczkujący (PID, z ang. *proportional-integral-derivative*)) do utrzymania siły pomiędzy próbką a ostrzem na stałym poziomie. Dzięki czemu można odwzorować topografię.



**Rysunek 4.8:** Schemat przedstawiający jak wygląda ruch plamki lasera na detektorze fotoczułym: gdy dźwignia ugina się w górę(a), gdy dźwignia nie wykazuje ugięcia (b); oraz gdy dźwignia jest wygięta w dół (c). Obraz pochodzi z pracy magisterskiej autora [158].





## *Wpływ warstwy NiO na właściwości magnetyczne warstwy Co w układach warstwowych NiO/Co/Au, NiO/Co/Pt i NiO/Co/NiO*

W niniejszym rozdziale omówiono wpływ warstwy NiO na właściwości magnetyczne warstwy Co w układach warstwowych NiO/Co/Au, NiO/Co/NiO oraz NiO/Co/Pt. Badania układów warstwowych, w których warstwa Co znajduje się w bezpośrednim kontakcie z warstwą NiO, są od kilku lat prowadzone w ZN3 IFM PAN. Pozwoliły one zaobserwować wiele ciekawych właściwości magnetycznych indukowanych przez międzywierzchnię Co/NiO. Dotyczy to np. pojawienia się silnego oddziaływania EB i DM [23, 24], wzmocnienie PMA [15] w układach warstwowych typu Au/Co/NiO. Pokazano również, że w takich układach podczas procesu osadzania na warstwie Co warstwy NiO za pomocą PLD w atmosferze tlenu dochodzi do częściowego utlenienia warstwy Co [15]. Prowadzi to do redukcji grubości nieutlenionej warstwy Co oraz obniżenia temperatury blokowania ( $T_b$ ) i/lub temperatury Néela ( $T_N$ ) poprzez pojawienie się cienkiej warstwy CoO ( $t_{CoO} \approx 0,26$  nm [15]) pomiędzy warstwami Co i NiO. Utleniania warstwy Co nie powinno się obserwować w przypadku odwrotnej kolejności osadzania warstw, gdzie najpierw, za pomocą PLD, osadzana jest warstwa NiO a dopiero potem warstwa Co za pomocą rozpylania magnetronowego. Aby to sprawdzić w ramach mojej pracy magisterskiej, przeprowadzono badania układów Ti/Au/Co/NiO i Ti/Au/NiO/Co/NiO [158], dla których określono wpływ warstwy buforowej na właściwości magnetyczne i strukturalne. Z tych badań wyznaczono podstawowe parametry magnetyczne:  $\mu_0 H_c$ ,

$\mu_0 H_{EB}$  i  $K_{eff}$  w funkcji grubości warstwy złota w warstwie buforowej Ti/Au. Uzyskane wyniki potwierdziły przypuszczenia, że w przypadku warstw Co nanoszonych na NiO nie zachodzi utlenianie warstwy Co. Na podstawie pomiarów topografii powierzchni górnej warstwy układów NiO/Co/Au i NiO/Co/NiO zaobserwowano, że występują znaczące różnice w rozkładach rozmiaru ziaren dla obu układów. Jak pokazano w rozdziale 1.4.1. zaobserwowane różnice w tych rozkładach mogą prowadzić do znaczących zmian oddziaływania EB. Dlatego w ramach pracy doktorskiej postanowiono kontynuować te badania i szczegółowo przeanalizować wpływ warstwy NiO na oddziaływanie EB i anizotropię magnetyczną. Aby porównywać uzyskane wyniki z układem Au/Co/NiO [15] badania przeprowadzono na warstwach nanoszonych na warstwę buforową Ti(4 nm)/Au(60 nm). Istotnym elementem tych badań było określenie wpływu procesu FC na wartości  $\mu_0 H_C$ ,  $\mu_0 H_{EB}$  i  $K_{eff}$  układów NiO/Co/Au i NiO/Co/NiO. Wyniki badań zaprezentowano w rozdziale 5.1. i 5.2. i zostały opublikowane w [159].

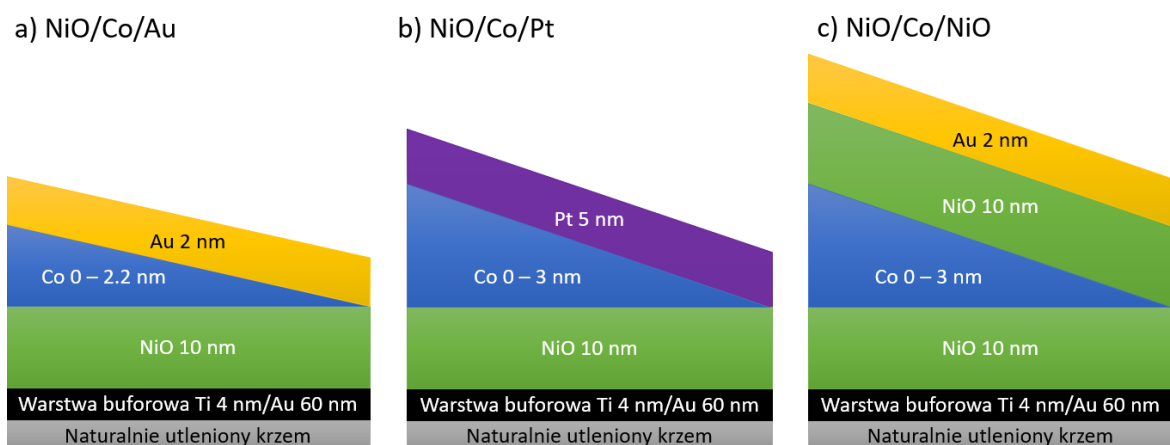
Jak wspomniano, układy warstwowe Au/Co/NiO, poza oddziaływaniem EB, wykazują również oddziaływanie iDM powodujące pojawienie się prawoskrętnej chiralności namagnesowania w ścianie domenowej. Z wcześniejszych pomiarów prowadzonych w ZN3 IFM PAN wynika, że efektywna wartość tego oddziaływania wynosi  $D_s \approx -1,1$  pJ/m [23, 24]. Wiedząc, że Au ma niewielki wkład do oddziaływania DM zasugerowano, że głównym czynnikiem powodującym pojawienie się tego oddziaływania jest międzywierzchnia pomiędzy warstwą Co i warstwą tlenku (Co/NiO). Jak wspomniano pod koniec pierwszego rozdziału, Kolesnikov i współpracownicy [25] wykazali, że w układzie Pt/Co/Ni<sub>1-x</sub>O<sub>x</sub>, zmieniając koncentrację tlenu podczas nanoszenia tlenku niklu, tworzą się dwie fazy NiO i Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub> o różnych koncentracjach. Maksymalną wartość oddziaływania DM  $D_s = -1,25$  pJ/m uzyskali dla największej koncentracji fazy NiO wynoszącej 40%. Biorąc pod uwagę te wyniki oraz wyniki uzyskane dla Au/Co/NiO [23, 24] sformułowano hipotezę badawczą, że faza NiO w kontakcie z Co jest odpowiedzialna za indukowanie oddziaływania DM.

W celu weryfikacji tej hipotezy wykonano układ warstwowy NiO/Co/Pt, w którym warstwa NiO nanoszona była metodą PLD. Taki wybór układów podyktowany był tym, że osadzanie warstwy NiO (osadzanie w atmosferze bogatej w tlen) przed Co nie powoduje utlenienia warstwy Co oraz tym, że tak osadzana

warstwa NiO jest stechiometryczna (co pokazano w rozdziale 5.3.). Dla takiego układu oprócz określenia oddziaływania DM przeprowadzono analizę wartości anizotropii magnetycznej i oddziaływania EB. Badania te przeprowadzono we współpracy z zespołem profesora Andrzeja Maziewskiego na Wydziale Fizyki Uniwersytetu w Białymstoku (UwB). Wyniki te zostały opisane w podrozdziale 5.3. Zarówno wyniki badań tego układu warstwowego jak i ich dyskusja zostały już częściowo opublikowane w [160].

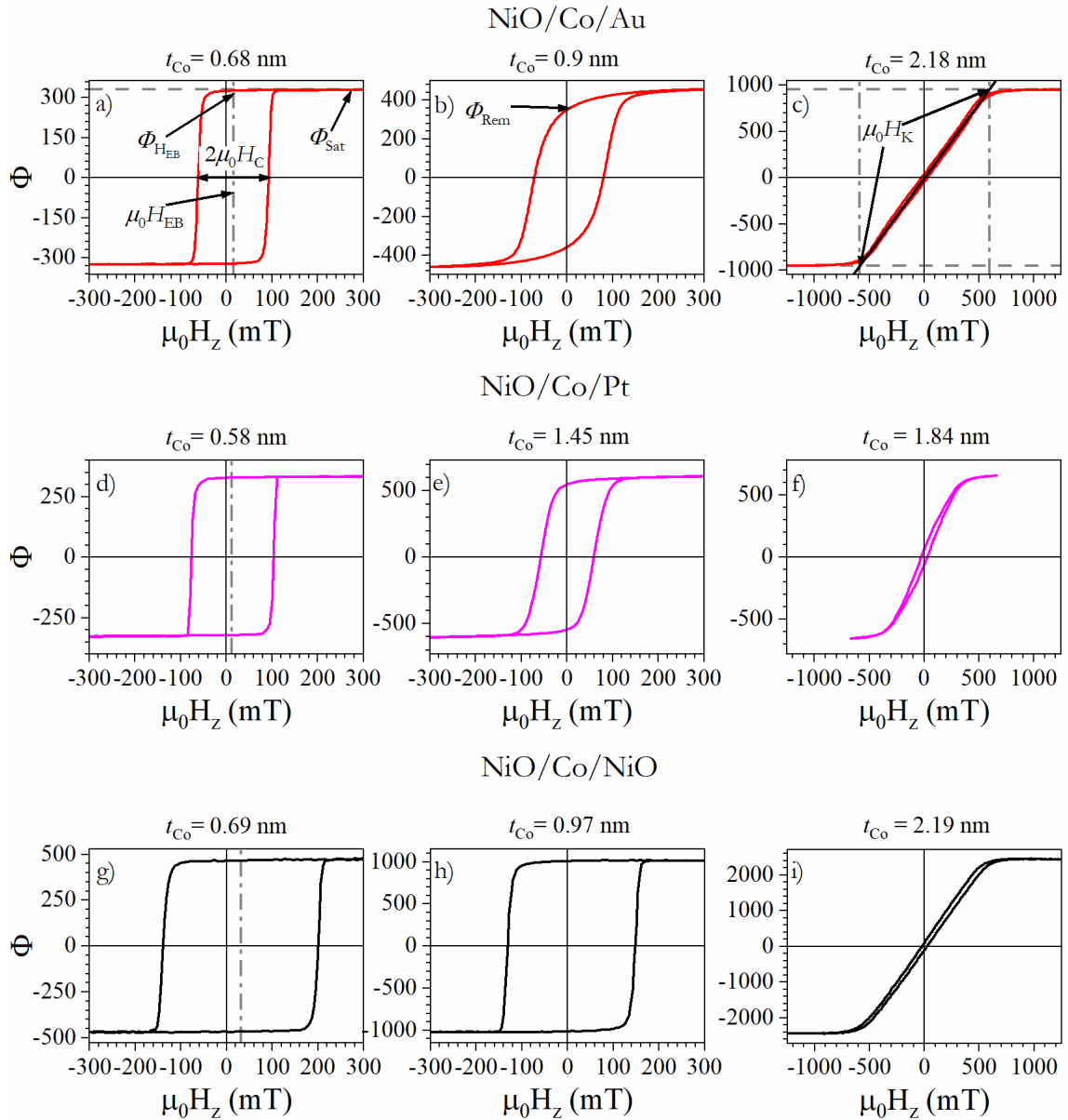
### **5.1 Pomiary podstawowych właściwości magnetycznych układów warstwowych NiO/Co/Au, NiO/Co/Pt i NiO/Co/NiO**

Za pomocą magnetometru P-MOKE (Rozdz. 4.1.) zmierzono krzywe przemagnesowania, na podstawie których określono podstawowe właściwości magnetyczne układów warstwowych NiO/Co/Au, NiO/Co/Pt i NiO/Co/NiO (na rys. 5.1. pokazano schematycznie ułożenie warstw wraz z ich grubościami). Warstwy metaliczne przedstawione na rys. 5.1. wykonano metodą rozpylania magnetronowego w atmosferze Ar o ciśnieniu  $p_{\text{Ar}} = 1 \times 10^{-4}$  mbar (Rozdz. 3.1.). Warstwa NiO była osadzona w atmosferze tlenu o ciśnieniu  $p_0 = 1,5 \times 10^{-5}$  mbar za pomocą PLD (Rozdz. 3.2.) w zewnętrznym prostopadłym polu magnetycznym skierowanym wzdłuż normalnej próbki  $\mu_0 H_{\text{dep}} = -185$  mT (ujemna wartość  $\mu_0 H_{\text{dep}}$  oznacza, że pole magnetyczne było zwrócone na podłoże próbki ( $\downarrow$ )). W omawianych próbkach warstwy Co mają kształt klina, co zapewnia możliwość określenia właściwości magnetycznych w funkcji  $t_{\text{Co}}$ . Gradient  $t_{\text{Co}}$  wynosi odpowiednio 0,15 nm/mm, 0,16 nm/mm i 0,27 nm/mm dla NiO/Co/Au, NiO/Co/Pt i NiO/Co/NiO. Na podstawie pętli histerezy (Rys. 5.2.) wyróżniamy trzy charakterystyczne procesy przemagnesowania występujące w tych próbkach.



**Rysunek 5.1:** Układy warstwowe omawiane w tym rozdziale a) NiO/Co/Au b) NiO/Co/Pt oraz c) NiO/Co/NiO.

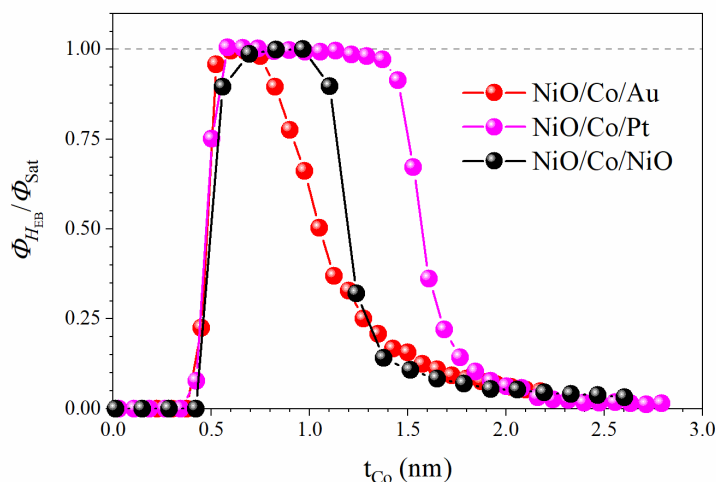
Pierwszym z nich jest proces przemagnesowania warstw z PMA. Jest on zdominowany przez szybką propagację ścian domenowych, która zachodzi od domen o niewielkich rozmiarach (tzw. centra nukleacji) i namagnesowaniu zorientowanym przeciwnie do namagnesowania pozostałej części warstwy ferromagnetycznej. Propagacja ścian domenowych dla warstw z PMA zachodzi zazwyczaj symetrycznie we wszystkich kierunkach co zapewnia cylindryczny kształt domen [58]. Charakterystyczną cechą pętli histerezy warstw, w których proces przemagnesowania zdominowany jest przez szybką propagację ścian domenowych jest ich kształt zbliżony do prostokąta (Rys. 5.2. a, d, g i h). Opisany powyżej proces przemagnesowania jest związany z tym, że energia propagacji ścian domenowych ( $E_{\text{prop}}$ ) jest mniejsza od energii nukleacji ( $E_{\text{nuc}}$ ), a rozkład wartości energii nukleacji jest niewielki [161]. Dla takich warunków centrum nukleacji powstaje w polu  $\mu_0 H_N$ , o orientacji przeciwnej względem przyłożonego wcześniej pola nasycającego. Ze względu na przyjęty warunek  $E_{\text{nuc}} > E_{\text{prop}}$  pole  $\mu_0 H_N$  jest dostatecznie duże by wywołać szybką propagację ścian domenowej [161, 162].



**Rysunek 5.2:** Pętle histerezy zmierzone za pomocą magnetometru wykorzystującego P-MOKE dla układu warstwowego NiO/Co/Au (a,b,c), NiO/Co/Pt (d, e, f) oraz NiO/Co/NiO (g, h, i) dla trzech różnych grubości warstwy Co ( $t_{Co}$ ). Na wykresach zostały pokazane podstawowe parametry magnetyczne charakteryzujące układy warstwowe, takie jak: sygnał magnetooptyczny  $\Phi_{HEB}$  w polu  $\mu_0 H_z = \mu_0 H_{EB}$ , sygnał magnetooptyczny  $\Phi_{Rem}$  dla  $\mu_0 H_z = \mu_0 H_{EB}$ , sygnał magnetooptyczny  $\Phi_{Sat}$  wyznaczony w polu nasycającym, pole koercji  $\mu_0 H_c$ , pole EB  $\mu_0 H_{EB}$ , pole anizotropii  $\mu_0 H_K$ .

Na podstawie zależności  $\Phi_{HEB}/\Phi_{Sat}(t_{Co})$  (Rys. 5.3.) można określić zakres  $t_{Co}$ , w którym warstwa Co wykazuje PMA, czyli spełniony jest warunek  $\Phi_{HEB}/\Phi_{Sat} = 1$ . W przypadku warstw NiO/Co/Au wynosi on  $0,5 < t_{Co} < 0,75 \text{ nm}$  (Rys. 5.3. – czerwone sfery), natomiast dla układu NiO/Co/NiO obejmuje zakres  $0,5 < t_{Co} < 1 \text{ nm}$  (Rys. 5.3. – czarne sfery), a dla układu, w którym górna warstwa Au jest zastąpiona przez warstwę Pt jest szerszy niż w pozostałych dwóch układach i leży w granicach

$0,5 < t_{Co} < 1,4$  nm, (Rys. 5.3. – purpurowe sfery). W zakresie występowania PMA kształt pętli histerezy może, w mniejszym lub większym stopniu, odbiegać od prostokątnego (pętli histerezy pokazane na Rys. 5.2. w panelach a, d, g, h). Problem ten jest szczegółowo omówiony w pracy [162], gdzie wykazano, że efekt ten jest związany z dużą gęstością powierzchniową centrów nukleacji powstających w szerokim zakresie pola magnetycznego.

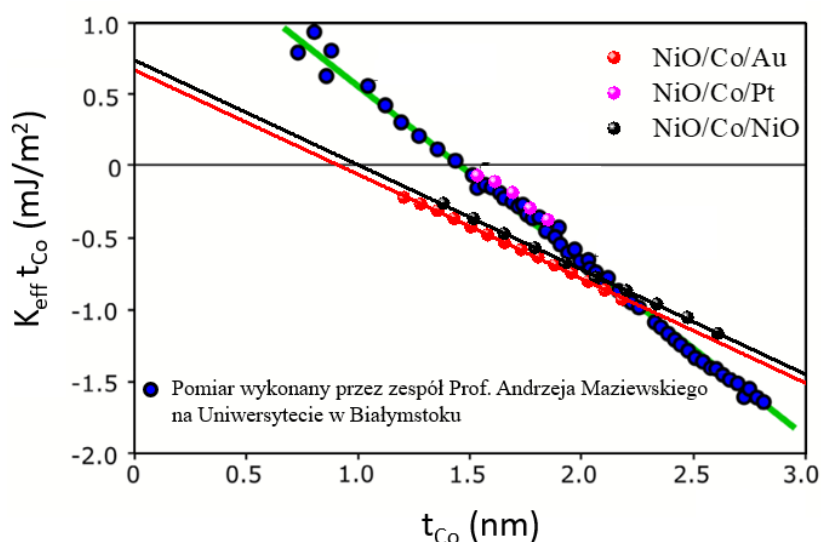


**Rysunek 5.3:** Zmierzony, z wykorzystaniem magnetometru P-MOKE, stosunek  $\Phi_{H_{EB}}/\Phi_{Sat}$  w funkcji  $t_{Co}$  dla układu warstwowego NiO/Co/Au [159] (czerwone sfery), NiO/Co/Pt [160] (purpurowe sfery) oraz dla układu warstwowego NiO/Co/NiO [159] (czarne sfery).

Drugi charakterystyczny rodzaj przemagnesowania, omawianych układów warstwowych dotyczy zakresu  $t_{Co}$ , w którym, w stanie remanencji, namagnesowanie warstwy Co jest odchylone od normalnej do powierzchni ( $\Phi_{Rem} < \Phi_{Sat}$ ). Charakter pętli odpowiadający temu warunkowi (Rys. 5.2. b i c) wskazuje na to, że proces przemagnesowania zaczyna się najpierw od rotacji wektora namagnesowania, a nukleacja domen zachodzi dopiero po zmianie kierunku pola magnetycznego. W przypadku układu NiO/Co/Au takie pętli histerezy są obserwowane w zakresie  $0,75 < t_{Co} < 0,93$  nm. W przypadku układu NiO/Co/Pt i NiO/Co/NiO zakres ten jest znacznie węższy.

Trzeci rodzaj procesu przemagnesowania zachodzi, gdy układ wykazuje EMA tj., gdy  $t_{Co} > t_{SRT}$  (Rozdz. 1.8. i 1.9.). W takiej sytuacji kierunek  $\mu_0 \vec{H}_z$  jest przyłożony w kierunku osi trudnej, a proces przemagnesowania zachodzi poprzez koherentną rotację wektora namagnesowania. Na podstawie zależności  $\Phi(\mu_0 H_z)$  (Rys. 5.2. c, f, i) wyznaczono pola anizotropii magnetycznej  $\mu_0 H_K$  w funkcji  $t_{Co}$ , co pozwoliło

wyznaczyć  $K_{\text{eff}}$  (wzór (1.20.)). W przypadku układu warstwowego NiO/Co/Pt ze względu na duże wartości  $\mu_0 H_K$  (z powodu silnej anizotropii) i mały zakres  $\mu_0 H_z$  ( $\pm \sim 750$  mT), nasycenie warstw i wyznaczenie  $K_{\text{eff}}$  możliwe było jedynie dla zakresu  $1,6 < t_{\text{Co}} < 1,9$  nm (purpurowe punkty na rys. 5.4.). Określenie wartości  $\mu_0 H_K$  w szerszym zakresie  $\mu_0 H_z$  wykonane zostało przez zespół prof. Andrzeja Maziewskiego na UwB. Te pomiary umożliwiły wyznaczenie  $K_{\text{eff}}$  również w zakresie  $t_{\text{Co}} > t_{\text{SRT}}$ . Dodatkowo wykonane zostały pomiary wartości  $K_{\text{eff}}$  dla warstw z  $t_{\text{Co}} < t_{\text{SRT}}$ , czyli wykazujących PMA (niebieskie punkty na rys. 5.4.). W opracowaniu wyników tych pomiarów wykorzystano metodę opisaną w rozdziale 1.9. W tym celu próbkę zmierzono w funkcji pola  $\mu_0 H_x$  ( $\pm 400$  mT), przy jednocześnie włączonym polu  $\mu_0 H_z = 150$  mT zapewniającym stan jednodomenowy.



**Rysunek 5.4:** Wartości  $K_{\text{eff}} t_{\text{Co}}$  w funkcji  $t_{\text{Co}}$  wyznaczone dla układu warstwowego NiO/Co/Au [159] (czerwone punkty), dla układu warstwowego NiO/Co/Pt (purpurowe punkty – pomiar własny, niebieskie punkty – pomiar wykonany przez zespół prof. Andrzeja Maziewskiego na UwB [160]) i dla układu warstwowego NiO/Co/NiO [159] (czarne punkty). Do danych eksperymentalnych zostały dopasowane liniowe zależności  $K_{\text{eff}} t_{\text{Co}}(t_{\text{Co}})$  opisane wzorem (1.13.).

W celu określenia i porównania wkładu powierzchniowego ( $K_s$ ) i objętościowego ( $K_v$ ) do anizotropii magnetycznej warstw Co w otoczeniu badanych materiałów wyznaczono eksperymentalne wartości  $K_{\text{eff}}$  i wykreślono zależność  $K_{\text{eff}} t_{\text{Co}}(t_{\text{Co}})$  (Rys. 5.4.). Korzystając z dopasowania przekształconego wzoru (1.13.) do danych eksperymentalnych, wyznaczono wartości  $2K_s$  i  $K_v$ . (Tabela 5.1.). Porównując otrzymane wartości  $K_{\text{eff}} t_{\text{Co}}$  dla omawianych powyżej trzech próbek można zauważyć, że największa wartości  $2K_s$  występuje dla układu NiO/Co/Pt. To sugeruje, że międzywierzchnie NiO/Co oraz Co/Pt są źródłem silnej anizotropii prostopadłej

warstwy Co. Jest to w dobrej zgodności z wynikami prezentowanymi dla innych układów warstwowych zawierających międzywierzchnię Co/NiO (np. Au/Co/NiO [15]) oraz z wartościami otrzymywanymi dla układów, w których jedną z warstw otaczających Co jest warstwa Pt (np. Pt/Co/Ir, Ir/Co/Pt [80, 163–165]). W przypadku międzywierzchni Co/Pt silna anizotropia powierzchniowa wynika z silnego sprzężenia spin-orbita pomiędzy atomami Co i Pt znajdującymi się w bezpośrednim sąsiedztwie [166]. Zaś w przypadku warstwy NiO silna anizotropia może być związana z oddziaływaniem EB na międzywierzchni Co/NiO (Rozdz. 1.4.1.). Dotychczas pokazano, że w wielu układach warstwowych, zarówno epitaksjalnych jak i polikrystalicznych, warstwa AF w kontakcie z warstwą FM indukuje PMA. Dotyczy to również układów zawierających warstwy tlenkowe (np. CoO, NiO). To oznacza, że w przypadku kontaktu warstwy Co z tlenkami, należy również brać pod uwagę źródło anizotropii powierzchniowej pochodzącej od hybrydyzacji orbitali 3d Co i orbitali 2p O (Rozdz. 1.2.3.), faworyzującej PMA. Jednakże, biorąc pod uwagę, że silna zmiana anizotropii zachodzi w  $T_N$  [35, 167, 168], można wnioskować, że istotną rolę w indukowaniu PMA odgrywa uporządkowanie antyferromagnetyczne spinów i obecność oddziaływania EB. Badania te często prowadzone są dla układów, w których warstwa FM otoczona jest nie tylko warstwą AFO, ale i warstwą HM. To powoduje, że trudno jest jednoznacznie wykazać, że warstwa AFO wnosi istotny wkład do anizotropii prostopadłej. Dlatego w przypadku tych badań przeprowadzono analizę wartości anizotropii magnetycznej dla układu NiO/Co/NiO, który wykazuje PMA bez udziału atomów HM na powierzchniach warstwy Co. Jest to ciekawy wynik, który utwierdza nas w przekonaniu, że źródłem silnej PMA mogą być nie tylko warstwy HM, ale również warstwy antyferromagnetycznych tlenków. Dane z tabeli 5.1. wskazują, że wkład powierzchniowy ( $2K_s$ ) do efektywnej anizotropii w przypadku układów NiO/Co/NiO i NiO/Co/Au jest podobny do tych rejestrowanych w Au/Co/Au [15, 115, 169] i Pt/Co/Pt [40, 169]. Natomiast wartości te są znacznie mniejsze w porównaniu z innymi układami typu HM/Co/MO (np. Pt/Co/MgO/Pt) [10, 170]. Jednakże po niskotemperaturowym wygrzewaniu podczas procedury FC wartości  $2K_s$  znacząco rosną (Rys. 5.7. e i 5.8. e), zbliżając się do tych rejestrowanych dla układów HM/Co/MO.



**Tabela 5.1:** Wartości przyczynków objętościowych ( $K_V$ ) i powierzchniowych ( $2K_S$ ) do efektywnej anizotropii magnetycznej ( $K_{\text{eff}}$ ) oraz wyznaczonych na ich podstawie grubości warstwy Co odpowiadającej SRT ( $t_{\text{SRT}}$ ) układów układach warstwowych NiO/Co/Au, NiO/Co/Pt i NiO/Co/NiO.

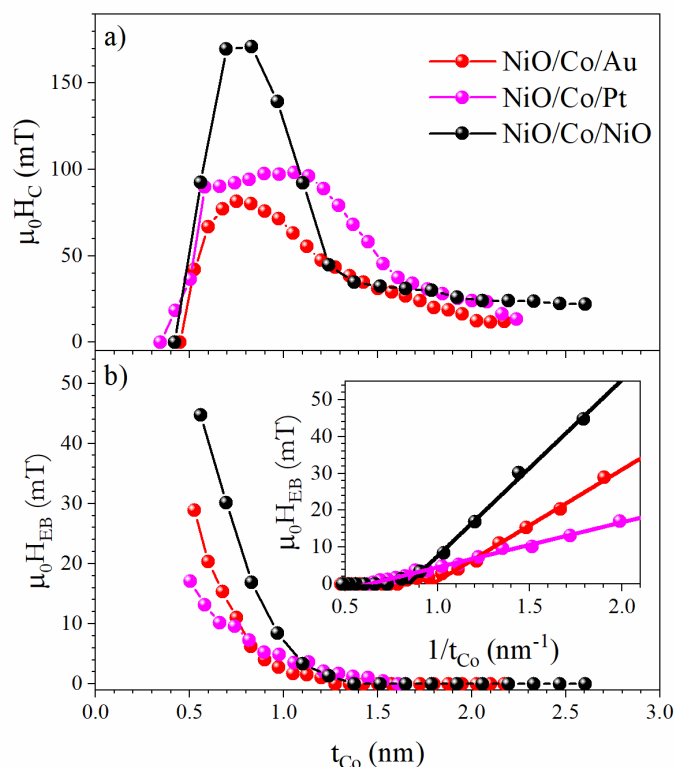
Układ	$K_V$ (MJ/m <sup>3</sup> )	$2K_S$ (mJ/m <sup>2</sup> )	$t_{\text{SRT}}$ (nm)
NiO/Co/Au [159]	$-0,73 \pm 0,01$	$0,68 \pm 0,01$	0,93
NiO/Co/Pt [160]	$-1,23 \pm 0,04$	$1,82 \pm 0,06$	1,48
NiO/Co/NiO [159]	$-0,73 \pm 0,01$	$0,74 \pm 0,01$	1,01

Porównując ze sobą otrzymane wartości  $K_V$  można zauważyć, że w przypadku układów NiO/Co/Au i NiO/Co/NiO uzyskane wartości  $K_V$  są zbliżone do siebie. Zakładając, że w obu przypadkach namagnesowanie nasycenia warstwy Co wynosi 1,42 MA/m można, ze wzoru (1.11.), określić wartość anizotropii kształtu, która wynosi  $-1,27$  MJ/m<sup>3</sup>. Odejmując tę wartość od  $K_V$  otrzymuje się wkłady do anizotropii związane z innymi czynnikami ( $K^*$ ) np. z anizotropią magnetokrystaliczną czy naprężeniem. Dla omawianych układów warstwowych  $K^* = \sim 0,5$  MJ/m<sup>3</sup>, co wskazuje, że oprócz silnej anizotropii powierzchniowej, występują inne wkłady faworyzujące PMA warstwy Co. Jednym z nich może być anizotropia magnetokrystaliczna, ponieważ jej wartość dla Co o strukturze heksagonalnej gęstego upakowania (hcp, z ang. *hexagonal close packing* wynosi 0,53 MJ/m<sup>3</sup> [40, 169]), co jest bliskie otrzymanej wartości  $K^*$ . To może sugerować, że w polikrystalicznych warstwach występuje tekstura warstw Co z uporządkowaniem hcp (Rozdz. 1.2.1.). Inaczej jest z kolei w przypadku układu NiO/Co/Pt, dla którego  $K_V$  jest prawie dwukrotnie mniejsza niż dla NiO/Co/Au i NiO/Co/NiO i wynosi  $K_V = -1,23$  MJ/m<sup>3</sup>. Odejmując od tej wartości anizotropię kształtu otrzymujemy  $K^* = 0,04$  MJ/m<sup>3</sup>. Tak niewielka wartość może wskazywać, że polikrystaliczna warstwa Co, w tym przypadku, nie wykazuje tekstury (Rozdz. 1.2.1.) lub krystality mają strukturę fcc [40]. Należy jednak zwrócić uwagę, że we wszystkich przypadkach nie można wykluczyć obecności naprężenia, dającego wkład do  $K^*$  poprzez anizotropię magnetoelastyczną.

Bazując na wyznaczonych wartościach  $K_S$  i  $K_V$  można wyznaczyć wartość  $t_{\text{SRT}}$  ze wzoru (1.14.) (Tabela 5.1.). W przypadku badanych warstw największa wartość  $t_{\text{SRT}}$  występuje dla układu NiO/Co/Pt, który ma najsilniejszą anizotropię magnetyczną związaną z obecnością silnej anizotropii powierzchniowej pochodzącej od międzywierzchni Co/Pt i NiO/Co. Zaś dla układu NiO/Co/Au i NiO/Co/NiO wartości

$t_{\text{SRT}}$  są znacznie mniejsze. Przy czym  $t_{\text{SRT}}$  jest nieco większe dla układu NiO/Co/NiO i wynika to z większej wartości  $2K_s$ . Analizując zależności  $\Phi_{\text{HEB}}/\Phi_{\text{Sat}}(t_{\text{Co}})$  (Rys. 5.3.) można zauważyć, że mimo podobnych wartości  $2K_s$ ,  $K_v$  i  $t_{\text{SRT}}$  dla układów NiO/Co/Au i NiO/Co/NiO różnią się one charakterem przejścia z PMA do EMA warstwy Co. W przypadku NiO/Co/NiO jest ono bardziej ostre. Taką samą zmianę widać w przypadku NiO/Co/Pt, czy Au/Co/NiO [168]. Zaś w przypadku NiO/Co/Au widzimy stopniową zmianę wartości  $\Phi_{\text{HEB}}/\Phi_{\text{Sat}}(t_{\text{Co}})$  przy  $t_{\text{SRT}}$ . Taka sytuacja mogłaby na przykład wynikać z obecności niezerowej wartości  $K_2$  (wzór (1.7.)) [28, 33] lub wyższych rzędów. Obecność anizotropii  $K_2$  może prowadzić do pojawienia się anizotropii magnetycznej nazywanej w literaturze łatwy stożek (w anglojęzycznej literaturze *easy-cone magnetic anisotropy*) [32, 171], która cechuje się osią łatwą pod pewnym kątem względem normalnej do płaszczyzny. Odchylenie wektora namagnesowania w remanencji ( $\mu_0 H_z = 0$  mT) od normalnej do płaszczyzny warstwy prowadzi do obniżenia sygnału P-MOKE w remanencji względem sygnału magnetycznego w nasyceniu. Z literatury wiadomo, że pojawienie się znaczącej wartości  $K_2$  jest często spotykane dla układów typu HM/Co/MO [28, 172] i jest dominujące w pobliżu SRT, ponieważ  $K_{\text{eff}} \approx 0$  [32]. W badanych warstwach taka sytuacja ma miejsce jedynie dla układów warstwowych NiO/Co/Au, dlatego niezbędna jest szczegółowa analiza anizotropii magnetycznej blisko SRT z wykorzystaniem nowo zbudowanego stanowiska (Rys. 4.3.) pozwalającego określić wartość  $K_2$ .

Podsumowując analizę wpływu warstwy NiO będącej w otoczeniu warstwy Co na jej anizotropię można stwierdzić, że tlenki metali, takie jak NiO, przyczyniają się do pojawienia i/lub wzmocnienia PMA warstwy Co w podobnym stopniu jak warstwy HM. Jest to widoczne zwłaszcza w przypadku anizotropii magnetycznej układu warstwowego NiO/Co/NiO, gdzie warstwa Co nie występuje w otoczeniu warstwy HM.



**Rysunek 5.5:** Wartości  $\mu_0 H_C$  (a) oraz  $\mu_0 H_{EB}$  (b) w zależności od grubości  $t_{Co}$  układu warstwowego NiO/Co/Au [159] (czerwone punkty), dla NiO/Co/Pt [160] (purpurowe punkty) i NiO/Co/NiO (czarne punkty) [159]. Na wykresie (b) wstawiono dodatkowo wykres zależności  $\mu_0 H_{EB}(1/t_{Co})$ .

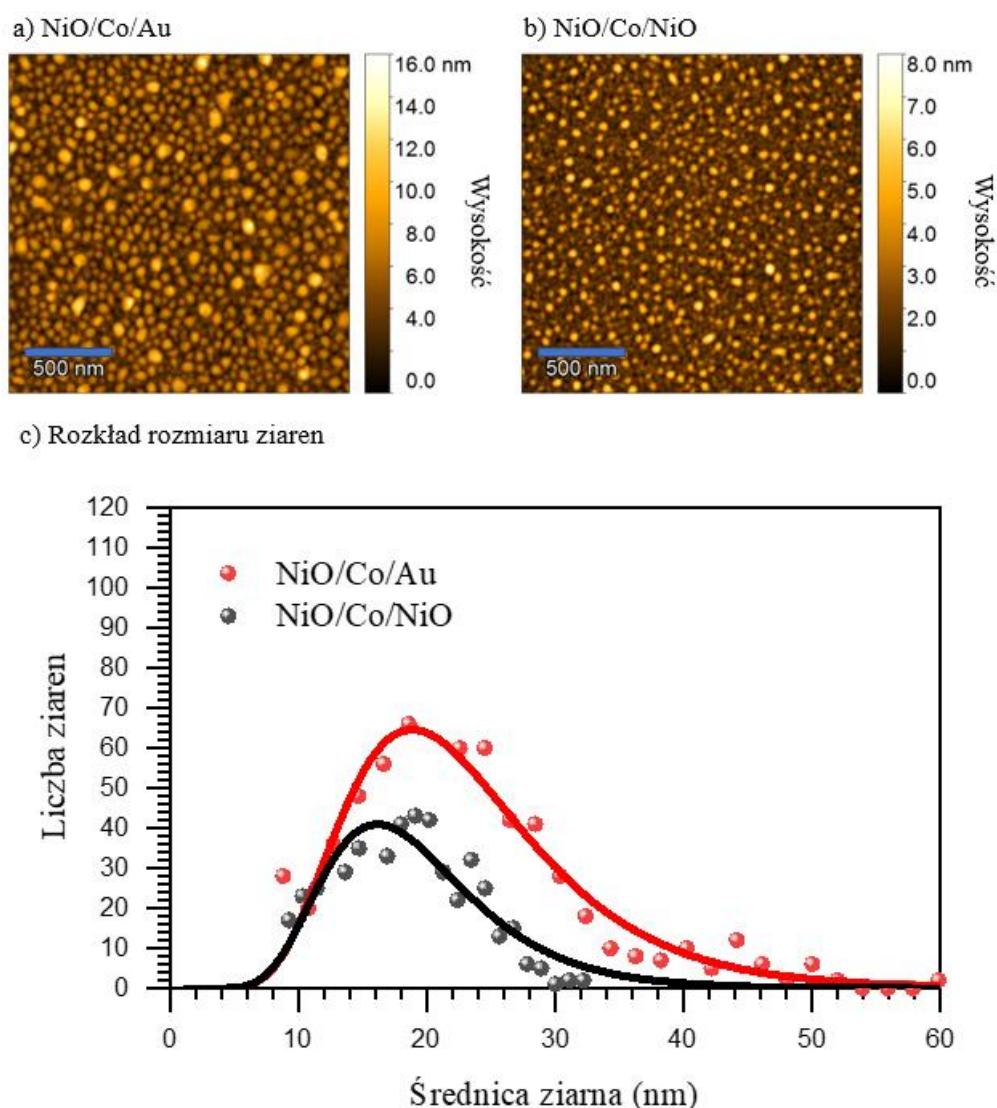
Na rys. 5.5. a przedstawiono wykresy zależności  $\mu_0 H_C(t_{Co})$  wyznaczone na podstawie zmierzonych pętli histerezy. Porównując otrzymane wartości dla układu NiO/Co/NiO można zauważyć, że wartości te (maksymalna wartość  $\mu_0 H_C = \sim 90$  mT) są prawie dwukrotnie większe od tych, które obserwuje się dla układu NiO/Co/Au czy Au/Co/NiO [15]). Duże wartości  $\mu_0 H_C$ , w przypadku NiO/Co/NiO w porównaniu do NiO/Co/Au(Pt) i Au/Co/NiO, mogą być związane z obecnością dwóch warstw NiO w kontakcie z warstwą Co. Z kolei charakter zależności  $\mu_0 H_C(t_{Co})$  jest podobny do obserwowanego dla warstw wielokrotnych z PMA, co wynika z silnej anizotropii powierzchniowej. Czyli najpierw wraz ze wzrostem  $t_{Co}$  następuje gwałtowny wzrost wartości  $\mu_0 H_C$ , a następnie dochodzi do równie gwałtownego obniżania wartości  $\mu_0 H_C$ . W przypadku NiO/Co/Pt zależność ta ma nieco inny charakter. Dotyczy to szczególnie zakresu  $t_{Co}$ , w którym obserwowana jest wysoka wartość  $\mu_0 H_C$  (redukcja  $\mu_0 H_C$  zachodzi dopiero dla  $t_{Co} > 1$  nm (Rys. 5.5. a)). Wyznaczone niezerowe wartości  $\mu_0 H_{EB}$  (Rys. 5.5. b) potwierdzają występowanie oddziaływania EB we wszystkich badanych próbkach. Znak  $\mu_0 H_{EB}$  wskazuje, że zwrot tego pola jest zorientowany zgodnie

z zwrotem  $\vec{H}_{\text{dep}}$  przyłożonego podczas osadzania warstw. W przypadku układów NiO/Co/Au i NiO/Co/Pt źródłem oddziaływania EB jest tylko dolna międzywierzchnia NiO/Co, a w przypadku układu warstwowego NiO/Co/NiO są to obie międzywierzchnie. W tej sytuacji każda z międzywierzchni Co prowadzi do wzmocnienia oddziaływania EB, a tym samym  $\mu_0 H_C$  i  $\mu_0 H_{EB}$ . Wyrazem tego są duże wartości tych parametrów:  $\mu_0 H_C = 171 \text{ mT}$  dla  $t_{Co} = 0,83 \text{ nm}$  i  $\mu_0 H_{EB} = 45 \text{ mT}$  dla  $t_{Co} = 0,55 \text{ nm}$ . Podobne wnioski przedstawiono w pracy [172], gdzie zaobserwowano zwiększenie wartości  $\mu_0 H_C$  i  $\mu_0 H_{EB}$  dla układów warstwowych, w których warstwa ferromagnetyczna jest otoczona z dwóch stron antyferromagnetykiem. Jako źródło podwojenia wartości  $\mu_0 H_C$  i  $\mu_0 H_{EB}$  sugerowana jest addytywna natura oddziaływania EB pochodzącego od obu międzywierzchni. Warto zwrócić uwagę, że dla wszystkich trzech typów warstw zachowana jest liniowa zależność  $\mu_0 H_{EB}$  w funkcji  $1/t_{Co}$ . Należy przy tym pamiętać, że pole  $\mu_0 H_{EB}$  jest proporcjonalne do stałej wymiany  $J_{EB}$  (Rys. 5.5. b oraz wzór (1.33.)).

## 5.2 Wpływ procesu wygrzewania i chłodzenia w polu magnetycznym na prostopadłą anizotropię magnetyczną i oddziaływanie exchange-bias w układach NiO/Co/Au i NiO/Co/NiO

Z wcześniejszych badań prowadzonych w ZN3 IFM PAN [158, 173] wiadomo, że układy warstwowe NiO nanoszone metodą PLD charakteryzują się polikrystaliczną budową o zróżnicowanym rozmiarze ziaren w konsekwencji prowadzi to do różnych wartości  $T_b$  dla poszczególnych ziaren. Aby zweryfikować, jaki jest rozkład rozmiarów ziaren w warstwach NiO/Au/Co i NiO/Co/NiO wykonano pomiary topografii powierzchni (Rys. 5.6. a) korzystając z metody AFM. Na podstawie uzyskanych wyników określono rozkład średnicy ziaren (Rys. 5.6. c). Wykazano, że największe średnice ziaren w przypadku układu NiO/Co/Au nie przekraczają 52 nm, a w przypadku NiO/Co/NiO 32 nm (Rys. 5.6. c). Wyznaczono również szorstkość powierzchni, która wynosi 1,88 nm dla NiO/Co/Au oraz 0,96 nm dla NiO/Co/NiO. Zakładając, że w przypadku obu próbek powierzchnia odzwierciedla polikrystaliczną budowę również dolnej warstwy, można oczekiwać, że obecność różnej wielkości ziaren prowadzi do zróżnicowania temperatury blokowania (Néela)  $T_b$  ( $T_N$ ).

Dodatkowo wiadomo, że podczas osadzania warstwy NiO na powierzchni warstwy Co powstaje warstwa CoO, co dodatkowo może obniżyć temperaturę blokowania górnej warstwy NiO w układzie NiO/Co/NiO. To w efekcie, otwiera drogę do kontrolowania efektywnej wartości  $\mu_0 H_{EB}$  poprzez zastosowanie procesu wygrzewania w różnych temperaturach (Rozdz. 1.4.1.).



**Rysunek 5.6:** Topografia powierzchni układu warstwowego NiO/Co/Au (a) i NiO/Co/NiO (b) zmierzona za pomocą AFM w trybie przerywanego kontaktu [159]. Na podstawie tych pomiarów określono rozkład rozmiaru krystalitów (c) dla układu NiO/Co/Au (czerwone punkty) i dla układu NiO/Co/NiO (czarne punkty). Do tych punktów dopasowano rozkład logarytmicznie normalny.

Aby to zweryfikować postanowiono przeprowadzić proces FC dla układów NiO/Co/Au i NiO/Co/NiO podobnie jak w pracy [172], przy czym w tej pracy badania realizowano dla układów warstwowych ze stałą grubością warstwy Co. W naszych badaniach warstwa Co była warstwą klinową, co pozwoliło na zbadanie wpływu procesu FC na właściwości magnetyczne w zależności od grubości warstwy Co, a tym

samym pozwoliło na pełniejsze wyjaśnienie procesów zachodzących podczas procesu FC.

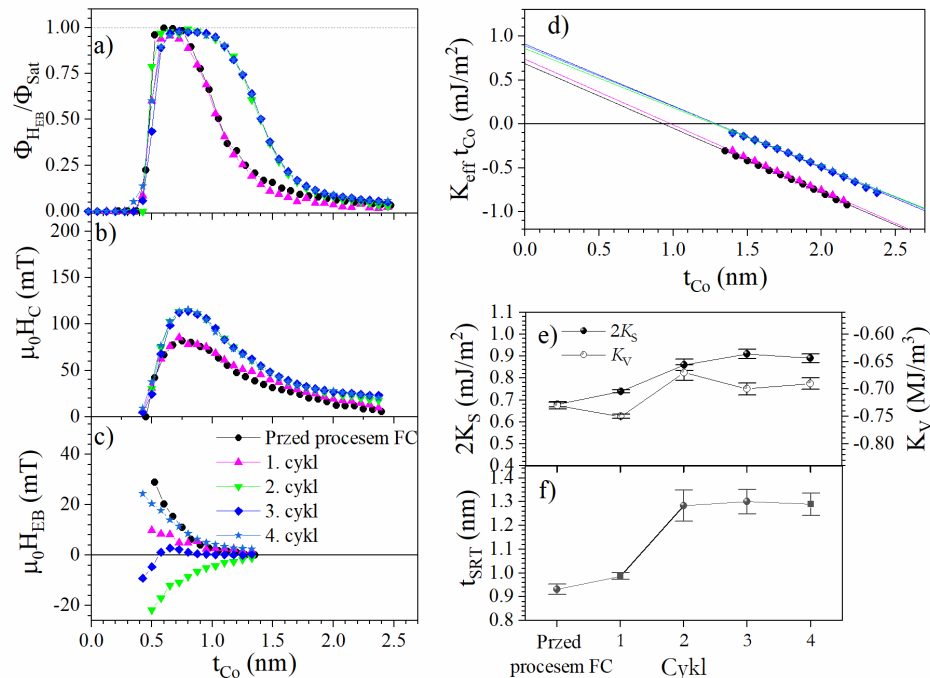
Procesy FC układów warstwowych NiO/Co/Au i NiO/Co/NiO realizowano w próżni o wartości  $p = 1 \times 10^{-6}$  mbar. Wygrzewanie prowadzono od temperatury pokojowej do temperatury  $T_{FC}$  z przyrostem temperatury ok. 16 K/min. Po 5 minutach wygrzewania próbki schłodzono do temperatury pokojowej (RT, z ang. *room temperature*) w zewnętrznym polu magnetycznym  $\mu_0 H_{FC} = \pm 170$  mT przyłożonym prostopadle do powierzchni próbki. Taki proces przeprowadzono dla temperatur  $T_{FC} = 350$  i 450 K, przy czym dla każdej z nich proces ten realizowano dla  $\mu_0 H_{FC} = +170$  mT ( $\uparrow$ ) i  $\mu_0 H_{FC} = -170$  mT ( $\downarrow$ ) (Tabela 5.2.). Po każdym cyklu procesu FC zmierzono krzywe przemagnesowania obu próbek, na podstawie których wyznaczano  $\mu_0 H_C$ ,  $\mu_0 H_{EB}$  i  $K_{eff}$  w podobny sposób jak to opisano w rozdziale 5.1.

**Tabela 5.2:** Wartości temperatury wygrzania  $T_{FC}$  oraz pola magnetycznego  $\mu_0 H_{FC}$  które było obecne w każdym cyklu procesu grzania i chłodzenia (FC).

Cykl procesu FC	$T_{FC}$ (K)	$\mu_0 H_{FC}$ (mT)
1.	350	+170
2.	450	+170
3.	350	-170
4.	450	-170

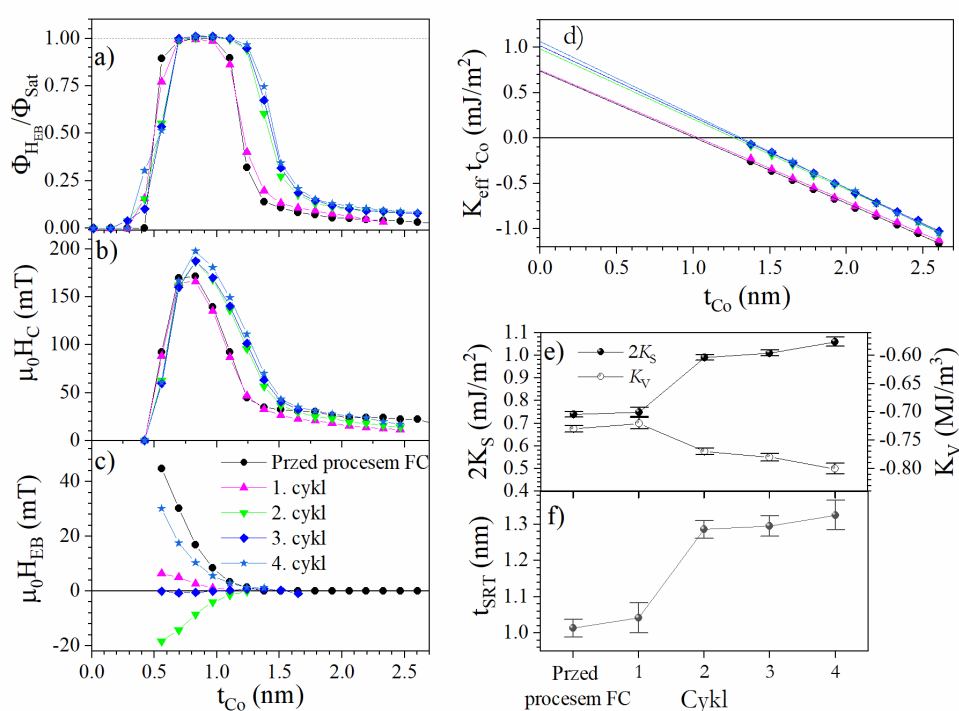
Zazwyczaj wykonując proces FC od wyższych temperatur niż temperatura  $T_N$  ( $T_b$ ), przy  $\mu_0 \vec{H}_{FC}$  zorientowanym przeciwnie do pierwotnego kierunku oddziaływania EB, można oczekiwać obrócenia kierunków przyszpilenia momentów magnetycznych FM na kierunek tego pola (Rozdz. 1.4.1.) i w konsekwencji zmiany znaku  $\mu_0 H_{EB}$ . Po pierwszym cyklu ( $T_{FC} = 350$  K) dla obu próbek nie dochodzi do takiej sytuacji. Natomiast obserwuje się znaczne obniżenie wartości  $\mu_0 H_{EB}$  bez zmian  $\mu_0 H_C$  i  $K_{eff}$  w całym zakresie  $t_{Co}$  (patrz różowe trójkąty na rys. 5.7. b, c i d). Taka zmiana wartości  $\mu_0 H_{EB}$  może być wyjaśniona za pomocą modelu opisującego oddziaływanie EB w układach polikrystalicznych (Rozdz. 1.4.1.). W tym modelu warstwa AF wykazuje pewien rozkład rozmiaru ziaren, a tym samym rozkład wartości  $T_b$ . Jak wyjaśniono w rozdziale 1.4.1. w temperaturze  $T_{FC} < T_{b,max(N)}$  tylko część ziaren AF (o mniejszych rozmiarach) wykazuje swobodne momenty magnetyczne (ich kierunek podąża za

kierunkiem pola magnetycznego), a pozostałe ziarna AF (o większych rozmiarach) nadal zachowują kierunek momentów magnetycznych na międzywierzchni narzucony polem  $\mu_0 \vec{H}_{\text{dep}}$  podczas nanoszenia. W trakcie schładzania w procesie FC do temperatury RT ziarna AF ze swobodnymi momentami magnetycznymi stają się ponownie przyszpilającymi warstwę FM na międzywierzchni AF/FM, a ze względu na oddziaływania wymienne występujące na tej międzywierzchni ich zwrot jest zgodny z kierunkiem namagnesowania warstwy Co, który jest zorientowany zgodnie z kierunkiem  $\mu_0 \vec{H}_{\text{FC}}$ . W efekcie po pierwszym cyklu procesu FC następuje obrócenie kierunku przyszpilenia części momentów magnetycznych warstwy Co, w kontakcie z małymi ziarnami NiO (dla których  $T_B < T_{\text{FC}} = 350$  K). Pozostała część momentów magnetycznych warstwy Co (sąsiadujących z większymi ziarnami NiO, tj. takimi, dla których  $T_B > T_{\text{FC}} = 350$  K) pozostaje przyszpilona na kierunek zgodny z kierunkiem pola  $\mu_0 \vec{H}_{\text{dep}}$  dla większych ziaren NiO (takich, dla których). Wzajemnie antyrównoległa orientacja kierunków przyszpilenia, przy równocześnie silnym oddziaływaniu wymiany pomiędzy spinami w warstwie Co (stan jednodomenowy), prowadzi do widocznej, na rys. 5.7 c, redukcji  $\mu_0 H_{\text{EB}}$  po pierwszym cyklu procesu FC.



**Rysunek 5.7:** Zmiany podstawowych właściwości magnetycznych układu NiO/Co/Au wywołane kolejnymi cyklami procesu FC. Są to:  $\Phi_{H_{\text{EB}}}/\Phi_{\text{Sat}}$  (a),  $\mu_0 H_C$  (b),  $\mu_0 H_{\text{EB}}$  (c) i  $K_{\text{eff}} t_{\text{Co}}$  (d) w funkcji grubości  $t_{\text{Co}}$ . W panelu (e) przedstawiono wartości  $2K_S$  (pełne punkty) oraz  $K_V$  (puste punkty), które zostały wyznaczone z dopasowania modelu (wzór (1.12.)) do wyników eksperymentalnych przedstawionych w panelu (d) dla każdego cyklu procesu FC. Na podstawie tych wartości wyznaczono wartości  $t_{\text{SRT}}$ , panel (f) [159].

Podobne zachowanie obserwuje się po pierwszym cyklu procesu FC również w przypadku układu warstwowego NiO/Co/NiO (różowe trójkąty na rys. 5.8. c). Przy czym dla tego układu występują dwie międzywierzchnie dające niezależnie wkład do efektywnego oddziaływania EB. Można zatem rozpatrywać przypadek, w którym momenty magnetycznej górnej części warstwy Co są przyszpilone w odwrotnym kierunku niż w jej dolnej część prowadząc do skręcenia spinów na grubości warstwy Co (wytworzenia międzywierzchniowej ściany domenowej). Lecz ze względu na małą grubość warstwy Co oraz dużą energię anizotropii  $K_{\text{eff}}$  należy przyjąć, że wytworzenie międzywierzchniowej ściany domenowej jest niemożliwe.



**Rysunek 5.8:** Podstawowe właściwości magnetyczne układu NiO/Co/NiO po kolejnych cyklach wygrzewania.  $\Phi_{\text{HEB}}/\Phi_{\text{Sat}}$  (a),  $\mu_0 H_C$  (b),  $\mu_0 H_{\text{EB}}$  (c) i  $K_{\text{eff}} t_{\text{Co}}$  (d) w funkcji grubości  $t_{\text{Co}}$ . W panelu (e) pokazano zmiany  $2K_S$  (pełne punkty) oraz  $K_V$  (puste punkty), które zostały wyznaczone z dopasowania modelu (wzór (1.12.)) do wyników eksperymentalnych przedstawionych na wykresie (d) dla kolejnych cykli procesu FC. Na podstawie tych wartości wyliczono wartości  $t_{\text{SRT}}$  (f) [159].

Wartości  $\mu_0 H_{\text{EB}}$  dla układu NiO/Co/NiO są prawie dwa razy większe od uzyskanych dla NiO/Co/Au w stanie po naniesieniu. Natomiast po pierwszym cyklu procesu FC maksymalna wartość  $\mu_0 H_{\text{EB}} \approx 10$  mT dla NiO/Co/Au oraz  $\mu_0 H_{\text{EB}} \approx 5$  mT dla układu NiO/Co/NiO dla  $t_{\text{Co}} \approx 0,5$  nm, świadczy o tym, że podczas tego procesu kierunek przyszpilenia zmieniło więcej spinów, niż w przypadku układu warstwowego NiO/Co/Au. Taki scenariusz może wynikać z faktu, że górna warstwa NiO ma na międzywierzchni cienką warstwę CoO obniżającą jej efektywną  $T_{\text{B(N)}}$  [64].



Dlatego większa liczba ziaren górnej warstwy NiO może zmienić kierunek przyszpilający na zgodny z  $\mu_0 \vec{H}_{FC}$ .

Po drugim cyklu procesu FC prowadzonego od znacznie wyższej temperatury ( $T_{FC} = 450$  K) wartości  $\mu_0 H_{EB} < 0$ . To wskazuje, że w obu próbkach dochodzi do zwiększenia liczby ziaren NiO, które przyszpilają spiny warstwy Co zgodnie z kierunkiem  $\mu_0 H_{FC}$  (zielone trójkąty na rys. 5.7. c i 5.8. c). W efekcie dla obu układów rejestruje się ujemne wartości  $\mu_0 H_{EB}$  co oznacza, że wypadkowe sprzężenie ma przeciwny kierunek do pierwotnego, czyli narzuconego w wyniku nanoszenia w polu magnetycznym. Warto jednak zauważyć, że w obu przypadkach wartości  $\mu_0 H_{EB}$  są mniejsze niż po nanoszeniu, przy jednoczesnym silnym wzroście wartości  $\mu_0 H_c$  i szerszym zakresie  $t_{Co}$ , w którym występuje PMA (Rys. 5.7. a i 5.8. a). Wzrost  $\mu_0 H_c$  i  $t_{SRT}$  (Rys. 5.7. f i 5.8. f) może być powiązany ze wzrostem wartości  $K_{eff}$  po tym wygrzewaniu. Na rys. 5.7. e i 5.8. e pokazano, że po tym procesie rośnie wartość  $2K_s$  (przy niewielkich zmianach  $K_v$  (Rys. 5.7. d, e i 5.8. d, e). To sugeruje, że z punktu widzenia właściwości magnetycznych szczególnie ważne są zmiany zachodzące w obrębie międzywierzchni NiO/Co dla układu NiO/Co/Au ( $2K_s = 0,86$  mJ/m<sup>2</sup>) oraz w obrębie międzywierzchni NiO/Co i Co/NiO dla układu NiO/Co/NiO ( $2K_s = 0,99$  mJ/m<sup>2</sup>). Natomiast mniejszą rolę należy przypisać zmianom struktury w obrębie samej warstwy Co, na co wskazuje niewielka zmiana przyczynku  $K_v$  po drugim procesie FC. Duża zmiana  $2K_s$  w przypadku NiO/Co/NiO w sposób szczególnie sugeruje, że źródłem zmian właściwości magnetycznych zachodzących w wyniku wygrzewania są zmiany strukturalne zachodzące w obrębie obu międzywierzchni. Podobne zmiany  $2K_s$  po procesie wygrzewania pokazano dla układów warstwowych, w których jedna z warstw jest tlenkiem [10]. Jak podają autorzy pracy [10], źródłem takiej zmiany jest zazwyczaj wygładzenie międzywierzchni oraz transport tlenu wzdłuż granic pomiędzy ziarnami. Efekty te mogą prowadzić do zmian rozkładu rozmiaru ziaren w warstwie NiO na międzywierzchni Co/NiO i/lub NiO/Co, zmieniając znacząco oddziaływanie EB, a tym samym  $\mu_0 H_{EB}$  po drugim cyklu procesu FC. Podczas drugiego procesu FC zachodzić mogą również zmiany w strukturze warstw, które mogą wywołać redukcję wartości  $\mu_0 H_{EB}$  związaną ze zmniejszeniem liczby przyszpilających ziaren AF. Opisywane zmiany anizotropii przyczyniają się również do wzrostu  $\mu_0 H_c$  zgodnie ze wzorem (1.20.). Należy jednak pamiętać, że  $\mu_0 H_c$  zależy może również od gęstości defektów strukturalnych (Rozdz. 1.2.5.) czy różnicy

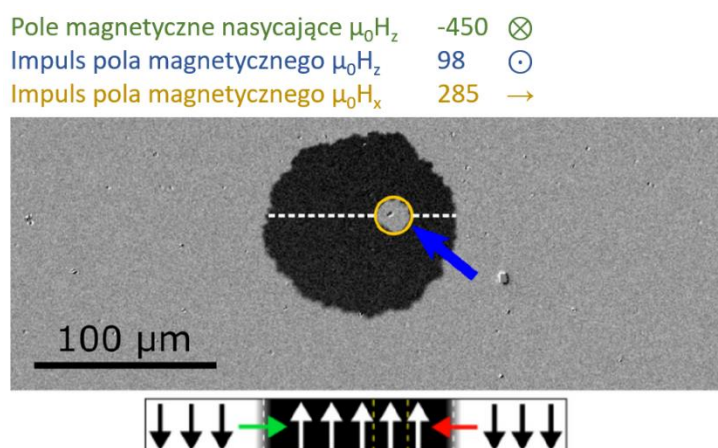
między czasem relaksacji momentów magnetycznych ziaren warstwy NiO na międzywierzchni NiO/Co (Co/NiO) a czasem pomiaru, zgodnie z modelem przedstawionym dla oddziaływania EB w układach z warstwami polikrystalicznymi (Rozdz. 1.4.1.).

Kolejne cykle (cykle 3 i 4) procesu FC nie powodują dalszych zmian wartości  $\mu_0 H_C$ ,  $K_V$ ,  $2K_S$  i  $t_{SRT}$  w obu układach (Rys. 5.7 b, d-f i Rys. 5.8 b, d-f). Brak tych zmian sugeruje, że dalsze procesy wygrzewania (związanego z procesem FC) w zakresie temperatur  $T_{FC} \leq 450$  K nie prowadzą do dalszych zmian struktury w obrębie międzywierzchni NiO/Co (Co/NiO). Następują, jednakże silne zmiany wartości  $\mu_0 H_{EB}$ . Po przeprowadzeniu trzeciego cyklu procesu FC obserwuje się prawie zerowe wartości  $\mu_0 H_{EB}$ . Z kolei, po czwartym cyklu procesu FC dochodzi do ustawienia wypadkowego przyszpilenia oddziaływania EB na międzywierzchni NiO/Co i Co/NiO na taki sam kierunek jaki występował w przypadku obu mierzonych próbek w stanie po naniesieniu. Aczkolwiek wartości  $\mu_0 H_{EB}$  są wówczas nieznacznie mniejsze od wartości  $\mu_0 H_{EB}$  obserwowanych przed pierwszym cyklem procesu FC. Takie same bezwzględne wartości  $|\mu_0 H_{EB}|$  w przypadku układu NiO/Co/Au po czwartym i po drugim cyklu procesu FC wskazują, że taka sama liczba ziaren NiO przyszpilających na międzywierzchni NiO/Co zmieniła zwrot momentów magnetycznych na zgodny z polem magnetycznym  $\vec{H}_{FC}$ . Takiej sytuacji nie obserwujemy dla układu NiO/Co/NiO. Tutaj dla drugiego cyklu  $|\mu_0 H_{EB}| \approx 20$  mT. Zaś dla czwartego cyklu  $|\mu_0 H_{EB}| \approx 30$  mT. Czyli po czwartym cyklu oddziaływanie EB jest silniejsze niż po drugim cyklu FC. Można to wytłumaczyć tym, że kierunki momentów magnetycznych dla części ziaren przyszpilających na obu międzywierzchniach nie uzyskały dostatecznej energii pochodzącej od grzania, by spełnić warunek przejścia z minimum lokalnego do minimum globalnego (Rozdz. 1.4.2.) i ustawić się zgodnie z kierunkiem  $\mu_0 \vec{H}_{FC}$  w cyklu drugim. Może to wynikać z pewnej liczby dużych ziaren przyszpilających klasy IV w kontakcie z warstwą Co (Rozdz. 1.4.2.), których momenty magnetyczne mają kierunek zgodny z  $\mu_0 \vec{H}_{dep}$ .

### 5.3 Wpływ koncentracji stechiometrycznej fazy NiO na oddziaływanie Dzialoshinskiego-Moriyi w układzie Pt/Co/NiO

W rozdziale 1.4.2. wyjaśniono, że warstwa NiO jest nie tylko źródłem oddziaływania EB, ale również oddziaływania iDM w układach warstwowych zawierających NiO w kontakcie z warstwą Co (np. Au/Co/NiO [23, 24]). W pracach [23, 24] wykazano, że chiralność momentów magnetycznych ściany domenowej w układzie Au/Co/NiO jest prawoskrętna ( $D < 0$ ). Biorąc pod uwagę niewielki wkład warstwy Au na oddziaływanie iDM [11, 78], można stwierdzić, że oddziaływanie to w układzie Au/Co/NiO pochodzi wyłącznie od międzywierzchni Co/NiO. Skoro międzywierzchnia Co/NiO powoduje pojawienie się prawoskrętnej chiralności ( $D_{S,Co/NiO} < 0$ ) w ścianie domenowej, to sytuacja z przeciwną sekwencją warstw, czyli w układzie NiO/Co, powinna prowadzić do pojawienia się chiralności lewoskrętnej ( $D_{S,NiO/Co} > 0$ ). Z kolei np. z prac [11, 78] wiadomo, że międzywierzchnia Co/Pt indukuje pojawienie się oddziaływania iDM wykazującego prawoskrętną chiralność momentów magnetycznych w ścianie domenowej ( $D_{S,Co/Pt} < 0$ ). Dlatego dla układu warstwowego NiO/Co/Pt, w zależności od tego dla której międzywierzchni oddziaływanie iDM jest silniejsze, można oczekiwać trzech sytuacji: (i) jeżeli  $|D_{S,NiO/Co}| = |D_{S,Co/Pt}|$ , to wypadkowe  $D = 0$ , a więc układ nie powinien posiadać ściany domenowej z wyróżnioną chiralnością, (ii) jeśli  $|D_{S,NiO/Co}| > |D_{S,Co/Pt}|$ , to wypadkowe oddziaływanie DM powinno wykazywać  $D > 0$ , wówczas układ powinien posiadać lewoskrętną chiralność spinów w ścianie domenowej, (iii) natomiast odwrotna sytuacja powinna występować dla  $|D_{S,NiO/Co}| < |D_{S,Co/Pt}|$ . W celu sprawdzenia, która z tych sytuacji zachodzi dla układu warstwowego NiO/Co/Pt z  $t_{Co}=0,9$  nm przeprowadzono, na Wydziale Fizyki UwB we współpracy z grupą badawczą prof. Andrzeja Maziewskiego, pomiar pozwalający określić chiralność spinów w ścianie domenowej dla układu warstwowego Pt/Co/NiO. Pomiar ten polegał na obserwacji, z wykorzystaniem mikroskopii P-MOKE (Rozdz. 4.1.), asymetrycznej propagacji ścian domenowych pod wpływem impulsów pola  $\mu_0 \vec{H}_{ext} = \mu_0 (\vec{H}_z + \vec{H}_x)$  (opis tej metody znajduje się w rozdziale 1.3.2. w tekście pod rys. 1.10.). Przy realizacji tego pomiaru stosowano wartości pól  $\mu_0 H_x = 285$  mT i  $\mu_0 H_z = 98$  mT. Wartości te były wystarczające, aby zaobserwować powolny wzrost domeny, któremu towarzyszy asymetryczna propagacja ściany domenowej, rejestrowany mikroskopem P-MOKE.

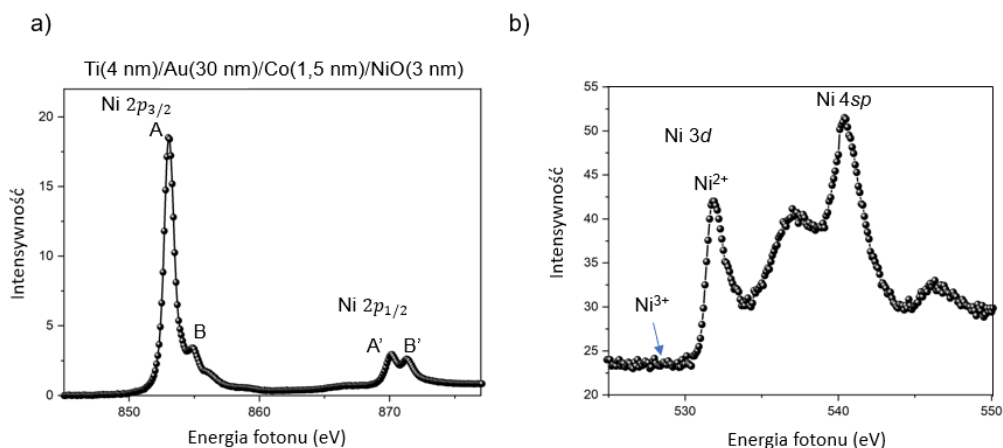
Na podstawie obserwacji propagacji ściany domenowej (Rys. 5.9.) określono, że układ NiO/Co/Pt wykazuje lewoskrętną chiralność, czyli  $D > 0$ . To oznacza, że na międzywierzchni NiO/Co występuje silniejsze oddziaływanie iDM, niż na międzywierzchni Co/Pt ( $|D_{S, \text{NiO/Co}}| > |D_{S, \text{Co/Pt}}|$ ). Warto zwrócić uwagę, że określony znak oddziaływania DM w tym przypadku jest zgodny z wynikami A. G. Kolesnikova [25] dotyczącymi pomiarów oddziaływania iDM w układzie o odwrotnej kolejności osadzania warstw tj. dla układu Pt/Co/Ni<sub>1-x</sub>O<sub>x</sub>, dla którego wyznaczono wartość  $D < 0$ . Kolesnikov wraz ze swoimi współpracownikami wyznaczył wartości oddziaływania iDM dla warstw Co będącej w kontakcie z warstwą Pt i warstwą zawierającą różne stosunki fazy Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub> do NiO. Warto przypomnieć, że maksymalna zawartość fazy NiO wynosiła 40% i to właśnie dla takich warstw zaobserwowano największą wartość oddziaływania DM  $D_S = -1,2$  pJ/m. Można zatem oczekiwać, że w przypadku warstw nanoszonych metodą PLD ze stechiometrycznego targetu NiO udział fazy NiO jest znacznie większy.



**Rysunek 5.9:** Obraz różnicowy (obraz zarejestrowany po nukleacji domeny jest odjęty od obrazu zarejestrowanego po zastosowaniu impulsów pola  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}} = \mu_0 (\vec{H}_x + \vec{H}_z)$ ) zarejestrowany za pomocą mikroskopu wykorzystującego P-MOKE. W legendzie są podane wartości i kierunki pól magnetycznych. Żółty okrąg obejmuje wynukleowaną domenę, od której rozpoczyna się propagacja ściany domenowej. Poniżej obrazu pokazano schematycznie ułożenie momentów magnetycznych w przekroju wzdłuż przerywanej linii. Należy pamiętać, że ze względu na to, iż jest to obraz różnicowy orientacji momentów magnetycznych w domenie po nukleacji (obszar z żółtą obwódką) i po impulsach  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}}$  (czarna domena) jest taki sam. Sekwencja kierunków strzałek czarnych, zielonej, białych i czerwonej wskazuje na lewoskrętną chiralność spinów w ścianie domenowej (granice pomiędzy obszarem szarym i czarnym). Obraz pochodzi z publikacji [160]. Obserwacja struktury domenowej została zrealizowana przez dr. Piotra Mazalskiego z zespołu prof. Andrzeja Maziewskiego na UwB.

W celu sprawdzenia koncentracji NiO i Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub> w osadzanych warstwach tlenku niklu w ZN3 IFM PAN przeprowadzono badania absorpcji promieniowania rentgenowskiego (XAS, z ang. *X-ray absorption spectroscopy*) układu Au/Ci/NiO, który zawierał 3 nm warstwę tlenku niklu nanoszoną metodą PLD. Celem tych pomiarów

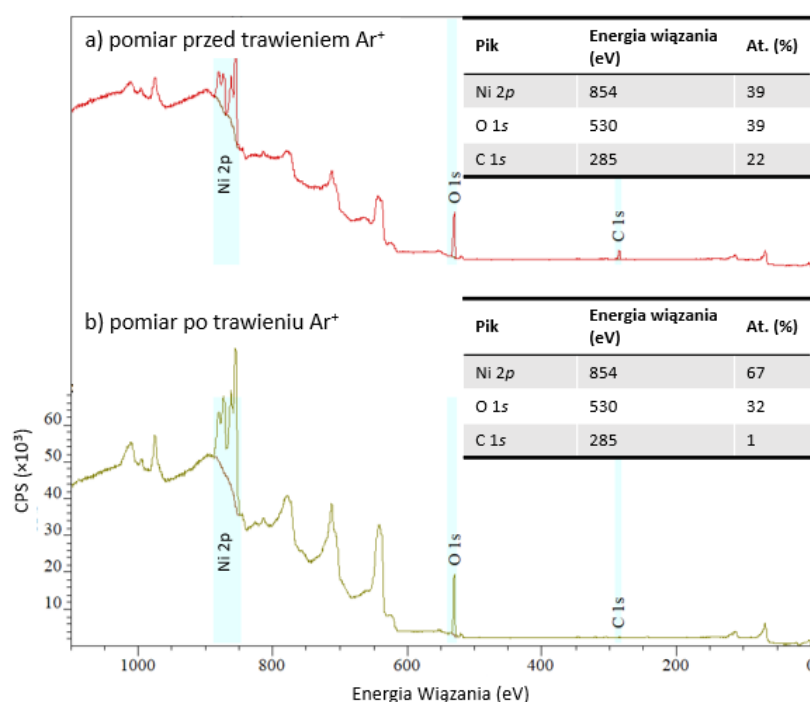
było określenie czy wytworzone warstwy tlenku niklu zawierają tylko fazę NiO i czy występuje również faza  $\text{Ni}_2\text{O}_3$ . Na rys. 5.10 a jest pokazane widmo Ni 2p a na rys. 5.10 b widmo O 1s. Na widmie dla Ni 2p można wyróżnić dwie charakterystyczne pary pików. Pierwsza z nich jest związana ze stanem podstawowym Ni  $2p_{3/2}$  (między 850 eV a 860 eV) a druga ze stanem podstawowym Ni  $2p_{1/2}$  (między 865 eV a 875 eV). Porównując otrzymane widmo Ni 2p z obliczonymi widmami przedstawionymi w pracy [174] można zauważyć, że zmierzone widma nie zawierają pików charakterystycznych dla Ni w stopniu utlenienia  $\text{Ni}^{3+}$ . Brak obecności  $\text{Ni}^{3+}$  świadczy o tym, że w warstwie nie wytworzyła się faza  $\text{Ni}_2\text{O}_3$ . Za to obserwuje się typowe widmo dla antyferromagnetycznej fazy NiO [175]. Również analiza porównawcza zmierzonego widma orbitalu O 1s (Rys. 5.10. b) z wynikami przedstawionymi w pracy [174] wskazuje na brak obecności  $\text{Ni}^{3+}$ . Stąd też wnioskować można, że warstwa NiO wykonana metodą PLD w atmosferze bogatej w tlen składa się jedynie z antyferromagnetycznej fazy NiO.



**Rysunek 5.10:** (a) widmo orbitalu Ni 2p oraz (b) widmo orbitalu O 1s warstwy NiO o grubości 3 nm zmierzone za pomocą XAS przez zespół z ZN3 IFM PAN. Na widmie Ni 2p, na podstawie danych prezentowanych w pracy [174], zaznaczono piki od stanu podstawowego Ni  $2p_{3/2}$  i Ni  $2p_{1/2}$  a na widmie O 1s zaznaczono piki od stanu podstawowego Ni 3d oraz Ni 4sp.

Wykonane pomiary XAS nie pozwalają określić ilościowego udziału atomów Ni i O w badanej warstwie NiO. Dlatego w celu dodatkowej weryfikacji obecności fazy NiO, wykonano pomiary z wykorzystaniem rentgenowskiej spektrometrii fotoelektronów (XPS, z ang. *X-ray photoelectron spectroscopy*) (Rys. 5.11.). Pomiar ten przeprowadzono dla warstwy tlenku niklu wykonanego w identyczny sposób jak w przypadku wcześniejszych próbek, przy czym jej grubość wynosiła 50 nm i została naniesiona bezpośrednio na naturalnie utlenione podłoże krzemowe. Pomiary XPS zostały wykonane przez dr Ewę Madej z Instytutu Katalizy i Fizykochemii

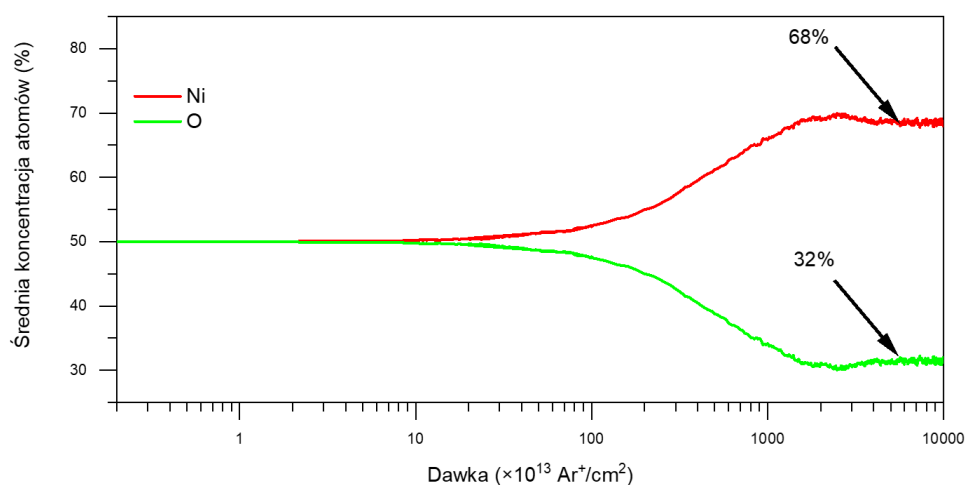
Powierzchni im. Jerzego Habera PAN. Warto zaznaczyć, że pomiędzy osadzaniem warstwy a pomiarem XPS próbka przebywała w warunkach naturalnych, co powodowało kontaminację na powierzchni gazów z atmosfery (głównie  $O_2$ ,  $N_2$ , para wodna) oraz innych zanieczyszczeń, głównie organicznych (Rys. 5.11 a). Z tego powodu, przed kolejnym pomiarem XPS wykonano *in-situ* czyszczenie wierzchniej warstwy za pomocą trawienia jonami  $Ar^+$  o energii 1 keV przez 10 minut. Widmo zarejestrowane po tym procesie przedstawia rys. 5.11 b. Na jego podstawie określono, że na powierzchni znajduje się  $\sim 1\%$  węgla pochodzącego zapewne od związków organicznych,  $\sim 67\%$  atomów Ni i  $\sim 32\%$  O. To sugeruje, że analizowana warstwa zawiera około dwa razy więcej atomów Ni niż O, czyli nie wykazuje stechiometrii. Jednakże, należy pamiętać, że warstwa przed pomiarem XPS poddana była bombardowaniu jonami Ar. Proces ten może w istotny sposób zmienić skład warstwy NiO w jej przypowierzchniowym obszarze, ponieważ w takim procesie można się spodziewać wybijania pojedynczych molekuł NiO jak również, ze względu na dysocjację wybijania pojedynczych atomów Ni i O.



**Rysunek 5.11:** Widmo XPS warstwy  $Ni_{1-x}O_x$  o grubości 50 nm przed trawieniem (a) i po trawieniu (b) jonami  $Ar^+$ . Na widmie zaznaczono położenia pików Ni 2p, O 1s i C 1s. W tabeli podano procentowy udział poszczególnych pierwiastków. Spektrum zmierzone przez dr Ewę Madej z Instytutu Katalizy i Fizykochemii Powierzchni im. Jerzego Habera PAN.

W celu oszacowania składu chemicznego wierzchniej warstwy NiO (50 nm) zmodyfikowanego bombardowaniem jonami  $Ar^+$  przeprowadzono symulację

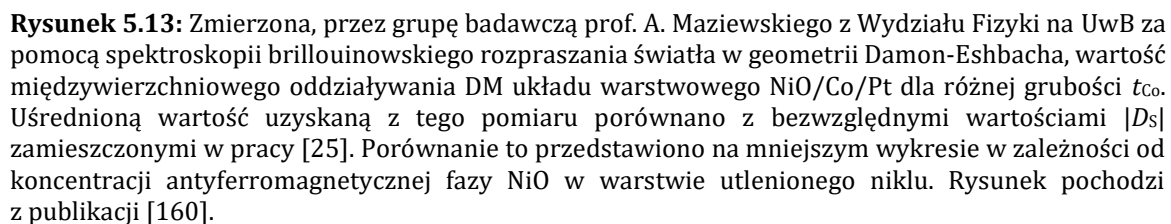
Monte-Carlo, za pomocą kodu TRIDYN. Na podstawie otrzymanych wyników z symulacji obliczono uśrednioną procentową zmianę powierzchniowego składu chemicznego dla dawki w zakresie od  $10^{12}$  do  $10^{17}$   $\text{Ar}^+/\text{cm}^2$  dla obszaru o grubości 1 nm (Rys. 5.12.). Analizując zmianę koncentracji atomów Ni i O warstwy można zauważyć, że dla dużych wartości dawek dochodzi do nierównowagowego ich wybijania, co prowadzi do podobnego procentowego stężenia atomów Ni i O na powierzchni jaką wyznaczono z pomiaru XPS. Przy czym należy zwrócić uwagę na to, że kod TRIDYN w swoich obliczeniach nie uwzględnia wybitych molekuł a uwzględnia wyłącznie wybite z powierzchni atomy. Jest tak dlatego, że model ten bazuje na balistycznym bombardowaniu niesprężystych kulek, które związane są ze sobą siłami określonymi entalpią formowania związku/molekuły. Analiza wyników symulacji w połączeniu z pomiarami XPS jednoznacznie wskazuje na to, że osadzanie warstwy tlenku niklu za pomocą PLD w atmosferze tlenu o ciśnieniu  $p_{\text{O}_2} = 3 \times 10^{-5}$  mbar pozwala uzyskać warstwy, w których zawartość fazy NiO wynosi  $\sim 100\%$ .



**Rysunek 5.12:** Średnia koncentracja atomów Ni i O dla zakresu 1 nm od powierzchni warstwy  $\text{Ni}_{1-x}\text{O}_x$  w zależności od dawki jonów  $\text{Ar}^+$  o energii  $E_{\text{ion}} = 1$  keV w zakresie dawek od  $10^{12}$  do  $10^{17}$   $\text{Ar}^+/\text{cm}^2$  obliczony na podstawie wyników uzyskanych z symulacji Monte-Carlo kodem TRIDYN. Koncentracje 68% i 32% odpowiadają procentowemu stężeniu atomów Ni i O dla największej dawki.

Z kolei dzięki pomiarom widm za pomocą metody brillouinowskiego rozpraszania światła, w tzw. geometrii Damona-Eshbacha [176], wykonanych przez zespół prof. Andrzeja Maziewskiego z UwB określono, że wartość oddziaływania DM układu warstwowego NiO/Co/Pt wynosi  $\sim 2$  pJ/m (Rys. 5.13.). Jest to dużo większa wartość w porównaniu z tą, którą zaobserwowano dla Pt/Co/ $\text{Ni}_{1-x}\text{O}_x$  dla 40% koncentracji fazy NiO [25]. Uzyskany wynik porównano z bezwzględnymi

Figure 1 consists of a main plot and an inset plot. The main plot shows the surface energy density  $D_s$  (pJ/m) on the y-axis (ranging from 0 to 2.5) versus the thickness of the CoO layer  $t_{Co}$  (nm) on the x-axis (ranging from 1.0 to 3.0). The data points, represented by blue circles (M. Kowacz et al. 2022) and red circles (A. G. Kolesnikov et al. 2021), are clustered around a dashed horizontal line at  $D_s = +2.0$  pJ/m. The inset plot shows the absolute value of the surface energy density  $|D_s|$  (pJ/m) on the y-axis (ranging from 0.0 to 2.5) versus the relative NiO concentration (%) on the x-axis (ranging from 0 to 100). The data points in the inset show a linear increase in  $|D_s|$  with increasing NiO concentration, with a dashed line representing the linear fit.





## 5.4 Wnioski

Wyniki przedstawione w tym rozdziale poświęcone pomiarom trzech układów warstwowych NiO/Co/Au, NiO/Co/NiO oraz NiO/Co/Pt pokazują, że międzywierzchnia pomiędzy warstwą Co a warstwą NiO jest, poprzez antyferromagnetyczną naturę NiO jak i poprzez mechanizmy powiązane ze złamaniem symetrii, źródłem silnych oddziaływań wymiennych takich jak EB i DM. Jak pokazano, warstwy NiO nie tylko powodują pojawienie się takich oddziaływań, ale przyczyniają się również do wzmocnienia PMA.

Procesy FC układów warstwowych NiO/Co/NiO i NiO/Co/Au od temperatury  $T_{FC} = 450$  K prowadzą do wzmocnienia PMA i zwiększenia wartości  $\mu_0 H_c$ , która jest stabilna w procesach FC prowadzonych od wyższych temperatur. Modyfikacja tych parametrów jest związana ze zmianami zachodzącymi wyłącznie w obrębie międzywierzchni NiO/Co i Co/NiO. Wyniki te pokazują, że nie dochodzi do dalszego utleniania warstwy Co w wyniku podgrzewania próbek w zakresie temperatur  $T_{FC} < 450$  K, co jest ważne z punktu widzenia zastosowań takich układów w urządzeniach pracujących w podwyższonych temperaturach oraz ze względu na to, że procesy strukturyzacji stosowane w elektronice wymagają wygrzewania. Przedstawiona metoda grzania i chłodzenia próbek w polu magnetycznym pozwoliła kontrolować wypadkową wartość  $\mu_0 H_{EB}$  poprzez zmianę zwrotu momentów magnetycznych ziaren NiO na międzywierzchni NiO/Co w przypadku układu NiO/Co/Au oraz na międzywierzchniach NiO/Co i Co/NiO układu NiO/Co/NiO. Możliwość wprowadzania takich modyfikacji właściwości magnetycznych może mieć istotne znaczenie w zastosowaniach magnetycznych układów warstwowych.

Pomiary, wykonane za pomocą XAS i XPS sugerują, że warstwy tlenku niklu wytwarzane metodą PLD w atmosferze tlenu wykazują stechiometrię antyferromagnetycznej fazy NiO i nie wykazują obecności niemagnetycznej fazy  $Ni_2O_3$ . Warstwa NiO w układzie NiO/Co/Pt powoduje pojawienie się lewoskrętnej chiralności momentów magnetycznych w ścianie domenowej z wypadkowym oddziaływaniem iDM wynoszącym  $\sim 2$  pJ/m. Zestawiając otrzymane wyniki z wynikami przedstawionymi w pracy [25] pokazano, że oddziaływanie DM w takich układach warstwowych można kontrolować poprzez zmienianie stosunku koncentracji fazy NiO do koncentracji fazy  $Ni_2O_3$  w warstwie  $Ni_{1-x}O_x$ . Dlatego też można sądzić, że oddziaływanie DM w układach zawierających warstwę Co i  $Ni_{1-x}O_x$

jest ściśle związane z obecnością stechiometrycznej fazy NiO na międzywierzchniach pomiędzy warstwami Co i NiO. Pokazano również, że kierunek chiralności spinów w ścianie domenowej typu Néela w takich układach jest silnie zdominowany przez obecność antyferromagnetycznej warstwy NiO oraz zauważono, że kierunek tej chiralności jest przeciwny w porównaniu z kierunkami chiralności wykazywanymi dla układów, w których warstwa magnetyczna jest w kontakcie z warstwami innych niemagnetycznych tlenków.

## *Wpływ bombardowania jonami na strukturę międzywierzchni i anizotropię magnetyczną układu warstwowego Ir/Co/Pt*

W tym rozdziale przedstawiono wyniki badań dotyczących wpływu bombardowania jonami  $\text{Ga}^+$  na pole koercji i anizotropię magnetyczną trójwarstwowego układu Ir/Co/Pt. Jak udokumentowano w dalszej części rozdziału, za zmiany właściwości magnetycznych głównie odpowiedzialne jest mieszanie pierwiastków w obrębie międzywierzchni.

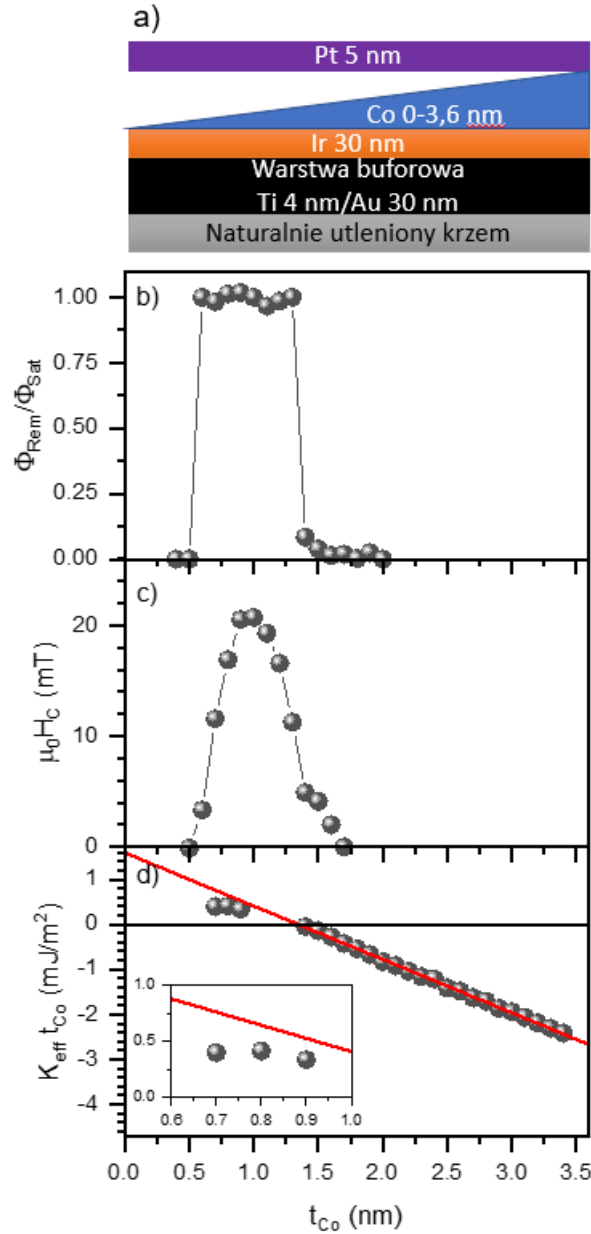
W celu wyeliminowania wpływu procesu osadzania warstw metodą rozpylania magnetronowego (Rozdz. 3.1.) na właściwości magnetyczne, pomiary pozwalające określić właściwości magnetyczne układu Ir/Co/Pt poddanego procesowi bombardowania jonami  $\text{Ga}^+$  z różną energią  $E_{\text{ion}}$  i dawką  $F$  (Rozdz. 3.4.) przeprowadzono na jednorodnej warstwie, która została poddana strukturyzacji z wykorzystaniem litografii i techniki *lift-off* (Rozdz. 3.3.).

Rozdział ten podzielono na trzy podrozdziały, które opisują każdy kolejny ważny etap omawianego eksperymentu. Pierwszy podrozdział dotyczy wyznaczenia właściwości magnetycznych układu Ir/Co/Pt w funkcji grubości warstwy Co ( $t_{\text{Co}}$ ). Wyniki tych badań pozwoliły na wybór odpowiedniej grubości warstwy Co dla próbki, na której był prowadzony proces bombardowania jonowego. W kolejnym podrozdziale opisano wyniki pomiarów magnetooptycznych po procesie bombardowania jonowego. W trzecim podrozdziale przedstawiono opis wyników dotyczących efektów bombardowania jonowego otrzymanych z symulacji Monte-Carlo (głównie TRIDYN).

Przedstawione w tym rozdziale wyniki badań jak i ich dyskusja zostały opublikowane w [182].

## 6.1 Określenie optymalnej grubości warstwy Co układu Ir/Co/Pt przeznaczonego do bombardowania jonowego

W celu przeprowadzenia pomiarów opisanych w następnym podrozdziale konieczne było określenie grubości warstwy Co zapewniającej PMA oraz możliwie duże  $H_C$ . Dlatego wykonano układ warstwowy Ir/Co( $t_{Co}$ )/Pt z warstwą Co w kształcie klina o długości 18 mm (Rys. 6.1. a) z gradientem  $t_{Co}$  wynoszącym 0,2 nm/mm. Z pomiarów pętli histerezy przeprowadzonych z wykorzystaniem magnetometru P-MOKE wyznaczono takie parametry jak  $\Phi_{Rem}/\Phi_{Sat}$ ,  $\mu_0 H_C$  i  $K_{eff}$  w funkcji  $t_{Co}$  (Rys. 6.1. b-d). Na podstawie uzyskanych danych wykazano, że układ Ir/Co/Pt wykazuje PMA w zakresie  $0,5 < t_{Co} < 1,4$  nm, dla którego maksymalne pole koercji ( $\mu_0 H_C = 20,7$  mT) przypada dla  $0,8 \leq t_{Co} \leq 0,9$  nm (Rys. 6.1. b-d). Z dopasowania liniowej zależności  $K_{eff} t_{Co}(t_{Co})$  do danych eksperymentalnych dla zakresu  $t_{Co}$ , w którym próbka wykazuje anizotropię EMA określono  $K_v = -1,18 \pm 0,01$  MJ/m<sup>3</sup> i  $2K_s = 1,60 \pm 0,02$  mJ/m<sup>2</sup>. Wartość  $K_v$  jest zbliżona do anizotropii kształtu wyznaczonej dla warstwy Co ( $\sim -1,27$  MJ/m<sup>3</sup>) podobnie jak miało to miejsce dla warstw NiO/Co/Pt. Taki wynik wskazuje na brak innych czynników objętościowych faworyzujących PMA. Natomiast wysoka wartość  $2K_s$  nie jest zaskakująca, ponieważ wiadomo, że warstwy Co w kontakcie z Pt (np. opisany wcześniej układ warstwowy NiO/Co/Pt) i Ir ([80, 183, 184]) wykazują duże wartości  $K_s$ . Warto zaznaczyć, że wartości  $2K_s$  i  $K_v$  mogą być przeszacowane ponieważ, jak wiadomo z literatury [165], warstwa Ir prowadzi do redukcji grubości warstwy ferromagnetycznej o 0,1 nm, co spowodowane jest powstaniem niemagnetycznej części warstwy Co w pobliżu międzywierzchni Ir/Co. Natomiast polaryzacja spinowa Pt zwiększa grubość warstwy ferromagnetycznej, tym samym określenie efektywnej grubości warstwy magnetycznej jest trudne. Analizując liniową zależność  $K_{eff} t_{Co}(t_{Co})$  widać, że wraz ze zmniejszaniem  $t_{Co}$ , poniżej  $t_{SRT}$ , wartości  $K_{eff} t_{Co}$  coraz bardziej odbiegają od linii prostej. Zazwyczaj taka sytuacja odpowiada pojawieniu się nieciągłości warstwy Co dla bardzo cienkich polikrystalicznych warstw. W efekcie zależność  $K_{eff} t_{Co}(t_{Co})$  traci linowy charakter [169].



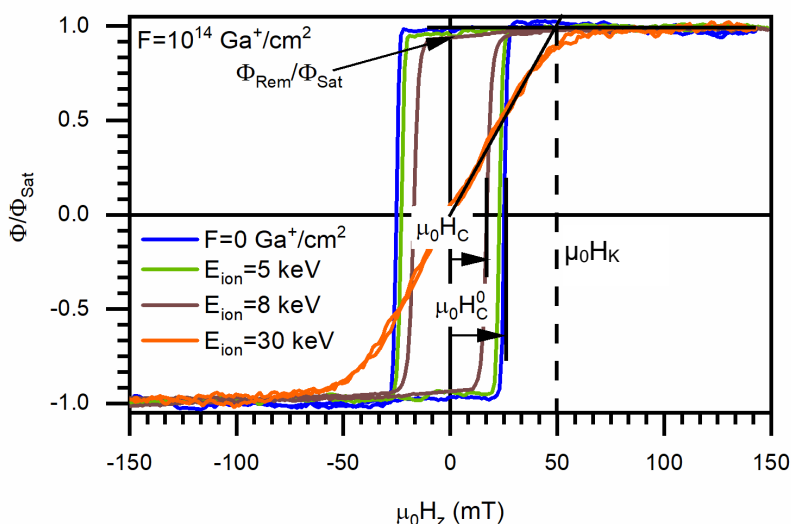
**Rysunek 6.1:** a) Schematyczne przedstawienie ułożenia warstw układu Ir/Co/Pt z klinową warstwą Co, b) stosunek sygnałów magnetooptycznych  $\Phi_{\text{Rem}}/\Phi_{\text{Sat}}$ , c) pole koercji  $\mu_0 H_c$ , d) stała anizotropii efektywnej  $K_{\text{eff}}$  przemnożona przez grubość  $t_{\text{Co}}$ . Na wykresie (d) czerwona linia jest dopasowaniem liniowym do danych eksperymentalnych (wzór (1.13.)). Najlepsze dopasowanie otrzymano dla  $K_V = -1,18 \pm 0,01$  MJ/m<sup>3</sup> i  $2K_S = 1,60 \pm 0,02$  mJ/m<sup>2</sup>, wstawka na wykresie (d) jest powiększeniem zależności  $K_{\text{eff}} t_{\text{Co}}(t_{\text{Co}})$  w zakresie  $0,6 \leq t_{\text{Co}} \leq 1$  nm, dla którego wartości  $K_{\text{eff}}$  wyznaczono metodą skrzyżowanych pól magnetycznych (o wzajemnie prostopadłej orientacji  $\mu_0 \vec{H}_x$  i  $\mu_0 \vec{H}_z$ ) opisaną w rozdziale 4.1. Pozostałe wartości  $K_{\text{eff}}$  mieszczące się w zakresie  $t_{\text{Co}}$  odpowiadającemu anizotropii magnetycznej, gdy oś łatwa wektora namagnesowania leży w płaszczyźnie warstwy Co, wyznaczono standardową metodą, która była opisana w poprzednim rozdziale.

Na podstawie pomiarów prezentowanych na rys. 6.1. b-d ustalono, że do zbadania wpływu bombardowania jonami Ga<sup>+</sup> na właściwości magnetyczne układu Ir/Co/Pt optymalna wartość  $t_{\text{Co}}$  wynosi 0,8 nm. Zapewnia ona PMA, dużą wartość

$\mu_0 H_C$ , a dzięki małej wartości  $t_{Co}$  procesy mieszania pierwiastków zachodzić mogą na obu międzywierzchniach.

## 6.2 Właściwości magnetyczne układu Ir/Co/Pt przed i po bombardowaniu jonami $Ga^+$

W celu zbombardowania układu przedstawionego na rys. 6.1. a wiązką jonów  $Ga^+$  wykonano kolejną próbkę, która była wytworzona z wykorzystaniem technik fotolitografii bezmaskowej i metody *lift-off* (Rozdz. 3.3.1.), co pozwoliło na wykonanie strukturyzacji w płaszczyźnie próbki. Strukturyzacja tej próbki polegała na wytworzeniu macierzy kwadratów, których krawędź wynosiła  $300\ \mu m$  a period struktury  $600\ \mu m$ . Wykonanie takiej struktury pozwoliło na bombardowanie jonami z różnymi energiami  $E_{ion}$  i dawkami  $F$  układu warstwowego, który posiadał takie same właściwości magnetyczne w obrębie całej próbki. Macierz kwadratów zapewniła również łatwy sposób zlokalizowania obszaru bombardowanego jonami o konkretnych wartościach  $E_{ion}$  i  $F$ . Proces bombardowania jonami  $Ga^+$  realizowano z wykorzystaniem FIB (Rozdz. 3.2.2.). Bombardowanie to przeprowadzono dla trzech różnych  $E_{ion} = 5, 8$  i  $30\ keV$  w zakresie dawek  $10^{12} < F < 10^{15}\ Ga^+/cm^2$ .



**Rysunek 6.2:** Znormalizowane pętle histerezy ( $\Phi/\Phi_{Sat}(\mu_0 H_z)$ ) układu Ir/Co/Pt zmierzone za pomocą magnetometru wykorzystującego P-MOKE w stanie po naniesieniu warstw (niebieski kolor), oraz po bombardowaniu  $Ga^+$  za pomocą FIB dawką  $F = 10^{14}\ Ga^+/cm^2$  i energią  $E_{ion} = 5\ keV$  (zielony kolor),  $8\ keV$  (brązowy kolor) i  $30\ keV$  (pomarańczowy kolor). Na wykresie zdefiniowano takie parametry jak  $\Phi_{Rem}/\Phi_{Sat}$ ,  $\mu_0 H_C^0$  (dla  $F = 0\ Ga^+/cm^2$ ),  $\mu_0 H_C$  (dla  $F > 0\ Ga^+/cm^2$ ) i pole anizotropii  $\mu_0 H_K$ . Wykres pochodzi z publikacji [182].

Na rys. 6.2. przedstawiono przykładowe, znormalizowane pętle histerezy, zmierzone za pomocą magnetometru P-MOKE, dla  $F = 10^{14} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$  i  $E_{\text{ion}} = 5, 8$  i  $30 \text{ keV}$  i dla  $F = 0$  czyli dla obszaru próbki, który nie został poddany bombardowaniu jonowemu. Przed bombardowaniem jonowym układ charakteryzuje PMA ( $K_{\text{eff}} t_{\text{Co}} = 0,5 \text{ mJ/m}^2$ ) (Rys. 6.1. d), prostokątny kształt pętli histerezy ( $\Phi_{\text{Rem}}/\Phi_{\text{Sat}} = 1$ ) i  $\mu_0 H_C = 27 \text{ mT}$ . W wyniku bombardowania dochodzi do redukcji wartości  $\mu_0 H_C$  wraz ze wzrostem  $E_{\text{ion}}$ . Mimo redukcji wartości  $\mu_0 H_C$  przy  $E_{\text{ion}} = 5$  i  $8 \text{ keV}$  i  $F = 10^{14} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$  zmiany wywołane procesem bombardowania jonowego nie są na tyle duże by spowodować zmianę charakteru procesu przemagnesowania próbki, który jest nadal charakterystyczny dla warstw z PMA. Dopiero jony o  $E_{\text{ion}} = 30 \text{ keV}$  powodują, że proces ten jest charakterystyczny dla warstw z wektorem namagnesowania leżącym w płaszczyźnie próbki z  $\mu_0 H_K = 50 \text{ mT}$ . Zaobserwowane zmiany spowodowane bombardowaniem jonami  $\text{Ga}^+$  o stałej wartości  $F$  pokazują, że właściwości magnetyczne, takie jak  $K_{\text{eff}}$  i  $\mu_0 H_C$ , mogą być kontrolowane poprzez zmianę  $E_{\text{ion}}$ . Zazwyczaj taka modyfikacja wymienionych właściwości magnetycznych obserwowana była przy wzroście  $F$  i wiązano ją ze zmianami morfologii międzywierzchni HM/FM i FM/HM w układach HM/FM/HM, które powodują zmniejszenie  $K_s$  a tym samym  $K_{\text{eff}}$  [89, 115, 118].

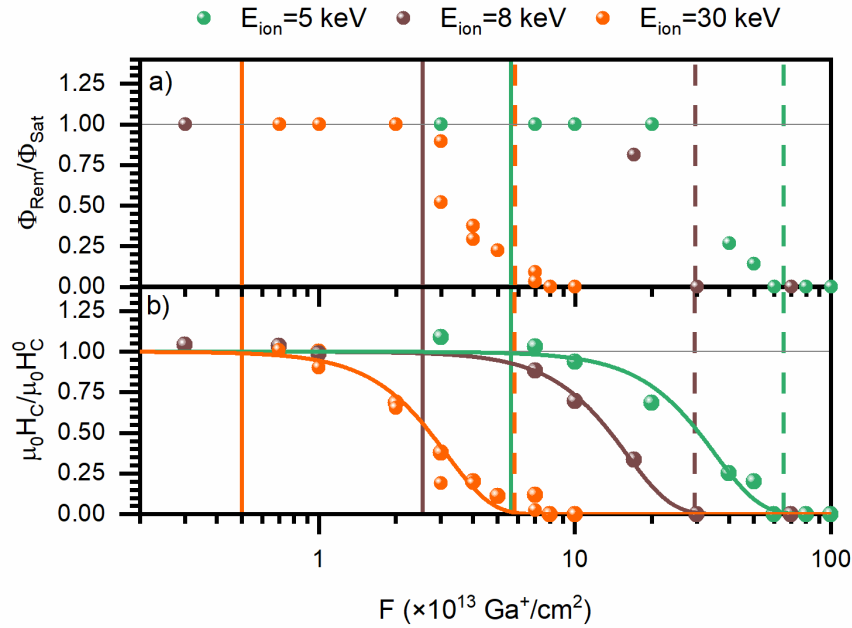
W celu pełniejszego określenia wpływu bombardowania jonami  $\text{Ga}^+$  na anizotropię magnetyczną wyznaczono parametry  $\Phi_{\text{Rem}}/\Phi_{\text{Sat}}$  oraz  $\mu_0 H_C / \mu_0 H_C^0$  w funkcji  $F$  dla  $E_{\text{ion}} = 5, 8, 30 \text{ keV}$ , które przedstawiono na rys. 6.3. Wyniki te pozwalają wyróżnić trzy charakterystyczne stany magnetyczne, osiągane po procesie bombardowania z wzrastającą wartością  $F$ , przy czym kolejne zakresy parametru  $F$  zależą od  $E_{\text{ion}}$ :

(I) Stan magnetyczny typowy dla procesów przemagnesowania zachodzących w układach wykazujących PMA, przy czym  $\Phi_{\text{Rem}}/\Phi_{\text{Sat}}$  oraz  $\mu_0 H_C / \mu_0 H_C^0$  nie ulegają zmianie przy wzroście  $F$ . Ten stan występuje dla  $0 < F < 1 \times 10^{13} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$  przy  $E_{\text{ion}} = 5 \text{ keV}$ ,  $0 < F < 8,5 \times 10^{13} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$  przy  $E_{\text{ion}} = 8 \text{ keV}$  i  $0 < F < 1,2 \times 10^{14} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$  przy  $E_{\text{ion}} = 30 \text{ keV}$ .

(II) Stan przejściowy, w którym wraz ze wzrostem  $F$  układ dąży do zmiany anizotropii magnetycznej warstwy FM z PMA do EMA co widać jako stopniowe zmniejszanie wartości  $\Phi_{\text{Rem}}/\Phi_{\text{Sat}}$  i  $\mu_0 H_C / \mu_0 H_C^0$  przy wzroście  $F$ . Sytuacja taka zachodzi dla  $5,6 \times 10^{13} \leq F \leq 6,52 \times 10^{14} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$  przy  $E_{\text{ion}} = 5 \text{ keV}$ ,

$2,5 \times 10^{13} \leq F \leq 2,94 \times 10^{14} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$  przy  $E_{\text{ion}} = 8 \text{ keV}$  i  $0,5 \times 10^{13} \leq F \leq 5,8 \times 10^{13} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$  przy  $E_{\text{ion}} = 30 \text{ keV}$ .

(III) Stan magnetyczny, w którym proces przemagnesowania wskazuje na anizotropię typu EMA. Ten stan jest obecny dla  $F > 6,52 \times 10^{14} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$  przy  $E_{\text{ion}} = 5 \text{ keV}$ ,  $F > 2,94 \times 10^{14} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$  przy  $E_{\text{ion}} = 8 \text{ keV}$  i  $F > 5,8 \times 10^{13} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$  przy  $E_{\text{ion}} = 30 \text{ keV}$ .



**Rysunek 6.3:** Zależności  $\Phi_{\text{Rem}}/\Phi_{\text{Sat}}(F)$  (a) i  $\mu_0 H_C / \mu_0 H_C^0(F)$  (b), punkty określają wartości wyznaczone na podstawie pętli histerezy zmierzonych dla zakresu dawek  $10^{12} < F < 10^{15} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$  dla energii 5 keV (zielony kolor), 8 keV (brązowy kolor) i 30 keV (pomarańczowy kolor). Do danych eksperymentalnych (b) wykonano dopasowanie zmodyfikowanym modelem Rettnera (wzór (6.1.)), który opisuje zależność  $\mu_0 H_C / \mu_0 H_C^0(F)$  (linia ciągła). Ciągłe pionowe linie określają dawkę  $F^*$  ( $\mu_0 H_C / \mu_0 H_C^0 = 0.99$ ) a przerywane  $F^{\text{SRT}}$  ( $\mu_0 H_C / \mu_0 H_C^0 = 0.01$ ). Wykres pochodzi z publikacji [182].

Obniżanie wartości  $\mu_0 H_C$  w wyniku bombardowania jonowego zachodzi dla mniejszych dawek niż redukcja  $\Phi_{\text{Rem}}/\Phi_{\text{Sat}}$  (od  $\Phi_{\text{Rem}}/\Phi_{\text{Sat}} \approx 1$  do  $\Phi_{\text{Rem}}/\Phi_{\text{Sat}} \approx 0$ ). Wartość  $\Phi_{\text{Rem}}/\Phi_{\text{Sat}} < 1$  świadczy o pojawieniu się dodatkowego przyczynku anizotropii magnetycznej w płaszczyźnie warstwy.

Rettner w publikacji [90] zależność  $\mu_0 H_C(F)$  interpretował za pomocą fenomenologicznego modelu opisanego w rozdziale 2.5. (wzór (2.4.)). W przypadku badanej próbki konieczna okazała się modyfikacja wzoru polegająca na wprowadzeniu dodatkowego parametru skalującego  $\alpha$ :

$$\frac{\mu_0 H_C(F)}{\mu_0 H_C^0} = \exp(-\gamma^\epsilon F^\epsilon). \quad (6.1)$$



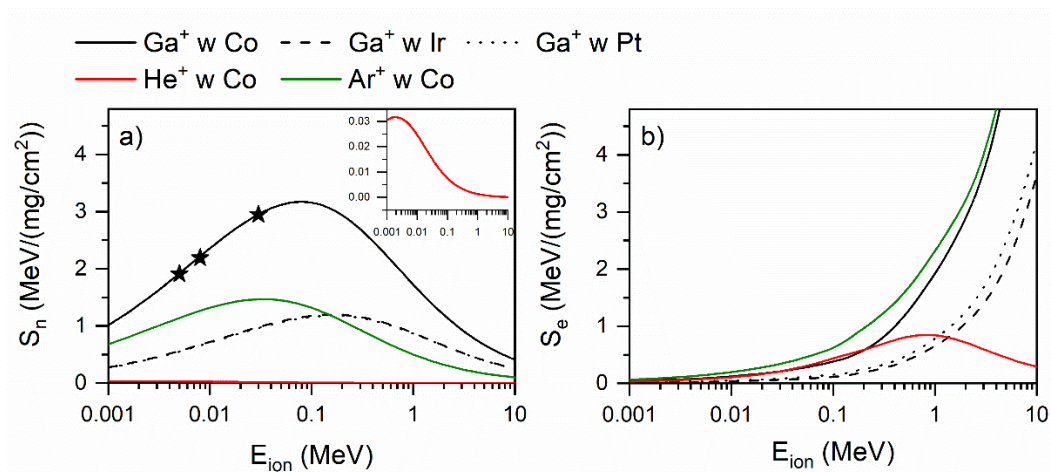
Było to konieczne, ponieważ dopasowując do wyników eksperymentalnych wzór (2.4.) okazało się, że obserwowane zmiany  $\mu_0 H_C$  w funkcji  $F$  zachodzą w szerszym zakresie  $F$  dla układu Ir/Co/Pt w porównaniu do wyników uzyskanych przez Rettnera dla warstw Pt(2 nm)/[Pt(1 nm)/Co(0,3 nm)]<sub>10</sub>/Pt(20 nm) [90]. Dlatego wprowadzono parametr pozwalający kontrolować szerokość zakresu zmian  $\mu_0 H_C / \mu_0 H_C^0$ . Najlepsze dopasowanie wzoru (6.1.) do wyników eksperymentalnych (Rys. 6.3. b – krzywa ciągła), dla wszystkich stosowanych wartości  $E_{ion}$ , otrzymano dla  $\epsilon = 2,5$ . Pozostałe parametry wyznaczone z dopasowania przedstawiono w tabeli 6.1. Rettner zwrócił uwagę, że dla dawki  $F_{50\%}$ , przy której zachodzi redukcja wartości  $\mu_0 H_C / \mu_0 H_C^0$  o połowę, istnieje pewien stały związek pomiędzy tą dawką a wartościami  $\gamma$  otrzymanymi z dopasowania relacją  $(\gamma F_{50\%})^\epsilon$ , która wynosi około 0,693 [90]. Pomimo zastosowania innej wartości  $\epsilon$  (u Rettnera  $\epsilon = 1$ ) obliczone iloczyny  $(\gamma F_{50\%})^\epsilon$  dla układu Ir/Co/Pt bombardowanego jonami Ga<sup>+</sup> o różnych energiach są zbliżone do wartości 0,693. Wartości tych iloczynów zostały przedstawione w tabeli 6.1.

**Tabela 6.1:** Parametr  $\gamma$  wyznaczony z dopasowania modelu opisującego zależność  $\mu_0 H_C(F)$  oraz obliczone wartości dawek  $F^*$  i  $F^{SRT}$  dla trzech wartości  $E_{ion}$ . Dane pochodzą z publikacji [182].

$E_{ion}$ (keV)	$\gamma$ ( $cm^2/ion$ )	$F^*$ ( $\times 10^{13}$ Ga <sup>+</sup> /cm <sup>2</sup> )	$F^{SRT}$ ( $\times 10^{13}$ Ga <sup>+</sup> /cm <sup>2</sup> )	$(\gamma F_{50\%})^\alpha$
5	$(2,8 \pm 0,1) \times 10^{-15}$	5,6	65,2	0,72
8	$(6,3 \pm 0,1) \times 10^{-15}$	2,5	29,4	0,69
30	$(3,4 \pm 0,1) \times 10^{-14}$	0,5	5,8	0,84

Korzystając z wartości  $\gamma$  i  $\alpha$  wyznaczonych z dopasowania do wzoru (6.1.) obliczono wartości dawek ( $F^*$ ), przy których dochodzi do przejścia ze stanu (I) do stanu (II) oraz wartości dawek ( $F^{SRT}$ ), przy których dochodzi do przejścia ze stanu (II) do stanu (III), tj., gdy zachodzi przejście określane jako SRT (Rys. 6.3.). W celu obliczenia wartości  $F^*$  przyjęto we wzorze (6.1.), że  $\mu_0 H_C / \mu_0 H_C^0 = 0,99$  a w przypadku wyznaczenia wartości  $F^{SRT}$  przyjęto, że  $\mu_0 H_C / \mu_0 H_C^0 = 0,01$ . Wartości  $F^*$  i  $F^{SRT}$  zamieszczono w tabeli 6.1. oraz zaznaczono pionowymi kreskami na wykresie znajdującym się na rys. 6.3.

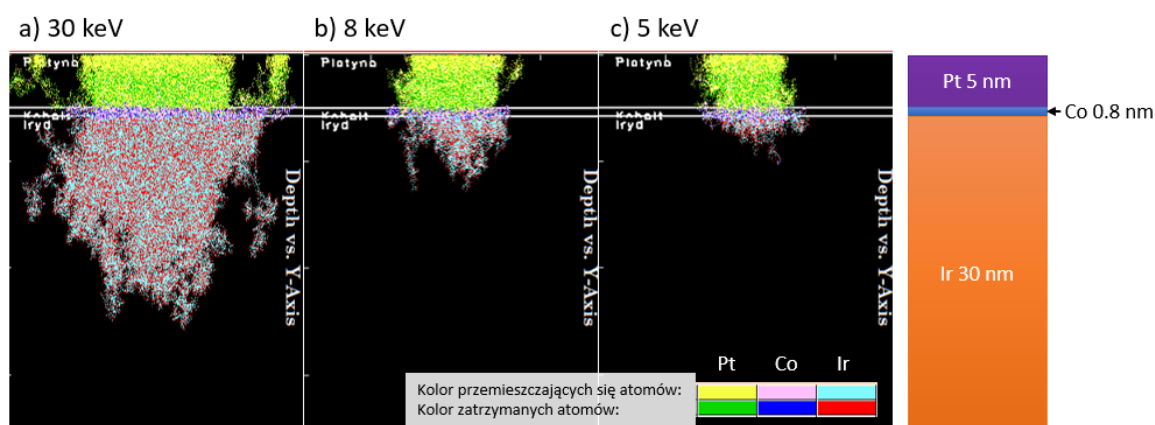
Warto zwrócić uwagę, że zakres  $F^* \leq F \leq F^{SRT}$  wyznaczony dla  $E_{ion} = 5, 8$  i  $30$  keV przesuwają się w stronę mniejszych wartości  $F$  wraz ze wzrostem  $E_{ion}$ . Jest to odwrotna sytuacja niż obserwowana w pracy [90], czyli dla układu Pt(2 nm)/[Pt(1 nm)/Co(0,3 nm)]<sub>10</sub>/Pt(20 nm), który był bombardowany wysokoenergetycznymi jonami Ar<sup>+</sup> i He<sup>+</sup> o energii  $E_{ion} = 20$  keV i 2 MeV i Ga<sup>+</sup> o energii  $E_{ion} = 20$  keV w zakresie  $10^{11} \leq F \leq 10^{17}$  jonów/cm<sup>2</sup>. Różnice te wynikają z zależności mechanizmu oddziaływania jonów z bombardowanym materiałem od stosowanej energii  $E_{ion}$ . Podczas procesu bombardowania jonowego może dojść do oddziaływania jonu z elektronami i jądrami atomowymi. Parametrem opisującym te oddziaływania jest zdolność hamowania (Rozdz. 2.1.), którą można podzielić na  $S_n$  i  $S_e$ . Na rys. 6.4. pokazano zależności  $S_e(E_{ion})$  i  $S_n(E_{ion})$  dla Co (linia ciągła), Ir (linia przerywana) i Pt (linia kropkowana) bombardowanych jonami Ga<sup>+</sup>, He<sup>+</sup> i Ar<sup>+</sup>. Zależności te uzyskano z obliczeń Monte-Carlo z wykorzystaniem kodu SRIM (Rozdz. 2.4.). Przedstawione na rys. 6.4. wartości  $S_n$  dla układu Ir/Co/Pt rosną wraz ze wzrostem  $E_{ion}$  w zakresie  $E_{ion} \leq \sim 1$  MeV. Dlatego aby uzyskać ten sam stopień zredukowania wartości  $\mu_0 H_c$  w przypadku układu Ir/Co/Pt wymagane jest zastosowanie większej dawki przy mniejszej energii kinetycznej ( $E_{kin}$ ). Ponadto symulacje pozwoliły wykazać, że procesy mieszania atomów w obrębie międzywierzchni są zdominowane przez balistyczne mieszanie. Proces ten, charakteryzujący się dużą efektywnością, zachodzi podczas nieelastycznych zderzeń wynikających z oddziaływania jon-jądro atomu i jest dominujący w omawianym zakresie energii ( $S_n \gg S_e$ ). W przypadku pracy [90] dla Ar<sup>+</sup> i He<sup>+</sup> jest inaczej, ponieważ dla Ar<sup>+</sup> przy  $E_{ion} > \sim 40$  keV i dla He<sup>+</sup> przy  $E_{ion} > \sim 2$  keV wartości  $S_n$  maleją a  $S_e$  zaczyna rosnąć ze wzrostem  $E_{kin}$ . Prowadzi to do dominacji oddziaływania jon-elektron podczas procesu bombardowania. W efekcie, aby osiągnąć ten sam stan magnetyczny po bombardowaniu jonowym, należy użyć większej dawki. W sytuacji, gdy  $S_e \gg S_n$  proces mieszania atomów na międzywierzchni jest zdominowany nie przez balistyczne przemieszczenia atomów, a przez dyfuzję wywołaną wzrostem temperatury (Rozdz. 2.3.). Z uzyskanych wyników dla Ga<sup>+</sup> również wynika, że w zakresie  $E_{ion}$  odpowiadającym  $S_n \gg S_e$ , proces mieszania balistycznego jest bardziej wydajny dla warstwy Co niż dla warstwy Ir (Pt) (Rys. 6.4. a), co jest związane z różnymi masami  $m_2$ .



**Rysunek 6.4:** Zależności (a)  $S_n(E_{ion})$  i (b)  $S_e(E_{ion})$  dla jonów  $Ga^+$ ,  $Ar^+$  i  $He^+$ , bombardujących materiał, którym jest: Co (linia ciągła), Ir (linia przerywana) i Pt (linia kropkowana). Wewnętrzny wykres w panelu (a) jest zależnością  $S_n(E_{ion})$  o zmienionej skali  $S_n$  dla jonów  $He^+$  w Co. Symbole gwiazd reprezentują energie jonów  $Ga^+$ , które były użyte podczas eksperymentu przeprowadzonego w pracy. Powyższe zależności zostały otrzymane z obliczeń Monte-Carlo kodem SRIM (Rozdz. 2.4).

### 6.3 Zmiana profili koncentracji układu warstwowego Ir/Co/Pt wywołana bombardowaniem jonami $Ga^+$ określona za pomocą symulacji Monte-Carlo

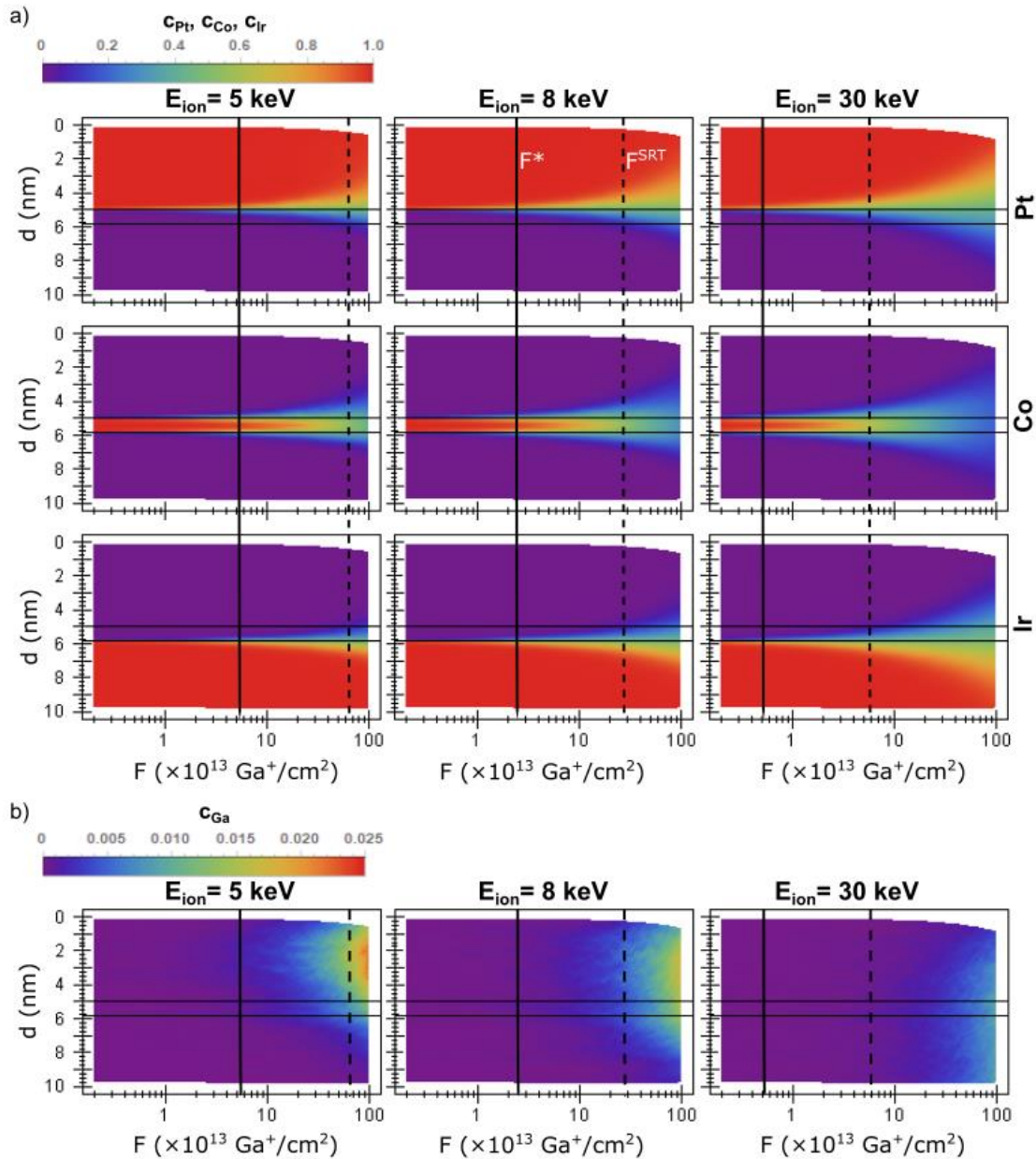
Przeprowadzenie symulacji Monte-Carlo z wykorzystaniem kodu SRIM, dla układu warstwowego Ir(30nm)/Co(0,8nm)/Pt(5nm) poddanego bombardowaniu jonami  $Ga^+$  o energii  $E_{ion} = 30$  keV (Rys. 6.5. a), 8 keV (Rys. 6.5. b) i 5 keV (Rys. 6.5. c), pozwoliło na wyznaczenie prawdopodobnych trajektorii ruchu i położenia atomów poszczególnych pierwiastków. Jak pokazują uzyskane wyniki najsilniejsze zmiany, wynikające z procesów balistycznych, zachodzą dla  $E_{ion} = 30$  keV a najmniejsze dla  $E_{ion} = 5$  keV. Dla poprawnej analizy pomiarów magnetycznych układu warstwowego poddanego procesowi bombardowania jonowego ważne było wykluczenie udziału mieszania się atomów pochodzących z warstw buforowych, czyli Ti i Au, z atomami tworzącymi układ Ir/Co/Pt. Otrzymane trajektorie ruchu atomów w trakcie bombardowania jonowego (Rys. 6.5.) pozwoliły ustalić, że nie dochodzi do takiej sytuacji, a więc obserwowane zmiany właściwości magnetycznych, takich jak pole koercji i anizotropia magnetyczna, wynikają głównie ze zmian strukturalnych na międzywierzchniach Ir/Co i Co/Pt bez udziału dodatkowych atomów warstw buforowej czy podłoża krzemowego.



**Rysunek 6.5:** Obliczony za pomocą symulacji Monte-Carlo (SRIM) rozkład trajektorii przemieszczających się w układzie Ir/Co/Pt atomów Pt, Co, Ir podczas bombardowania jonami  $\text{Ga}^+$  o energii 30 keV (a), 8 keV (b) i 5 keV (c). Poziome białe linie określają położenie międzywierzchni Ir/Co i Co/Pt. W dolnym prawym rogu panelu (c) przedstawiono legendę określającą kolory dla przemieszczających się atomów (górny rząd) oraz dla atomów zatrzymanych w wyniku utraty energii kinetycznej podczas bombardowania jonowego (dolny rząd).

Jak podkreślono w rozdziale 2.4., dotyczącym symulacji Monte-Carlo procesu bombardowania jonowego, kod SRIM nie pozwala oszacować zmian położenia atomów w funkcji  $F$ . Takie symulacje można wykonać korzystając z kodu TRIDYN. Na ich podstawie wyznaczono profile koncentracji w funkcji głębokości ( $d$ ), liczonej od powierzchni górnej warstwy, dla atomów Pt ( $c_{\text{Pt}}$ ), Co ( $c_{\text{Co}}$ ), Ir ( $c_{\text{Ir}}$ ) jak również dla zaimplantowanego Ga ( $c_{\text{Ga}}$ ) w zakresie dawek od  $10^{13} \leq F \leq 10^{15} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$  dla  $E_{\text{ion}} = 5, 8$  i 30 keV. Na podstawie tych profili utworzono mapy rozkładu poszczególnych pierwiastków w funkcji  $F$  i  $d$ , które przedstawiono na rys. 6.6. W celu wyraźniejszego uwidocznienia zmian zachodzących na obu międzywierzchniach zakres wartości  $d$  ograniczono do  $0 \leq d \leq 10 \text{ nm}$ . Na podstawie map przedstawiających rozkłady koncentracji  $c_{\text{Pt}}$ ,  $c_{\text{Co}}$ ,  $c_{\text{Ir}}$  (Rys. 6.6. a) dla  $E_{\text{ion}} = 5, 8$  i 30 keV można zauważyć, że wraz ze wzrostem  $E_{\text{ion}}$  dochodzi do wzrostu efektywności mieszania atomów na międzywierzchniach Ir/Co i Co/Pt. Wskazuje na to fakt, że wraz ze wzrostem  $E_{\text{ion}}$  dla najwyższej dawki  $F = 10^{15} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$  coraz większa jest odległość od międzywierzchni Ir/Co i Co/Pt, dla której można znaleźć atomy Co ( $c_{\text{Co}} \neq 0$ ) w warstwach Ir i Pt. Obserwowane zmiany są zgodne z przewidywaniami ustalonymi na podstawie wyników dotyczących zdolności hamowania  $S_n$  (Rys. 6.4. – czarne gwiazdki). W omawianym przypadku bombardowanie jonami  $\text{Ga}^+$  spowodowało częściowe wytrawienie warstwy Pt przy czym grubość usuniętej warstwy w niewielkim stopniu zależy od  $E_{\text{ion}}$  i nie przekracza 1 nm przy maksymalnej dawce  $F = 10^{15} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$ . To oznacza maksymalną redukcję grubości warstwy Pt z 5 nm do 4 nm (Rys. 6.6.). Można

przyjąć, że ta stosunkowo niewielka zmiana grubość warstwy Pt ma niewielki wpływ na właściwości magnetyczne badanego układu. Tym bardziej, że w zakresie dawek  $F^* \leq F \leq F^{SRT}$ , przy których zachodzą duże zmiany pól koercji efekt trawienia jest znacznie mniejszy a dla  $E_{ion} = 30$  keV nie zachodzi.



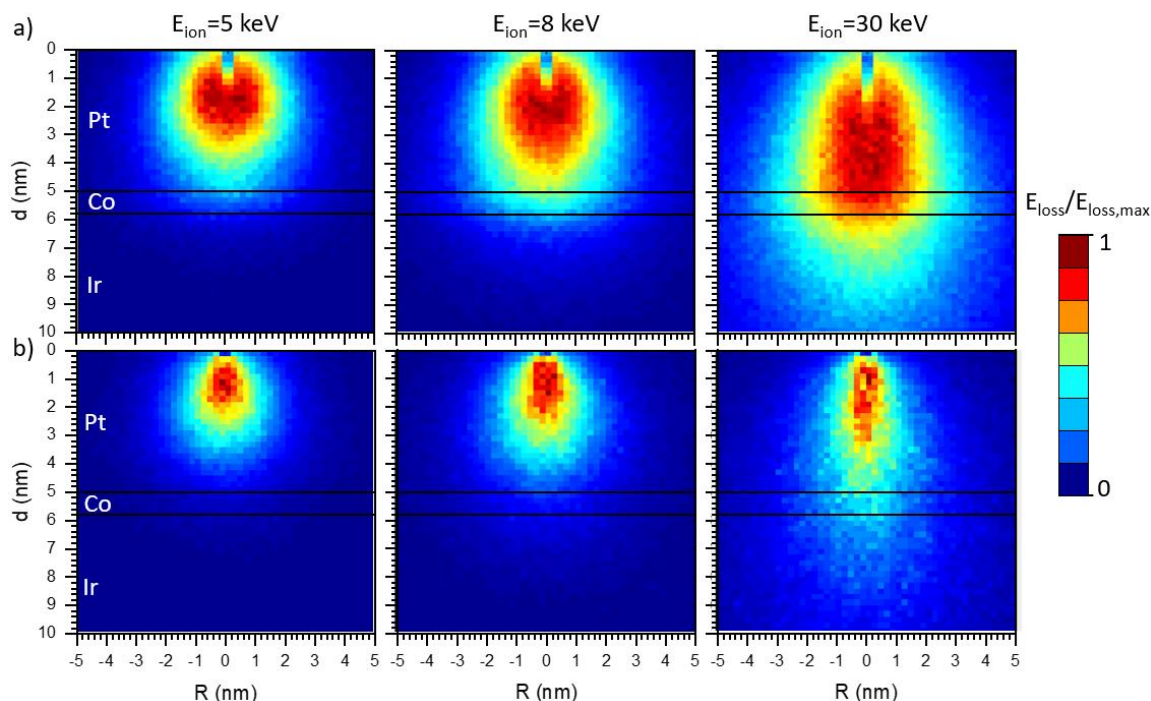
**Rysunek 6.6:** Mapy rozkładu koncentracji pierwiastków Pt ( $c_{Pt}$ ) (górny rząd w (a)), Co ( $c_{Co}$ ) (środkowy rząd w (a)), Ir ( $c_{Ir}$ ) (dolny rząd w (a)) i Ga ( $c_{Ga}$ ) w (b) w zależności od odległości  $d$  od powierzchni układu Ir/Co/Pt i dawki  $F$  jonów  $\text{Ga}^+$ . Mapy te wykreślono na podstawie profili koncentracji, które otrzymano z symulacji Monte-Carlo kodem TRIDYN dla  $E_{ion} = 5$  (pierwsza kolumna), 8 (druga kolumna) i 30 keV (trzecia kolumna). Poziome kreski wyznaczają położenie międzywarstwy Ir/Co ( $d = 5,8$  nm) i Co/Pt ( $d = 5$  nm). Pionowe kreski oznaczają dawkę  $F^*$  (ciągłą) i  $F^{SRT}$  (przerywaną). Biały kolor oznacza brak materiału. Mapy pochodzą z publikacji [182].

W trakcie bombardowania jonami  $\text{Ga}^+$  układów warstwowych zachodzi również implantacja Ga. Proces ten może prowadzić do takich zmian, w obrębie warstw

bombardowanego układu, jak np. powstawanie defektów, zmiana składu czy struktury. W następstwie może to prowadzić do zmian wielu właściwości fizycznych układów jak np. zmiany anizotropii magnetycznej czy pola koercji. Wyniki przedstawione na rys. 6.7 b pokazują, że podczas bombardowania jonowego zachodzi proces implantacji jonów  $\text{Ga}^+$ , które wraz ze wzrostem  $E_{\text{ion}}$  wnikają na co raz większą głębokość  $d$ . Głębokość ta zależy od energii utraconej ( $E_{\text{loss}}$ ) przez  $\text{Ga}^+$  w wyniku elastycznych i nieelastycznych zderzeń z bombardowanym materiałem. W momencie, gdy jon straci całkowitą energię kinetyczną dochodzi do jego zatrzymania, czyli implantacji. Na rys. 6.7. pokazano mapy rozkładu utraconej energii ( $E_{\text{loss}}$ ) dla oddziaływania zachodzącego pomiędzy jonem i elektronem oraz jonem i jądrem atomu. Zmiany  $E_{\text{loss}}$  są podane jako wartości znormalizowane względem maksymalnej wartości, przy której jon utraci całkowitą energię ( $E_{\text{loss,max}}$ ) czyli wartości  $E_{\text{loss}}/E_{\text{loss,max}}$ , w funkcji  $d$  i od mierzonej w płaszczyźnie próbki odległości od punktu  $R$  padania jonów. Wartości  $E_{\text{loss}}/E_{\text{loss,max}}$  wyznaczono z symulacji TRIDYN. Mapy przedstawione na rys. 6.6. b i 6.7. pokazują, że najwięcej Ga zostaje zdeponowane w obrębie górnej warstwy (Pt) i górnej międzywierzchni Co/Pt. Przy czym zgodnie z tym, co pokazano na rys. 6.6., jony  $\text{Ga}^+$  wnikają do układu warstwowego na największą głębokość  $d$  dla  $E_{\text{ion}} = 30 \text{ keV}$  a najmniejszą dla  $E_{\text{ion}} = 5 \text{ keV}$ . Z map koncentracji Ga przedstawionych na rys. 6.6 b można zauważyć, że w warstwie magnetycznej ilość zdeponowanego Ga maleje wraz z obniżaniem dawki  $F$ . Dla  $E_{\text{ion}} = 30 \text{ keV}$  i  $F^* \leq F \leq F^{\text{SRT}}$  proces implantacji nie zachodzi ( $c_{\text{Ga}} = \sim 0\%$ ), w związku z tym nie wpływa na właściwości magnetyczne badanego układu warstwowego. W przypadku  $E_{\text{ion}} = 8 \text{ keV}$   $c_{\text{Ga}} \leq \sim 0,5\%$  w obrębie warstwy Pt i międzywierzchni Co/Pt dla  $F^* \leq F \leq F^{\text{SRT}}$  a dla  $E_{\text{ion}} = 5 \text{ keV}$   $c_{\text{Ga}}$  jest jeszcze mniejsze dla tego zakresu  $F$ . Na podstawie tych wyników można przyjąć, że proces implantacji Ga nie powinien powodować znacznych zmian anizotropii magnetokrystalicznej ani anizotropii powierzchniowej. Widoczna zmiana rozkładu wartości  $E_{\text{loss}}$  wraz ze zmianą  $E_{\text{ion}}$  dla  $R = 0$  na rys. 6.6., sugeruje, że może występować różny stopień wymieszania atomów na międzywierzchni Ir/Co i Co/Pt. Skoro dla  $E_{\text{ion}} = 5 \text{ keV}$  rozkład wartości  $E_{\text{loss}}$  występuje głównie dla wierzchniej warstwy Pt, to można się spodziewać, że wówczas dochodzi do największych zmian strukturalnych na międzywierzchni Co/Pt. To może prowadzić do różnego stopnia wymieszania atomów na dolnej międzywierzchni Ir/Co i górnej Co/Pt, przy czym większy stopień wymieszania atomów powinien być na górnej międzywierzchni Co/Pt.



Z przedstawionych map wynika również, że różnica między stopniem wymieszania atomów na międzywierzchniach powinna maleć wraz ze wzrostem energii  $E_{\text{ion}}$ , na co wskazuje zwiększający się rozkład wartości  $E_{\text{loss}}$  wraz ze wzrostem energii  $E_{\text{ion}}$ .

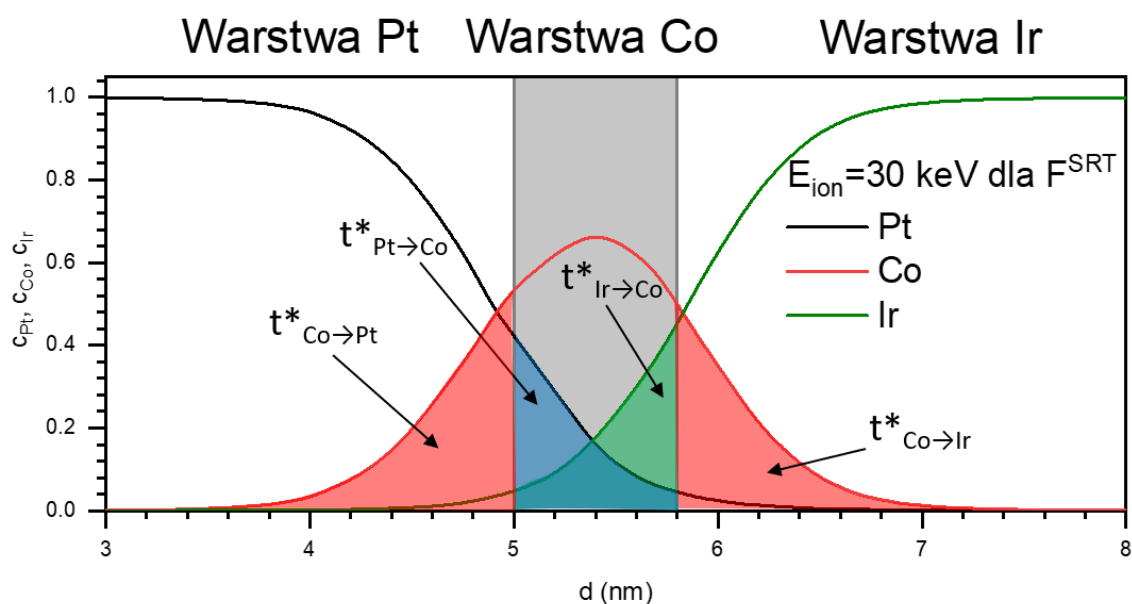


**Rysunek 6.7:** Mapy rozkładu znormalizowanej utraty energii  $E_{\text{loss}}$  względem maksymalnej utraconej energii  $E_{\text{loss,max}}$  ze względu na: (a) oddziaływanie jon-jądra atomów, (b) oddziaływanie jon-elektrony. Mapy te wykreślono w funkcji odległości od powierzchni próbki  $d$  i od mierzonej w płaszczyźnie próbki odległości od punktu padania jonów  $R$  dla energii  $\text{Ga}^+$   $E_{\text{ion}} = 5$  keV (pierwsza kolumna), 8 keV (środkowa kolumna) i 30 keV (trzecia kolumna). Brązowy kolor oznacza maksymalną utraconą energię. Zaś ciemny niebieski kolor oznacza brak utraty energii (tj. nie dochodzi do żadnego oddziaływania). Poziomymi kreskami oznaczano położenie międzywierzchni Ir/Co ( $d = 5,8$  nm) i Co/Pt ( $d = 5$  nm). Mapy pochodzą z suplementu publikacji [182].

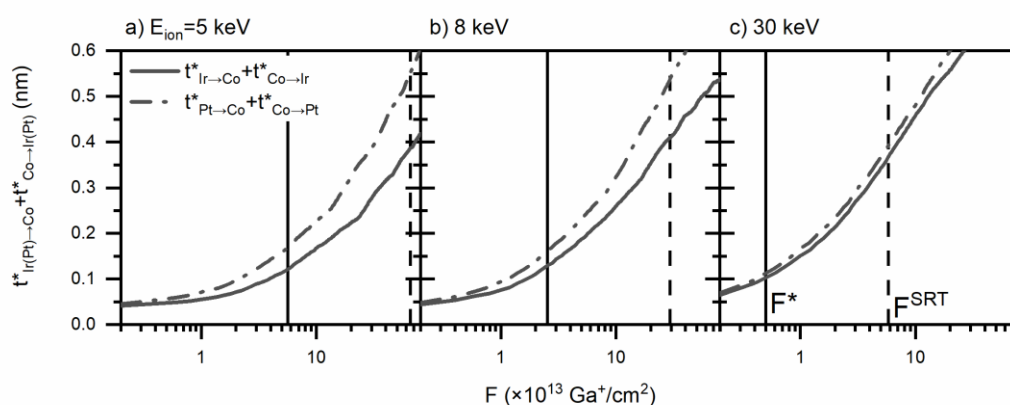
Na rys. 6.7. przedstawiono przykładowy profil koncentracji otrzymany z symulacji TRIDYN dla  $E_{\text{ion}} = 30$  keV i dawki  $F^{\text{SRT}}$  (Tabela 6.1.), na podstawie którego pokazano sposób wyznaczenia parametru opisującego stopień wymieszania atomów na międzywierzchni Ir/Co i Co/Pt. Krzywa  $c_{\text{Co}}(d)$  w zakresie  $0 < d < 5$  nm (czerwona krzywa na rys. 6.8.) odpowiada koncentracji Co w warstwie Pt, co jest oznaczone w tekście jako Co→Pt. Zaś część tego wykresu dla  $d > 5,8$  nm odpowiada koncentracji Co w warstwie Ir i jest oznaczane jako Co→Ir. Z kolei krzywa  $c_{\text{Ir}}(d)$  ( $c_{\text{Pt}}(d)$ ) dla zakresu  $5 < d < 5,8$  nm określa koncentrację Ir (Pt) w warstwie Co i jest to oznaczone jako Ir(Pt)→Co. W zakresach  $d$  odpowiadających Co→Ir(Pt) oraz Pt(Ir)→Co pod krzywymi  $c_{\text{Co}}$ ,  $c_{\text{Ir}}$  i  $c_{\text{Pt}}$  obliczono pole powierzchni zaznaczone na rys. 6.8. Wartości tych pól odpowiadają względnej (wyrażonej w procentach) ilości atomów na jednostkową

powierzchnię ( $c_{Co}/d$ ,  $c_{Ir}/d$  i  $c_{Pt}/d$ ). Z racji tego, że wartości tych pól są równoważne grubości materiału, gdyby jego koncentracja była równa 100%, oznaczono je jako  $t^*_{Co \rightarrow Ir(Pt)}$  dla zakresu  $Co \rightarrow Ir(Pt)$  i  $t^*_{Ir(Pt) \rightarrow Co}$  dla zakresu  $Ir(Pt) \rightarrow Co$ . Suma wartości  $t^*_{Ir(Pt) \rightarrow Co}$  i  $t^*_{Co \rightarrow Ir(Pt)}$  reprezentuje stopień mieszania  $Ir(Pt)$  i  $Co$  na międzywierzchni  $Ir/Co$  ( $Co/Pt$ ). Sumy te w funkcji  $F$  dla  $E_{ion} = 5, 8$  i  $30$  keV zostały przedstawione na rys. 6.9. Na podstawie tych wykresów widać wyraźnie, że efektywność mieszania atomów zmienia się w zależności od zastosowanej energii  $E_{ion}$ . Przy czym największa różnica w efektywności wymieszania atomów na poszczególnych międzywierzchniach występuje dla najniższej energii ( $E_{ion} = 5$  keV), co jest zgodne z interpretacją podaną przy analizie map rozkładu strat energii  $E_{loss}$  przez  $Ga^+$ . Nasuwa się zatem pytanie, jaki wpływ mają różnice efektywności mieszania atomów na obu międzywierzchniach na anizotropię magnetyczną. Podczas analizy tych wyników zauważono, że suma  $t^*_{Ir \rightarrow Co} + t^*_{Co \rightarrow Ir}$  jest prawie identyczna dla dawki  $F^{SRT}$  niezależnie od użytej energii  $E_{ion}$ , przy czym stopień wymieszania pierwiastków w obszarze zlokalizowanym na międzywierzchni  $Co/Pt$  rośnie wraz z obniżaniem wartości  $E_{ion}$  (Rys. 6.10., niebieskie trójkąty). Podobną sytuację można również zauważyć dla dawki  $F^*$  (Rys. 6.10., czarne trójkąty), która opisuje początek zmian wartości  $\mu_0 H_c$ . Na podstawie treści materiału prezentowanego w rozdziale 1.2.5. wiadomo, że z pewnym przybliżeniem  $\mu_0 H_c$  jest proporcjonalne do  $K_{eff}$ . Dlatego na podstawie otrzymanych wyników można przyjąć, że początek zmian  $K_{eff}$  (początek redukcji  $\mu_0 H_c$ ), który zachodzi przy dawce  $F^*$  i początek przejścia pomiędzy PMA a EMA, który rozpoczyna się przy dawce  $F^{SRT}$  zachodzą, bez względu na wartość  $E_{ion}$ , przy tym samym stopniu wymieszania pierwiastków w obrębie dolnej międzywierzchni  $Ir/Co$ . Warto odnotować, że na tej międzywierzchni (przy dawkach  $F^*$  i  $F^{SRT}$ ), zachodzi również pokrywanie się krzywych opisujących zależności  $c_{Ir}(d)$  i  $c_{Co}(d)$ , co widać na profilu koncentracji w bliskim otoczeniu międzywierzchni  $Ir/Co$  dla dawki  $F^{SRT}$  (Rys. 6.11.).

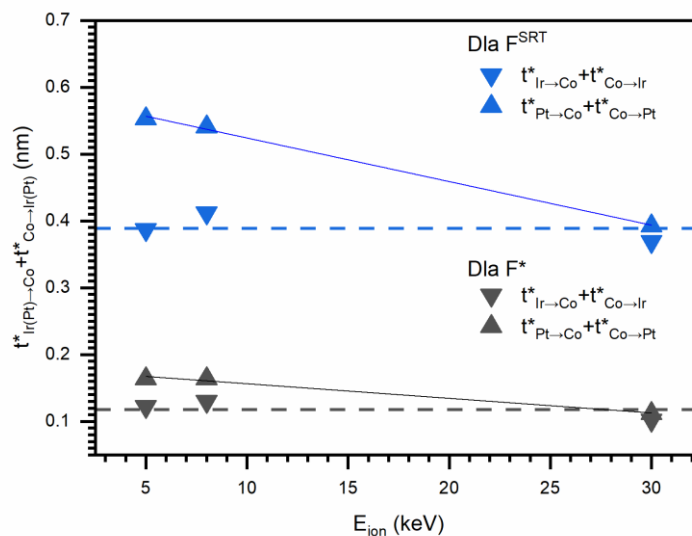




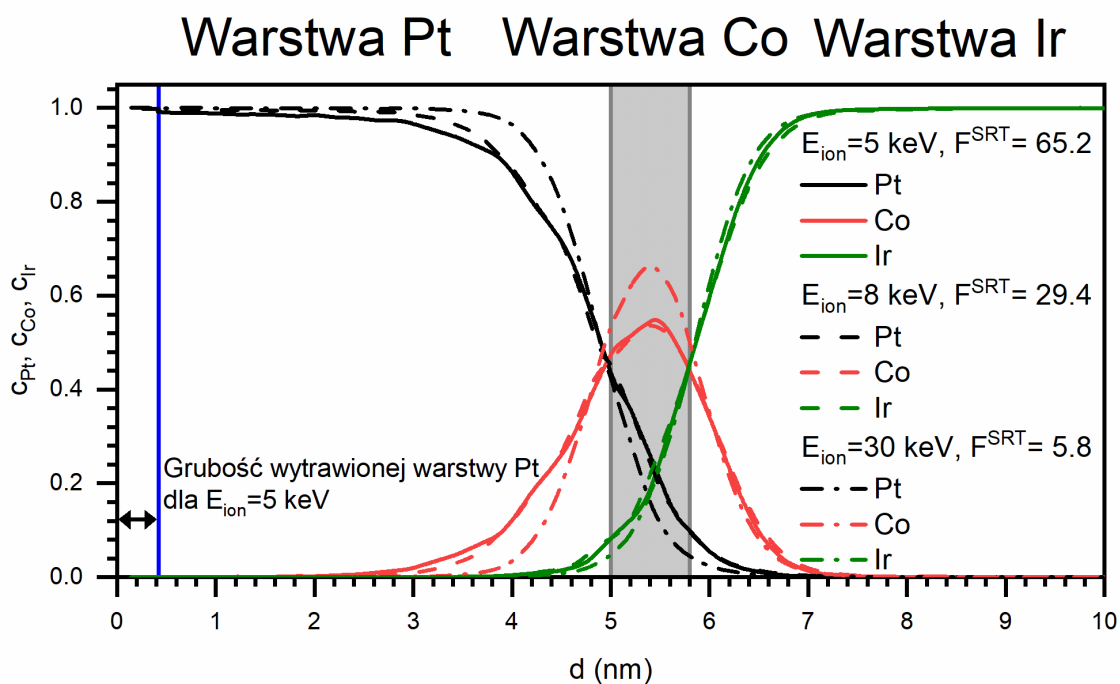
**Rysunek 6.8:** Sposób wyznaczenia wartości  $t_{Ir(Pt) \rightarrow Co}^*$  i  $t_{Co \rightarrow Ir(Pt)}^*$  na przykładzie profilu koncentracji dla procesu bombardowania jonowego  $Ga^+$  o  $E_{ion} = 30$  keV i  $F = F^{SRT}$ , który otrzymano z symulacji kodem TRIDYN. Pola powierzchni wypełnione kolorem oznaczają wartości  $t_{Ir(Pt) \rightarrow Co}^*$  i  $t_{Co \rightarrow Ir(Pt)}^*$ . Wykres pochodzi z suplementu publikacji [182].



**Rysunek 6.9:** Sumy  $t_{Ir \rightarrow Co}^*$  i  $t_{Co \rightarrow Ir}^*$  (linia ciągła) i  $t_{Pt \rightarrow Co}^*$  i  $t_{Co \rightarrow Pt}^*$  (linia przerywana) wyznaczone na podstawie map koncentracji przedstawionych na rys. 6.6. a dla energii  $Ga^+$   $E_{ion} = 5$  (a), 8 (b) i 30 keV (c). Liniami pionowymi zaznaczono dawkę  $F^*$  (ciągła) i  $F^{SRT}$  (przerywana) (Tabela 6.1.). Wykres pochodzi z publikacji [182].



**Rysunek 6.10:** Suma  $t_{Ir \rightarrow Co}^*$  i  $t_{Co \rightarrow Ir}^*$  (trójkąty w dół) i  $t_{Pt \rightarrow Co}^*$  i  $t_{Co \rightarrow Pt}^*$  (trójkąty w górę) w funkcji energii  $E_{ion}$  dla dawki  $F^*$  (kolor czarny) i  $F^{SRT}$  (kolor niebieski). Przerywana linia pozioma oznacza średnią wartość otrzymaną z wartości  $t_{Ir \rightarrow Co}^*$  i  $t_{Co \rightarrow Ir}^*$  określonych dla  $E_{ion} = 5, 8$  i  $30$  keV. Wykres pochodzi z publikacji [182].



**Rysunek 6.11:** Profile koncentracji  $c_{Pt}$  (czarny kolor),  $c_{Co}$  (czerwony kolor),  $c_{Ir}$  (zielony kolor) dla  $E_{ion} = 5$  (linia ciągła),  $8$  (linia przerywana) i  $30$  keV (linia o stylu kropka-kreska-kropka) otrzymane z symulacji Monte-Carlo dla układu Ir/Co/Pt. Niebieska linia oznacza początek powierzchni dla  $E_{ion} = 5$  keV, który został przesunięty o  $0,2$  nm względem dwóch pozostałych przypadków w wyniku trawienia. Wykres pochodzi z publikacji [182].

Przedstawiona analiza zmian właściwości magnetycznych i wyników otrzymanych za pomocą symulacji Monte-Carlo SRIM i TRIDYN po bombardowaniu

$\text{Ga}^+$  układu warstwowego Ir/Co/Pt sugerują, że anizotropia magnetyczna badanego układu zależy w większej mierze od zmian zachodzących na międzywierzchni dolnej Ir/Co niż na górnej Co/Pt. Te rezultaty bardzo dobrze pokrywają się z wynikami pokazanymi w literaturze, np. w artykule [40]. W pracy tej pokazano, że przyczynkiem powierzchniowy do efektywnej anizotropii magnetycznej jest większy dla międzywierzchni Ir/Co niż dla międzywierzchni Pt/Co. Warto również przypomnieć z poprzedniego rozdziału, że określenie wkładu do efektywnej anizotropii magnetycznej pochodzącego od dolnej i górnej międzywierzchni nie jest proste.

Ważnym aspektem jest fakt, że dobór wartości  $F$  i  $E_{\text{ion}}$  podczas bombardowania jonowego pozwala kontrolować stopień wymieszania pierwiastków w otoczeniu obu międzywierzchni. Taki efekt można wykorzystać do kontroli nie tylko pola koercji czy anizotropii magnetycznej, ale również innych właściwości magnetycznych związanych ze zmianami struktury międzywierzchni (np. szorstkością lub gradientem koncentracji). Tutaj przykładem może być oddziaływanie iDM, którego obecność jest konsekwencją złamania symetrii na międzywierzchniach warstwy ferromagnetycznej [11, 21, 48, 97, 124]. Wiedząc z prac [80, 185, 186], że układ Ir/Co/Pt wykazuje silne oddziaływanie iDM, to mieszając w różnym stopniu pierwiastki w otoczeniu obu międzywierzchni, za pomocą bombardowania jonowego, można wprowadzić asymetrię, która pozwoli na precyzyjną modyfikację oddziaływania.

## 6.4 Wnioski

Na podstawie pomiarów pętli histerezy układu warstwowego Ir/Co/Pt po naniesieniu warstw i po bombardowaniu jonowym  $\text{Ga}^+$  z energią 5, 8 i 30 keV z dawkami w zakresie od  $10^{13}$  do  $10^{15} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$  pokazano możliwość modyfikowania anizotropii magnetycznej przez dobór odpowiednich wartości dawki i energii jonów. Z kolei dzięki symulacjom TRIDYN możliwe było skorelowanie zmierzonych wartości pól koercji z koncentracją atomów Ir, Co i Pt przemieszczających się przez międzywierzchnie Ir/Co oraz Co/Pt. Otrzymane z symulacji TRIDYN wyniki pozwoliły określić, że różnica stopnia wymieszania pierwiastków przemieszczających się przez międzywierzchnie Ir/Co oraz Co/Pt rośnie wraz z obniżeniem energii  $E_{\text{ion}}$ . Określono, że zmiany anizotropii magnetycznej po bombardowaniu jonowym występują zawsze

przy podobnym wymieszaniu atomów Ir i Co na międzywierzchni Ir/Co niezależnie od energii jonów. To zasugerowało, że PMA układu warstwowego Ir/Co/Pt silniej zależy od dolnej międzywierzchni niż od górnej. Pokazano, że bombardowanie jonowe daje możliwość kontroli stopnia wymieszania atomów znajdujących się po obu stronach warstwy Co, co może być wykorzystane do kontrolowanej modyfikacji magnetycznej anizotropii jak również innych właściwości magnetycznych (np. oddziaływanie DM) zależnych od struktury międzywierzchni Co/HM (HM/Co).

## Podsumowanie

W ramach rozprawy doktorskiej badano właściwości magnetyczne warstw Co, których otoczenie modyfikowano poprzez kontakt z warstwami metalicznymi (Pt, Ir, Au) i z antyferromagnetycznym tlenkiem niklu. Na podstawie pomiarów magnetoptycznych wykazano, że NiO jest źródłem anizotropii powierzchniowej faworyzującej PMA i powiązano to z obecnością oddziaływania EB pomiędzy Co i NiO. Pokazano również, że do wyindukowania PMA w warstwie Co, w szerokim zakresie jej grubości, można zastosować jedynie otoczenie warstwami NiO, jednoznacznie potwierdzając istotną rolę warstw antyferromagnetycznych tlenków metali w indukowaniu PMA. Ponadto wykazano, że warstwa NiO odpowiada nie tylko za PMA, ale także za silne oddziaływanie DM. Na podstawie pomiarów magnetoptycznych i brillouinowskiej spektroskopii rozpraszania światła pokazano, że układ NiO/Co/Pt wykazuje prawoskrętną chiralność, która wynika z silnego oddziaływania DM, którego wartość wynosi  $2 \text{ pJ/m}^2$ , co jest jedną z najwyższych, dotychczas zarejestrowanych, wartości oddziaływania DM dla warstw Co. Porównując uzyskane wyniki z danymi literaturowymi wykazano, że istnieje silna korelacja między składem chemicznym warstw tlenku niklu, a najwyższymi wartościami oddziaływania DM, które są uzyskiwane dla stechiometrycznego NiO.

Modyfikacje otoczenia warstw Co dla układów typu Ir/Co/Pt przeprowadzono stosując bombardowanie jonami Ga<sup>+</sup> o energiach  $E_{\text{ion}} = 5, 8 \text{ i } 30 \text{ keV}$  w zakresie dawek  $10^{12} \leq F \leq 10^{15} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$ . Bombardowania wykonano zogniskowaną wiązką jonów, a interpretacja wyników magnetoptycznych wsparta została symulacjami Monte-Carlo przy użyciu kodów SRIM i TRIDYN. Badania te wykazały, że przy zastosowaniu tych samych wartości  $F$  wraz ze wzrostem  $E_{\text{ion}}$  rośnie stopień wymieszania atomów w obrębie górnego i dolnego interfejsu Co. Zmiany te skorelowano z rosnącą liczbą przemieszczeń atomów wraz ze wzrostem  $E_{\text{ion}}$ , co wynika z silniejszych oddziaływań elastycznych między jonami a atomami układu dla większych wartości  $E_{\text{ion}}$ . Jednakże proces ten nie zachodzi jednakowo na dolnym i górnym interfejsie. Silniejsze modyfikacje obserwowane są na górnym interfejsie, a różnica jest tym większa im mniejsza jest  $E_{\text{ion}}$ . Przeprowadzone badania

eksperymentalne dla różnych  $E_{\text{ion}}$  i dawek w szerokim zakresie pozwoliły pokazać, że anizotropia magnetyczna w układzie warstwowym Ir/Co/Pt głównie pochodzi od dolnego interfejsu (Ir/Co), ponieważ bez względu na zastosowaną energię, przejście od PMA do anizotropii typu łatwa płaszczyzna zachodzi dla dawki, przy której stopień wymieszania na tym interfejsie jest taki sam. To pokazuje, że bombardowanie jonowe prowadzone w warunkach gwarantujących asymetryczną modyfikację interfejsów umożliwia wprowadzenie różnych zmian właściwości magnetycznych indukowanych przez daną międzywierzchnię.

## Spis stosowanych akronimów

Skrót	Oznaczenie
AF	antyferromagnetyk
AFM	mikroskopia sił atomowych (z ang. <i>atomic force microscopy</i> )
AFO	tlenek antyferromagnetyka (z ang. <i>antiferromagnetic oxides</i> )
DC	oznaczenie zasilaczy stałoprądowych (z ang. <i>direct current</i> )
DFT	teoria funkcjonału gęstości (z ang. <i>density functional theory</i> )
EMA	anizotropia magnetyczna typu łatwa płaszczyzna (z ang. <i>easy-plane magnetic anizotropy</i> )
ETD	detektor Everharta-Thornleya
FC	chłodzenie w polu magnetycznym (z ang. <i>field cooling</i> )
fcc	ściennie centrowana regularna (z ang. <i>face-centered cubic</i> ) struktura komórki elementarnej kryształu
FIB	zogniskowana wiązka jonów (z ang. <i>focused ion beam</i> )
FM	ferromagnetyk
hcp	heksagonalna gęstego upakowania (z ang. <i>hexagonal closed packed</i> ) struktura komórki elementarnej kryształu
HM	metal ciężki (z ang. <i>heavy metal</i> )
HV	wysoka próżnia, $\sim 10^{-8}$ mbar, (z ang. <i>high vacuum</i> )
LMIS	źródło jonów wytworzone z stopionego metalu (z ang. <i>liquid-metal ion source</i> )
L-MOKE	wzdłużny magnetoptyczny efekt Kerra (z ang. <i>longitudinal magnetooptical Kerr effect</i> )
MO	tlenek metalu (z ang. <i>metal oxides</i> )
Model SW	model Stonera-Wohlfartha

MRAM	magnetooporowa pamięć o swobodnym dostępie (z ang. <i>Magnetoresistive Random Access Memory</i> )
MS	rozpylanie magnetronowe (z ang. <i>magnetron sputtering</i> )
Oddziaływanie (i)DM	(międzywierzchniowe) oddziaływanie Dzyaloshinskiego-Moriyi
Oddziaływanie EB	oddziaływanie exchange-bias
PLD	osadzanie za pomocą lasera impulsowego (z ang. <i>pulsed laser deposition</i> )
PMA	prostopadła anizotropia magnetyczna (z ang. <i>perpendicular magnetic anisotropy</i> )
P-MOKE	polarny magnetoptyczny efekt Kerra (z ang. <i>polar magnetooptical Kerr effect</i> )
PVD	fizyczne osadzanie z fazy gazowej (z ang. <i>physical vapour deposition</i> )
regulator PID	regulator proporcjonalno-całkujący-różniczkujący (z ang. <i>proportional-integral-derivative</i> )
RF	oznaczenie zliczy zmiennoprądowych pracujących w częstotliwości radiowej (z ang. <i>radio frequency</i> )
RT	temperatura pokojowa (z ang. <i>room temperature</i> )
SEM	skaningowy mikroskop elektronowym (z ang. <i>scanning electron microscop</i> )
SRIM	grupa programów, która opiera się na symulacjach Monte-Carlo bombardowania jonowego autorstwa J.F. Zieglera i J.P. Biersacka (z ang. <i>The Stopping and Range Ions in Matter</i> )
SRT	przejście reorientacji spinowej (z ang. <i>spin reorientation transition</i> )
T-MOKE	poprzeczny magnetoptyczny efekt Kerra (z ang. <i>tranverse magnetooptical Kerr effect</i> )
TRIDYN	kod do symulowania Monte-Carlo bombardowania jonowego wytworzony przez zespół Prof. Dr. W. Möllera z Centrum Helmholtza w Dreźnie.



	Akronim pochodzi od złożenia wyrażenia ang. „ <i>The Transport Range and Ions in Matter</i> ” oraz „ <i>Dynamic</i> ”
UwB	Uniwersytet w Białymstoku
WCZT	Wielkopolskie Centrum Zaawansowanych Technologii
XAS	absorpcja promieniowania rentgenowskiego (z ang. X-ray absorption spectroscopy)
XPS	Rentgenowska spektrometria fotoelektronów (z ang. X-ray photoelectron spectroscopy)
ZN3 IFM PAN	Zakład Cienkich Warstw i Nanostruktur Instytutu Fizyki Molekularnej Polskiej Akademii Nauk



## Spis rysunków

- Rysunek 1.1:** Liniowe dopasowanie wzoru (1.13.)  $K_{\text{eff}}^{\text{FM}}$  do punktów eksperymentalnych z pomiarów  $N$ -krotnie powtórnego układu warstwowego Pd/Co [40]. .....23
- Rysunek 1.2:** Graficzne przedstawienie położenia wektora namagnesowania  $\vec{M}$  i wektora pola magnetycznego  $\mu_0 \vec{H}_{\text{ext}}$  względem płaszczyzny warstwy ferromagnetycznej. ....24
- Rysunek 1.3:** Obliczone z wykorzystaniem wzorów (1.18.) i (1.19.) krzywe przemagnesowania w funkcji zewnętrznego pola magnetycznego  $\mu_0 H_z$ . Do obliczeń przyjęto: namagnesowanie nasycenia  $M_s = 1,42 \text{ MA/m}$ ,  $K_1 = 0,5 \text{ MJ/m}^3$  (czarna krzywa) i  $K_1 = -0,5 \text{ MJ/m}^3$  (czerwona krzywa). Dla uproszczenia rachunków  $K_2 = 0$ . Na wykresie zaznaczono wartość pola magnetycznego  $\mu_0 \vec{H}_s$  potrzebnego do ustawienia  $M$  w kierunku  $\mu_0 \vec{H}_z$ . Dla  $K_1 > 0$  ( $K_1 < 0$ ) kierunek  $z$  jest kierunkiem łatwego (trudnego) magnesowania. Niebieskimi strzałkami oznaczono schematycznie kierunek zmian wartości  $\cos(\beta)$  w funkcji  $\mu_0 H_z$  dla przypadku  $K_1 = 0,5 \text{ MJ/m}^3$ . .....25
- Rysunek 1.4:** Obliczone numerycznie z wykorzystaniem wzorów (1.18.) i (1.19.) krzywe magnesowania w funkcji pola  $\mu_0 H_{x(y)}$  przykładanego wzdłuż płaszczyzny warstwy przy udziale dodatkowego pola  $\mu_0 H_z = 50 \text{ mT}$ . W obliczeniach przyjęto  $M_s = 1,42 \text{ MA/m}$  i  $K_1 = 0 \text{ MJ/m}^3$  (czarna krzywa),  $K_1 = 0,25 \text{ MJ/m}^3$  (czerwona krzywa) i  $K_1 = 0,5 \text{ MJ/m}^3$  (zielona krzywa) oraz założono, że  $K_2 = 0$ . .....27
- Rysunek 1.5:** Schematyczne przedstawienie rozkładu pól magnetycznych wokół warstwy FM w stanie jednodomenowym (a) i z podziałem na domeny magnetyczne (b, c). .....28
- Rysunek 1.6:** Ilustracja struktury ściany domenowej a) Néela i b) Blocha. Czarną przerywaną kreską zaznaczono osie obrotu momentów magnetycznych wewnątrz ściany domenowej (na podstawie rysunku zamieszczonego w [44]). .....29

**Rysunek 1.7:** Zależność energii  $\sigma_{DW}$  od grubości warstwy FM, która wykazuje anizotropię magnetyczną w płaszczyźnie. Czerwona i zielona krzywa reprezentują odpowiednio energię ściany domenowej Blocha (wzór (1.21.)) i energię ściany domenowej Néela. Niebieska pionowa przerywana kreska wyznacza graniczną grubość warstwy, poniżej której powstaje ściana domenowa Néela, a powyżej formuje się ściana domenowa Blocha. Rysunek został wykonany na podstawie pracy [43].  
.....29

**Rysunek 1.8:** Zależność prędkości ruchu ściany domenowej od wartości przyłożonego pola magnetycznego dla temperatur  $T > 0$  (czarna krzywa) oraz dla  $T = 0$  (niebieska krzywa). Ruch dla  $T > 0$  można podzielić na trzy reżimy: (I) pełzania dla  $\mu_0 H_{ext} < \mu_0 H_d$ , (II) zaniku przyszpilenia, oraz (II) płynięcia dla  $\mu_0 H_{ext} > \mu_0 H_d$  (wykres pochodzi z pracy [52]). .....31

**Rysunek 1.9:** Zależność wartości logarytmu prędkości ściany domenowej od odwrotnej wartości przyłożonego pola magnetycznego. Niebieska przerywana pionowa linia oddziela reżim pełzania od pozostałych reżimów. Czerwone kwadraty reprezentują dane otrzymane z symulacji mikromagnetycznych mumax<sup>3</sup> a czarna przerywana linia jest liniowym dopasowaniem wzoru (1.23.) (wykres pochodzi z pracy [50]). .....32

**Rysunek 1.10:** Panel (a) przedstawia schematycznie ruch ściany domenowej typu Néela: (I) stan domeny magnetycznej bez udziału zewnętrznego pola magnetycznego, (II) po przyłożeniu pola magnetycznego w płaszczyźnie  $\mu_0 \vec{H}_{x(y)}$  i (III) po przyłożeniu pola magnetycznego  $\mu_0 \vec{H}_{x(y)}$  i  $\mu_0 \vec{H}_z$ . Jasno-szary kolor reprezentuje obszar domeny magnetycznej, ciemno-szarym kolorem oznaczono ścianę domenową, Ciemny kolor oznacza obszar o przeciwnym namagnesowaniu niż domena magnetyczna. Kolory strzałek określają zmiany energii ściany domenowej (zgodnie z paskiem umieszczonym w prawym dolnym rogu panelu (a)) (schemat ten pochodzi z pracy [58]). Panel (b) przedstawia eksperymentalne wartości prędkości ściany domenowej po przyłożeniu impulsu pola magnetycznego  $\mu_0 H_z = 7$  mT w funkcji  $\mu_0 H_{x(y)}$  dla polikrystalicznej warstwy Pt(5 nm)/Co(0,7 nm)/Ir( $t_{Ir}$ )/Pt(3 nm), dla  $t_{Ir} = 0$  nm (niebieskie punkty),  $t_{Ir} = 2,3$  Å (czarne punkty),  $t_{Ir} = 4.6$  Å (czerwone punkty). Przerywana krzywa reprezentuje dopasowanie, wzorem (1.23.) z uwzględnieniem wzoru (1.26.), do punktów eksperymentalnych (wykres pochodzi z pracy [48])  
.....33

**Rysunek 1.11:** Schematyczne przedstawienie zmiany struktury magnetycznej układu warstwowego FM/AF podczas chłodzenia od temperatury  $T_{FC}$  w polu magnetycznym  $\mu_0 \vec{H}_{FC}$  skierowanym wzdłuż kierunku osi łatwej warstwy FM wykazującej PMA (rys. na podstawie opisów w [16, 62, 63]). .....37

**Rysunek 1.12:** Pętla histerezy dla układu AF/FM wykazującego PMA i gdy  $K_{AF} > K_{AF,crit.}$ . Na pętli histerezy wyszczególniono schematycznie cztery różne sytuacje w zależności od wartości i zwrotu pola magnetycznego  $\mu_0 \vec{H}_z$  (rysunek wykonano na podstawie rys. 6. w [62]). .....38

**Rysunek 1.13:** a) schematyczne przedstawienie warstw tworzących międzywierzchnię AF/FM w polikrystalicznym układzie warstwowym. Na tej ilustracji zaznaczono efektywną powierzchnię  $S_i$  styku  $i$ -tego ziarna warstwy AF z warstwą FM na międzywierzchni AF/FM oraz efektywną objętość  $V_i$   $i$ -tego ziarna. b) zmiana energii swobodnej  $E_{AF,i}$   $i$ -tego ziarna w funkcji kąta  $\omega_0$  pomiędzy osią łatwą warstwy FM a orientacją spinów warstwy AF na międzywierzchni (wzór (1.36)). Rysunek (a) i wykres (b) pochodzą z pracy [66]. .....39

**Rysunek 1.14:** Schematyczne przedstawienie rozkładu ziaren w funkcji  $\Delta$  wszystkich ziaren w warstwie polikrystalicznej AF z podziałem na klasy zależne od czasu relaksacji  $1/\tau$  (patrz tekst). F1 i F2 odnoszą się do różnego rozkładu rozmiaru ziaren. Rysunek pochodzi z pracy [68]. .....41

**Rysunek 1.15:** Schematyczne przedstawienie warstwy AF złożonej z ziaren na powierzchni warstwy FM wraz kierunkami przyszpilenia (zielona strzałka) na międzywierzchni AF/FM i odpowiadającymi im wykresami rozkładu w funkcji temperatury. Za pomocą strzałki niebieskiej zaznaczono wypadkowy wektor namagnesowania w warstwie FM. Ziarna oznaczone kolorem szarym są ziarnami klasy I i II w temperaturze pomiaru ( $T_M$ ). Niebieskie ziarna są ziarnami klasy III wykazującymi orientację momentów magnetycznych na międzywierzchni FM/AF  $\uparrow$  a czerwone ziarna orientację  $\downarrow$ . Wykres (a) przedstawia rozkład ziaren po pierwszym procesie FC przeprowadzonym od temperatury  $T_{FC,1} = T_{B,max}$  w polu magnetycznym  $\mu_0 \vec{H}_{FC}$  o orientacji  $\uparrow$ , a wykres (b) po drugim procesie FC przeprowadzonym od temperatury  $T_{FC,2}$  w polu magnetycznym  $\mu_0 \vec{H}_{FC}$  o orientacji  $\downarrow$ , gdzie  $T_M < T_{FC,2} < T_{B,max}$ . Wykres (c) przedstawia zależność efektywnego pola  $\mu_0 H_{EB,eff}$  (będącego wypadkową wartością od ziaren wykazujących orientację momentów w warstwie AF  $\downarrow$  i  $\uparrow$  na międzywierzchni AF/FM) w funkcji temperatury, od której prowadzono proces FC.

$T_{FC,1}$  i  $T_{FC,2}$ , oznaczają różne temperatury wygrzewania (temperatura, od której wykonuje się proces FC). Zaś  $T_M$  i  $T_B$  oznaczają odpowiednio temperaturę pomiaru i temperaturę blokowania warstwy AF. Wykresy (a), (b), (c) pochodzą z referencji [71]. .....42

**Rysunek 1.16:** Schematyczne przedstawienie oddziaływania DM dla materiału litego (a) i układu warstwowego (b). Niebieski atom to atom HM (lub tlenku) o silnym sprzężeniu spin-orbita, szare atomy to atomy materiału magnetycznego, czerwone strzałki to spiny, niebieska strzałka to wektor  $\vec{D}$  [21]. .....44

**Rysunek 2.1:** Schemat oddziaływania jonu z atomami i elektronami podczas procesu bombardowania jonowego. Kółko z plusem reprezentuje jon, zielone kółko reprezentuje jądro atomu bombardowanego materiału. Natomiast niebieskie otoczenie wokół jąder atomowych reprezentuje elektrony. Okręgi zaznaczone czarną przerywaną linią oznaczają obszar zderzenia jonu z atomem. Czerwone strzałki reprezentują kierunek ruchu atomu wybitego przez jon. Rysunek na podstawie [104]. .....50

**Rysunek 2.2:** Droga  $\mathcal{R}$  jonu w materiale oraz jej rzut na płaszczyznę prostopadłą do powierzchni bombardowanego materiału  $\mathcal{R}_p$ . Na podstawie [104]. .....52

**Rysunek 2.3:** Rodzaje procesów balistycznych zachodzących w ciele stałym podczas bombardowania jonami o wysokich energiach  $E_{ion}$ . Na podstawie [104]. .....52

**Rysunek 2.4:** Schemat mieszania balistycznego w układzie warstwowym typu  $HM_2/FM/HM_1$  przed procesem (lewy rysunek) i po procesie (prawy rysunek) bombardowania jonowego. Zielone kółka reprezentują atomy HM a pomarańczowe atomy materiału ferromagnetycznego. Niebieska strzałka wskazuje na kierunek i zwrot wiązki jonów. Poziome przerywane kreski wyznaczają położenie międzywierzchni  $HM_2/FM$  i  $FM/HM_1$ , gdy układ jest w stanie przed bombardowaniem jonowym. Rysunek powstał na podstawie ilustracji zamieszczonej w pracy [87]. .....55

**Rysunek 2.5:** Obrazy przekroju układów wielowarstwowych uzyskane za pomocą transmisyjnego mikroskopu elektronowego dla  $[Co/Pt]_{15}$  (a) i  $[Co/Au]_{10}$  (b) przed procesem bombardowania jonami  $N^+$  oraz po bombardowaniu dawką  $10^{16} N^+/cm^2$  wielowarstwy  $[Co/Pt]_{15}$  (c) i dawką  $3 \times 10^{16} N^+/cm^2$  wielowarstwy  $[Co/Au]_{10}$  (d) o energiach  $E_{ion} = 150$  keV [87]. .....56

<b>Rysunek 3.1:</b> Zdjęcie przedstawiające aparaturę HV (ciśnienie końcowe $\sim 10^{-8}$ mbar) do osadzania warstw metodami PVD znajdującą się w laboratorium ZN3 IFM PAN. Na zdjęciu pokazano komory preparacyjne, które wykorzystano w rozprawie. ....	64
<b>Rysunek 3.2:</b> Zdjęcie komory próżniowej, w której prowadzono proces osadzania warstw z wykorzystaniem rozpylania magnetronowego (a). Panel (b) przedstawia dolną część komory, w której zamontowanych jest 6 źródeł magnetronowych zaopatrzonych w przesłony.....	65
<b>Rysunek 3.3:</b> Schemat przedstawiający zasadę działania źródła magnetronowego. Źródło: [125]......	66
<b>Rysunek 3.4:</b> Uproszczony schemat osadzania warstw za pomocą lasera impulsowego.....	69
<b>Rysunek 3.5:</b> Schemat pokazujący zastosowanie techniki lift-off i bezmaskowej fotolitografii z zastosowaniem pozytywowego rezystu. ....	71
<b>Rysunek 3.6:</b> Typowe ułożenie działa jonowego i elektronowego w urządzeniu typu „dual beam system”. Na ilustracji zaznaczono punkt eucentryczny obu wiązek, który znajduje się na powierzchni próbki. Rysunek pochodzi z pracy [139]......	72
<b>Rysunek 3.7:</b> a) schemat działa emitującego jony $Ga^+$ ; b) schemat budowy kolumny FIB. Rysunek pochodzi z [140]. ....	73
<b>Rysunek 4.1:</b> Schematyczne przedstawienie magnetoptycznego efektu Kerra w konfiguracji polarnej dla warstwy magnetycznej wykazującej prostopadłe namagnesowanie, gdy światło jest spolaryzowane zgodnie z kierunkiem wektora $\vec{E}_p$ . Ilustracja na podstawie pracy [45]. ....	78
<b>Rysunek 4.2:</b> Zdjęcia przedstawiające budowę magnetometru P-MOKE w laboratorium zespołu ZN3 IFM PAN. Na górnym zdjęciu pokazano ułożenie poszczególnych elementów układu optycznego wraz z oznaczeniem. Na dolnym zdjęciu pokazano elektromagnes wraz z położeniem sondy Halla oraz próbki. Na zdjęciu prawym przedstawiono zespół zasilaczy i kontrolerów sterujących magnetometrem.....	80
<b>Rysunek 4.3:</b> Zdjęcie przedstawiające elektromagnesy magnetometru P-MOKE do pomiaru stałej anizotropii magnetycznej $K_{eff}$ w laboratorium zespołu ZN3 IFM PAN .....	81

**Rysunek 4.4:** a) mikroskop polaryzacyjny firmy Zeiss zmodyfikowany przez firmę Evico Magnetics GmbH Dresden znajdujący się w pracowni ZN3 IFM PAN; b) schemat mikroskopu polaryzacyjnego MOKE. Na podstawie rysunku ze strony: <https://nabis.fisi.polimi.it/equipments/kerr-microscope/>. .....82

**Rysunek 4.5:** a) przedstawienie głównej idei tworzenia obrazów różnicowych w celu wzmocnienia kontrastu magnetycznego. Dla tego przykładu biały kolor jest przypisany do kontrastu pochodzącego od wektora namagnesowania  $\vec{M}_z$  skierowanego od powierzchni w głąb próbki a czarny odpowiada kontrastowi o przeciwnym zwrocie  $\vec{M}_z$ . Czerwone strzałki na warstwach oznaczają kierunki wektora  $\vec{M}$ ; b) przykład rejestracji obrazu struktury domenowej z wykorzystaniem metody przedstawionej w (a) za pomocą mikroskopu polaryzacyjnego w konfiguracji P-MOKE. W tym przypadku obrazem referencyjnym jest obraz po wynukleowaniu domen magnetycznych. Przykładowe zdjęcia w panelu b pochodzą z zasobów własnych.....83

**Rysunek 4.6:** a) schemat budowy AFM, na którym zaznaczono najważniejsze elementy. (ilustracja pochodzi z [https://commons.wikimedia.org/wiki/File:AFM\\_schematic\\_\(EN\).svg](https://commons.wikimedia.org/wiki/File:AFM_schematic_(EN).svg)), b) zdjęcie ostrza używanego w mikroskopie sił atomowych wykonane SEM [157]. c) pętla sprzężenia zapewniająca rejestrację obrazu topografii powierzchni w modzie stałej siły. Diagram pochodzi z: <https://www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=3010>. .....85

**Rysunek 4.7:** a) Zależność siły działającej na ostrze dźwigni AFM ( $F_{AFM}$ ) w funkcji odległości ostrze – powierzchnia próbki ( $d$ ). Pomarańczowym kolorem zaznaczono zakres sił odpychających a niebieskim przyciągających. Pomarańczowym okręgiem zaznaczono zakres sił działających na ostrze w trybie przerywanego kontaktu. (b-d) przedstawiają trzy tryby pracy AFM wraz z wykresem topografii w funkcji położenia dźwigni wzdłuż osi x: tryb kontaktowy (b), tryb przerywanego kontaktu (c) i tryb bezkontaktowy (d); Ilustracja na podstawie opisu w pracy [154] i opisu ćwiczenia laboratoryjnego odbywającego się na Akademii Górniczo Hutniczej (<https://home.agh.edu.pl/~kmr/instrukcje/afm.pdf>). .....86

**Rysunek 4.8:** Schemat przedstawiający jak wygląda ruch plamki lasera na detektorze fotoczułym: gdy dźwignia ugina się w górę(a), gdy dźwignia nie wykazuje ugięcia (b); oraz gdy dźwignia jest wygięta w dół (c). Obraz pochodzi z pracy magisterskiej autora [158].....87



**Rysunek 5.1:** Układy warstwowe omawiane w tym rozdziale a) NiO/Co/Au b) NiO/Co/Pt oraz c) NiO/Co/NiO.....92

**Rysunek 5.2:** Pętle histerezy zmierzone za pomocą magnetometru wykorzystującego P-MOKE dla układu warstwowego NiO/Co/Au (a,b,c), NiO/Co/Pt (d, e, f) oraz NiO/Co/NiO (g, h, i) dla trzech różnych grubości warstwy Co ( $t_{Co}$ ). Na wykresach zostały pokazane podstawowe parametry magnetyczne charakteryzujące układy warstwowe, takie jak: sygnał magnetoptyczny  $\Phi_{HEB}$  w polu  $\mu_0 H_z = \mu_0 H_{EB}$ , sygnał magnetoptyczny  $\Phi_{Rem}$  dla  $\mu_0 H_z = \mu_0 H_{EB}$ , sygnał magnetoptyczny  $\Phi_{Sat}$  wyznaczony w polu nasycającym, pole koercji  $\mu_0 H_C$ , pole EB  $\mu_0 H_{EB}$ , pole anizotropii  $\mu_0 H_K$ .....93

**Rysunek 5.3:** Zmierzony, z wykorzystaniem magnetometru P-MOKE, stosunek  $\Phi_{HEB}/\Phi_{Sat}$  w funkcji  $t_{Co}$  dla układu warstwowego NiO/Co/Au [159] (czerwone sfery), NiO/Co/Pt [160] (purpurowe sfery) oraz dla układu warstwowego NiO/Co/NiO [159] (czarne sfery). .....94

**Rysunek 5.4:** Wartości  $K_{eff} t_{Co}$  w funkcji  $t_{Co}$  wyznaczone dla układu warstwowego NiO/Co/Au [159] (czerwone punkty), dla układu warstwowego NiO/Co/Pt (purpurowe punkty – pomiar własny, niebieskie punkty – pomiar wykonany przez zespół Prof. Andrzeja Maziewskiego na UwB [160]) i dla układu warstwowego NiO/Co/NiO [159] (czarne punkty). Do danych eksperymentalnych zostały dopasowane liniowe zależności  $K_{eff} t_{Co}(t_{Co})$  opisane wzorem (1.13,).....95

**Rysunek 5.5:** Wartości  $\mu_0 H_C$  (a) oraz  $\mu_0 H_{EB}$  (b) w zależności od grubości  $t_{Co}$  układu warstwowego NiO/Co/Au [159] (czerwone punkty), dla NiO/Co/Pt [160] (purpurowe punkty) i NiO/Co/NiO (czarne punkty) [159]. Na wykresie (b) wstawiono dodatkowo wykres zależności  $\mu_0 H_{EB}(1/t_{Co})$ . .....99

**Rysunek 5.6:** Topografia powierzchni układu warstwowego NiO/Co/Au (a) i NiO/Co/NiO (b) zmierzona za pomocą AFM w trybie przerywanego kontaktu [159]. Na podstawie tych pomiarów określono rozkład rozmiaru krystalitów (c) dla układu NiO/Co/Au (czerwone punkty) i dla układu NiO/Co/NiO (czarne punkty). Do tych punktów dopasowano rozkład logarytmicznie normalny..... 101

**Rysunek 5.7:** Zmiany podstawowych właściwości magnetycznych układu NiO/Co/Au wywołane kolejnymi cyklami procesu FC. Są to:  $\Phi_{HEB}/\Phi_{Sat}$  (a),  $\mu_0 H_C$  (b),  $\mu_0 H_{EB}$  (c) i  $K_{eff} t_{Co}$  (d) w funkcji grubości  $t_{Co}$ . W panelu (e) przedstawiono wartości  $2K_s$  (pełne punkty) oraz  $K_v$  (puste punkty), które zostały wyznaczone z dopasowania

modelu (wzór (1.12.)) do wyników eksperymentalnych przedstawionych w panelu (d) dla każdego cyklu procesu FC. Na podstawie tych wartości wyznaczono wartości  $t_{SRT}$ , panel (f) [159]. ..... 103

**Rysunek 5.8:** Podstawowe właściwości magnetyczne układu NiO/Co/NiO po kolejnych cyklach wygrzewania.  $\Phi_{HEB}/\Phi_{Sat}$  (a),  $\mu_0 H_C$  (b),  $\mu_0 H_{EB}$  (c) i  $K_{eff} t_{Co}$  (d) w funkcji grubości  $t_{Co}$ . W panelu (e) pokazano zmiany  $2K_s$  (pełne punkty) oraz  $K_v$  (puste punkty), które zostały wyznaczone z dopasowania modelu (wzór (1.12.)) do wyników eksperymentalnych przedstawionych na wykresie (d) dla kolejnych cykli procesu FC. Na podstawie tych wartości wyliczono wartości  $t_{SRT}$  (f) [159]. ..... 104

**Rysunek 5.9:** Obraz różnicowy (obraz zarejestrowany po nukleacji domeny jest odjęty od obrazu zarejestrowanego po zastosowaniu impulsów pola  $\mu_0 \vec{H}_{ext} = \mu_0 (\vec{H}_x + \vec{H}_z)$ ) zarejestrowany za pomocą mikroskopu wykorzystującego P-MOKE. W legendzie są podane wartości i kierunki pól magnetycznych. Żółty okrąg obejmuje wynukleowaną domenę, od której rozpoczyna się propagacja ściany domenowej. Poniżej obrazu pokazano schematycznie ułożenie momentów magnetycznych w przekroju wzdłuż przerywanej linii. Należy pamiętać, że ze względu na to, iż jest to obraz różnicowy orientacji momentów magnetycznych w domenie po nukleacji (obszar z żółtą obwódką) i po impulsach  $\mu_0 \vec{H}_{ext}$  (czarna domena) jest taki sam. Sekwencja kierunków strzałek czarnych, zielonej, białych i czerwonej wskazuje na lewoskrętną chiralność spinów w ścianie domenowej (granice pomiędzy obszarem szarym i czarnym). Obraz pochodzi z publikacji [160]. Obserwacja struktury domenowej została zrealizowana przez dr. Piotra Mazalskiego z zespołu prof. Andrzeja Maziewskiego na UwB. .... 108

**Rysunek 5.10:** (a) widmo orbitalu Ni 2p oraz (b) widmo orbitalu O 1s warstwy NiO o grubości 3 nm zmierzone za pomocą XAS przez zespół z ZN3 IFM PAN. Na widmie Ni 2p, na podstawie danych prezentowanych w pracy [174], zaznaczono piki od stanu podstawowego Ni 2p<sub>3/2</sub> i Ni 2p<sub>1/2</sub> a na widmie O 1s zaznaczono piki od stanu podstawowego Ni 3d oraz Ni 4sp. .... 109

**Rysunek 5.11:** Widmo XPS warstwy Ni<sub>1-x</sub>O<sub>x</sub> o grubości 50 nm przed trawieniem (a) i po trawieniu (b) jonami Ar<sup>+</sup>. Na widmie zaznaczono położenia pików Ni 2p, O 1s i C 1s. W tabeli podano procentowy udział poszczególnych pierwiastków. Spektrum

zmierzone przez dr Ewę Madej z Instytutu Katalizy i Fizykochemii Powierzchni im. Jerzego Habera PAN..... 110

**Rysunek 5.12:** Średnia koncentracja atomów Ni i O dla zakresu 1 nm od powierzchni warstwy  $\text{Ni}_{1-x}\text{O}_x$  w zależności od dawki jonów  $\text{Ar}^+$  o energii  $E_{\text{ion}} = 1 \text{ keV}$  w zakresie dawek od  $10^{12}$  do  $10^{17} \text{ Ar}^+/\text{cm}^2$  obliczony na podstawie wyników uzyskanych z symulacji Monte-Carlo kodem TRIDYN. Koncentracje 68% i 32% odpowiadają procentowemu stężeniu atomów Ni i O dla największej dawki. .... 111

**Rysunek 5.13:** Zmierzona, przez grupę badawczą prof. A. Maziewskiego z Wydziału Fizyki na UwB za pomocą spektroskopii brillouinowskiego rozpraszania światła w geometrii Damon-Eshbacha, wartość międzywierzchniowego oddziaływania DM układu warstwowego  $\text{NiO}/\text{Co}/\text{Pt}$  dla różnej grubości  $t_{\text{Co}}$ . Uśrednioną wartość uzyskaną z tego pomiaru porównano z bezwzględnymi wartościami  $|D_s|$  zamieszczonymi w pracy [25]. Porównanie to przedstawiono na mniejszym wykresie w zależności od koncentracji antyferromagnetycznej fazy NiO w warstwie utlenionego niklu. Rysunek pochodzi z publikacji [160]. .... 112

**Rysunek 6.1:** a) Schematyczne przedstawienie ułożenia warstw układu  $\text{Ir}/\text{Co}/\text{Pt}$  z klinową warstwą Co, b) stosunek sygnałów magnetoptycznych  $\Phi_{\text{Rem}}/\Phi_{\text{Sat}}$ , c) pole koercji  $\mu_0 H_c$ , d) stała anizotropii efektywnej  $K_{\text{eff}}$  przemnożona przez grubość  $t_{\text{Co}}$ . Na wykresie (d) czerwona linia jest dopasowaniem liniowym do danych eksperymentalnych (wzór (1.13.)). Najlepsze dopasowanie otrzymano dla  $K_V = -1,18 \pm 0,01 \text{ MJ/m}^3$  i  $2K_S = 1,60 \pm 0,02 \text{ mJ/m}^2$ , wstawka na wykresie (d) jest powiększeniem zależności  $K_{\text{eff}} t_{\text{Co}}(t_{\text{Co}})$  w zakresie  $0,6 \leq t_{\text{Co}} \leq 1 \text{ nm}$ , dla którego wartości  $K_{\text{eff}}$  wyznaczono metodą skrzyżowanych pól magnetycznych (o wzajemnie prostopadłej orientacji  $\mu_0 \vec{H}_x$  i  $\mu_0 \vec{H}_z$ ) opisaną w rozdziale 4.1. Pozostałe wartości  $K_{\text{eff}}$  mieszczące się w zakresie  $t_{\text{Co}}$  odpowiadającemu anizotropii magnetycznej, gdy oś łatwa wektora namagnesowania leży w płaszczyźnie warstwy Co, wyznaczono standardową metodą, która była opisana w poprzednim rozdziale..... 117

**Rysunek 6.2:** Znormalizowane pętle histerezy ( $\Phi/\Phi_{\text{Sat}}(\mu_0 H_z)$ ) układu  $\text{Ir}/\text{Co}/\text{Pt}$  zmierzone za pomocą magnetometru wykorzystującego P-MOKE w stanie po naniesieniu warstw (niebieski kolor), oraz po bombardowaniu  $\text{Ga}^+$  za pomocą FIB dawką  $F = 10^{14} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$  i energią  $E_{\text{ion}} = 5 \text{ keV}$  (zielony kolor), 8 keV (brązowy kolor) i 30 keV (pomarańczowy kolor). Na wykresie zdefiniowano takie parametry jak

$\Phi_{\text{Rem}}/\Phi_{\text{Sat}}$ ,  $\mu_0 H C_0$  (dla  $F = 0 \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$ ),  $\mu_0 H C$  (dla  $F > 0 \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$ ) i pole anizotropii  $\mu_0 H_K$ . Wykres pochodzi z publikacji [181]. ..... 118

**Rysunek 6.3:** Zależności  $\Phi_{\text{Rem}}/\Phi_{\text{Sat}}(F)$  (a) i  $\mu_0 H C/\mu_0 H C_0(F)$  (b), punkty określają wartości wyznaczone na podstawie pętli histerezy zmierzonych dla zakresu dawek  $10^{12} < F < 10^{15} \text{ Ga}^+/\text{cm}^2$  dla energii 5 keV (zielony kolor), 8 keV (brązowy kolor) i 30 keV (pomarańczowy kolor). Do danych eksperymentalnych (b) wykonano dopasowanie zmodyfikowanym modelem Rettnera (wzór (6.1.)), który opisuje zależność  $\mu_0 H C/\mu_0 H C_0(F)$  (linia ciągła). Ciągłe pionowe linie określają dawkę  $F^*$  ( $\mu_0 H C/\mu_0 H C_0 = 0.99$ ) a przerywane  $F^{\text{SRT}}$  ( $\mu_0 H C/\mu_0 H C_0 = 0.01$ ). Wykres pochodzi z publikacji [181]. ..... 120

**Rysunek 6.4:** Zależności (a)  $S_n(E_{\text{ion}})$  i (b)  $S_e(E_{\text{ion}})$  dla jonów  $\text{Ga}^+$ ,  $\text{Ar}^+$  i  $\text{He}^+$ , bombardujących materiał, którym jest: Co (linia ciągła), Ir (linia przerywana) i Pt (linia kropkowana). Wewnętrzny wykres w panelu (a) jest zależnością  $S_n(E_{\text{ion}})$  o zmienionej skali  $S_n$  dla jonów  $\text{He}^+$  w Co. Symbole gwiazd reprezentują energie jonów  $\text{Ga}^+$ , które były użyte podczas eksperymentu przeprowadzonego w pracy. Powyższe zależności zostały otrzymane z obliczeń Monte-Carlo kodem SRIM (Rozdz. 2.4). ..... 123

**Rysunek 6.5:** Obliczony za pomocą symulacji Monte-Carlo (SRIM) rozkład trajektorii przemieszczających się w układzie Ir/Co/Pt atomów Pt, Co, Ir podczas bombardowania jonami  $\text{Ga}^+$  o energii 30 keV (a), 8 keV (b) i 5 keV (c). Poziome białe linie określają położenie międzywierzchni Ir/Co i Co/Pt. W dolnym prawym rogu panelu (c) przedstawiono legendę określającą kolory dla przemieszczających się atomów (górny rząd) oraz dla atomów zatrzymanych w wyniku utraty energii kinetycznej podczas bombardowania jonowego (dolny rząd). ..... 124

**Rysunek 6.6:** Mapy rozkładu koncentracji pierwiastków Pt ( $c_{\text{Pt}}$ ) (górny rząd w (a)), Co ( $c_{\text{Co}}$ ) (środkowy rząd w (a)), Ir ( $c_{\text{Ir}}$ ) (dolny rząd w (a)) i Ga ( $c_{\text{Ga}}$ ) w (b) w zależności od odległości  $d$  od powierzchni układu Ir/Co/Pt i dawki  $F$  jonów  $\text{Ga}^+$ . Mapy te wykreślono na podstawie profili koncentracji, które otrzymano z symulacji Monte-Carlo kodem TRIDYN dla  $E_{\text{ion}} = 5$  (pierwsza kolumna), 8 (druga kolumna) i 30 keV (trzecia kolumna). Poziome kreski wyznaczają położenie międzywierzchni Ir/Co ( $d = 5,8 \text{ nm}$ ) i Co/Pt ( $d = 5 \text{ nm}$ ). Pionowe kreski oznaczają dawkę  $F^*$  (ciągła) i  $F^{\text{SRT}}$  (przerywana). Biały kolor oznacza brak materiału. Mapy pochodzą z publikacji [181]. ..... 125

**Rysunek 6.7:** Mapy rozkładu znormalizowanej utraty energii  $E_{\text{loss}}$  względem maksymalnej utraconej energii  $E_{\text{loss,max}}$  ze względu na: (a) oddziaływanie jon-jądra atomów, (b) oddziaływanie jon-elektrony. Mapy te wykreślono w funkcji odległości od powierzchni próbki  $d$  i od mierzonej w płaszczyźnie próbki odległości od punktu padania jonów  $R$  dla energii  $\text{Ga}^+$   $E_{\text{ion}} = 5$  keV (pierwsza kolumna), 8 keV (środkowa kolumna) i 30 keV (trzecia kolumna). Brązowy kolor oznacza maksymalną utraconą energię. Zaś ciemny niebieski kolor oznacza brak utraty energii (tj. nie dochodzi do żadnego oddziaływania). Poziomymi kreskami oznaczano położenie międzywarstwy Ir/Co ( $d = 5,8$  nm) i Co/Pt ( $d = 5$  nm). Mapy pochodzą z suplementu publikacji [181]..... 127

**Rysunek 6.8:** Sposób wyznaczenia wartości  $t^*_{\text{Ir(Pt)} \rightarrow \text{Co}}$  i  $t^*_{\text{Co} \rightarrow \text{Ir(Pt)}}$  na przykładzie profilu koncentracji dla procesu bombardowania jonowego  $\text{Ga}^+$  o  $E_{\text{ion}} = 30$  keV i  $F = F^{\text{SRT}}$ , który otrzymano z symulacji kodem TRIDYN. Pola powierzchni wypełnione kolorem oznaczają wartości  $t^*_{\text{Ir(Pt)} \rightarrow \text{Co}}$  i  $t^*_{\text{Co} \rightarrow \text{Ir(Pt)}}$ . Wykres pochodzi z suplementu publikacji [181]..... 129

**Rysunek 6.9:** Sumy  $t^*_{\text{Ir} \rightarrow \text{Co}}$  i  $t^*_{\text{Co} \rightarrow \text{Ir}}$  (linia ciągła) i  $t^*_{\text{Pt} \rightarrow \text{Co}}$  i  $t^*_{\text{Co} \rightarrow \text{Pt}}$  (linia przerywana) wyznaczone na podstawie map koncentracji przedstawionych na rys. 6.6. a dla energii  $\text{Ga}^+$   $E_{\text{ion}} = 5$  (a), 8 (b) i 30 keV (c). Liniami pionowymi zaznaczono dawkę  $F^*$  (ciągła) i  $F^{\text{SRT}}$  (przerywana) (Tabela 6.1.). Wykres pochodzi z publikacji [181]. ..... 129

**Rysunek 6.10:** Suma  $t^*_{\text{Ir} \rightarrow \text{Co}}$  i  $t^*_{\text{Co} \rightarrow \text{Ir}}$  (trójkąty w dół) i  $t^*_{\text{Pt} \rightarrow \text{Co}}$  i  $t^*_{\text{Co} \rightarrow \text{Pt}}$  (trójkąty w górę) w funkcji energii  $E_{\text{ion}}$  dla dawki  $F^*$  (kolor czarny) i  $F^{\text{SRT}}$  (kolor niebieski). Przerywana linia pozioma oznacza średnią wartość otrzymaną z wartości  $t^*_{\text{Ir} \rightarrow \text{Co}}$  i  $t^*_{\text{Co} \rightarrow \text{Ir}}$  określonych dla  $E_{\text{ion}} = 5, 8$  i 30 keV. Wykres pochodzi z publikacji [181]. ..... 130

**Rysunek 6.11:** Profile koncentracji  $c_{\text{Pt}}$  (czarny kolor),  $c_{\text{Co}}$  (czerwony kolor),  $c_{\text{Ir}}$  (zielony kolor) dla  $E_{\text{ion}} = 5$  (linia ciągła), 8 (linia przerywana) i 30 keV (linia o stylu kropka-kreska-kropka) otrzymane z symulacji Monte-Carlo dla układu Ir/Co/Pt. Niebieska linia oznacza początek powierzchni dla  $E_{\text{ion}} = 5$  keV, który został przesunięty o 0,2 nm względem dwóch pozostałych przypadków w wyniku trawienia. Wykres pochodzi z publikacji [181]..... 130



<b>Tabela 1.1:</b> Wartości międzywierzchniowego oddziaływania DM ( $D_s$ ) dla wybranych układów warstwowych (na podstawie [79]). Wartości w nawiasach podane są w nm. Więcej szczegółów zawarto w tabeli 1 w [79].	45
<b>Tabela 3.1:</b> Moc $P$ i rodzaj zasilaczy podłączonych do targetów użytych podczas nanoszenia warstw. Dane pochodzą z bazy danych ZN3 IFM PAN.	67
<b>Tabela 5.1:</b> Wartości przyczynków objętościowych ( $K_v$ ) i powierzchniowych ( $2K_s$ ) do efektywnej anizotropii magnetycznej ( $K_{eff}$ ) oraz wyznaczonych na ich podstawie grubości warstwy Co odpowiadającej SRT ( $t_{SRT}$ ) układów układach warstwowych NiO/Co/Au, NiO/Co/Pt i NiO/Co/NiO.	97
<b>Tabela 5.2:</b> Wartości temperatury wygrzania $T_{FC}$ oraz pola magnetycznego $\mu_0 H_{FC}$ które było obecne w każdym cyklu procesu grzania i chłodzenia (FC).	102
<b>Tabela 6.1:</b> Parametr $b$ wyznaczony z dopasowania modelu opisującego zależność $\mu_0 H_C(F)$ oraz obliczone wartości dawek $F^*$ i $F^{SRT}$ dla trzech wartości $E_{ion}$ . Dane pochodzą z publikacji [181].	121





1. Wolf, S.A.; Chtchelkanova, A.Y.; Treger, D.M.; Spintronics—A Retrospective and Perspective. *IBM J. Res. & Dev.* **50**, 101–110 (2006), doi:10.1147/rd.501.0101.
2. Tudu, B.; Tiwari, A.; Recent Developments in Perpendicular Magnetic Anisotropy Thin Films for Data Storage Applications. *Vacuum* **146**, 329–341 (2017), doi:10.1016/j.vacuum.2017.01.031.
3. Néel, L.; Anisotropie Magnétique Superficielle et Surstructures d'orientation. *J. Phys. Radium* **15**, 225–239 (1954), doi:10.1051/jphysrad:01954001504022500.
4. Gradmann, U.; Magnetic Surface Anisotropies. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **54–57**, 733–736 (1986), doi:10.1016/0304-8853(86)90230-1.
5. Bruno, P.; Renard, J.-P.; Magnetic Surface Anisotropy of Transition Metal Ultrathin Films. *Appl. Phys. A* **49**, 499–506 (1989), doi:10.1007/BF00617016.
6. Allenspach, R.; Stampanoni, M.; Bischof, A.; Magnetic Domains in Thin Epitaxial Co/Au(111) Films. *Phys. Rev. Lett.* **65**, 3344–3347 (1990), doi:10.1103/PhysRevLett.65.3344.
7. Daalderop, G.H.O.; Kelly, P.J.; Schuurmans, M.F.H.; Magnetic Anisotropy of a Free-Standing Co Monolayer and of Multilayers Which Contain Co Monolayers. *Phys. Rev. B* **50**, 9989–10003 (1994), doi:10.1103/PhysRevB.50.9989.
8. Naik, V.M.; Hameed, S.; Naik, R.; Pust, L.; Wenger, L.E.; Dunifer, G.L.; Auner, G.W.; Effect of [111] Texture on the Perpendicular Magnetic Anisotropy of Co/Ni Multilayers. *Journal of Applied Physics* **84**, 3273–3277 (1998), doi:10.1063/1.368482.
9. Nakajima, N.; Koide, T.; Shidara, T.; Miyauchi, H.; Fukutani, H.; Fujimori, A.; Iio, K.; Katayama, T.; Nývlt, M.; Suzuki, Y.; Perpendicular Magnetic Anisotropy Caused by Interfacial Hybridization via Enhanced Orbital Moment in Co/Pt Multilayers: Magnetic Circular X-Ray Dichroism Study. *Phys. Rev. Lett.* **81**, 5229–5232 (1998), doi:10.1103/PhysRevLett.81.5229.
10. Dieny, B.; Chshiev, M.; Perpendicular Magnetic Anisotropy at Transition Metal/Oxide Interfaces and Applications. *Rev. Mod. Phys.* **89**, 025008 (2017), doi:10.1103/RevModPhys.89.025008.
11. Yang, H.; Boulle, O.; Cros, V.; Fert, A.; Chshiev, M.; Controlling Dzyaloshinskii-Moriya Interaction via Chirality Dependent Atomic-Layer Stacking, Insulator Capping and Electric Field. *Sci Rep* **8**, 12356 (2018), doi:10.1038/s41598-018-30063-y.
12. Tsymbal, E.Y.; Belashchenko, K.D.; Role of Interface Bonding in Spin-Dependent Tunneling (Invited). *Journal of Applied Physics* **97**, 10C910 (2005), doi:10.1063/1.1851415.
13. Manchon, A.; Pizzini, S.; Vogel, J.; Uhlîr, V.; Lombard, L.; Ducruet, C.; Auffret, S.; Rodmacq, B.; Dieny, B.; Hochstrasser, M.; i in.; X-Ray Analysis of the Magnetic Influence of Oxygen in PtCo/AlO<sub>x</sub> Trilayers. *Journal of Applied Physics* **103**, 07A912 (2008), doi:10.1063/1.2829896.

14. Hallal, A.; Yang, H.X.; Dieny, B.; Chshiev, M.; Anatomy of Perpendicular Magnetic Anisotropy in Fe/MgO Magnetic Tunnel Junctions: First-Principles Insight. *Phys. Rev. B* **88**, 184423 (2013), doi:10.1103/PhysRevB.88.184423.
15. Kuświk, P.; Szymański, B.; Anastaziak, B.; Matczak, M.; Urbaniak, M.; Ehresmann, A.; Stobiecki, F.; Enhancement of Perpendicular Magnetic Anisotropy of Co Layer in Exchange-Biased Au/Co/NiO/Au Polycrystalline System. *Journal of Applied Physics* **119**, 215307 (2016), doi:10.1063/1.4952706.
16. Meiklejohn, W.H.; Bean, C.P.; New Magnetic Anisotropy. *Phys. Rev.* **102**, 1413–1414 (1956), doi:10.1103/PhysRev.102.1413.
17. Meiklejohn, W.H.; Bean, C.P.; New Magnetic Anisotropy. *Phys. Rev.* **105**, 904–913 (1957), doi:10.1103/PhysRev.105.904.
18. Dzyaloshinsky, I.; A Thermodynamic Theory of “Weak” Ferromagnetism of Antiferromagnetics. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* **4**, 241–255 (1958), doi:10.1016/0022-3697(58)90076-3.
19. Moriya, T.; Anisotropic Superexchange Interaction and Weak Ferromagnetism. *Phys. Rev.* **120**, 91–98 (1960), doi:10.1103/PhysRev.120.91.
20. Skyrme, T.H.R.; A Non-Linear Field Theory. *Proc. R. Soc. Lond. A* **260**, 127–138 (1961), doi:10.1098/rspa.1961.0018.
21. Fert, A.; Cros, V.; Sampaio, J.; Skyrmions on the Track. *Nature Nanotech* **8**, 152–156 (2013), doi:10.1038/nnano.2013.29.
22. Rana, K.G.; Finco, A.; Fabre, F.; Chouaieb, S.; Haykal, A.; Buda-Prejbeanu, L.D.; Fruchart, O.; Le Denmat, S.; David, P.; Belmeguenai, M.; i in.; Room-Temperature Skyrmions at Zero Field in Exchange-Biased Ultrathin Films. *Phys. Rev. Applied* **13**, 044079 (2020), doi:10.1103/PhysRevApplied.13.044079.
23. Kuświk, P.; Matczak, M.; Kowacz, M.; Szuba-Jabłoński, K.; Michalak, N.; Szymański, B.; Ehresmann, A.; Stobiecki, F.; Asymmetric Domain Wall Propagation Caused by Interfacial Dzyaloshinskii-Moriya Interaction in Exchange Biased Au/Co/NiO Layered System. *Phys. Rev. B* **97**, 024404 (2018), doi:10.1103/PhysRevB.97.024404.
24. Kuświk, P.; Matczak, M.; Kowacz, M.; Lisiecki, F.; Stobiecki, F.; Determination of the Dzyaloshinskii-Moriya Interaction in Exchange Biased Au/Co/NiO Systems. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **472**, 29–33 (2019), doi:10.1016/j.jmmm.2018.10.002.
25. Kolesnikov, A.G.; Stebliy, M.E.; Davydenko, A.V.; Kozlov, A.G.; Osmushko, I.S.; Korochentsev, V.V.; Ognev, A.V.; Gerasimenko, A.V.; Sadovnikov, A.V.; Gubanov, V.A.; i in.; Magnetic Properties and the Interfacial Dzyaloshinskii-Moriya Interaction in Exchange Biased Pt/Co/Ni<sub>x</sub>O<sub>y</sub> Films. *Applied Surface Science* **543**, 148720 (2021), doi:10.1016/j.apsusc.2020.148720.
26. Skomski, R.; *Simple Models of Magnetism*; Oxford University Press: Oxford; New York; (2008); ISBN 978-0-19-857075-2.
27. Coey, J.M.D.; *Exchange [W:] Magnetism and Magnetic Materials*; Cambridge University Press; (2009) ISBN 978-0-521-01676-6.
28. Gweon, H.K.; Park, H.-J.; Kim, K.-W.; Lee, K.-J.; Lim, S.H.; Intrinsic Origin of Interfacial Second-Order Magnetic Anisotropy in Ferromagnet/Normal Metal

- Heterostructures. *NPG Asia Mater* **12**, 23 (2020), doi:10.1038/s41427-020-0205-z.
29. Tomáš, I.; Murtinová, L.; Kaczér, J.; Easy magnetization axes in materials with combined cubic and uniaxial anisotropies. *Phys. Stat. Sol. (a)* **75**, 121–127 (1983), doi:10.1002/pssa.2210750113.
  30. Sun, J.Z.; Consequences of an Interface-Concentrated Perpendicular Magnetic Anisotropy in Ultrathin CoFeB Films Used in Magnetic Tunnel Junctions. *Phys. Rev. B* **91**, 174429 (2015), doi:10.1103/PhysRevB.91.174429.
  31. Dieny, B.; Vedyayev, A.; Crossover from Easy-Plane to Perpendicular Anisotropy in Magnetic Thin Films: Canted Anisotropy Due to Partial Coverage or Interfacial Roughness. *Europhys. Lett.* **25**, 723–728 (1994), doi:10.1209/0295-5075/25/9/015.
  32. Stillrich, H.; Menk, C.; Frömter, R.; Oepen, H.P.; Magnetic Anisotropy and the Cone State in Co/Pt Multilayer Films. *Journal of Applied Physics* **105**, 07C308 (2009), doi:10.1063/1.3070644.
  33. Kisielewski, M.; Maziewski, A.; Tekielak, M.; Wawro, A.; Baczewski, L.T.; New Possibilities for Tuning Ultrathin Cobalt Film Magnetic Properties by a Noble Metal Overlayer. *Phys. Rev. Lett.* **89**, 087203 (2002), doi:10.1103/PhysRevLett.89.087203.
  34. Rossignol, M.; Yonnet, J.P.; *The Basic Materials for Permanent Magnets [W:] Magnetism. 2: Materials and applications*; Springer: New York, NY; (2005) ISBN 978-0-387-23000-9.
  35. Kuświk, P.; Gastelois, P.L.; Soares, M.M.; Tolentino, H.C.N.; De Santis, M.; Ramos, A.Y.; Lamirand, A.D.; Przybylski, M.; Kirschner, J.; Effect of CoO/Ni Orthogonal Exchange Coupling on Perpendicular Anisotropy of Ni Films on Pd(001). *Phys. Rev. B* **91**, 134413 (2015), doi:10.1103/PhysRevB.91.134413.
  36. Gao, H.; Harumoto, T.; Luo, W.; Lan, R.; Feng, H.; Du, Y.; Nakamura, Y.; Shi, J.; Room Temperature Perpendicular Exchange Bias in CoNi/(Co,Ni)O Multilayers with Perpendicular Magnetic Anisotropy Directly Induced by FM/AFM Interface. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **473**, 490–494 (2019), doi:10.1016/j.jmmm.2018.10.102.
  37. Wang, B.-Y.; Hong, J.-Y.; Yang, K.-H.O.; Chan, Y.-L.; Wei, D.-H.; Lin, H.-J.; Lin, M.-T.; How Antiferromagnetism Drives the Magnetization of a Ferromagnetic Thin Film to Align Out of Plane. *Phys. Rev. Lett.* **110**, 117203 (2013), doi:10.1103/PhysRevLett.110.117203.
  38. Koon, N.C.; Calculations of Exchange Bias in Thin Films with Ferromagnetic/Antiferromagnetic Interfaces. *Phys. Rev. Lett.* **78**, 4865–4868 (1997), doi:10.1103/PhysRevLett.78.4865.
  39. Gubbiotti, G.; Carlotti, G.; Socino, G.; D’Orazio, F.; Lucari, F.; Bernardini, R.; De Crescenzi, M.; Perpendicular and In-Plane Magnetic Anisotropy in Epitaxial Cu/Ni/Cu/Si(111) Ultrathin Films. *Phys. Rev. B* **56**, 11073–11083 (1997), doi:10.1103/PhysRevB.56.11073.
  40. den Broeder, F.J.A.; Hoving, W.; Bloemen, P.J.H.; Magnetic Anisotropy of Multilayers. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **93**, 562–570 (1991), doi:10.1016/0304-8853(91)90404-X.

41. Bauer, U.; Yao, L.; Tan, A.J.; Agrawal, P.; Emori, S.; Tuller, H.L.; van Dijken, S.; Beach, G.S.D.; Magneto-Ionic Control of Interfacial Magnetism. *Nature Mater* **14**, 174–181 (2015), doi:10.1038/nmat4134.
42. Morrish, A.H.; *Fizyczne Podstawy Magnetyzmu*; PWN: Warszawa; (1970);
43. Middelhoek, S.; Domain Walls in Thin Ni–Fe Films. *Journal of Applied Physics* **34**, 1054–1059 (1963), doi:10.1063/1.1729367.
44. Seki, S.; Mochizuki, M.; *Observation of Skyrmions* [W:] *Skyrmions in Magnetic Materials*; Springer Briefs in Physics; Springer International Publishing: Cham; pp. 15–31; (2016) ISBN 978-3-319-24649-9.
45. Hubert, A.; Schäfer, R.; *Magnetic Domains*; Springer Berlin Heidelberg: Berlin, Heidelberg; (1998); ISBN 978-3-540-64108-7.
46. Szewczyk, A., (redaktor); *Magnetyzm i Nadprzewodnictwo*; Wydawnictwo Naukowe PWN: Warszawa; (2012); ISBN 978-83-01-17176-6.
47. Je, S.-G.; Kim, D.-H.; Yoo, S.-C.; Min, B.-C.; Lee, K.-J.; Choe, S.-B.; Asymmetric Magnetic Domain-Wall Motion by the Dzyaloshinskii-Moriya Interaction. *Phys. Rev. B* **88**, 214401 (2013), doi:10.1103/PhysRevB.88.214401.
48. Hrabec, A.; Porter, N.A.; Wells, A.; Benitez, M.J.; Burnell, G.; McVitie, S.; McGrouther, D.; Moore, T.A.; Marrows, C.H.; Measuring and Tailoring the Dzyaloshinskii-Moriya Interaction in Perpendicularly Magnetized Thin Films. *Phys. Rev. B* **90**, 020402 (2014), doi:10.1103/PhysRevB.90.020402.
49. Vaňatka, M.; Rojas-Sánchez, J.-C.; Vogel, J.; Bonfim, M.; Belmeguenai, M.; Roussigné, Y.; Stashkevich, A.; Thiaville, A.; Pizzini, S.; Velocity Asymmetry of Dzyaloshinskii Domain Walls in the Creep and Flow Regimes. *J. Phys.: Condens. Matter* **27**, 326002 (2015), doi:10.1088/0953-8984/27/32/326002.
50. Caballero, N.B.; Ferrero, E.E.; Kolton, A.B.; Curiale, J.; Jeudy, V.; Bustingorry, S.; Magnetic Domain Wall Creep and Depinning: A Scalar Field Model Approach. *Phys. Rev. E* **97**, 062122 (2018), doi:10.1103/PhysRevE.97.062122.
51. Sánchez-Tejerina, L.; Martínez, E.; Raposo, V.; Alejos, Ó.; Current-Driven Domain Wall Motion Based Memory Devices: Application to a Ratchet Ferromagnetic Strip. *AIP Advances* **8**, 047302 (2018), doi:10.1063/1.4993750.
52. Jeudy, V.; Mougin, A.; Bustingorry, S.; Savero Torres, W.; Gorchon, J.; Kolton, A.B.; Lemaître, A.; Jamet, J.-P.; Universal Pinning Energy Barrier for Driven Domain Walls in Thin Ferromagnetic Films. *Phys. Rev. Lett.* **117**, 057201 (2016), doi:10.1103/PhysRevLett.117.057201.
53. Metaxas, P.J.; Jamet, J.P.; Mougin, A.; Cormier, M.; Ferré, J.; Baltz, V.; Rodmacq, B.; Dieny, B.; Stamps, R.L.; Creep and Flow Regimes of Magnetic Domain-Wall Motion in Ultrathin Pt/Co/Pt Films with Perpendicular Anisotropy. *Phys. Rev. Lett.* **99**, 217208 (2007), doi:10.1103/PhysRevLett.99.217208.
54. Jeudy, V.; Díaz Pardo, R.; Savero Torres, W.; Bustingorry, S.; Kolton, A.B.; Pinning of Domain Walls in Thin Ferromagnetic Films. *Phys. Rev. B* **98**, 054406 (2018), doi:10.1103/PhysRevB.98.054406.
55. Lemerle, S.; Ferré, J.; Chappert, C.; Mathet, V.; Giamarchi, T.; Le Doussal, P.; Domain Wall Creep in an Ising Ultrathin Magnetic Film. *Phys. Rev. Lett.* **80**, 849–852 (1998), doi:10.1103/PhysRevLett.80.849.

56. Kim, K.-J.; Lee, J.-C.; Ahn, S.-M.; Lee, K.-S.; Lee, C.-W.; Cho, Y.J.; Seo, S.; Shin, K.-H.; Choe, S.-B.; Lee, H.-W.; Interdimensional Universality of Dynamic Interfaces. *Nature* **458**, 740–742 (2009), doi:10.1038/nature07874.
57. Diaz Pardo, R.; Savero Torres, W.; Kolton, A.B.; Bustingorry, S.; Jeudy, V.; Universal Depinning Transition of Domain Walls in Ultrathin Ferromagnets. *Phys. Rev. B* **95**, 184434 (2017), doi:10.1103/PhysRevB.95.184434.
58. Moon, K.-W.; Kim, D.-H.; Yoo, S.-C.; Je, S.-G.; Chun, B.S.; Kim, W.; Min, B.-C.; Hwang, C.; Choe, S.-B.; Magnetic Bubblecade Memory Based on Chiral Domain Walls. *Sci Rep* **5**, 9166 (2015), doi:10.1038/srep09166.
59. Thiaville, A.; Rohart, S.; Jué, É.; Cros, V.; Fert, A.; Dynamics of Dzyaloshinskii Domain Walls in Ultrathin Magnetic Films. *EPL* **100**, 57002 (2012), doi:10.1209/0295-5075/100/57002.
60. Heide, M.; Bihlmayer, G.; Blügel, S.; Dzyaloshinskii-Moriya Interaction Accounting for the Orientation of Magnetic Domains in Ultrathin Films: Fe/W(110). *Phys. Rev. B* **78**, 140403 (2008), doi:10.1103/PhysRevB.78.140403.
61. Tarasenko, S.V.; Stankiewicz, A.; Tarasenko, V.V.; Ferré, J.; Bloch Wall Dynamics in Ultrathin Ferromagnetic Films. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **189**, 19–24 (1998), doi:10.1016/S0304-8853(98)00230-3.
62. Radu, F.; Zabel, H.; *Exchange Bias Effect of Ferro-/Antiferromagnetic Heterostructures* [W:] *Magnetic Heterostructures*; Zabel, H., Bader, S.D., (redaktorzy); Springer Tracts in Modern Physics; Springer Berlin Heidelberg: Berlin, Heidelberg; Vol. 227, pp. 97–184; (2008) ISBN 978-3-540-73461-1.
63. Nogués, J.; Schuller, I.K.; Exchange Bias. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **192**, 203–232 (1999), doi:10.1016/S0304-8853(98)00266-2.
64. van der Zaag, P.J.; Ijiri, Y.; Borchers, J.A.; Feiner, L.F.; Wolf, R.M.; Gaines, J.M.; Erwin, R.W.; Verheijen, M.A.; Difference between Blocking and Néel Temperatures in the Exchange Biased Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> / CoO System. *Phys. Rev. Lett.* **84**, 6102–6105 (2000), doi:10.1103/PhysRevLett.84.6102.
65. Vallejo-Fernandez, G.; Fernandez-Outon, L.E.; O'Grady, K.; Antiferromagnetic Grain Volume Effects in Metallic Polycrystalline Exchange Bias Systems. *J. Phys. D: Appl. Phys.* **41**, 112001 (2008), doi:10.1088/0022-3727/41/11/112001.
66. Ehresmann, A.; Junk, D.; Engel, D.; Paetzold, A.; Röhl, K.; On the Origin of Ion Bombardment Induced Exchange Bias Modifications in Polycrystalline Layers. *J. Phys. D: Appl. Phys.* **38**, 801–806 (2005), doi:10.1088/0022-3727/38/6/001.
67. Fulcomer, E.; Charap, S.H.; Thermal Fluctuation Aftereffect Model for Some Systems with Ferromagnetic-Antiferromagnetic Coupling. *Journal of Applied Physics* **43**, 4190–4199 (1972), doi:10.1063/1.1660894.
68. Möglich, N.D.; Gaul, A.; Meyl, M.; Ehresmann, A.; Götz, G.; Reiss, G.; Kuschel, T.; Time-Dependent Rotatable Magnetic Anisotropy in Polycrystalline Exchange-Bias Systems: Dependence on Grain-Size Distribution. *Phys. Rev. B* **94**, 184407 (2016), doi:10.1103/PhysRevB.94.184407.
69. Ehresmann, A.; Schmidt, C.; Weis, T.; Engel, D.; Thermal Exchange Bias Field Drift in Field Cooled Mn<sub>83</sub>Ir<sub>17</sub>/Co<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub> Thin Films after 10 keV He Ion Bombardment. *Journal of Applied Physics* **109**, 023910 (2011), doi:10.1063/1.3532046.

70. O'Grady, K.; Fernandez-Outon, L.E.; Vallejo-Fernandez, G.; A New Paradigm for Exchange Bias in Polycrystalline Thin Films. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **322**, 883–899 (2010), doi:10.1016/j.jmmm.2009.12.011.
71. Baltz, V.; Rodmacq, B.; Zarefy, A.; Lechevallier, L.; Dieny, B.; Bimodal Distribution of Blocking Temperature in Exchange-Biased Ferromagnetic/Antiferromagnetic Bilayers. *Phys. Rev. B* **81**, 052404 (2010), doi:10.1103/PhysRevB.81.052404.
72. Fert, A.R.; Magnetic and Transport Properties of Metallic Multilayers. *MSF* **59–60**, 439–480 (1991), doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.59-60.439.
73. Belmeguenai, M.; Gabor, M.S.; Roussigné, Y.; Stashkevich, A.; Chérif, S.M.; Zighem, F.; Tiusan, C.; Brillouin Light Scattering Investigation of the Thickness Dependence of Dzyaloshinskii-Moriya Interaction in  $\text{Co}_{0.5}\text{Fe}_{0.5}$  Ultrathin Films. *Phys. Rev. B* **93**, 174407 (2016), doi:10.1103/PhysRevB.93.174407.
74. Lo Conte, R.; Karnad, G.V.; Martinez, E.; Lee, K.; Kim, N.-H.; Han, D.-S.; Kim, J.-S.; Prenzel, S.; Schulz, T.; You, C.-Y.; i in.; Ferromagnetic Layer Thickness Dependence of the Dzyaloshinskii-Moriya Interaction and Spin-Orbit Torques in  $\text{Pt}/\text{Co}/\text{AlO}_x$ . *AIP Advances* **7**, 065317 (2017), doi:10.1063/1.4990694.
75. Kim, D.-H.; Haruta, M.; Ko, H.-W.; Go, G.; Park, H.-J.; Nishimura, T.; Kim, D.-Y.; Okuno, T.; Hirata, Y.; Futakawa, Y.; i in.; Bulk Dzyaloshinskii–Moriya Interaction in Amorphous Ferrimagnetic Alloys. *Nat. Mater.* **18**, 685–690 (2019), doi:10.1038/s41563-019-0380-x.
76. Wells, A.W.J.; Shepley, P.M.; Marrows, C.H.; Moore, T.A.; Effect of Interfacial Intermixing on the Dzyaloshinskii-Moriya Interaction in  $\text{Pt}/\text{Co}/\text{Pt}$ . *Phys. Rev. B* **95**, 054428 (2017), doi:10.1103/PhysRevB.95.054428.
77. Quessab, Y.; Xu, J.-W.; Ma, C.T.; Zhou, W.; Riley, G.A.; Shaw, J.M.; Nembach, H.T.; Poon, S.J.; Kent, A.D.; Tuning Interfacial Dzyaloshinskii-Moriya Interactions in Thin Amorphous Ferrimagnetic Alloys. *Sci Rep* **10**, 7447 (2020), doi:10.1038/s41598-020-64427-0.
78. Belabbes, A.; Bihlmayer, G.; Blügel, S.; Manchon, A.; Oxygen-Enabled Control of Dzyaloshinskii-Moriya Interaction in Ultra-Thin Magnetic Films. *Sci Rep* **6**, 24634 (2016), doi:10.1038/srep24634.
79. Han, D.-S.; Kim, N.-H.; Kim, J.-S.; Yin, Y.; Koo, J.-W.; Cho, J.; Lee, S.; Kläui, M.; Swagten, H.J.M.; Koopmans, B.; i in.; Asymmetric Hysteresis for Probing Dzyaloshinskii–Moriya Interaction. *Nano Lett.* **16**, 4438–4446 (2016), doi:10.1021/acs.nanolett.6b01593.
80. Dhiman, A.K.; Matczak, M.; Gieniusz, R.; Sveklo, I.; Kurant, Z.; Guzowska, U.; Stobiecki, F.; Maziewski, A.; Thickness Dependence of Interfacial Dzyaloshinskii-Moriya Interaction, Magnetic Anisotropy and Spin Waves Damping in  $\text{Pt}/\text{Co}/\text{Ir}$  and  $\text{Ir}/\text{Co}/\text{Pt}$  Trilayers. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **519**, 167485 (2021), doi:10.1016/j.jmmm.2020.167485.
81. Kundu, A.; Zhang, S.; Dzyaloshinskii-Moriya Interaction Mediated by Spin-Polarized Band with Rashba Spin-Orbit Coupling. *Phys. Rev. B* **92**, 094434 (2015), doi:10.1103/PhysRevB.92.094434.
82. Nastasi, M.; Mayer, J.; Hirvonen, J.K.; *Ion-Solid Interactions: Fundamentals and Applications*; Pierwsze Wydanie; Cambridge University Press; (1996); ISBN 978-0-521-37376-0.

83. Carter, G.; Nobes, M.J.; Paton, F.; Williams, J.S.; Whitton, J.L.; Ion Bombardment Induced Ripple Topography on Amorphous Solids. *Radiation Effects* **33**, 65–73 (1977), doi:10.1080/00337577708237469.
84. Bland, R.D.; Kominiak, G.J.; Mattox, D.M.; Effect of Ion Bombardment during Deposition on Thick Metal and Ceramic Deposits. *Journal of Vacuum Science and Technology* **11**, 671–674 (1974), doi:10.1116/1.1312733.
85. Mattox, D.M.; Kominiak, G.J.; Structure Modification by Ion Bombardment during Deposition. *Journal of Vacuum Science and Technology* **9**, 528–532 (1972), doi:10.1116/1.1316677.
86. Devolder, T.; Light Ion Irradiation of Co/Pt Systems: Structural Origin of the Decrease in Magnetic Anisotropy. *Phys. Rev. B* **62**, 5794–5802 (2000), doi:10.1103/PhysRevB.62.5794.
87. Blon, T.; Ben Assayag, G.; Ousset, J.-C.; Pecassou, B.; Claverie, A.; Snoeck, E.; Magnetic Easy-Axis Switching in Co/Pt and Co/Au Superlattices Induced by Nitrogen Ion Beam Irradiation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* **257**, 374–378 (2007), doi:10.1016/j.nimb.2007.01.264.
88. Bolse, W.; Schattat, B.; Feyh, A.; Modification of Thin-Layer Systems by Swift Heavy Ions. *Applied Physics A: Materials Science & Processing* **77**, 11–15 (2003), doi:10.1007/s00339-002-2060-x.
89. Chappert, C.; Bernas, H.; Ferré, J.; Kottler, V.; Jamet, J.-P.; Chen, Y.; Cambril, E.; Devolder, T.; Rousseaux, F.; Mathet, V.; i in.; Planar Patterned Magnetic Media Obtained by Ion Irradiation. *Science* **280**, 1919–1922 (1998), doi:10.1126/science.280.5371.1919.
90. Rettner, C.T.; Anders, S.; Baglin, J.E.E.; Thomson, T.; Terris, B.D.; Characterization of the Magnetic Modification of Co/Pt Multilayer Films by He<sup>+</sup>, Ar<sup>+</sup>, and Ga<sup>+</sup> Ion Irradiation. *Appl. Phys. Lett.* **80**, 279–281 (2002), doi:10.1063/1.1432108.
91. Fassbender, J.; Ravelosona, D.; Samson, Y.; Tailoring Magnetism by Light-Ion Irradiation. *J. Phys. D: Appl. Phys.* **37**, R179–R196 (2004), doi:10.1088/0022-3727/37/16/R01.
92. Blon, T.; Ben Assayag, G.; Chassaing, D.; Hrabovsky, D.; Bobo, J.F.; Ousset, J.C.; Snoeck, E.; Magnetic Easy-Axis Switching in Pt/Co/Pt Sandwiches Induced by Nitrogen Ion Beam Irradiation. *Journal of Applied Physics* **95**, 8030–8034 (2004), doi:10.1063/1.1712014.
93. Mewes, T.; Lopusnik, R.; Fassbender, J.; Hillebrands, B.; Jung, M.; Engel, D.; Ehresmann, A.; Schmoranzler, H.; Suppression of Exchange Bias by Ion Irradiation. *Applied Physics Letters* **76**, 1057–1059 (2000), doi:10.1063/1.125937.
94. Mougin, A.; Mewes, T.; Lopusnik, R.; Jung, M.; Engel, D.; Ehresmann, A.; Schmoranzler, H.; Fassbender, J.; Hillebrands, B.; Modification of the Exchange Bias Effect by He Ion Irradiation. *IEEE Trans. Magn.* **36**, 2647–2649 (2000), doi:10.1109/20.908547.
95. Juraszek, J.; Fassbender, J.; Poppe, S.; Mewes, T.; Hillebrands, B.; Engel, D.; Kronenberger, A.; Ehresmann, A.; Schmoranzler, H.; Tuning Exchange Bias and Coercive Fields in Ferromagnet/Antiferromagnet Bilayers with Ion Irradiation. *Journal of Applied Physics* **91**, 6896–6898 (2002), doi:10.1063/1.1447187.

96. Balk, A.L.; Kim, K.-W.; Pierce, D.T.; Stiles, M.D.; Unguris, J.; Stavis, S.M.; Simultaneous Control of the Dzyaloshinskii-Moriya Interaction and Magnetic Anisotropy in Nanomagnetic Trilayers. *Phys. Rev. Lett.* **119**, 077205 (2017), doi:10.1103/PhysRevLett.119.077205.
97. Nembach, H.T.; Jué, E.; Poetzger, K.; Fassbender, J.; Silva, T.J.; Shaw, J.M.; Tuning of the Dzyaloshinskii-Moriya Interaction by He<sup>+</sup> Ion Irradiation. *Journal of Applied Physics* **131**, 143901 (2022), doi:10.1063/5.0080523.
98. Lavrijsen, R.; Hartmann, D.M.F.; van den Brink, A.; Yin, Y.; Barcones, B.; Duine, R.A.; Verheijen, M.A.; Swagten, H.J.M.; Koopmans, B.; Asymmetric Magnetic Bubble Expansion under In-Plane Field in Pt/Co/Pt: Effect of Interface Engineering. *Phys. Rev. B* **91**, 104414 (2015), doi:10.1103/PhysRevB.91.104414.
99. Naguib, H.M.; Kelly, R.; On the Increase in the Electrical Conductivity of MoO<sub>3</sub> and V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Following Ion Bombardment. Studies on Bombardment-Enhanced Conductivity-I. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* **33**, 1751-IN5 (1972), doi:10.1016/S0022-3697(72)80469-4.
100. Budak, S.; Smith, C.C.; Zheng, B.; Muntele, C.I.; Zimmerman, R.L.; Ila, D.; MeV Ion Beam Bombardments Effects on the Thermoelectric Properties of Zn<sub>4</sub>Sb<sub>3</sub>/CeFe<sub>(4-x)</sub>Co<sub>x</sub>Sb<sub>12</sub> Nano-Layered Superlattices. *MRS Proc.* **974**, 0974-CC10-16 (2006), doi:10.1557/PROC-0974-CC10-16.
101. Bahir, G.; Finkman, E.; Ion Beam Milling Effect on Electrical Properties of Hg<sub>1-x</sub>Cd<sub>x</sub> Te. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films* **7**, 348–353 (1989), doi:10.1116/1.576101.
102. Law, J.T.; Garrett, C.G.B.; Measurements of Surface Electrical Properties of Bombardment-Cleaned Germanium. *Journal of Applied Physics* **27**, 656–656 (1956), doi:10.1063/1.1722451.
103. Sahre, K.; Eichhorn, K.-J.; Simon, F.; Pleul, D.; Janke, A.; Gerlach, G.; Characterization of Ion-Beam Modified Polyimide Layers. *Surface and Coatings Technology* **139**, 257–264 (2001), doi:10.1016/S0257-8972(01)01013-1.
104. Nastasi, M.; Mayer, J.W.; *Ion Implantation and Synthesis of Materials*; Springer Berlin Heidelberg: Berlin, Heidelberg; (2006); ISBN 978-3-540-23674-0.
105. Kinchin, G.H.; Pease, R.S.; The Displacement of Atoms in Solids by Radiation. *Rep. Prog. Phys.* **18**, 1–51 (1955), doi:10.1088/0034-4885/18/1/301.
106. Andersen, H.H.; Knudsen, H.; Petersen, P.M.; Degradation of Discontinuous Gold Films under MeV Heavy-Ion Bombardment. *Journal of Applied Physics* **49**, 5638–5647 (1978), doi:10.1063/1.324487.
107. Bernas, H., (redaktor); *Materials Science with Ion Beams*; Topics in Applied Physics; Springer Berlin Heidelberg: Berlin, Heidelberg; Vol. 116; (2010); ISBN 978-3-540-88788-1.
108. Averback, R.S.; De La Rubia, T.D.; *Displacement Damage in Irradiated Metals and Semiconductors* [W:] *Solid State Physics*; Elsevier; Vol. 51, pp. 281–402; (1998) ISBN 978-0-12-607751-3.
109. Bernas, H.; Devolder, T.; Chappert, C.; Ferré, J.; Kottler, V.; Chen, Y.; Vieu, C.; Jamet, J.P.; Mathet, V.; Cambril, E.; i in.; Ion Beam Induced Magnetic Nanostructure Patterning. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* **148**, 872–879 (1999), doi:10.1016/S0168-583X(98)00851-9.



110. Cheng, Y.-T.; Zhao, X.-A.; Banwell, T.; Workman, T.W.; Nicolet, M.-A.; Johnson, W.L.; Correlation between the Cohesive Energy and the Onset of Radiation-Enhanced Diffusion in Ion Mixing. *Journal of Applied Physics* **60**, 2615–2617 (1986), doi:10.1063/1.337131.
111. Ziegler, J.F.; Ziegler, M.D.; Biersack, J.P.; SRIM – The Stopping and Range of Ions in Matter (2010). *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* **268**, 1818–1823 (2010), doi:10.1016/j.nimb.2010.02.091.
112. Möller, W.; Eckstein, W.; Tridyn — A TRIM Simulation Code Including Dynamic Composition Changes. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* **2**, 814–818 (1984), doi:10.1016/0168-583X(84)90321-5.
113. Kuświk, P.; Szymański, B.; Urbaniak, M.; Dubowik, J.; Stobiecki, F.; Kisielewski, J.; Tekielak, M.; Maziewski, A.; Weis, T.; Ehresmann, A.; He<sup>+</sup> Ion Bombardment Induced Effects on Magnetic Properties of Ni-Fe/Au/Co/Au Films. *Acta Phys. Pol. A* **113**, 651–656 (2008), doi:10.12693/APhysPolA.113.651.
114. Kuświk, P.; Ehresmann, A.; Tekielak, M.; Szymański, B.; Sveklo, I.; Mazalski, P.; Engel, D.; Kisielewski, J.; Lengemann, D.; Urbaniak, M.; i in.; Colloidal Domain Lithography for Regularly Arranged Artificial Magnetic Out-of-Plane Monodomains in Au/Co/Au Layers. *Nanotechnology* **22**, 095302 (2011), doi:10.1088/0957-4484/22/9/095302.
115. Kuświk, P.; Stobiecki, F.; Szymański, B.; Urbaniak, M.; Falkowski, M.; Jagielski, J.; Mazalski, P.; Effect of He Ions Irradiation on Anisotropy and Magnetoresistance of (NiFe/Au/Co/Au)<sub>10</sub> Multilayers. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* **272**, 88–91 (2012), doi:10.1016/j.nimb.2011.01.038.
116. Devolder, T.; Ferré, J.; Chappert, C.; Bernas, H.; Jamet, J.-P.; Mathet, V.; Magnetic Properties of He<sup>+</sup> -Irradiated Pt/Co/Pt Ultrathin Films. *Phys. Rev. B* **64**, 064415 (2001), doi:10.1103/PhysRevB.64.064415.
117. Jaworowicz, J.; Maziewski, A.; Mazalski, P.; Kisielewski, M.; Sveklo, I.; Tekielak, M.; Zablotzki, V.; Ferré, J.; Vernier, N.; Mougín, A.; i in.; Spin Reorientation Transitions in Pt/Co/Pt Films under Low Dose Ga<sup>+</sup> Ion Irradiation. *Appl. Phys. Lett.* **95**, 022502 (2009), doi:10.1063/1.3179147.
118. Mazalski, P.; Kurant, Z.; Sveklo, I.; Dobrogowski, W.; Fassbender, J.; Wawro, A.; Maziewski, A.; Ion Irradiation Driven Changes of Magnetic Anisotropy in Ultrathin Co Films Sandwiched between Au or Pt Covers. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **479**, 332–336 (2019), doi:10.1016/j.jmmm.2019.02.030.
119. Mazalski, P.; Kuświk, P.; Sveklo, I.; Soldatov, I.; McCord, J.; Schäfer, R.; Wawro, A.; Maziewski, A.; Modification of Magnetization Ordering in Pt/Co/Pt Trilayers Depending on the Scanning Direction of a Focused Ion Beam. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **477**, 317–322 (2019), doi:10.1016/j.jmmm.2018.12.055.
120. Ferré, J.; Devolder, T.; Bernas, H.; Jamet, J.P.; Repain, V.; Bauer, M.; Vernier, N.; Chappert, C.; Magnetic Phase Diagrams of He Ion-Irradiated Pt/Co/Pt Ultrathin Films. *J. Phys. D: Appl. Phys.* **36**, 3103–3108 (2003), doi:10.1088/0022-3727/36/24/002.

121. Kuświk, P.; Szymański, B.; Urbaniak, M.; Dubowik, J.; Stobiecki, F.; Kisielewski, J.; Tekielak, M.; Maziewski, A.; Weis, T.; Ehresmann, A.; He<sup>+</sup> Ion Bombardment Induced Effects on Magnetic Properties of Ni-Fe/Au/Co/Au Films. *Acta Phys. Pol. A* **113**, 651–656 (2008), doi:10.12693/APhysPolA.113.651.
122. Mougin, A.; Poppe, S.; Fassbender, J.; Hillebrands, B.; Faini, G.; Ebels, U.; Jung, M.; Engel, D.; Ehresmann, A.; Schmoranz, H.; Magnetic Micropatterning of FeNi/FeMn Exchange Bias Bilayers by Ion Irradiation. *Journal of Applied Physics* **89**, 6606–6608 (2001), doi:10.1063/1.1354578.
123. Miltényi, P.; Gierlings, M.; Keller, J.; Beschoten, B.; Güntherodt, G.; Nowak, U.; Usadel, K.D.; Diluted Antiferromagnets in Exchange Bias: Proof of the Domain State Model. *Phys. Rev. Lett.* **84**, 4224–4227 (2000), doi:10.1103/PhysRevLett.84.4224.
124. Zimmermann, B.; Legrand, W.; Maccariello, D.; Reyren, N.; Cros, V.; Blügel, S.; Fert, A.; Dzyaloshinskii-Moriya Interaction at Disordered Interfaces from *Ab Initio* Theory: Robustness against Intermixing and Tunability through Dusting. *Applied Physics Letters* **113**, 232403 (2018), doi:10.1063/1.5049876.
125. Reszka, K.; *Materiały pomocnicze do ćwiczeń laboratoryjnych: wyładowania elektryczne w gazach rozrzedzonych, budowa i działanie magnetronu DC, wybrane właściwości powłok uzyskiwanych metodą PVD.*; Politechnika Koszalińska: Koszalin; (2004);
126. Sosnowska, K (redaktor); *Cienkowarstwowe struktury metaliczne i tlenkowe. Właściwości, technologia, zastosowanie w elektrotechnice*; Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej: Wrocław; (2012);
127. Christen, H.M.; Eres, G.; Recent Advances in Pulsed-Laser Deposition of Complex Oxides. *J. Phys.: Condens. Matter* **20**, 264005 (2008), doi:10.1088/0953-8984/20/26/264005.
128. Aziz, M.J.; Film Growth Mechanisms in Pulsed Laser Deposition. *Appl. Phys. A* **93**, 579–587 (2008), doi:10.1007/s00339-008-4696-7.
129. Greer, J.A.; History and Current Status of Commercial Pulsed Laser Deposition Equipment. *J. Phys. D: Appl. Phys.* **47**, 034005 (2014), doi:10.1088/0022-3727/47/3/034005.
130. Reyntjens, S.; Puers, R.; A Review of Focused Ion Beam Applications in Microsystem Technology. *J. Micromech. Microeng.* **11**, 287–300 (2001), doi:10.1088/0960-1317/11/4/301.
131. Orloff, J.; Utlaut, M.; Swanson, L.; *High Resolution Focused Ion Beams: FIB and Its Applications; the Physics of Liquid Metal Ion Sources and Ion Optics and Their Application to Focused Ion Beam Technology*; Kluwer Academic, Plenum Publ: New York, NY; (2003); ISBN 978-0-306-47350-0.
132. Giannuzzi, L.A., Stevie, F.A., (redaktorzy); *Introduction to Focused Ion Beams: Instrumentation, Theory, Techniques, and Practice*; Springer: New York; (2005); ISBN 978-0-387-23116-7.
133. Miller, M.K.; Russell, K.F.; Atom Probe Specimen Preparation with a Dual Beam SEM/FIB Miller. *Ultramicroscopy* **107**, 761–766 (2007), doi:10.1016/j.ultramic.2007.02.023.

134. Uchic, M.D.; Holzer, L.; Inkson, B.J.; Principe, E.L.; Munroe, P.; Three-Dimensional Microstructural Characterization Using Focused Ion Beam Tomography. *MRS Bull.* **32**, 408–416 (2007), doi:10.1557/mrs2007.64.
135. Sveklo, I.; Mazalski, P.; Jaworowicz, J.; Jamet, J.P.; Vernier, N.; Mougín, A.; Ferré, J.; Kisielewski, M.; Zablotskii, V.; Bourhis, E.; i in.; Modification of Magnetic Properties of Pt/Co/Pt Films by Ga<sup>+</sup> Ion Irradiation: Focused versus Uniform Irradiation. *Acta Phys. Pol. A* **133**, 1215–1226 (2018), doi:10.12693/APhysPolA.133.1215.
136. Maziewski, A.; Mazalski, P.; Kurant, Z.; Liedke, M.O.; McCord, J.; Fassbender, J.; Ferré, J.; Mougín, A.; Wawro, A.; Baczewski, L.T.; i in.; Tailoring of Magnetism in Pt/Co/Pt Ultrathin Films by Ion Irradiation. *Phys. Rev. B* **85**, 054427 (2012), doi:10.1103/PhysRevB.85.054427.
137. Vieu, C.; Gierak, J.; Launois, H.; Aign, T.; Meyer, P.; Jamet, J.P.; Ferré, J.; Chappert, C.; Devolder, T.; Mathet, V.; i in.; Modifications of Magnetic Properties of Pt/Co/Pt Thin Layers by Focused Gallium Ion Beam Irradiation. *Journal of Applied Physics* **91**, 3103–3110 (2002), doi:10.1063/1.1427144.
138. Fassbender, J.; McCord, J.; Control of Saturation Magnetization, Anisotropy, and Damping Due to Ni Implantation in Thin Ni<sub>81</sub>Fe<sub>19</sub> Layers. *Applied Physics Letters* **88**, 252501 (2006), doi:10.1063/1.2213948.
139. Volkert, C.A.; Minor, A.M.; Focused Ion Beam Microscopy and Micromachining. *MRS Bull.* **32**, 389–399 (2007), doi:10.1557/mrs2007.62.
140. Lindquist, N.C.; Nagpal, P.; McPeak, K.M.; Norris, D.J.; Oh, S.-H.; Engineering Metallic Nanostructures for Plasmonics and Nanophotonics. *Rep. Prog. Phys.* **75**, 036501 (2012), doi:10.1088/0034-4885/75/3/036501.
141. Kerr, J.; XLIII. *On Rotation of the Plane of Polarization by Reflection from the Pole of a Magnet.* *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science* **3**, 321–343 (1877), doi:10.1080/14786447708639245.
142. Faraday, M.; Faraday, M.; Collin, W.; Royal Society (Great Britain); Burndy Library; *On the Magnetization of Light and the Illumination of Magnetic Lines of Force*; The Royal Society: [London; (1846);
143. Voigt, W.; *Doppelbrechung von im Magnetfeld befindlichem Natriumdampf in der Richtung normal zu den Kraftlinien (Birefringence of sodium vapour in a magnetic field along a direction perpendicular to the lines of force)* [W:] *Nachrichten von der Gesellschaft der Wissenschaften zu Göttingen*; pp. 355–359; (1898).
144. Voigta Zjawisko. *Encyklopedia PWN* 2023.
145. Matlak, K.; Badanie Magnetycznych Przejść Fazowych z Zastosowaniem Obrazowania Magnetoptycznego oraz Jądrowego Rezonansowego Rozpraszania Promieniowania Synchrotronowego. Rozprawa Doktorska, Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica: Kraków(2013).
146. Frąckowiak, Ł.; Kuświk, P.; Chaves-O’Flynn, G.D.; Urbaniak, M.; Matczak, M.; Michałowski, P.P.; Maziewski, A.; Reginka, M.; Ehresmann, A.; Stobiecki, F.; Magnetic Domains without Domain Walls: A Unique Effect of He<sup>+</sup> Ion Bombardment in Ferrimagnetic Tb/Co Films. *Phys. Rev. Lett.* **124**, 047203 (2020), doi:10.1103/PhysRevLett.124.047203.

147. Binnig, G.; Quate, C.F.; Gerber, Ch.; Atomic Force Microscope. *Phys. Rev. Lett.* **56**, 930–933 (1986), doi:10.1103/PhysRevLett.56.930.
148. Burnham, N.A.; Colton, R.J.; Measuring the Nanomechanical Properties and Surface Forces of Materials Using an Atomic Force Microscope. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films* **7**, 2906–2913 (1989), doi:10.1116/1.576168.
149. Burnham, N.A.; Dominguez, D.D.; Mowery, R.L.; Colton, R.J.; Probing the Surface Forces of Monolayer Films with an Atomic-Force Microscope. *Phys. Rev. Lett.* **64**, 1931–1934 (1990), doi:10.1103/PhysRevLett.64.1931.
150. Albrecht, T.R.; Dovek, M.M.; Lang, C.A.; Grütter, P.; Quate, C.F.; Kuan, S.W.J.; Frank, C.W.; Pease, R.F.W.; Imaging and Modification of Polymers by Scanning Tunneling and Atomic Force Microscopy. *Journal of Applied Physics* **64**, 1178–1184 (1988), doi:10.1063/1.341881.
151. Girard, P.; Electrostatic Force Microscopy: Principles and Some Applications to Semiconductors. *Nanotechnology* **12**, 485–490 (2001), doi:10.1088/0957-4484/12/4/321.
152. Bridger, P.M.; Bandić, Z.Z.; Piquette, E.C.; McGill, T.C.; Measurement of Induced Surface Charges, Contact Potentials, and Surface States in GaN by Electric Force Microscopy. *Applied Physics Letters* **74**, 3522–3524 (1999), doi:10.1063/1.124148.
153. Schönenberger, C.; Alvarado, S.F.; Understanding Magnetic Force Microscopy. *Z. Physik B - Condensed Matter* **80**, 373–383 (1990), doi:10.1007/BF01323519.
154. Hartmann, U.; Magnetic Force Microscope. *Annu. Rev. Mater. Sci.* **29**, 53–87 (1999), doi:10.1146/annurev.matsci.29.1.53.
155. Tortorese, M.; Yamada, H.; Barrett, R.C.; Quate, C.F.; Atomic Force Microscopy Using a Piezoresistive Cantilever. [W:] Proceedings of the TRANSDUCERS '91: 1991 International Conference on Solid-State Sensors and Actuators. Digest of Technical Papers; IEEE: San Francisco, CA, USA, 1991; pp. 448–451.
156. Folch, A.; Wrighton, M.S.; Schmidt, M.A.; Microfabrication of Oxidation-Sharpended Silicon Tips on Silicon Nitride Cantilevers for Atomic Force Microscopy. *J. Microelectromech. Syst.* **6**, 303–306 (1997), doi:10.1109/84.650126.
157. Reagan, M.A.; Kashyn, D.; Juhl, S.; Vaia, R.A.; Lyuksyutov, S.F.; Electric Charging and Nanostructure Formation in Polymeric Films Using Combined Amplitude-Modulated Atomic Force Microscopy-Assisted Electrostatic Nanolithography and Electric Force Microscopy. *Applied Physics Letters* **93**, 033109 (2008), doi:10.1063/1.2957985.
158. Kowacz, M.; Właściwości magnetyczne układów cienkowarstwowych typu NiO/Co/Au i NiO/Co/NiO. Rozprawa Magisterska, Politechnika Poznańska: Poznań (2018).
159. Kowacz, M.; Anastaziak, B.; Schmidt, M.; Stobiecki, F.; Kuświk, P.; Strong Interfacial Perpendicular Magnetic Anisotropy in Exchange-Biased NiO/Co/Au and NiO/Co/NiO Layered Systems. *Materials* **14**, 1237 (2021), doi:10.3390/ma14051237.
160. Kowacz, M.; Mazalski, P.; Sveklo, I.; Matczak, M.; Anastaziak, B.; Guzowska, U.; Dhiman, A.K.; Madej, E.; Maziewski, A.; Kuświk, P.; i in.; Strong Interfacial

- Dzyaloshinskii–Moriya Induced in Co Due to Contact with NiO. *Sci Rep* **12**, 12741 (2022), doi:10.1038/s41598-022-16997-4.
161. Jamet, J.-P.; Lemerle, S.; Meyer, P.; Ferré, J.; Bartenlian, B.; Bardou, N.; Chappert, C.; Veillet, P.; Rousseaux, F.; Decanini, D.; i in.; Dynamics of the Magnetization Reversal in Au/Co/Au Micrometer-Size Dot Arrays. *Phys. Rev. B* **57**, 14320–14331 (1998), doi:10.1103/PhysRevB.57.14320.
  162. Pommier, J.; Meyer, P.; Pénissard, G.; Ferré, J.; Bruno, P.; Renard, D.; Magnetization Reversal in Ultrathin Ferromagnetic Films with Perpendicular Anisotropy: Domain Observations. *Phys. Rev. Lett.* **65**, 2054–2057 (1990), doi:10.1103/PhysRevLett.65.2054.
  163. Bandiera, S.; Sousa, R.R.; Rodmacq, B.B.; Dieny, B.; Asymmetric Interfacial Perpendicular Magnetic Anisotropy in Pt/Co/Pt Trilayers. *IEEE Magn. Lett.* **2**, 3000504–3000504 (2011), doi:10.1109/LMAG.2011.2174032.
  164. Rodmacq, B.; Manchon, A.; Ducruet, C.; Auffret, S.; Dieny, B.; Influence of Thermal Annealing on the Perpendicular Magnetic Anisotropy of Pt/Co/AlO<sub>x</sub> Trilayers. *Phys. Rev. B* **79**, 024423 (2009), doi:10.1103/PhysRevB.79.024423.
  165. Lau, Y.-C.; Chi, Z.; Taniguchi, T.; Kawaguchi, M.; Shibata, G.; Kawamura, N.; Suzuki, M.; Fukami, S.; Fujimori, A.; Ohno, H.; i in.; Giant Perpendicular Magnetic Anisotropy in Ir/Co/Pt Multilayers. *Phys. Rev. Materials* **3**, 104419 (2019), doi:10.1103/PhysRevMaterials.3.104419.
  166. Kootte, A.; Haas, C.; Groot, R.A. de; The Electronic Structure of Ordered Binary Co-Pt Compounds. *J. Phys.: Condens. Matter* **3**, 1133–1152 (1991), doi:10.1088/0953-8984/3/9/009.
  167. Mazalski, P.; Anastaziak, B.; Kuświk, P.; Kurant, Z.; Sveklo, I.; Maziewski, A.; Demagnetization of an Ultrathin Co/NiO Bilayer with Creation of Submicrometer Domains Controlled by Temperature-Induced Changes of Magnetic Anisotropy. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **508**, 166871 (2020), doi:10.1016/j.jmmm.2020.166871.
  168. Kuświk, P.; Gastelois, P.L.; Głowiński, H.; Przybylski, M.; Kirschner, J.; Impact of Orthogonal Exchange Coupling on Magnetic Anisotropy in Antiferromagnetic Oxides/Ferromagnetic Systems. *J. Phys.: Condens. Matter* **28**, 425001 (2016), doi:10.1088/0953-8984/28/42/425001.
  169. Johnson, M.T.; Bloemen, P.J.H.; Broeder, F.J.A. den; Vries, J.J. de; Magnetic Anisotropy in Metallic Multilayers. *Rep. Prog. Phys.* **59**, 1409–1458 (1996), doi:10.1088/0034-4885/59/11/002.
  170. Chen, X.; Feng, C.; Long Wu, Z.; Yang, F.; Liu, Y.; Jiang, S.; Hua Li, M.; Hua Yu, G.; Interfacial Oxygen Migration and Its Effect on the Magnetic Anisotropy in Pt/Co/MgO/Pt Films. *Applied Physics Letters* **104**, 052413 (2014), doi:10.1063/1.4864184.
  171. Timopheev, A.A.; Sousa, R.; Chshiev, M.; Nguyen, H.T.; Dieny, B.; Second Order Anisotropy Contribution in Perpendicular Magnetic Tunnel Junctions. *Sci Rep* **6**, 26877 (2016), doi:10.1038/srep26877.
  172. Sort, J.; Dieny, B.; Nogués, J.; Exchange Bias in Antiferromagnetic-Ferromagnetic-Antiferromagnetic Structures with out-of-Plane Magnetization. *Phys. Rev. B* **72**, 104412 (2005), doi:10.1103/PhysRevB.72.104412.

173. Przybylska, D.; Wpływ warstwy buforowej na właściwości magnetyczne układów cienkowarstwowych bufor/Au/Co/NiO/Au. Rozprawa Inżynierska, Politechnika Poznańska: Poznań (2016).
174. Mossaneck, R.J.O.; Domínguez-Cañizares, G.; Gutiérrez, A.; Abbate, M.; Díaz-Fernández, D.; Soriano, L.; Effects of Ni Vacancies and Crystallite Size on the O 1s and Ni 2p X-Ray Absorption Spectra of Nanocrystalline NiO. *J. Phys.: Condens. Matter* **25**, 495506 (2013), doi:10.1088/0953-8984/25/49/495506.
175. Fingerle, M.; Tengeler, S.; Calvet, W.; Jaegermann, W.; Mayer, T.; Sputtered Nickel Oxide Thin Films on N-Si(100)/SiO<sub>2</sub> Surfaces for Photo-Electrochemical Oxygen Evolution Reaction (OER): Impact of Deposition Temperature on OER Performance and on Composition before and after OER. *J. Electrochem. Soc.* **167**, 136514 (2020), doi:10.1149/1945-7111/abbcdf.
176. Damon, R.W.; Eshbach, J.R.; Magnetostatic Modes of a Ferromagnetic Slab. *Journal of Applied Physics* **31**, S104–S105 (1960), doi:10.1063/1.1984622.
177. Kim, N.-H.; Han, D.-S.; Jung, J.; Cho, J.; Kim, J.-S.; Swagten, H.J.M.; You, C.-Y.; Improvement of the Interfacial Dzyaloshinskii-Moriya Interaction by Introducing a Ta Buffer Layer. *Applied Physics Letters* **107**, 142408 (2015), doi:10.1063/1.4932550.
178. Belmeguenai, M.; Adam, J.-P.; Roussigné, Y.; Eimer, S.; Devolder, T.; Kim, J.-V.; Cherif, S.M.; Stashkevich, A.; Thiaville, A.; Interfacial Dzyaloshinskii-Moriya Interaction in Perpendicularly Magnetized Pt/Co/AlO<sub>x</sub> Ultrathin Films Measured by Brillouin Light Spectroscopy. *Phys. Rev. B* **91**, 180405 (2015), doi:10.1103/PhysRevB.91.180405.
179. Boulle, O.; Vogel, J.; Yang, H.; Pizzini, S.; de Souza Chaves, D.; Locatelli, A.; Menteş, T.O.; Sala, A.; Buda-Prejbeanu, L.D.; Klein, O.; i in.; Room-Temperature Chiral Magnetic Skyrmions in Ultrathin Magnetic Nanostructures. *Nature Nanotech* **11**, 449–454 (2016), doi:10.1038/nnano.2015.315.
180. Cho, J.; Kim, N.-H.; Lee, S.; Kim, J.-S.; Lavrijsen, R.; Solignac, A.; Yin, Y.; Han, D.-S.; van Hoof, N.J.J.; Swagten, H.J.M.; i in.; Thickness Dependence of the Interfacial Dzyaloshinskii-Moriya Interaction in Inversion Symmetry Broken Systems. *Nat Commun* **6**, 7635 (2015), doi:10.1038/ncomms8635.
181. Kurant, Z.; Jena, S.K.; Gieniusz, R.; Guzowska, U.; Kisielewski, M.; Mazalski, P.; Sveklo, I.; Pietruczik, A.; Lynnyk, A.; Wawro, A.; i in.; Magnetic Ordering in Epitaxial Ultrathin Pt/W/Co/Pt Layers. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **558**, 169485 (2022), doi:10.1016/j.jmmm.2022.169485.
182. Kowacz, M.; Matczak, M.; Schmidt, M.; Stobiecki, F.; Kuświk, P.; Correlation between Anisotropy and Concentration Profiles of Ir/Co/Pt System Modified by Ga<sup>+</sup> Bombardment with Different Energies. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **587**, 171271 (2023), doi:10.1016/j.jmmm.2023.171271.
183. Mazalski, P.; Ohnouteck, L.; Sveklo, I.; Beran, L.; Kurant, Z.; Powroźnik, W.; Wawro, A.; Liedke, M.O.; Butterling, M.; Wagner, A.; i in.; Ultrathin Co Films with Pt and Au Covers—Magnetic and Structural Properties Driven by Ga<sup>+</sup> Ion Irradiation. *New J. Phys.* **23**, 023015 (2021), doi:10.1088/1367-2630/abde6d.
184. Kim, N.-H.; Jung, J.; Cho, J.; Han, D.-S.; Yin, Y.; Kim, J.-S.; Swagten, H.J.M.; You, C.-Y.; Interfacial Dzyaloshinskii-Moriya Interaction, Surface Anisotropy Energy, and

Spin Pumping at Spin Orbit Coupled Ir/Co Interface. *Applied Physics Letters* **108**, 142406 (2016), doi:10.1063/1.4945685.

185. Moreau-Luchaire, C.; Moutafis, C.; Reyren, N.; Sampaio, J.; Vaz, C.A.F.; Van Horne, N.; Bouzehouane, K.; Garcia, K.; Deranlot, C.; Warnicke, P.; i in.; Additive Interfacial Chiral Interaction in Multilayers for Stabilization of Small Individual Skyrmions at Room Temperature. *Nature Nanotech* **11**, 444–448 (2016), doi:10.1038/nnano.2015.313.
186. Dhiman, A.K.; Gieniusz, R.; Gruszecki, P.; Kisielewski, J.; Matczak, M.; Kurant, Z.; Sveklo, I.; Guzowska, U.; Tekielak, M.; Stobiecki, F.; i in.; Magnetization Statics and Dynamics in (Ir/Co/Pt)<sub>6</sub> Multilayers with Dzyaloshinskii–Moriya Interaction. *AIP Advances* **12**, 045007 (2022), doi:10.1063/9.0000339.