

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

ANALÝZA GMG HETEROSTRUKTUR METODOU SIMS

ANALYSIS OF GMR HETEROSTRUCTURES BY SIMS

DIPLOMOVÁ PRÁCE
DIPLOMA THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

MARTIN MITÁŠ

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

Ing. PETR BÁBOR, Ph.D.

BRNO 2008

Abstrakt/Abstract

Název: Analýza GMR heterostruktur metodou SIMS

Autor: Martin Mitáš

Ústav: Ústav Fyzikálního Inženýrství

Vedoucí diplomové práce: Ing. Petr Bábor Ph.D.

Abstrakt:

Tato diplomová práce se zabývá studiem magnetických multivrstev, skládajících se z vrstev NiFe, Co a CoO. Byl studován vliv depozičních podmínek na magnetické vlastnosti těchto multivrstev. Pomocí hloubkového profilování metodou SIMS byl optimalizován depoziční proces. Podařilo se vytvořit oxidační postup, který zvýšil koercitivitu multivrstvy Co/CoO z původní hodnoty 3,9 mT na hodnotu 7,4 mT.

Klíčová slova: SIMS, GMR, heterostruktura

Title: Analysis of GMR heterostructures by SIMS

Author: Martin Mitáš

Department: Department of Physical Engineering

Supervisor: Ing. Petr Bábor Ph.D.

Abstract:

This diploma project deals with study of magnetic multilayers composed of NiFe, Co and CoO layers. Influences of deposition conditions on magnetic properties were studied. Analysis of these multilayers was performed using depth profiling by SIMS to optimize deposition process. The coercivity of Co/CoO multilayer was increased from 3.9 mT to 7.4 mT by developed procedure of Co oxidation.

Keywords: SIMS, GMR, heterostructure

Bibliografická citace mé práce

MITÁŠ, M. *Analýza GMR heterostruktur metodou SIMS*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2008. 67 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Petr Bábor, Ph.D.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracoval zcela samostatně, pouze pod odborným vedením ing. Petra Bábora. Také veškerá literatura použitá při vypracování je uvedena na příslušném místě a v textu řádně ocitována.

Martin Mitáš

Poděkování

Rád bych poděkoval všem, kteří mi byli jakkoli nápomocni v průběhu celého studia a při vypracování této diplomové práce. Jmenovitě chci poděkovat Ing. Petru Bátorovi za odborné vedení při měření a vypracování úkolů diplomové práce. Také chci poděkovat Prof. Tomáši Šikolovi, bez kterého by tato práce nemohla být uskutečněna. Chci vyjádřit své díky Ing. Vojtěchu Uhlířovi, Ing. Stanislavu Průšovi a Ing. Michalu Urbánkovi za cenné připomínky k diplomové práci a za pomoc při měření. Velké díky patří i моým rodičům za veškerou psychickou a materiální podporu nejen v době mého studia.

Martin Mitáš

OBSAH

ÚVOD	11
1 METODA SIMS	13
1.1 Hloubkový profil	17
2 MAGNETICKÉ VLASTNOSTI LÁTEK.....	19
2.1 Elektronová struktura atomu	19
2.2 Magnetismus.....	20
2.3 Rozdělení magnetických látek.....	21
2.4 GMR efekt v tenkých vrstvách.....	25
3 EXPERIMENTALNÍ USPOŘÁDÁNÍ SIMS A DEPOZIČNÍHO PROCESU	29
3.1 Aparatura SIMS	29
3.2 Postup měření SIMS	31
3.3 Depoziční aparatura	35
4 INSTALACE POČÍTAČEM ŘÍZENÉ REGULACE TLAKU	37
5 KOBALT A OXIDY KOBALTU	39
6 EXPERIMENT	43
6.1 Příprava magnetických vrstev	43
6.2 Analýza magnetických vrstev.....	44
ZÁVĚR	59
LITERATURA	61
DODATKY.....	63

Úvod

Fenomén Giant Magneto-Rezistance (GMR) byl objeven v roce 1988 ve skupině prof. Petera Grünberga v Jülichově výzkumném centru v Německu [14]. GMR zde bylo pozorováno na trojvrstvách Fe/Cr/Fe. Výzkum GMR probíhal také ve skupině prof. Alberta Fert na pařížské univerzitě ve Francii. Zde byly zkoumány multivrstvy Fe/Cr. Grünberg a Fert obdrželi za příspěvky na poli spintroniky v roce 2007 Nobelovu cenu za fyziku.

Na Ústavu fyzikálního inženýrství (ÚFI) při Fakultě strojní, Vysokého učení technického v Brně probíhá výzkum GMR efektu multivrstev NiFe/Cu/Co. Zvláštní pozornost je věnována výzkumu kobaltu a oxidů kobaltu.

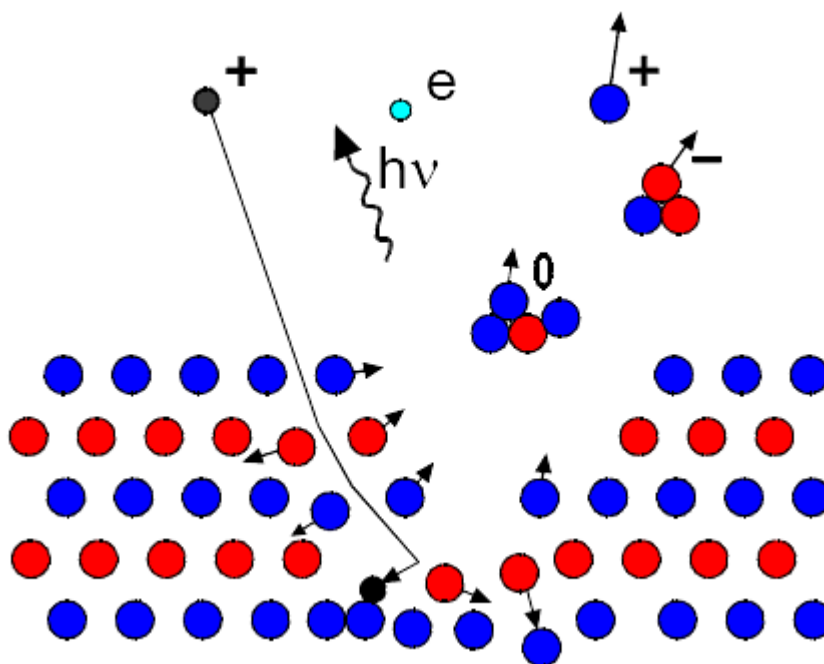
Feromagnetické materiály jako Co a NiFe vykazují anizotropní magnetorezistenci (AMR), jako projev svých spinově závislých transportních vlastností. GMR je vlastnost trojvrstvy tj. dvou feromagnetických tenkých vrstev oddělených vodivou nemagnetickou vrstvou. Ne každá tato trojvrstva vykazuje GMR efekt, záleží na pásové struktuře složek (spinové polarizaci, atd), tloušťce vrstev (elektron musí „navštívit“ obě feromagnetické vrstvy). Závisí ovšem také na kvalitě rozhraní a podstatně i na substrátu. Oxid kobaltu záměrně vytvořený při depozicích multivrstev je antiiferomagnetický materiál. Na rozhraní kobaltu a oxidu kobaltu dochází k výměnné interakci a tím se zvyšuje koercitivita kobaltové tenké vrstvy.

Pro výzkum multivrstev obsahujících kobalt a jeho oxidy jsem použil metodu hmotnostní spektroskopie sekundárních iontů (SIMS). Přesněji hloubkové profilování pomocí této metody. Měl jsem za úkol optimalizovat výrobu homogenní vrstvy oxidu kobaltu a tím zvýšit koercitivitu kobaltové vrstvy. Pro znázornění profilu multivrstev byla metoda SIMS ideální. Pro depozici zkoumaných multivrstev byla použita metoda iontového naprašování (IBS). Pomocí analýz provedených metodou SIMS jsem měl zoptimalizovat depoziční proces.

V první kapitole mé diplomové práce se zabývám obecným popisem metody SIMS. Zde jsem vycházel především z publikace [1]. Ve druhé kapitole je podrobněji popsáno magnetické chování látek a také je zde detailněji rozebrán GMR efekt v tenkých vrstvách. V této kapitole jsem čerpal především z [3] a [6]. Třetí kapitola popisuje součásti aparatury SIMS a depozičního procesu, které jsou k dispozici na ÚFI. V této kapitole je také podrobný postup pro měření SIMS na aparatuře v bezprašné laboratoři ÚFI. Ve čtvrté kapitole se zabývám změnami na aparatuře SIMS, které jsem realizoval. V kapitole pět jsou popsány vlastnosti kobaltu a jeho oxidů, jejich vliv na GMR efekt. Poslední šestá kapitola obsahuje popis přípravy magnetických vrstev a kompletní výsledky analýz metodou SIMS. Jsou zde také obsaženy výsledky z mikroskopu atomárních sil (AFM) a z optického Kerrova mikroskopu.

1 Metoda SIMS

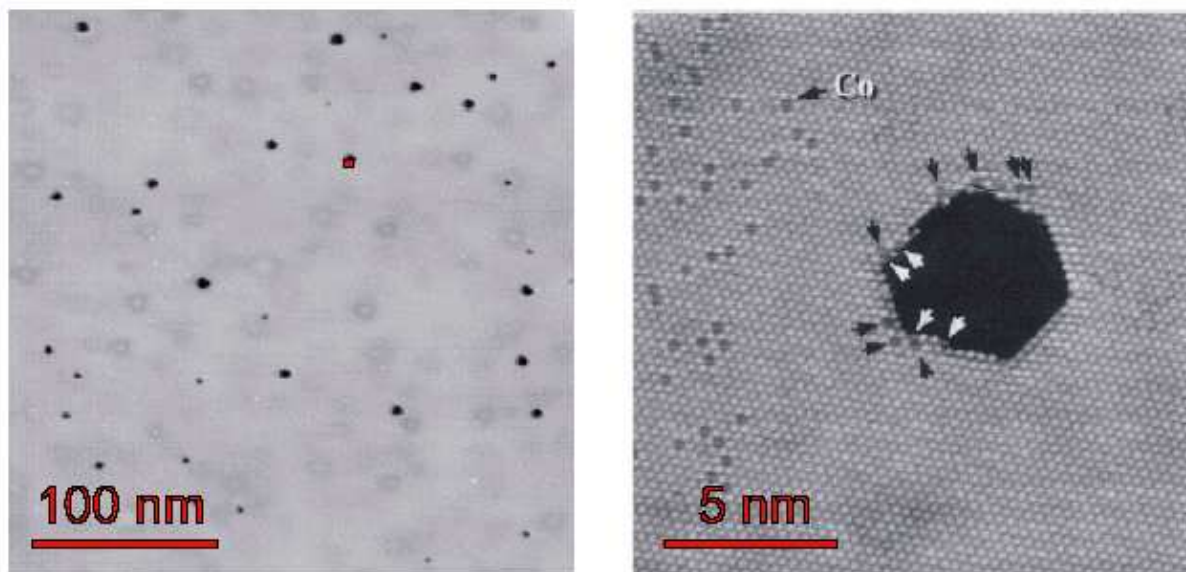
SIMS (Secondary Ion Mass Spectroscopy) [11] je analytická metoda, která je velmi vhodná pro zkoumání tenkých vrstev a povrchů. Metoda využívá svazku nabitých částic (primárních iontů) pro bombardování povrchu zkoumaného vzorku. Energie primárních iontů se může pohybovat v rozmezí 200 eV – 20 keV. Částice vyražené z povrchu primárními ionty nesou informaci o zkoumaném povrchu. Z povrchu mohou být emitovány různé druhy částic (neutrální atomy, elektrony, ionty, fotony) nebo jejich shluky (klastry) [18]. Fyzikální princip je ukázán na **obr. 1**. Pro naše měření mají význam pouze sekundární ionty (ionty vyražené z povrchu zkoumaného vzorku), které detekujeme pomocí hmotnostního filtru.



Obr. 1 Fyzikální princip metody SIMS [1].

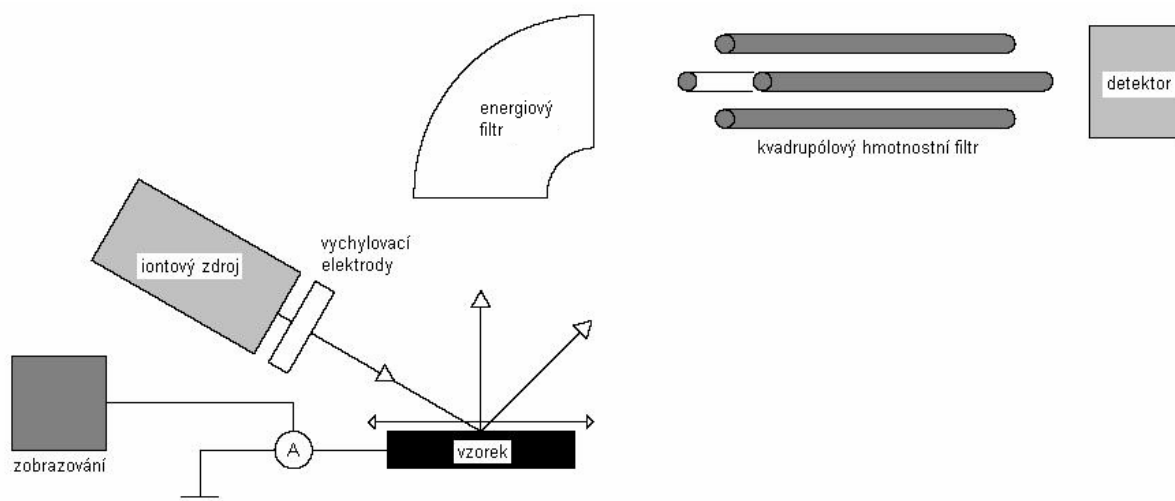
Metoda SIMS má několik výhod oproti ostatním analytickým metodám. SIMS je schopený detekovat i jednu částici z milionu díky nízkému detekčnímu limitu [22]. Při detekci některých prvků můžeme dosáhnout až o tři řády nižší detekční limit. SIMS detekuje všechny prvky a také veškeré izotopy prvků. Můžeme rovněž provádět 3D analýzu [15], [16]. Tato metoda má také své nevýhody a to především destruktivnost. Při vyrážení částic z povrchu vzniká kráter, který nám neumožní další měření ve stejné oblasti vzorku. Nemůžeme také v některých případech odlišit prvky se stejnými, nebo podobnými hmotnostmi. Také citlivost metody se s rostoucím hloubkovým rozlišením snižuje. To je dáno zdrsněním dna kráteru,

případně promixováním atomů při odprašování. **Obr. 2** ilustruje reálný povrch vzorku platiny po dopadu urychlených iontů.



Obr. 2 Povrch platiny (111) po dopadu argonových iontů (5 keV, při 390 °C, 20 s, $I=0,21 \mu\text{A}$) měřený metodou rastrovací tunelové mikroskopie (STM). Každý z kráterů je způsoben dopadem jednoho argonového iontu [27].

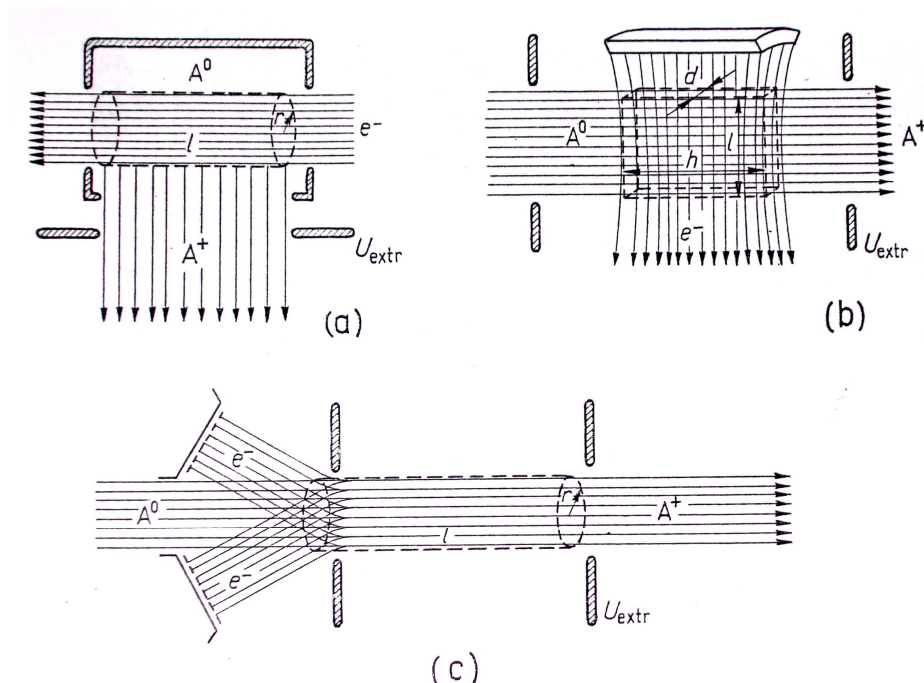
Zařízení SIMS se skládá z několika základních částí. Jedná se o zdroj primárních iontů (iontové dělo), vychylovací elektrody umožňující rastrování svazkem primárních iontů po povrchu vzorku, držák vzorku nastavitelný pro různé úhly dopadu primárních iontů a s možností posuvu pro výběr měřené části vzorku, energiový filtr pro energiovou separaci částic, hmotnostní filtr pro hmotnostní separaci částic a detektor sekundárních iontů. Typické experimentální uspořádání SIMS je ukázáno na **obr. 3**.



Obr. 3 Schéma zařízení pro měření SIMS

Je mnoho různých typů iontových zdrojů: duoplazmatronové iontové zdroje, povrchově ionizační zdroje, zdroje produkující ionty cesia nebo alkalických kovů, zdroje extrahující ionty vysokým elektrostatickým polem z tekutých kovů a elektronově srážkové iontové

zdroje. Právě elektronově srážkový iontový zdroj byl použit při mých experimentech. Princip elektronově srážkového iontového zdroje je následující [2]. V komoře iontového zdroje dochází ke kolizím mezi neutrálními atomy pracovního plynu a elektrony extrahovanými z katody pomocí anody. Při kolizích dochází k ionizaci neutrálních atomů pomocí neelastických srážek. Na **obr. 4** jsou schémata principu tvorby iontového svazku.



Obr. 4 Princip tvorby iontového svazku pomocí elektronů v elektronově srážkovém zdroji [2].

Proud iontů vycházejících ze zdroje je dán :

$$I_i = I_e V n_a \sigma_i. \quad (1.1)$$

Zde I_e je hustota proudu bombardujícího elektronového svazku, V je efektivní objem ionizace, n_a je počet atomů ionizovaných na jednotku objemu, σ_i je ionizační účinný průřez. Počet atomů na jednotku objemu můžeme vypočítat z teploty a tlaku pracovního plynu, který bude ionizován:

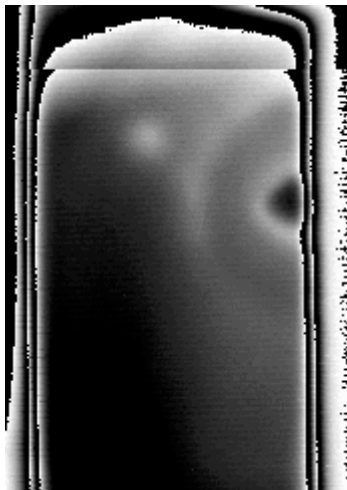
$$n_a = \frac{p}{kT}, \quad (1.2)$$

kde k je Boltzmanova konstanta. Ionty jsou z komory zdroje vytahovány potenciálem U_{extr} , který je přiveden na extrakční elektrodu. Iontový svazek je fokusován pomocí potenciálů přivedených na fokusační elektrody.

Vzorek je umístěn na speciálním manipulátoru, kterým je možné nastavit místo dopadu primárního iontového svazku a nastavit úhel dopadu primárních iontů. Vzorek se transportuje do vakua pomocí magnetické tyče. Při dopadu primárních iontů na vzorek jsou vyráženy z povrchu sekundární částice. Současně s dopadem primárních iontů na vzorek dochází ke kumulaci kladného náboje na jeho povrchu. Přebytek kladného náboje vyvolá proud vzorkem I_C . Ten je podle I. Kirchhoffova zákona dán:

$$I_C = I_{PI} - I_{SI}^+ + I_{SI}^- + I_E, \quad (1.3)$$

zde I_{PI} je proud primárních iontů, I_{SI} je proud sekundárních iontů (kladných i záporných) a I_E je proud sekundárních elektronů. Změny jednotlivých částí celkového proudu během rastrování svazkem vytváří morfologický a materiálový kontrast. Na **obr. 5** je zobrazen vzorek pomocí proudu protékajícího vzorkem.



Obr. 5 Vzorek Al (5 nm)/Co (3 nm)/ Si substrát zobrazený v programu IonImage pomocí proudu protékajícího vzorkem při bombardování povrchu iontovým dělem.

Při bombardování povrchu vzorku iontovým svazkem dochází k vyražení sekundárních iontů do všech směrů. Pro analýzu je nutné přivést sekundární ionty do hmotnostního spektrometru. Sekundární ionty jsou extrahovány a fokusovány pomocí systému elektrostatických čoček na vstupní aperturu analyzátoru. Ionty jsou filtrovány podle energie [17].

Rozlišení hmotnostního filtru je omezené a proto je složité odlišit ionty prvků a molekul s podobnými hmotnostmi a zabránit tak tzv. hmotnostní interferenci ve spektrech. Některé hmotnostní interference lze eliminovat pomocí energiového filtru, protože jednoatomové ionty a ionizované molekuly mají rozdílné energiové rozdělení, způsobené mechanismem odprašování a rozdílnou stabilitou. Energiový filtr umístěný před hmotnostní analyzátor provádí energiovou separaci částic, aby do hmotnostního filtru dopadaly částice pouze s optimální energií. Dojde také k odstínění vysokoenergiových částic, které zvyšují pozadí hmotnostních spekter.

Kvadrupólový hmotnostní analyzátor je jeden z několika druhů analyzátorů. Další možností pro získání hmotnostního spektra je magnetický analyzátor, či analyzátor TOF (Time of Flight). V mých experimentech se využíval výhradně kvadrupólový hmotnostní analyzátor. Na elektrody je přiváděno střídavé napětí, vždy stejné na protilehlých elektrodách. Měření probíhá po určitý čas na každé hmotnosti v rozsahu daného spektrometru. Při měření na jednotlivých hmotnostech je na elektrody kvadrupólu přiváděno napětí takové, aby prošly na detektor jen částice se správnou hmotností a ostatní ionty byly odkloněny.

Signál iontů dopadajících na detektor je zpracován podle toho v jakém režimu hmotnostní spektrometr pracuje. Pokud je signál monitorován v čase, lze jej interpretovat jako hmotnostní spektrum. Hloubkový profil vzorku získáme měřením proudu sekundárních iontů při odprašování vzorku v závislosti na čase.

1.1 Hloubkový profil

Hloubkové profilování se používá pro zjištění koncentrace dopantů [20] v závislosti na hloubce od povrchu. Dále se používá pro analýzu hloubkového profilu multivrstev [21].

Při hloubkovém profilování je kladen důraz na rovnoměrnost odprašování, která je velmi důležitá. Musí se zajistit, aby se proudová hustota svazku měnila minimálně s polohou na vzorku. Rovnoměrného odprašování lze dosáhnout pomocí rozmítání svazku. Při nerovnoměrném odprašování dochází k tzv. kráterovému efektu, kde je hloubkový profil degradován ionty pocházejícími ze stěn kráteru. Kráterový efekt lze odstranit pomocí tzv. *gatingu*. Analyzuje se jen vybranou část sekundárních iontů. Pomocí elektroniky se automaticky vypíná detektor iontů v čase, kdy primární ionty dopadají na okraje kráteru. Sekundární ionty se detekují pouze, když primární ionty dopadají na střed kráteru. Další možností odstranění kráterového efektu je rovněž užití speciální extrakční optiky, kde systém propouští pouze ionty ze středu kráteru.

Mezi jevy snižující hloubkové rozlišení patří také promíchávání atomů [23] vrstev při dopadu primárních iontů. Dalším negativním jevem je zvyšování drsnosti dna kráteru, ke kterému dochází v místech, kde jsou nehomogenity materiálu. V tomto místě se materiál odprašuje nerovnoměrně a tím dochází ke zkreslení hloubkového profilu. Drsnost povrchu snižuje hloubkové rozlišení především ve větších hloubkách.

2 Magnetické vlastnosti látek

2.1 Elektronová struktura atomu

Jelikož je energie v atomu kvantována, jsou elektrony uspořádány do diskrétních energiových hladin. Magnetismus byl vysvětlen pomocí kvantově mechanického modelu atomu. K vybudování kvantového modelu atomu byly zavedeny následující pojmy:

2.1.1 Hlavní kvantové číslo

Hlavní kvantové číslo n určuje energii elektronu v atomu. Nabývá diskrétních hodnot $n = 1, 2, \dots$. Energie elektronu s hlavním kvantovým číslem n je dána výrazem [4]:

$$W_n = -\frac{\hbar \cdot R_\omega}{n^2}, \quad (2.1)$$

kde R_ω je Rydbergova konstanta, $\hbar$ je redukovaná Planckova konstanta. Tato energie se nazývá také ionizační energie.

2.1.2 Vedlejší kvantové číslo

Vedlejší kvantové číslo l popisuje atomovou podslupku (orbital). Také nabývá jen diskrétních hodnot pro $l = 0, 1, 2, \dots, n-1$. Pro každou hodnotu n je dán počet orbitálních momentů hybnosti. Moment hybnosti je dán hodnotou vedlejšího kvantového čísla l . Orbitální moment hybnosti je vyjádřen vztahem:

$$L = \hbar \sqrt{l(l+1)}. \quad (2.2)$$

2.1.3 Magnetické kvantové číslo

Magnetické kvantové číslo m_l určuje orientaci orbitálního momentu hybnosti vzhledem k určité ose z . Při daném vedlejším kvantovém čísle l je navíc ještě $2l+1$ průmětů magnetického momentu do osy z . Magnetické kvantové číslo nabývá hodnot $m_l = l, l-1, l-2, \dots, -l$. Magnetický orbitální moment ve směru osy z je dán:

$$L_z = \hbar \cdot m_l. \quad (2.3)$$

2.1.4 Magnetické spinové kvantové číslo

Spinové kvantové číslo s nabývá pouze hodnoty $1/2$. Magnetické spinové kvantové číslo m_s nabývá hodnot $\pm 1/2$. Spinový moment hybnosti je dán vztahem:

$$S = \hbar \sqrt{s(s+1)}, \quad (2.4)$$

spinový moment hybnosti ve směru osy z nabývá:

$$S_z = \hbar m_s = \pm \frac{1}{2}. \quad (2.5)$$

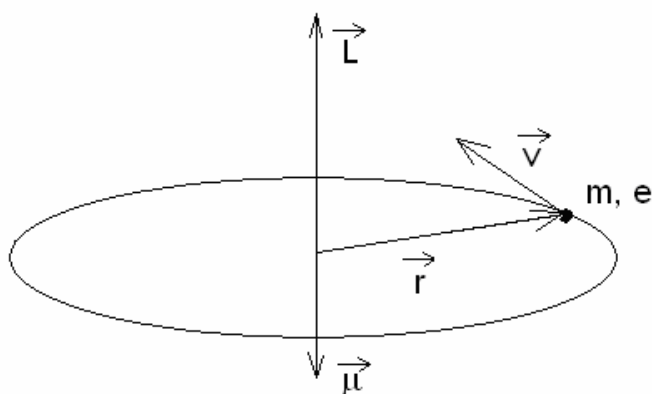
2.2 Magnetismus

2.2.1 Moment hybnosti a magnetický dipólový moment

Celkový magnetický moment $\vec{J}$ volného atomu obsahuje dvě složky, orbitální magnetický moment a spinový magnetický moment.

2.2.1.1 Orbitální magnetický moment

Vznik orbitálního magnetického momentu lze vysvětlit pomocí klasické mechaniky. Na **obr. 6** je znázorněn klasický mechanický model elektronu s momentem hybnosti a magnetickým momentem.



Obr. 6 Moment hybnosti $\vec{L}$ a magnetický moment $\vec{\mu}$ [5].

Moment hybnosti $\vec{L}$ částice o hmotnosti m a náboji $-e$, pohybující se po kružnici o poloměru r rychlostí $\vec{v}$ je dán [24]:

$$\vec{L} = \vec{r} \times \vec{p} = rm\vec{v}. \quad (2.6)$$

Při pohybu elektronu po kruhové dráze kolem jádra vytváří elektron proud I závislý na jeho úhlové rychlosti [5]. Proud I je dán vztahem:

$$I = -\frac{ev}{2\pi r}, \quad (2.7)$$

kde r je vzdálenost elektronu od jádra, v je velikost tečné rychlosti elektronu. Velikost magnetického momentu je poté dána:

$$\mu = IS = -\frac{evr}{2}, \quad (2.8)$$

kde S je plocha kterou ohraničuje trajektorie elektronu. Pokud dosadím z (2.6) do (2.8), dostáváme magnetický moment daný orbitálním pohybem elektronu, který je úměrný jeho momentu hybnosti:

$$\vec{\mu} = -\frac{e}{2m} \vec{L}. \quad (2.9)$$

Jak je již uvedeno výše je orbitální moment hybnosti kvantován.

2.2.1.2 Spinový magnetický moment

Díky Sternovu-Gerlachovu pokusu [24] bylo prokázáno prostorové kvantování a tím i existence spinu. Poměr spinového momentu hybnosti a spinového magnetického momentu je dvakrát menší, než při elektronovém orbitálním pohybu. Vztah mezi spinovým momentem hybnosti a jeho magnetickým momentem je:

$$\vec{\mu}_s = -\frac{e}{m} \vec{S}. \quad (2.10)$$

Elektron kromě svého orbitálního pohybu provádí i pohyb kolem vlastní osy. Stejně jako u orbitálního pohybu elektronu, je i spinový moment hybnosti kvantován.

2.2.1.3 Celkový magnetický moment

Elektrony v izolovaném atomu vytvářejí orbitální i spinový magnetický moment. Oba tyto momenty se sčítají [25]. Celkový magnetický moment atomu je:

$$\vec{\mu} = -g \frac{e}{2m} \vec{J}, \quad (2.11)$$

zde g je Landého g faktor, nabývající hodnot $\langle 1, 2 \rangle$ podle převládajícího magnetického momentu [7]. Pro čistě orbitální magnetický moment je g rovno jedné a pro spinový magnetický moment je g rovno dvěma. $\vec{J}$ je celkový moment hybnosti, který je vektorovým součtem orbitálních momentů hybnosti a spinových momentů hybnosti.

Jelikož jsou orbitální magnetické momenty i spinové magnetické momenty kvantovány, jsou kvantovány i celkové magnetické momenty. Celkový magnetický moment je dán:

$$\mu = -g \frac{e}{2m} \hbar \sqrt{j(j+1)} = -\mu_B g \sqrt{j(j+1)}, \quad (2.12)$$

kde μ_B je Bohrov magneton [7] a j je celkové kvantové číslo. Magnetické momenty elektronů a jiných elementárních částic jsou násobky μ_B .

2.3 Rozdělení magnetických látek

Důležitou veličinou pro magnetické vlastnosti látek je magnetická susceptibilita. Ta je dána vztahem [4]:

$$\vec{M} = \chi \cdot \vec{H}, \quad (2.13)$$

zde H je velikost vektoru intenzity vnějšího magnetického pole a M je velikost vektoru magnetizace látky. Podle hodnoty susceptibility a chování magnetických materiálů ve vnějším magnetickém poli je dělíme na 1. diamagnetika, 2. paramagnetika, 3. feromagnetika.

2.3.1 Diamagnetika

Pro popis diamagnetismu atomů a iontů se využívá Larmorova teorému [7]. Proud způsobený vnějším magnetickým polem má takový směr, že jím vytvořené magnetické pole je opačné k vnějšímu magnetickému poli. Diamagnetické látky mají nulový magnetický moment bez přítomnosti vnějšího magnetického pole. Elektronů, které způsobují proud indukovaný vnějším magnetickým polem obíhají kolem jádra s úhlovou frekvencí:

$$\omega = \frac{eB}{2m}, \quad (2.14)$$

kde e je jednotkový náboj, B velikost magnetické indukce, m je hmotnost elektronu. Proud Z elektronů obíhajících kolem jádra atomu je dán:

$$I = -Ze \cdot \frac{eB}{4\pi m}. \quad (2.15)$$

Z proudu protékajícího smyčkou a plochy této smyčky vypočítáme magnetický moment μ proudové smyčky:

$$\mu = -\frac{Ze^2 B}{4m} \langle \rho^2 \rangle, \quad (2.16)$$

kde ρ je poloměr proudové smyčky. Magnetická susceptibilita jednotkového objemu je podle předešlých vztahů dána:

$$\chi = \frac{\mu_0 N \mu}{B} = -\frac{\mu_0 N Ze^2}{4m} \langle \rho^2 \rangle, \quad (2.17)$$

kde N je počet elektronů v jednotkovém objemu. Diamagnetika mají susceptibilitu $\chi < 0$ [7].

2.3.2 Paramagnetika

Jednotlivé atomy v paramagnetickém materiálu mají nenulový magnetický moment i bez přiloženého vnějšího magnetického pole. Magnetické momenty atomů jsou však zcela náhodně orientovány. Proto je vnější magnetický moment paramagnetické látky nulový. Po přiložení vnějšího magnetického pole se magnetické momenty atomu natočí do směru vnějšího magnetického pole. Paramagnetismus se projevuje u prvků, které mají nevykompenzovaný počet spinů, protože celkový spinový magnetický moment nemůže být nulový. Magnetizace a tím i magnetická susceptibilita paramagnetické látky je silně závislá na teplotě. Tuto tepelnou závislost určíme z Curieova zákona [7]:

$$\chi = \frac{T_C}{T}, \quad (2.18)$$

kde T_C je Curieova teplota charakteristická pro danou látku a T je teplota. Magnetická susceptibilita paramagnetických materiálů je $\chi > 0$.

2.3.3 Feromagnetika

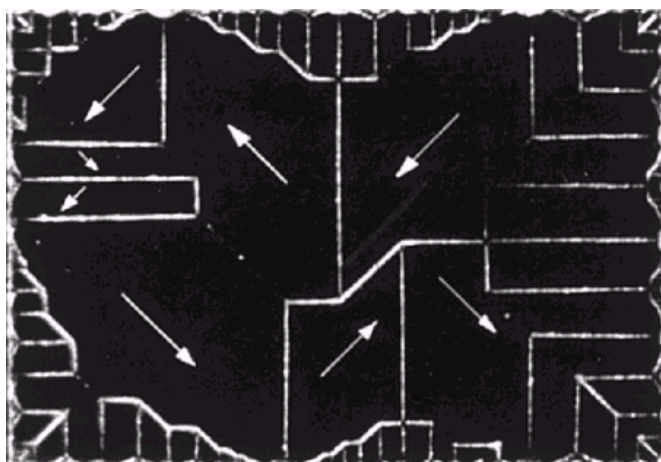
Feromagnetikum má spontánní magnetický moment, tj. nenulový magnetický moment i v nulovém vnějším magnetickém poli. Existence spontánního magnetického momentu svědčí o tom, že elektronové spiny a magnetické momenty jsou pravidelně uspořádány. Pravidelné uspořádání magnetických momentů je výsledek kvantového jevu zvaného výměnná interakce. Při procesu výměnné interakce se spiny elektronů jednoho atomu vzájemně ovlivňují se spiny sousedních atomů. Souhlasná orientace magnetických momentů překonává rušivý vliv náhodných vzájemných srážek. Úplné seřazení magnetických dipólových momentů ve vnějším magnetickém poli se nazývá saturace.

2.3.3.1 Curieova teplota

Pokud dojde k zahřátí feromagnetického materiálu nad kritickou hodnotu, nazývanou Curieova teplota, výměnná interakce již k pravidelnému uspořádání magnetických momentů nepostačí a materiál se stane paramagnetickým. Magnetické dipóly stále jeví snahu uspořádat se podle vnějšího magnetického pole, ale mnohem slaběji. Náhodné srážky poté mohou snadno narušit jejich uspořádání.

2.3.3.2 Magnetické domény

Při teplotách pod Curieovým bodem jsou magnetické dipólové momenty feromagnetika v podstatě všechny srovnány. Přesto však magnetický moment celého materiálu může být menší než nasycený magnetický moment a k nasycení materiálu je zapotřebí použít vnější magnetické pole. Reálný feromagnetický materiál je složen z malých oblastí, zvaných domény. uvnitř každé domény je lokální magnetizace nasycena. Směry magnetizace různých domén nemusí být rovnoběžné. Uspořádání domén se zhruba nulovým výsledným magnetickým momentem je zobrazeno na **obr. 7**.



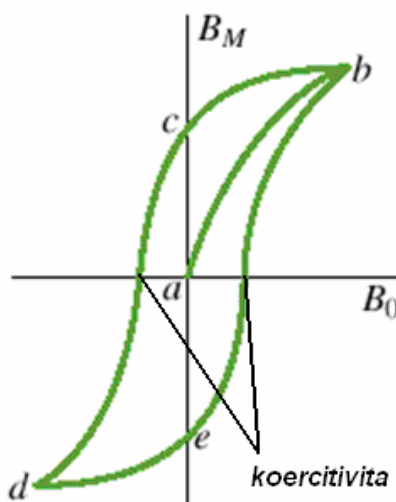
Obr. 7 Feromagnetická doménová struktura na monokrystalické destičce niklu. Bílé čáry ukazují hranice domén, bílé šipky směry magnetizace. Směr magnetizace v doméně je určen zvětšováním nebo zmenšováním magnetické domény ve vnějším magnetickém poli [6].

Ke zvýšení magnetického momentu materiálu vlivem vnějšího magnetického pole dochází dvěma nezávislými procesy:

1. Ve slabých polích se zvětšuje objem magnetických domén výhodně orientovaných vzhledem k vnějšímu magnetickému poli na úkor domén orientovaných nevýhodně. Tento proces je vratný a po odstranění vnějšího magnetického pole se objem magnetických domén opět vyrovná.
2. V silných vnějších magnetických polích se magnetické domény natočí ve směru vnějšího pole.

2.3.3.3 Hystereze

Křivky magnetizace feromagnetických materiálů nemají stejný průběh v procesu zesilování a v procesu zeslabování vnějšího magnetického pole. **Obr. 8** znázorňuje průběh magnetizace, závislost výsledného magnetického pole B_M způsobeného uspořádáním magnetických domén na vnějším magnetickém poli B_0 , feromagnetického materiálu.

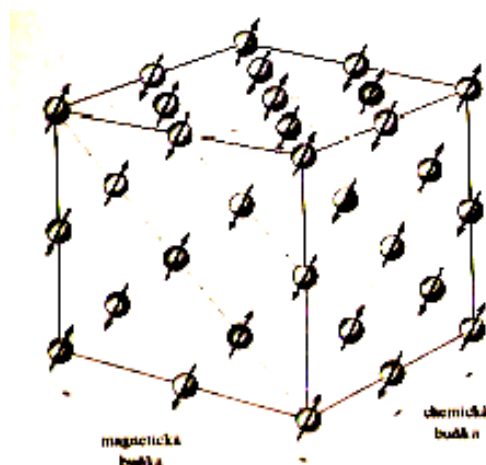


Obr. 8 Magnetizační křivka (ab) pro feromagnetický materiál a příslušná hysterezi křivka (bcdeb) [6].

Bod (a) odpovídá nezmagnetovanému materiálu. Do bodu (b) se dostaneme po dosažení maximálního vnějšího magnetického pole. Dále se snižuje magnetické pole k nule (c). Obrácením směru vnějšího magnetického pole a zvýšením na maximální hodnotu se dostáváme do (d). Následným snižováním pole směrem k nule (e) a opětovným obrácením polarity a zvyšováním do maximální hodnoty pole se dostaneme opět do (b). Zajímavé je, že v bodech (c) a (e) je materiál zmagnetován i když na něj nepůsobí vnější magnetické pole. Tento jev se nazývá permanentní magnetismus (remanence). Hysterezi lze vyložit pomocí magnetických domén. Pohyby hranic domén a změna orientace jejich směru v důsledku vnějšího magnetického pole nejsou zcela vratné děje.

2.3.3.4 Antiferomagnetika

Antiferomagnetikum je zvláštní případ feromagnetika. Spiny v antiferomagnetiku jsou uspořádány antiparalelně a dávají výsledný nulový magnetický moment pod teplotou uspořádání, nazývanou Néelova teplota. Na **obr. 9** je znázorněno spinové uspořádání antiferomagnetika.



Obr. 9 Uspořádaný systém spinů iontů Mn^{2+} v oxidu manganatém MnO podle výsledků neutronové difrakce. Ionty O^{2-} nejsou zobrazeny [7].

2.3.4 Magnetické vlastnosti tenkých vrstev

Magnetické vlastnosti, které vykazují tenké vrstvy jsou jiné, než magnetické vlastnosti v objemovém materiálu. Po zmagnetování feromagnetického materiálu dojde k vytvoření magnetických pólů. Za přítomnosti magnetických pólů se vytvoří demagnetizační pole $\vec{H}_d$, které je opačné ke směru magnetizace. Demagnetizační pole je dáno:

$$\vec{H}_d = -N \cdot \vec{M}, \quad (2.19)$$

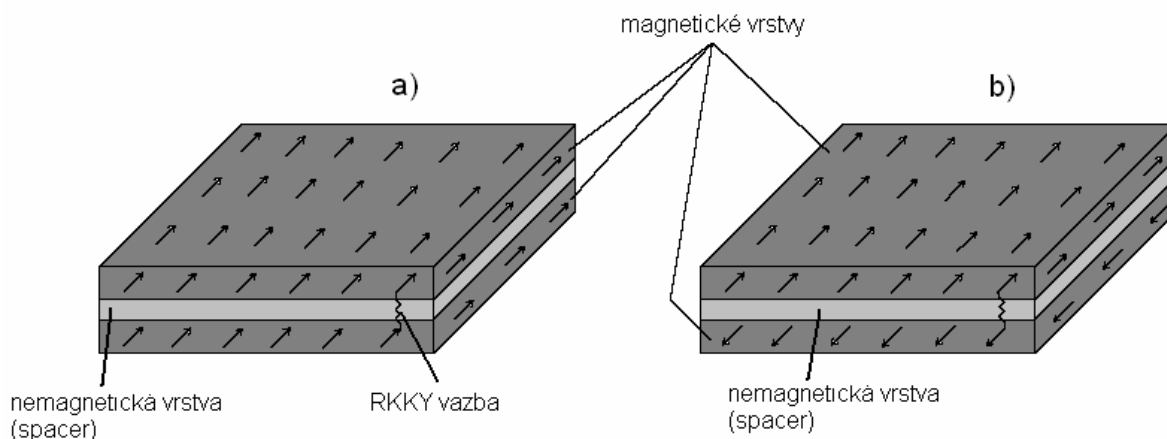
kde N je demagnetizační faktor, který je závislý na tvaru materiálu [8], a M je velikost magnetizace. Pro tenké vrstvy má demagnetizační faktor velikost přibližně 4π v kolmém směru na rovinu povrchu vrstvy. Ve vrstvách jako jsou slitiny železa a niklu (např. $Ni_{80}Fe_{20}$) může být demagnetizační pole až $10^6 \text{ A}\cdot\text{m}^{-1}$. V rovnoběžné rovině s rovinou vrstvy je demagnetizační pole menší.

Při aplikaci vnějšího magnetického pole je energeticky snazší a rychlejší ovlivnit materiál v tenké vrstvě. To je dáno tím, že spiny elektronů v atomech na povrchu zmagnetované vrstvy nejsou tak silně vázány jako spiny elektronů v atomu objemového materiálu. Důvodem je menší počet výměnných vazeb v tenké vrstvě, než v objemovém materiálu.

2.4 GMR efekt v tenkých vrstvách

Jak již bylo výše uvedeno magnetické momenty domén feromagnetik jsou bez vnějšího magnetického pole neuspořádány. Pokud vložíme mezi dvě feromagnetické tenké vrstvy tenkou vrstvu z nemagnetického materiálu, začnou se magnetické momenty ve feromagnetických vrstvách natáčet do paralelního, nebo antiparalelního směru. Toto

uspořádání je následkem vložení nemagnetické mezivrstvy. Natočení do paralelního nebo antiparalelního směru závisí na tloušťce nemagnetické tenké vrstvy. Nemagnetická mezivrstva vložená mezi feromagnetické vrstvy způsobí vznik Rudermanových-Kittelových-Kasuyaových-Yosidaových vazeb (RKKY vazeb) mezi feromagnetickými vrstvami. Uspořádání magnetických momentů v multivrstvě je znázorněno na **obr. 10**



Obr. 10 a) Feromagnetické (paralelní) uspořádání magnetických momentů v tenkých vrstvách, b) antiferomagnetické (antiparalelní) uspořádání magnetických momentů v tenkých vrstvách [3].

Přiložené vnější magnetické pole silně ovlivňuje uspořádání magnetických momentů v tenké vrstvě. Je-li uspořádání magnetických momentů ve vrstvě antiparalelní, odpor je výrazně větší než u paralelního uspořádání. Při užití vnějšího magnetického pole pozorujeme výrazný nárůst odporu (až o 20%), mezi feromagnetickými vrstvami. Zvýšení odporu při aplikaci magnetického pole je známo jako GMR efekt (z angl. Giant Magneto-Resistance). Jev GMR byl objeven v roce 1988 ve skupině A. Ferta [26]. Bylo pozorováno zvýšení odporu na dvouvrstvách $(\text{Fe/Cr})_n$, kde n byl počet opakování dvouvrstvy. S vyšším počtem opakování vrstev Fe/Cr se zvyšoval GMR efekt. S různými tloušťkami vrstev Fe a Cr dospěli k rozdílným hodnotám GMR.

GMR efekt způsobují rozptyly vodivostních elektronů v magnetických materiálech. Elektronový rozptyl závisí na spinu elektronu a na orientaci magnetických momentů ve vrstvách. Při souhlasné orientaci spinu elektronu a magnetického momentu, je pravděpodobnost rozptylu tohoto elektronu menší, než při nesouhlasné orientaci spinu a magnetického momentu. Jsou-li magnetické vrstvy antiparalelně uspořádány, je pravděpodobnost rozptylu elektronu na jedné z magnetických vrstev výrazně větší. Změnu uspořádání z antiparalelního na paralelní způsobíme pomocí vnějšího magnetického pole. GMR efekt se nejčastěji využívá ve čtecích hlavách pevných disků ve výpočetní technice a pro výrobu senzorů.

2.4.1 Vazby RKKY v magnetických vrstvách

V multivrstvě složené z feromagnetických vrstev a nemagnetické mezivrstvy jsou velmi důležité mezivrstevní vazby. Tyto vazby jsou důležité pro nezávislé „přepínání“ funkčních feromagnetických vrstev v trojvrstvě. Volné otáčení magnetických momentů po přivedení vnějšího magnetického pole požadujeme pouze u jedné feromagnetické vrstvy. Druhá

feromagnetická vrstva musí být „ukotvena“. Kdyby docházelo k volnému otáčení magnetických momentů ve vnějším magnetickém poli u obou feromagnetických vrstev, byla by změna odporu nepodstatná. Ukotvení feromagnetické tenké vrstvy můžeme dosáhnout třemi způsoby:

1. Vytvoření umělého (syntetického) antiferomagnetu. Toho dosáhneme vložením nemagnetického „spaceru“ a feromagnetické vrstvy pod funkční trojvrstvu (tzv. spinový ventil). Tloušťku nemagnetického „spaceru“ volíme tak, aby bylo uspořádání vrstev antiparalelní.

2. Použití materiálu s rozdílnou koercitivitou. Magnetické momenty materiálu s nižší koercitivitou se natočí ve směru připojeného vnějšího magnetického pole. U materiálu s vyšší koercitivitou se magnetické momenty natočí až při mnohem větší hodnotě přiloženého vnějšího magnetického pole. Rozdílnou koercitivitu získáme použitím stejného materiálu o různých tloušťkách. Dále také použitím různých materiálů se stejnou tloušťkou nebo je možné obě možnosti kombinovat.

3. Přidání antiferomagnetické vrstvy k vrstvě feromagnetika, která má být „ukotvena“. Pomocí výměnné interakce mezi vrstvami feromagnetu a antiferomagnetu dojde k „ukotvení“ feromagnetické vrstvy. Jako antiferomagnetický materiál je možné použít IrMn, FeMn, NiO, CoO.

3 Experimentální uspořádání SIMS a depozičního procesu

3.1 Aparatura SIMS

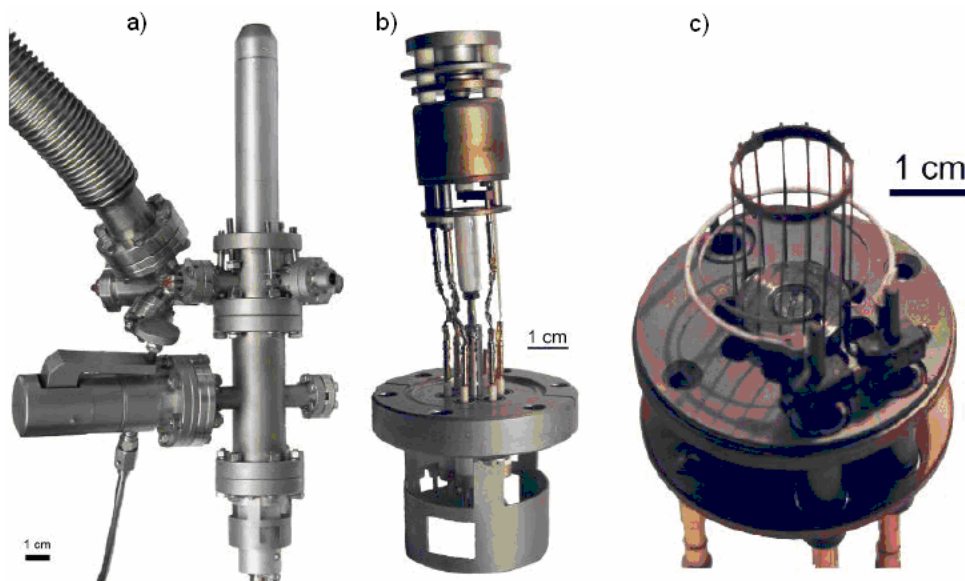
Zařízení SIMS na ÚFI je složeno z několika základních částí. Jako zdroj primárních iontů byl použit elektronově srážkový zdroj Omicron ISE 100. Jako detektor sekundárních iontů byl využit komerční kvadrupólový hmotnostní analyzátor Balzers QMG 421. **Obr. 11** zobrazuje aparaturu pro měření SIMS na ÚFI.



Obr. 11 Aparatura SIMS na ÚFI. Zprava analytická komora s čerpacím systémem, PC pro ovládání měření, věž s řídicími jednotkami pro iontový zdroj, hmotnostní spektrometr vychylování svazku a gatingu [1].

3.1.1 Iontový zdroj ISE 100

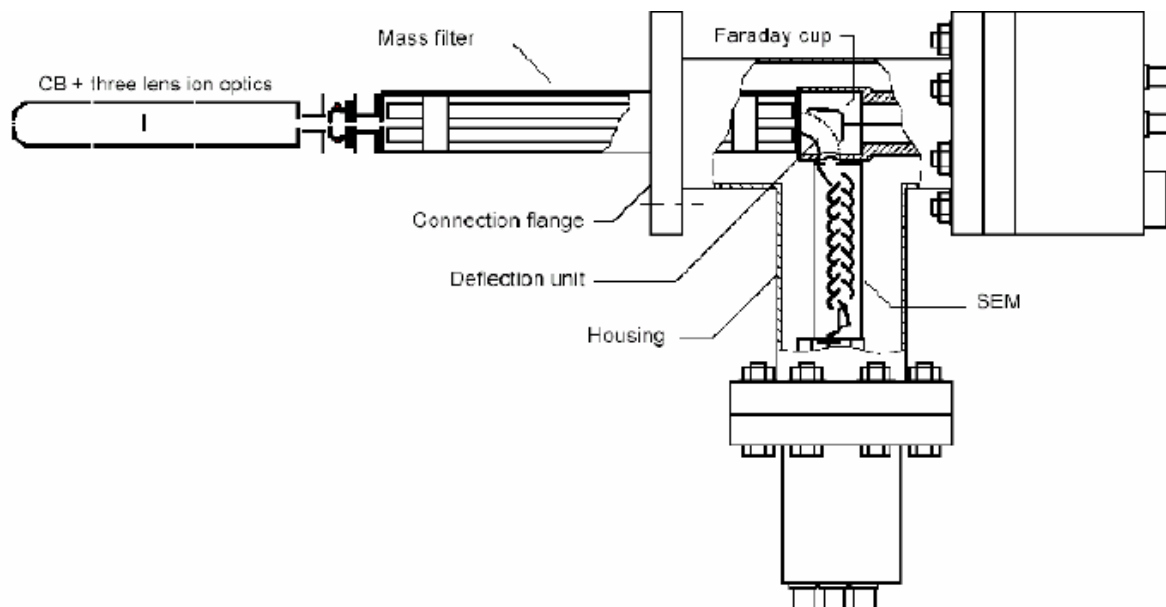
Elektronově srážkový zdroj ISE 100 byl vyvinut firmou Omicron. Tento zdroj umožňuje vychylování svazku, v závislosti na vzdálenosti od zkoumaného vzorku, v rozmezí 0 mm-30 mm. Minimální průměr stopy svazku je 0.2 mm. Maximum energie primárních iontů je 5 keV. Jako pracovní plyn pro výrobu iontového svazku je používán argon. Pracovní tlak ve vakuové komoře při napuštění argonu je $2 \cdot 10^{-5}$ Pa. Mezní tlak UHV aparatury je $9 \cdot 10^{-8}$ Pa. Pro výrobu primárního iontového svazku lze použít i jiný pracovní plyn, např. kyslík. Použití kyslíku ovšem značně snižuje životnost iontového zdroje. Na **obr. 12** je znázorněn iontový zdroj ISE 100.



Obr. 12 Elektronově srážkový zdroj Omicron ISE100, a) s jehlovým napouštěcím systémem a diferenciálním čerpáním, b) ionizační komora s extrakčními elektrodami, c) vlákno a ionizační klec. [1]

3.1.2 Hmotnostní spektrometr QMG 421

Kvadrupólový hmotnostní spektrometr QMG 421 byl vyvinut firmou Balzers. Hmotnostní spektrometr se využívá k detekci a hmotnostní separaci sekundárních iontů. Tento kvadrupólový analyzátor je tvořen čtyřmi válcovými elektrodami o poloměru 4 mm a délce 200 mm. Před kvadrupólem je umístěna clona s kruhovou aperturou o poloměru 1.5 mm. Tento analyzátor pokrývá hmotnostní rozsah 0.5 amu – 512 amu. Frekvence střídavého napětí přiváděného na elektrody je 2,25 MHz. Analyzátor umožňuje detekovat sekundární ionty dvěma způsoby – pomocí Faradayovi sondy nebo elektronového násobiče. Faradayova sonda se používá pro měření hmotnostních spekter s menší citlivostí, či vysoké hodnoty proudu sekundárních iontů. Elektronový násobič se používá pro citlivá měření. Elektronový násobič je umístěn kolmo na optickou osu, aby nedošlo k tvorbě šumu způsobeného dopadem neutrální a fotonů. Na **obr. 13** je znázorněno schéma kvadrupólového hmotnostního spektrometru Balzers QMG 421.

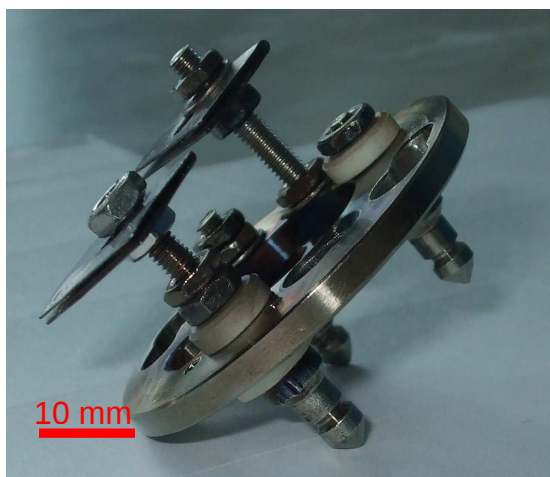


Obr. 13 Schéma kvadrupólového hmotnostního spektrometru Balzers QMG 421 [1].

3.2 Postup měření SIMS

Aparatura SIMS je umístěna v bezprašné laboratoři na ÚFI. Postup spuštění měření hloubkového profilu je značně složitý a obsahuje množství úkonů pro uvedení aparatury SIMS do chodu. S větším počtem uživatelů roste riziko chyb při tomto spuštění, které mohou způsobit značné finanční škody, proto jsem se rozhodl tento postup podrobněji popsat. Postup se za jistých okolností může částečně měnit vzhledem k aktuálnímu stavu aparatury.

Před zahájením samotného měření je nutné připravit vzorek pro měření a transportovat jej do vakuové komory. Jako první upevním měřený vzorek na paletku z nerezové oceli. Na **obr. 14** je znázorněna paletka pro upevnění vzorku.



Obr. 14 Paletka z nerezové oceli pro měření SIMS. Vzorek se upevní mezi dva plechy, připevněné na šroubech.

Další krok je založení paletky se vzorkem do základací komory. Pokud je turbomolekulární (dále jen TM) vývěva čerpající základací komoru zapnutá, zkontroluji zda

je ventil mezi zakládací komorou a komorou se zásobníkem vzorků zavřený. Pokud ano, vypnu TM vývěvu a rotační vývěvu. Počkám 10 minut, až se TM vývěva zastaví (otáčkoměr ukazuje 0 Hz) (**obr. 15**). Nyní na transportní vidlici uchytím paletku se vzorkem. Zapnu TM vývěvu a počkám, než se mírně roztočí (otáčkoměr ukazuje hodnotu několika Hz) a zapnu rotační vývěvu. Pokud pořadí zapnutí vývěv zaměním, otáčkoměr ukáže chybové hlášení. Počkám nejméně 15 minut, než se zakládací komora vyčerpá. Dále zkontroluji, zda pracuje iontová vývěva čerpající komoru se zásobníkem vzorků a zda je zavřen ventil mezi komorou se zásobníkem vzorků a XPS komorou. Zkontroluji, zda otáčkoměr TM vývěvy ukazuje 1000 Hz, pokud ano tak mohu otevřít ventil mezi zakládací komorou a komorou se zásobníkem vzorků. Založím vzorek, vytáhnu zakládací tyč a uzavřu ventil mezi zakládací komorou a komorou se zásobníkem vzorků. Nyní čekám minimálně 10 minut než se vyčerpá komora se zásobníkem vzorků iontovou vývěvou do původních tlakových podmínek. Pomocí programu v počítači pro měření XPS automaticky vysunu manipulátor XPS do polohy „Antonín“. Opět zkontroluji, zda pracuje iontová vývěva čerpající komoru se zásobníkem vzorků a zda se vývěva nepřehřívá. Zkontroluji tlak v XPS komoře. Otevřu ventil mezi komorou se zásobníkem vzorků a XPS komorou, také otevřu ventil mezi XPS komorou a komorou SIMS. Ventily otevírám za předpokladu, že je v obou komorách požadovaný tlak, odpovídající UHV podmínkám. Tlaky v obou komorách odečtu na označených vakuových měrkách. Dále vsunu paletku se vzorkem pomocí magnetické transportní tyče do manipulátoru v SIMS komoře. Zasunu zpět magnetickou tyč do komory se zásobníkem vzorků a uzavřu ventily mezi SIMS komorou, XPS komorou a komorou se zásobníkem vzorků. Manipulátor v komoře SIMS natočím do polohy měření SIMS ($170^\circ - 180^\circ$).



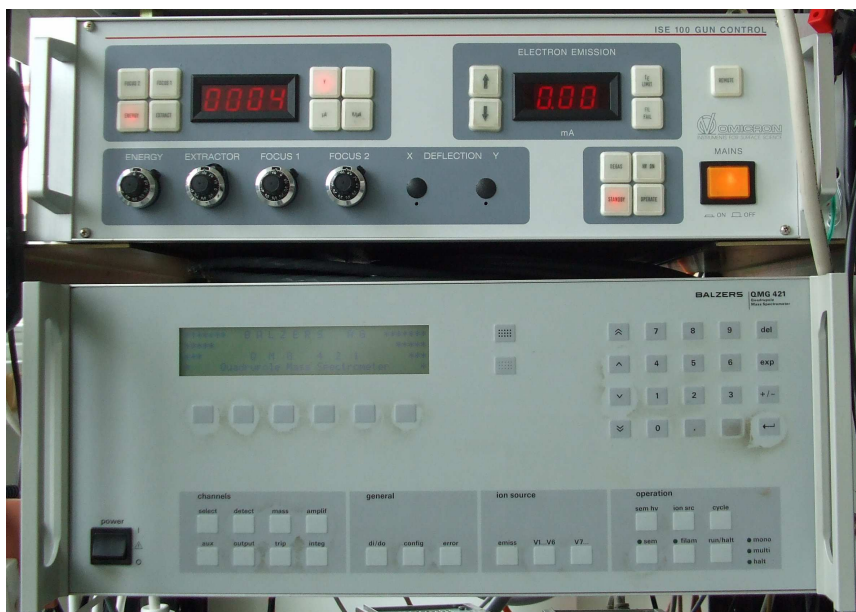
Obr. 15 Řídící jednotka pro turbomolekulární vývěvu. Zobrazení je ve stavu vypnuto.

Nyní již mám měřený vzorek v UHV aparatuře a mohu přejít k přípravě aparatury pro měření SIMS. Nejprve manuálně přiblížím analyzátor ke vzorku (zde musím být opatrný při nastavování manipulátoru, aby nedošlo ke kolizi manipulátoru s analyzátozem a tím k jeho poškození).

Ujistím se, zda je clona užívaná metodou TOF-LEIS vysunuta do horní polohy. Podle potřeby se mohu manuálně přiblížit s iontovým zdrojem (zde musím být obezřetný, iontový

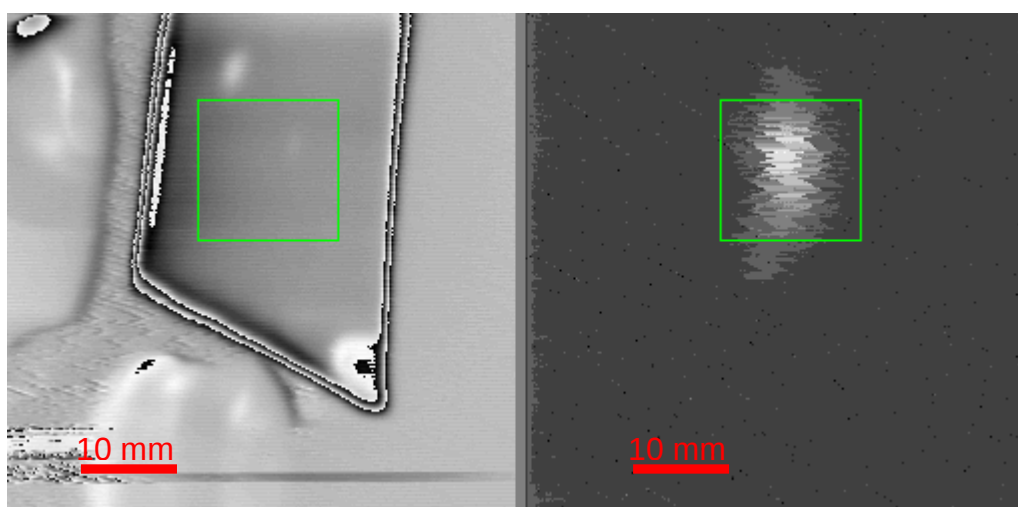
zdroj se zasouvá směrem ke vzorku a opět je zde nebezpečí kolize iontového zdroje a manipulátoru). Dále připojím vakuovou měрку ke komoře iontového zdroje a do této komory začnu napouštět argonový plyn. Plyn napouštím do okamžiku, kdy je v komoře iontového zdroje tlak $3 \cdot 10^{-2}$ Pa. Dále zkontroluji, zda pracuje TM vývěva připojená k diferenciálnímu čerpání komory iontového zdroje a otevřu ventil diferenciálního čerpání iontového zdroje. Pokud používám zpětnou tlakovou vazbu, zasunu kabel od jednotky RGV do ventilu, kterým jsem napustil argonový plyn (v této chvíli je nutné, aby byla jednotka RGV vypnuta), nastavím tlak v komoře iontového zdroje na hodnotu $8 \cdot 10^{-2}$ Pa. Zapnu jednotku RGV a sleduji tlak. Po několika oscilacích se tlak ustálí na hodnotě $3 \cdot 10^{-2}$ Pa, při této hodnotě tlaku je proud iontů z iontového zdroje maximální. Nyní připojím pikoampérmetr Keithley 486, červenou koncovku připojím na vzorek (vakuová průchodka, která je umístěna jako první z pravé strany), černou koncovku připojím ke komoře. Také musím připojit pikoampérmetr k počítači pomocí BNC kabelu. Zapnu pikoampérmetr. Přivřu ventil od analyzátoru TOF-LEIS. Zkontroluji tlak v SIMS komoře.

Nyní je tlak v SIMS komoře $5 \cdot 10^{-5}$ Pa, v iontovém zdroji $3 \cdot 10^{-2}$ Pa. Mám připraveny podmínky vhodné pro měření. Jako první zapnu iontový zdroj a hmotnostní spektrometr. Musím zapnout vzduchové chlazení iontového zdroje, aby proud primárních iontů byl stabilnější. Dále zapnu vychylování iontového svazku a také chlazení vychylovacího napájecího zdroje. Zapnu napěťový zdroj pro *gating*. Nastavím maximální hodnotu napětí 300 V. Pomocí osciloskopu zkontroluji signál pro *gating*. Na ovládání iontového zdroje (**obr. 16**) nastavím požadované hodnoty extrakce a fokusace iontového svazku. Dále stisknu tlačítko *operate* a nastavím hodnotu emise na 10.0 mA. Tlačítko *HV on/off* prozatím nezapínám. Nyní programem IonImage nastavím hodnoty hmotností v amu pro prvky, které chci hloubkově profilovat. Na ovládací jednotce hmotnostního spektrometru (**obr. 16**) nastavím několik funkcí. Za prvé nastavím hodnotu napětí na SEM 3200V, nastavím hodnotu hmotnosti prvku obsaženého v nejvrchnější vrstvě, nastavím hodnotu času pro analýzu každého z nastavených prvků na hodnotu 0.1 ms. Funkcí SEM aktivuji detektor.



Obr. 16 Řídící jednotka pro iontový zdroj ISE 100 (horní) a řídící jednotka pro kvadrupólový hmotnostní spektrometr QMG 421 (spodní).

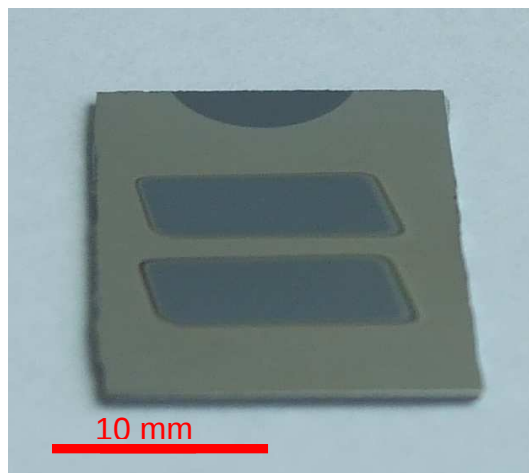
V programu IonImage nahraji příslušné hodnoty potenciálů na elektrodách. Na ovládací jednotce pro iontový zdroj zapnu *HV on/off*. Nyní při spuštění tlačítka *Scan* v programu IonImage se zobrazí vzorek a akceptance analyzátoru. V případě potřeby nastavím výšku a sklon manipulátoru se vzorkem do výhodnější pozice. Akceptance analyzátoru je místo na vzorku, kde je nejsilnější signál sekundárních iontů. Na **obr. 17** je měřená akceptance a odpovídající pozice kráteru na vzorku v programu IonImage. Po úspěšném zobrazení akceptance přenastavím na řídicí jednotce hmotnostního spektrometru dobu analýzy na jednotlivých hmotnostech na hodnotu 2 s. V programu IonImage stanovím hranici pro vychylování svazku. Tento čtverec 70x70 pixelů je vyznačen na obrázku **obr. 17**. Dále v programu IonImage pro funkci *gating* nastavím hodnotu 60 %. Tato hodnota udává velikost oblasti, ze které budou sekundární ionty analyzovány. Nyní v programu IonImage stisknu *Profile* a v okně *DephtProfile* spustím *Run*. V této chvíli je spuštěno měření hloubkového profilu vzorku.



Obr. 17 Zobrazení pomocí proudu na vzorku v programu IonImage pro vzorek Al (6 nm)/Co (10 nm)/Si substrát. Levá část je zobrazení vzorku, pravá část zobrazení akceptance. Zelený čtverec vymezuje hranici vychylování iontového svazku.

Po změření hloubkového profilu je nutné měření vypnout a vzorek transportovat zpět z vakua. Nejdříve v programu IonImage zastavím v okně *DephtProfile* pomocí tlačítka *Stop* měření hloubkového profilu. Také pomocí tlačítka *StopProfile* zastavím vychylování svazku. Na řídicí jednotce iontového zdroje vypnu iontový svazek pomocí tlačítka *HV on/off*. Nyní v programu IonImage uložím hloubkový profil jako soubor *.txt a také jako soubor *.wmf. Nyní mohu ukončit program IonImage. Na řídicí jednotce iontového zdroje stisknu *Standby* a vypnu iontový zdroj. Vypnu hmotnostní spektrometr, vypnu vychylování svazku, vypnu zdroj napětí pro *gating*, vypnu chlazení iontového zdroje a chlazení vychylovací jednotky. Dále vypnu řídicí RGV jednotku, přivřu ventil napouštění plynu do komory iontového zdroje. Tento ventil zavřu až po několika minutách, během kterých dojde k ochlazení jeho regulačních částí. Při předčasném zavření ventilu může dojít ke zničení safírového těsnění. Odpojím kabel RGV jednotky od napouštěcího ventilu. Manuálně odjedu s iontovým zdrojem a analyzátozem. Natočím vzorek do polohy pro transport. Zkontroluji, zda pracují iontové vývěvy. Otevřu ventily mezi aparaturou SIMS, XPS a komorou se zásobníkem vzorků. Pomocí magnetické tyče transportuji vzorek do komory se zásobníkem vzorků. Uzavřu otevřené ventily. Zkontroluji otáčky TM vývěvy (1000 Hz). Otevřu ventil mezi komorou se zásobníkem vzorků a základací komorou. Pomocí transportní tyče přenesu vzorek do

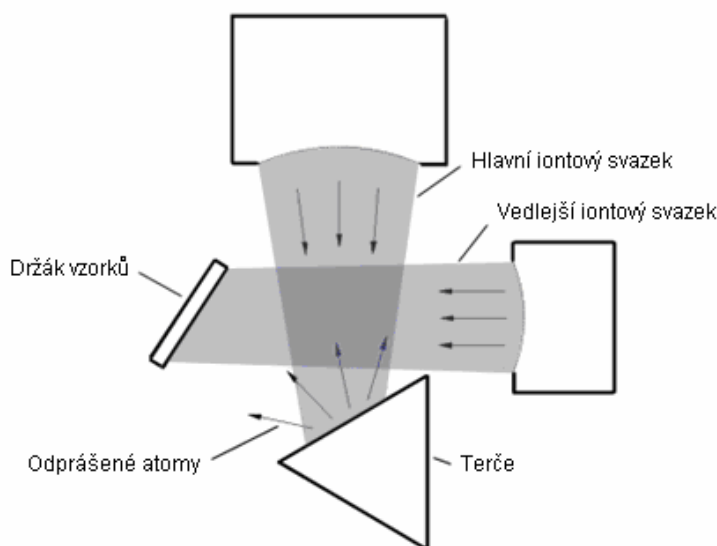
zakládací komory a zavřu ventil. Vypnu TM vývěvu a rotační vývěvu. Po úplném vypnutí TM vývěvy (na displeji řídicí jednotky je hodnota 0 Hz) otevřu zakládací komoru a vyjmu vzorek. Na **obr. 18** je znázorněn vzorek po dvou měřeních. Při každém měření se vytvořil jeden kráter.



Obr. 18 Vzorek magnetické vrstvy po dvou měřeních. Každý kráter představuje jedno měření. Kruhová úseč na horní části vzorku je stopa uchycení vzorku při depoziaci.

3.3 Depoziční aparatura

Na ÚFI je k dispozici samostatná vakuová depoziční komora. Podrobný popis a funkce depoziční aparatury je v [10]. Proto se zde o experimentálním uspořádání depoziční komory zmíním pouze stručně. V depoziční komoře jsou umístěny dva Kaufmanovy širokopásmové iontové zdroje. Další součásti jsou otočný trojhranný terč a držák na vzorky. Systém depoziční komory je znázorněn na **obr. 19**.



Obr. 19 Schéma zařízení pro depoziční [10].

Depoziční aparatura pracuje v prostředí vysokého vakua (HV). Čerpání vakuové komory je zprostředkováno rotační vývěvou a pro získání vysokého vakua je použita

kryogenní vývěva. Mezní tlak depoziční komory je 10^{-4} Pa. Při depozičním procesu po napuštění pracovního plynu je tlak řádově 10^{-2} Pa.

Širokosvazkové iontové zdroje produkují primární ionty potřebné k depozici. Ionty jsou extrahovány systémem mřížek. Hlavní (horní) iontový zdroj produkuje svazek pro odprašování atomů z terče. Průměr svazku hlavního iontového zdroje je 150 mm. Pracovní plyn argon je ionizován v komoře iontového zdroje pomocí elektronů emitovaných z wolframového vlákna a extrahovaných pomocí anody, na níž je napětí 40 V. Napětí na urychlovacích mřížkách je 150 V na stínící mřížce a 600 V na extrakční mřížce. Vedlejší iontový zdroj slouží pro přímou depozici atomů. Průměr svazku vedlejšího iontového zdroje je 75 mm. Pracovních plynů pro vedlejší iontový zdroj je možné použít několik. Vedlejší zdroj je možné použít pro přímou depozici kyslíku. V soustavě urychlovacích mřížek vedlejšího iontového zdroje je decelerační mřížka.

Trojhřanný terč je tvořen třemi deskami z různých materiálů používaných při depozici. Desky jsou připevněny na držák terče. Při depozici multivrstev je možné s terčí rotovat a tím deponovat jednotlivé vrstvy tří různých materiálů. Poloha terče při depozici je 30° vzhledem k základně komory. Při depozici nevodivých materiálů se terč nabíjí v důsledku dopadu iontů. Pro neutralizaci je v depoziční komoře umístěno mezi hlavním iontovým zdrojem a terčem neutralizační wolframové vlákno.

Na držáku vzorků jsou umístěny substráty, na které deponujeme tenké vrstvy z terče. Držákem je možno naklánět a tím volit ideální úhel dopadu vyražených atomů z terče. Při depozici je možné substrát vyhřívat pomocí odporového drátu, který je umístěn na držáku. Teplotu vyhřívání substrátů lze měnit v rozsahu $20\text{ }^\circ\text{C} - 400\text{ }^\circ\text{C}$. Při depozici se po dopadu iontů substráty nabíjí. Náboj je z povrchu substrátů odváděn a jeho proud měřen.

4 Instalace počítačem řízené regulace tlaku

Jelikož se aparatura pro měření SIMS neustále vyvíjí, podílel jsem se na některých zdokonaleních. Jako první bylo zapojení a zprovoznění řídicí jednotky RGV 050 A pro kontrolu tlaku pracovního plynu. Následně jsem vytvořil program umožňující její řízení, tedy nastavování tlaku pomocí počítače. Z hlediska stability proudu iontového zdroje je nutné udržovat konstantní tlak v komoře iontového zdroje. To lze provést pomocí zakoupeného ventilu a řídicí jednotky RVG 050 A (obr. 20). Je však třeba nastavit vhodné napětí na vstupu řídicí jednotky RGV, tak abychom dosáhli požadovaného tlaku. Napětí na vstup 1 RGV jednotky lze generovat pomocí převodníkové karty PC NI 6703, která byla rovněž zakoupena.

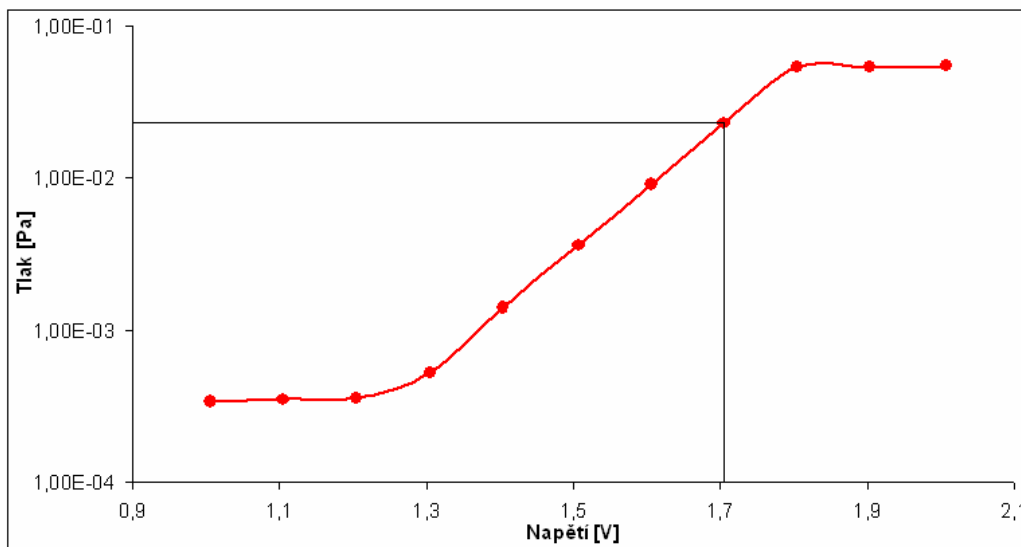


Obr. 20 Řídicí jednotka RVG 050 A od firmy Balzers pro kontrolu tlaku plynu argonu v komoře iontového zdroje ISE 100.

Po instalaci karty do PC bylo možné řídit napětí programem výrobce. Tento program byl však pro účely měření nevhodný, jelikož celé ovládání zařízení SIMS je naprogramováno v prostředí Delphi 6.0. Proto bylo nezbytné také ovládání karty naprogramovat ve stejném prostředí. Jednalo se o obtížný úkol, jelikož výrobce karty firma National Instruments (NI) oficiálně programovací prostředí Delphi nepodporuje. Od NI jsem měl k dispozici potřebné knihovny pro ovládání karty. Měl jsem také k dispozici kostru programu na generování napětí

v programovacím prostředí C++. V prostředí Delphi 6.0 jsem tento program úspěšně modifikoval. Zdrojový kód programu v prostředí Delphi 6.0 je obsažen v příloze 1.

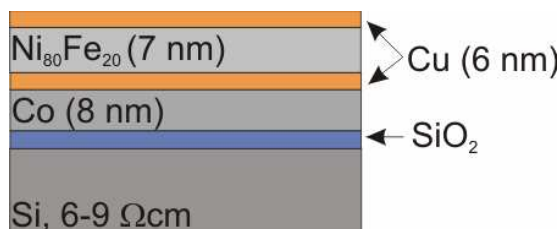
Dále bylo nutné zjistit jaké napětí je potřeba nastavit na analogovém výstupu, aby kontrolní jednotka udržovala potřebnou hodnotu tlaku v komoře iontového zdroje. Potřebná hodnota pracovního tlaku plynu v komoře iontového zdroje je $3 \cdot 10^{-2}$ Pa. Na **obr. 21** je znázorněna závislost tlaku pracovního plynu v komoře iontového zdroje na napětí přivedeného na analogový vstup karty. Program vytvořený v Delphi 6.0 umožňuje nastavovat hodnotu napětí v desetínách voltu. Správná hodnota napětí je 1,7 V. Při tomto napětí bude kontrolní jednotka udržovat konstantní tlak $3 \cdot 10^{-2}$ Pa.



Obr. 21 Závislost tlaku pracovního plynu v komoře iontového zdroje ISE 100 na napětí přiváděném z analogového výstupu karty PC NI 6703.

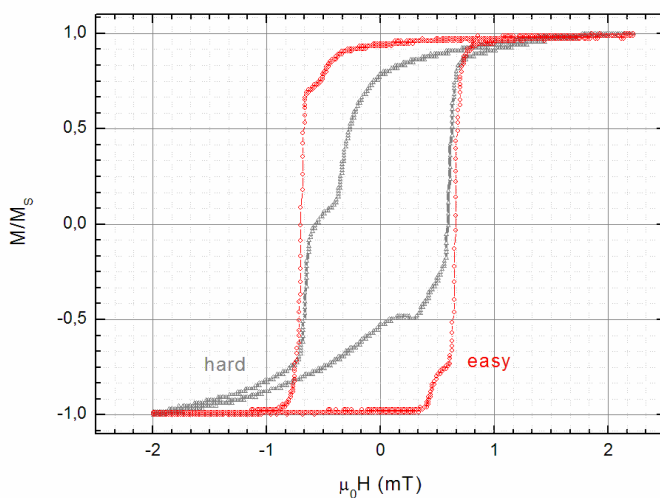
5 Kobalt a oxidy kobaltu

Kobalt a permaloy (NiFe) jsou feromagnetické materiály. Pokud jsou tyto vrstvy uspořádány do konfigurace spinového ventilu (**obr. 22**), vykazuje multivrstva GMR efekt. Měďná vrstva mezi feromagnetickými vrstvami je vodivá a nemagnetická a tvoří zde tzv. *spacer*. Horní vrstva mědi zabraňuje oxidaci vrstvy pod ní.

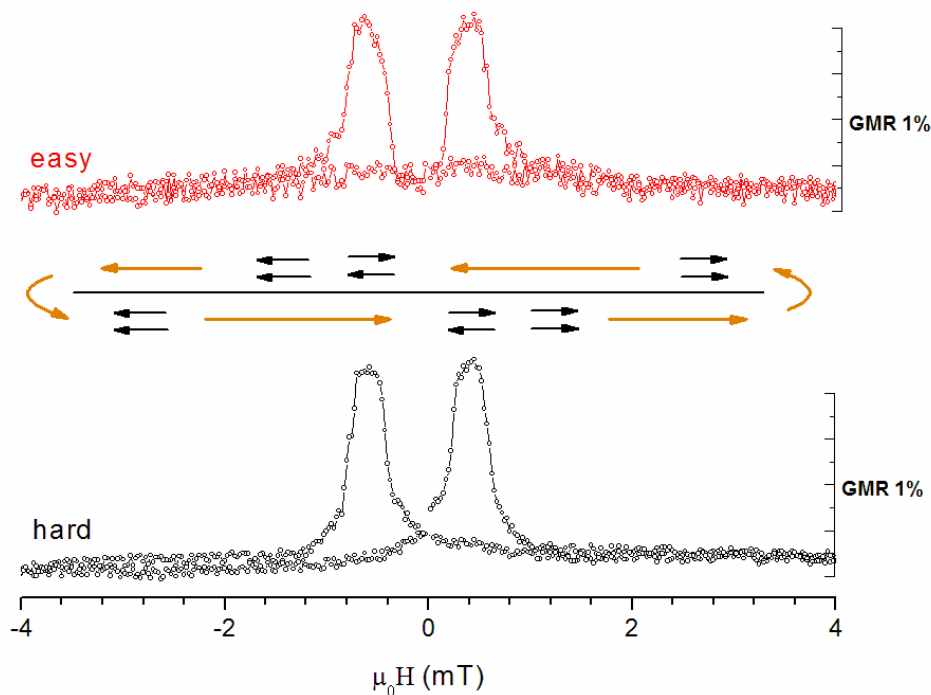


Obr. 22 Multivrstva Cu/NiFe/Cu/Co/SiO₂/Si na které byl měřen GMR efekt.

Modrá vrstva ukazuje přítomnost nativního oxidu křemičitého. **Obr. 23** znázorňuje hysterezi křivky, na kterých jsou patrné projevy překlopení magneticky měkkého NiFe a pozdějšího překlopení magnetických momentů Co. Červená hysterezní křivka je změřena v ose snadné magnetizace a šedá křivka je změřena v ose obtížné magnetizace. Na **obr. 24** je změřeno GMR na multivrstvě Cu/NiFe/Cu/Co/SiO₂/Si. Měření opět proběhlo pro snadnou a obtížnou osu magnetizace. Oranžové šipky ukazují směr vnějšího magnetického pole. Černé šipky ukazují směr magnetických momentů vrstev NiFe (spodní černá šipka) a Co (horní černá šipka).



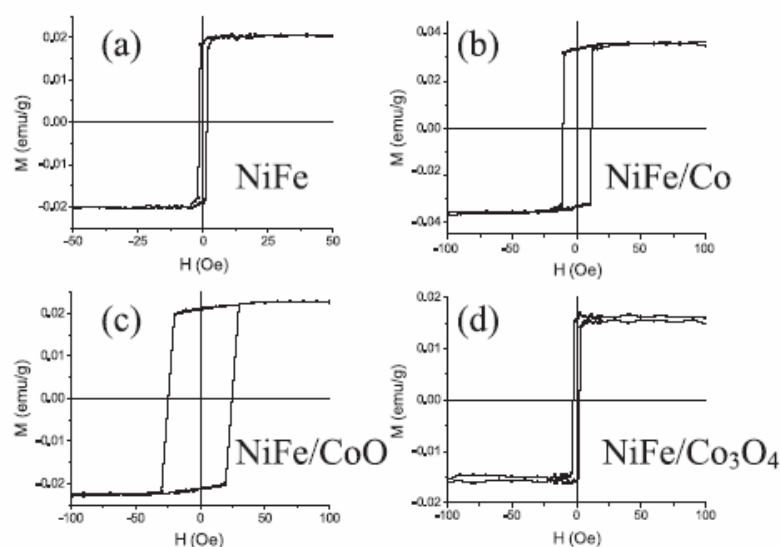
Obr. 23 Hysterezní křivky pro multivrstvu Cu/NiFe/Cu/Co/SiO₂/Si. Červená hysterezní křivka náleží snadné magnetizaci, šedá hysterezní křivka náleží složité magnetizaci.



Obr. 24 Měření GMR na multivrstvě Cu/NiFe/Cu/Co/SiO₂/Si. Červená křivka náleží snadné magnetizaci, šedá křivka obtížné magnetizaci. Systém šipek znázorňuje směr vnějšího magnetického pole (oranžová) a směry magnetických momentů NiFe a Co (černá).

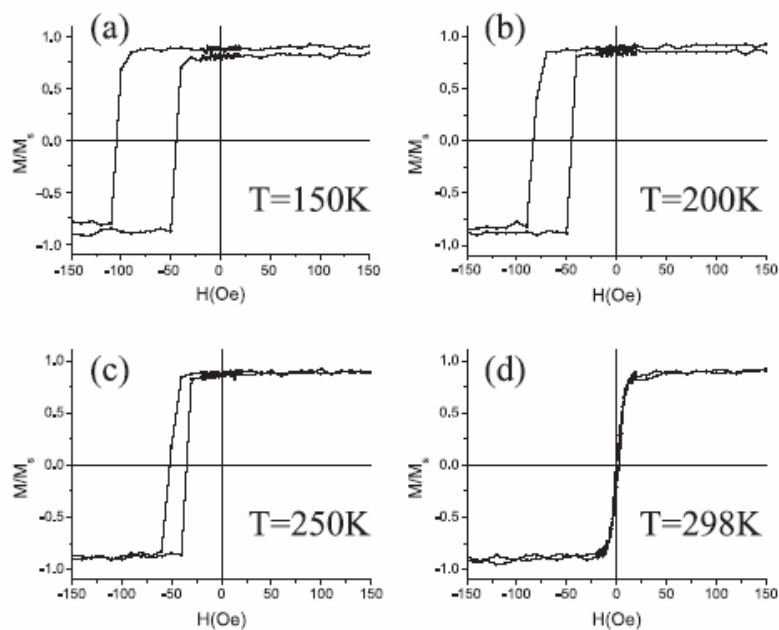
V případě, že bychom vložili mezi vrstvu kobaltu a oxidovaný substrát křemíku vrstvu oxidu kobaltnatého, měl by tento krok vliv na GMR efekt [12]. Oxid kobaltu je antiiferomagnetický materiál. Přítomnost antiiferomagnetu zvyšuje koercitivitu vrstvy kobaltu a působí zde jako „ukotvení“ pro magnetické momenty kobaltu. Zvýšení koercitivity způsobí pozdější překlacení magnetických momentů kobaltu, než v případě multivrstvy bez oxidu kobaltnatého. V případě vložení vrstvy oxidu kobaltu by se **obr. 23** změnil. Schod, kde se překlápí magnetické momenty Co by se v důsledku výměnné interakce na rozhraní Co/CoO rozšířil. Změnil by se také **obr. 24**, zvýšení koercitivity by způsobilo rozšíření píku GMR.

Oxid kobaltnatý se tvoří oxidací kobaltové vrstvy při depozici. Při oxidaci kobaltových vrstev se na povrchu mohou vytvořit dva druhy oxidu kobaltu a to CoO nebo Co₃O₄ nebo mohou být tyto fáze promíchány. Fáze CoO se nejvíce tvoří při teplotách 300 K – 500 K [12]. Na výměnnou interakci feromagnetu a antiiferomagnetu má vliv druh oxidu kobaltu, a také růst domén oxidu kobaltu. Stechiometrická fáze CoO se tvoří při oxidaci, kde se implantuje do vrstvy 8 % kyslíku. Při implantaci 34 % kyslíku je vrstva oxidu kobaltu tvořena pouze fází Co₃O₄. V rozmezí 8 % - 34 % kyslíku jsou fáze CoO a Co₃O₄ promíchány. Průběh magnetizace kobaltu je také odlišný pro různé typy oxidu kobaltu. Na **obr. 25** jsou znázorněny magnetické hysterezi křivky pro multivrstvy bez přítomnosti oxidu kobaltu a s přítomností jednotlivých fází oxidu kobaltu. Hysterezní křivky byly měřeny při pokojových teplotách. Odlišné fáze oxidu kobaltu mají vliv na velikost koercitivity. Výměnná interakce mezi feromagnetem a antiiferomagnetem probíhá nejlépe u oxidu kobaltu, který vykazuje pouze čistou fází CoO nebo Co₃O₄.



Obr. 25 Magnetické hysterezi křivky měřené při pokojové teplotě pomocí Superconducting Quantum Interference Device (SQUID) magnetometru pro a) NiFe/Si, b) NiFe/Co/Si, c) NiFe/Co/CoO/Si, d) NiFe/Co/Co₃O₄/Si. [12].

Dalším faktorem, který ovlivňuje průběh magnetizace je teplota. Různé hodnoty teploty při magnetizaci mají na její průběh vliv. Teplota při magnetizaci má vliv na velikost koercitivty a také posouvá hysterezi křivku. Na **obr. 26** jsou znázorněny hysterezi křivky multivrstvy s vrstvou oxidu kobaltu vykazující pouze fázi CoO, při různých teplotách magnetizace.



Obr. 26 Magnetické hysterezi křivky, měřené pomocí SQUID magnetometru na multivrstvě NiFe/Co/CoO/Si, při a) 150 K, b) 200 K, c) 250 K, d) 298 K (pokojová teplota) [12].

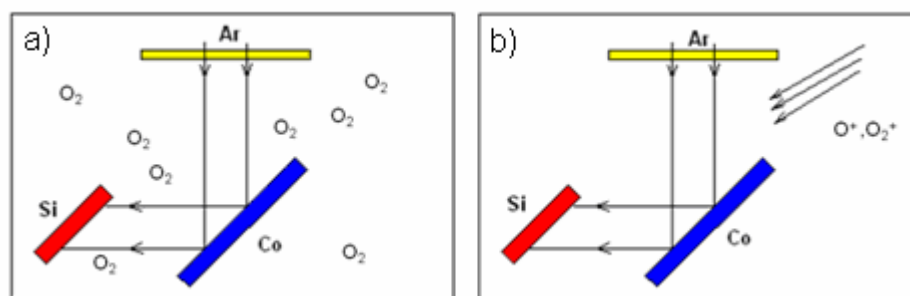
6 Experiment

6.1 Příprava magnetických vrstev

Jelikož tenké vrstvy, na kterých se provádí veškeré experimenty mají tloušťku několika nanometrů, musí se pro jejich výrobu použít technologie, které vytváří nanometrové objekty. Jako vhodné technologie pro výrobu vrstev kobaltu a nejen jich se ukazují iontové naprašovací procesy. Depozice pomocí iontově naprašovacích procesů také zajistí dostatečnou reprodukovatelnost, která je nezbytná.

I v mém případě byly na výrobu veškerých vzorků využity depozice pomocí iontového naprašování. Otočný zásobník s terčí mi umožnil depozici několika vrstev různých materiálů bez nutnosti vystavovat deponovanou multivrstvu atmosférickým podmínkám (celý proces depozice neopustil prostor vakua).

Pro výrobu vrstev oxidu kobaltu bylo nutné deponovat kyslík do vrstvy během depozice kobaltu. Nebylo ovšem možné naprašovat kobaltovou vrstvu z terče a současně implantovat kyslík do vrstvy. Proto proces oxidace probíhal tak, že po depozici kobaltu metodou iontově svazkové depozice (IBS) z terče se napustila depoziční komora plynem kyslíku a po určitý čas se nechala naprášená vrstva oxidovat. Tato metoda nevytváří souvislou oxidovou vrstvu po celé tloušťce vrstvy. Na **obr. 27 a)** je znázorněna metoda IBS a následná oxidace.

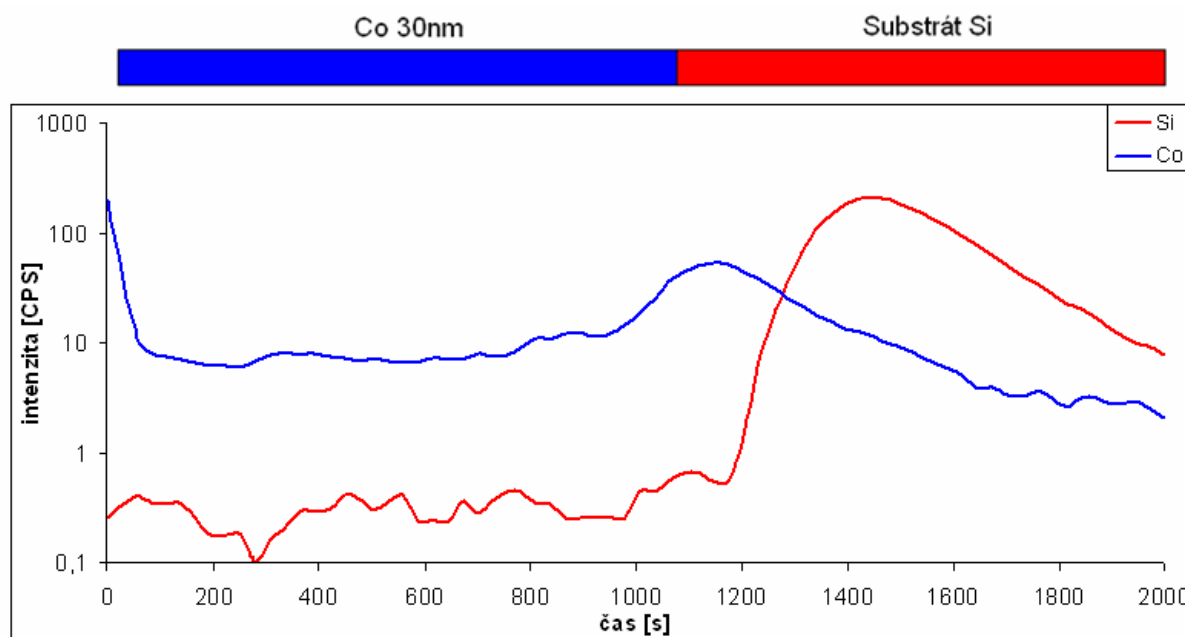


Obr. 27 Principy metody iontového naprašování, a) metoda IBS a následná oxidace napuštěním kyslíku do depoziční komory, b) metoda IBAD.

V současné době se připravuje nová metoda depozice a oxidace a to iontově svazková asistovaná depozice (IBAD). Tato metoda zajistí přímou oxidaci kobaltové vrstvy při depozici a to pomocí vedlejšího iontového zdroje, který využívá pracovního plynu kyslíku na přímé bombardování povrchu vzorku kyslíkovými ionty. Metoda IBAD by měla zajistit homogenní oxidovou vrstvu po celé tloušťce kobaltu a také by měla být šetrnější k depoziční aparatuře. Princip metody IBAD je znázorněn na **obr. 27 b)**.

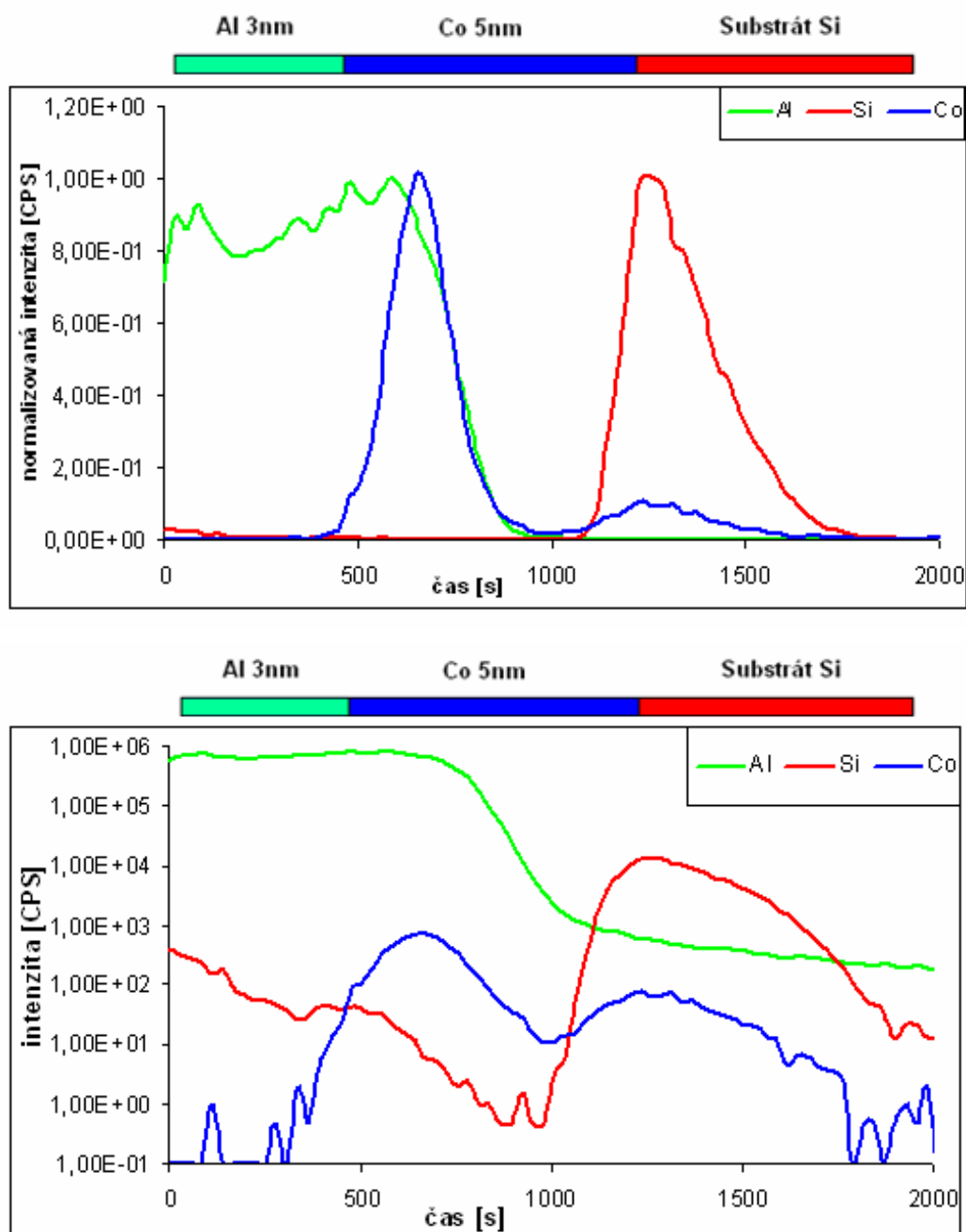
6.2 Analýza magnetických vrstev

Nejdříve jsem zkušebně deponoval na křemíkový substrát vrstvy kobaltu o různých tloušťkách a pomocí hloubkových profilů SIMS jsem provedl analýzu těchto vzorků. Na **obr. 28** je hloubkový profil vrstvy Co (30 nm) na Si substrátu. Zvýšení signálu u modré křivky znázorňující kobalt v oblasti počátku je způsobeno přítomností přírodního oxidu Co. Zvýšení signálu v oblasti 1000 s – 1400 s bude podrobně vysvětleno později. Tato zvýšení signálu jsou způsobena přítomností kyslíku ve vrstvě, který výrazně zvyšuje ionizační pravděpodobnost. Přítomnost atomů kyslíku ve vrstvě může zvýšit signál až o několik řádů.



Obr. 28 Hloubkový profil vrstvy Co (30 nm) na Si substrátu v logaritmickém měřítku.

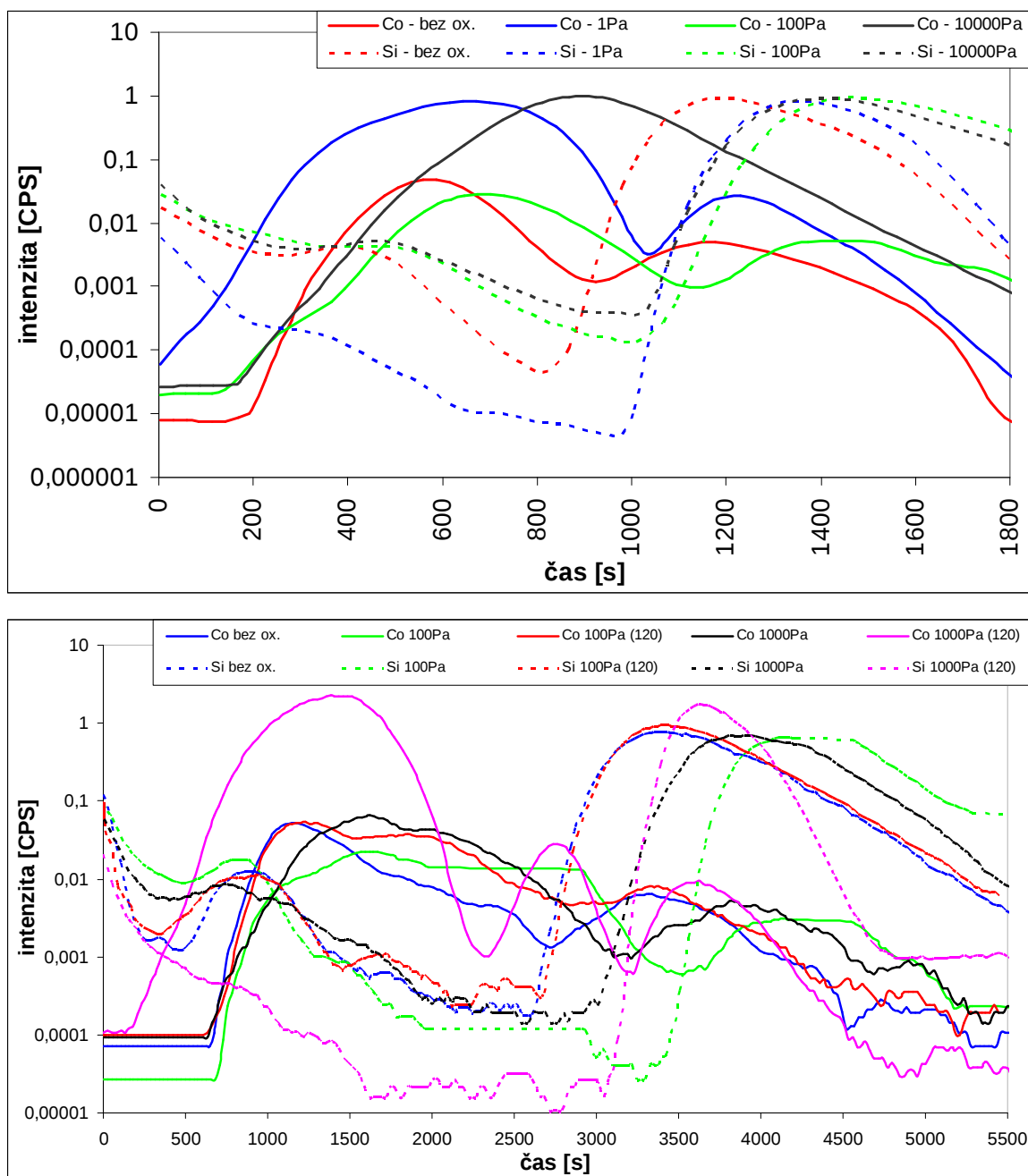
V dalších experimentech jsem deponoval na vrchní kobaltovou vrstvu krycí vrstvu hliníku. Ta měla za úkol ochránit vrstvu Co před vlivem atmosférického kyslíku. Hloubkový profil této multivrstvy je na **obr. 29**. **Obr. 29 a)** znázorňuje multivrstvu Al (3 nm)/Co (5 nm) na Si substrátu v lineárním měřítku. **Obr. 29 b)** znázorňuje tentýž vzorek, jako v a) ovšem v logaritmickém měřítku. Použití lineárního měřítka lépe ukáže jednotlivá rozhraní mezi vrstvami, ale ztrácím mnoho informací v oblasti menšího signálu, proto jsou následující grafy hloubkových profilů uváděny v logaritmickém měřítku.



Obr. 29 Hloubkový profil Al (3 nm)/Co (5 nm) na Si substrátu, a) v normalizovaném lineárním měřítku, b) v logaritmickém měřítku.

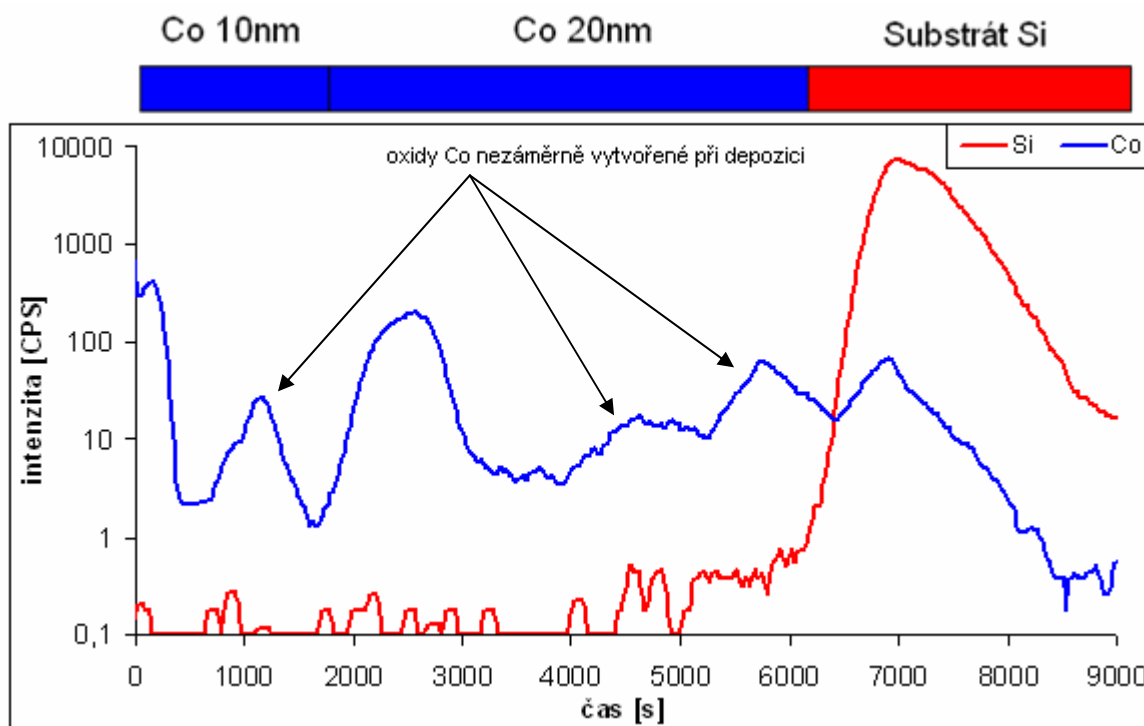
Jak již bylo výše uvedeno, mým úkolem bylo vytvořit homogenní vrstvu oxidu Co a zoptimalizovat depoziční proces. Na tyto úkoly jsem se zaměřil v dalších experimentech. Při oxidaci dalších deponovaných vzorků byl měněn tlak plynu v depoziční komoře, a také byla měněna teplota. Hloubkové profily těchto multivrstev jsou na **obr. 30**. **Obr. 30 a)** ukazuje 4 vzorky Al (3 nm)/Co (5 nm) na Si substrátu, při různých oxidačních tlacích (červená – bez oxidace, modrá – 1 Pa, zelená – 100 Pa, černá – 10 kPa). Z **obr. 30 a)** je patrné, že různé tlakové podmínky mají na oxidaci vliv, a to se zvýšením tlaku oxidace se zvyšuje tloušťka oxidové vrstvy. Výjimkou je modrá křivka pro 1 Pa, jejíž průběh tomu neodpovídá. **Obr. 30 b)** znázorňuje 4 vzorky Al (6 nm)/Co (10 nm) na Si substrátu, při různých tlacích a teplotách

(červená – bez oxidace při pokojové teplotě, modrá – 100 Pa při 120 °C, černá – 1000 Pa při pokojové teplotě, zelená – 1000 Pa při 120 °C). Z tohoto grafu je patrné, že zvýšení tlaku zvyšuje difúzi kyslíku do kobaltu, vliv vyšších teplot při oxidaci však není průkazný. Velice zajímavý je průběh křivky pro 1000 Pa při 120 °C, kde je značná šířka píku dána pravděpodobně vysokým prodifundováním kyslíku do Co vrstvy.



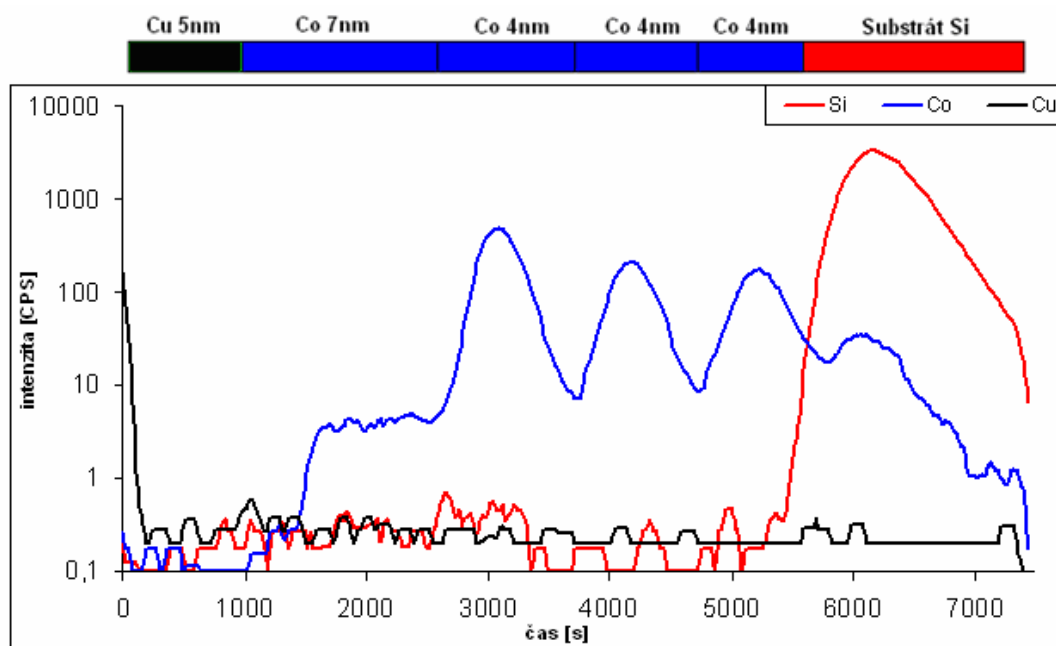
Obr. 30 Srovnání hloubkových profilů a) Al (3 nm)/Co (5 nm) na Si substrátu, při různých tlacích oxidace, b) Al (6 nm)/Co (10 nm) na Si substrátu, při různých tlacích a teplotách oxidace.

Dále jsem řešil problém oxidace samotného kobaltového terče. Na **obr. 31** je hloubkový profil multivrstvy Co (10 nm)/Co (20 nm) na Si substrátu. Po depozici Co (20 nm) byl povrch oxidován a pak byla deponována vrstva Co (10 nm). V průběhu modré křivky náležící Co se objevily píky značící přítomnost oxidu kobaltu a to v oblasti, kde by se měl vyskytovat kobalt čistý. Tento oxidovaný kobalt pochází z kobaltového terče, který byl vystaven atmosférickému kyslíku, a tudíž byl také zoxidován. Pík vzniklý depozicí oxidu kobaltu z terče se objevil také na **obr. 28** (zmíněno výše). Tento problém byl vyřešen použitím nové clony v depoziční komoře, která odstínila oxidovaný kobalt z povrchu terče při jeho čištění.



Obr. 31 Hloubkový profil multivrstvy Co (10 nm)/Co (20 nm) na Si substrátu, obsahující oxid Co z terče při depozici.

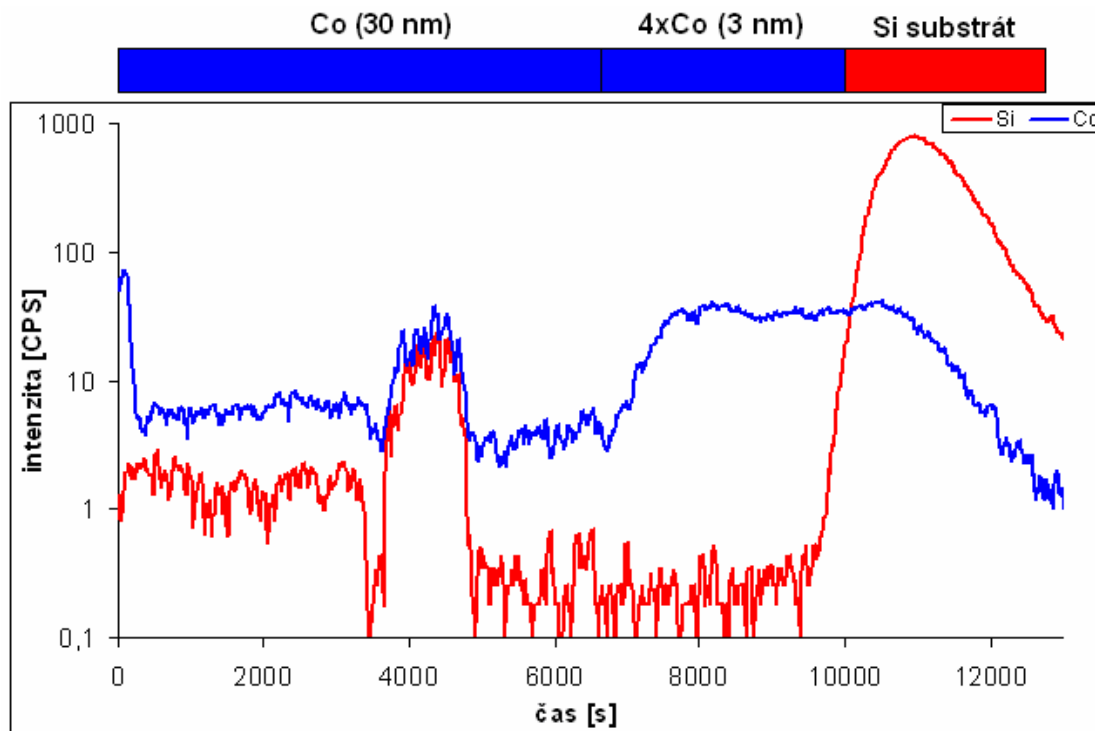
V následujícím experimentu jsem analyzoval multivrstvu Cu (5 nm)/Co (7 nm)/3xCo (4 nm) na Si substrátu znázorněnou na **obr. 32**. Každá ze 3 vrstev Co (4 nm) byla po depozici oxidována, pouze vrstva Co (7 nm) oxidována nebyla. U multivrstvy 3xCo (4 nm) jsem chtěl vytvořit homogenní vrstvu oxidu kobaltu. Jak je z **obr. 32** patrné kyslík stále nedokázal prodifundovat celou tloušťkou vrstev kobaltu.



Obr. 32 Hloubkový profil multivrstvy Cu (5 nm)/Co (7 nm)/3xCo (4 nm) na Si substrátu.

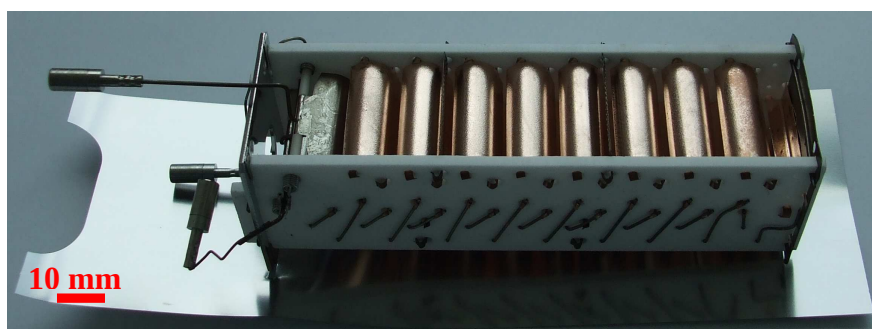
Jelikož jsem potřeboval zcela homogenní vrstvu oxidu kobaltu bylo nutné deponovat jednotlivé vrstvy určené k oxidaci s menší tloušťkou. Proto jsem jako další experiment provedl depozici multivrstvy Co (30 nm)/4xCo (3 nm) na Si substrát. Zde jsem předpokládal, že tloušťka jednotlivých vrstev kobaltu bude dostatečná pro úplnou difúzi kyslíku do kobaltu.

Obr. 33 znázorňuje hloubkový profil této multivrstvy.

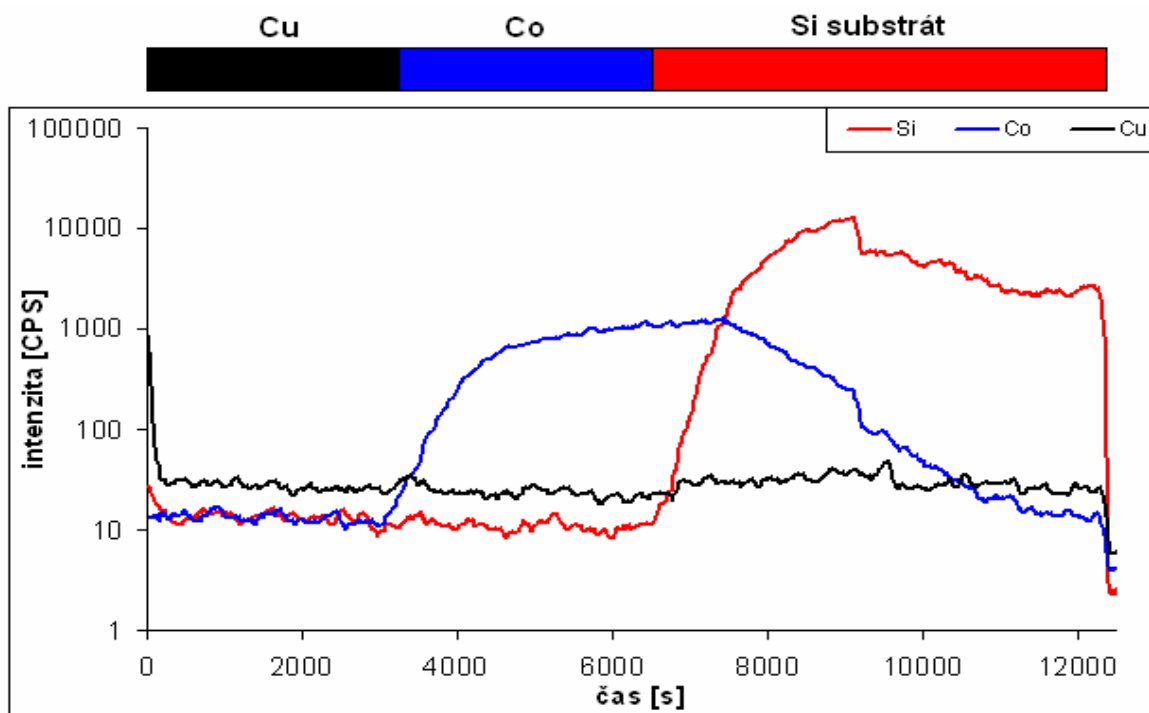


Obr. 33 Hloubkový profil multivrstvy Co (30 nm)/4xCo (3 nm)/ Si substrát.

Na tomto hloubkovém profilu je patrné, že kyslík dokázal více prodifundovat vrstvou kobaltu a vrstva oxidu kobaltu je zde více homogenní. Zvýšení signálu v oblasti mezi 3000 s – 5000 s bylo dáno poruchou detektoru SEM hmotnostního spektrometru. V této oblasti ovšem mohu očekávat konstantní průběh, jelikož zde je kobalt neoxidován, ani zde není žádné rozhraní mezi jednotlivými vrstvami. Toto zvýšení signálu indikovalo první problémy s detektorem. Během dalších experimentů se závada na detektoru ukázala jako složitější problém. Hmotnostní spektrometr je velmi citlivé zařízení a jakékoliv rušení se může projevit jako šum na výsledném hloubkovém profilu. Proto jsem se zprvu snažil najít zdroj rušení signálu v okolí aparatury. Jisté rušení způsobovaly iontové vývěvy v komoře XPS, při samotném měření jsem proto iontové vývěvy vypnul. Zjistil jsme ovšem, že rušení způsobené vývěvami bylo pouze částečné, a že musí být i jiný zdroj rušení signálu. Po několikátýdenním zkoumání částí aparatury a jejího okolí jsem zjistil, že na vině rušení signálu je právě detektor SEM. Proto bylo nutné tento detektor vyměnit. Na **obr. 34** je znázorněn detektor SEM a na **obr. 35** je hloubkový profil, kde jsem detekoval šum o velikosti 10 CPS.



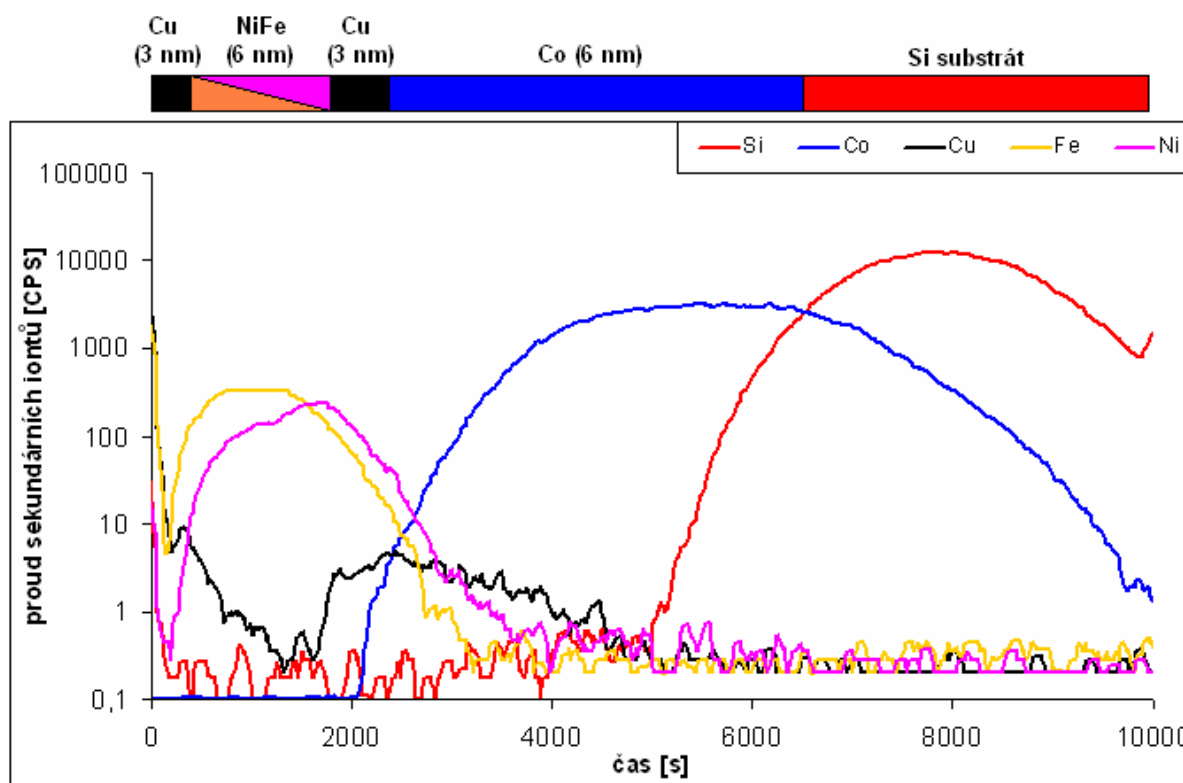
Obr. 34 Detektor SEM hmotnostního kvadrupólového spektrometru QMG 421.



Obr. 35 Hloubkový profil Cu/Co/Si substrát. Pás nulového signálu v oblasti intenzity 1 CPS – 10 CPS je šum způsobený vadným detektorem SEM hmotnostního spektrometru.

Je zde vidět, že černá křivka náležející signálu mědi je v šumu zcela „utopena“. Šum, který dosahoval mnohdy výše až několika řádů mi zcela odstínil informace o sekundárních iontech v oblasti nižšího signálu.

Pro další experiment jsem použil vzorek, který je co do uspořádání totožný se vzorkem zobrazeným na **obr. 22**. Multivrstva byla nadeponována Cu (5 nm)/NiFe (6 nm)/Cu (3 nm)/Co (6 nm) na Si substrátu. Hloubkový profil této multivrstvy je na **obr. 36**.

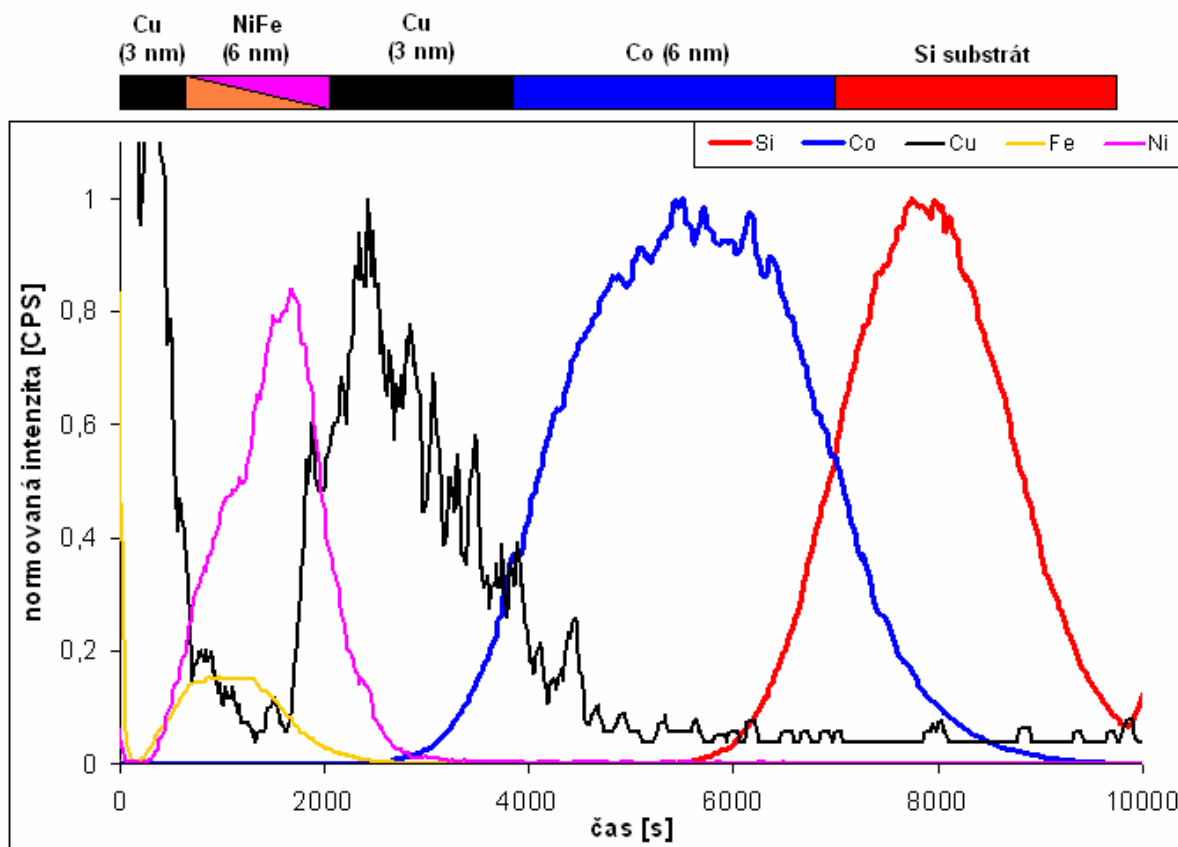


Obr. 36 Hloubkový profil multivrstvy Cu (5 nm)/NiFe (6 nm)/Cu (3 nm)/Co (6 nm)/ Si substrát. Měření probíhalo při současném napouštění kyslíku do analytické komory. Hloubkový profil je v logaritmickém měřítku.

Hloubkový profil multivrstvy Cu (5 nm)/NiFe (6 nm)/Cu (3 nm)/Co (6 nm) na Si substrátu byl měřen za současného napouštění kyslíku do analytické komory. Tím docházelo k soustavné oxidaci povrchu vzorku při analýze. Proto průběh křivek jednotlivých prvků odpovídá přítomnosti oxidu ve vrstvě, i když při depozici k oxidaci nedošlo. Napouštění kyslík do analytické komory jsem mohl proto, že jsem nemonitoroval obsah a polohu oxidové vrstvy v multivrstvě. Napouštění kyslíku jsem prováděl za účelem zvýšení signálu. Ke zvýšení signálu dochází proto, že kyslík zvyšuje ionizační pravděpodobnost atomů v multivrstvě.

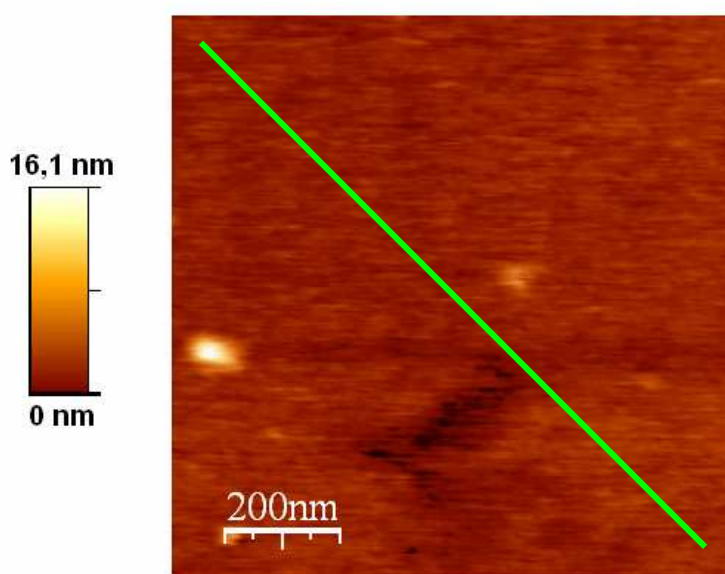
Na **obr. 37** je stejný hloubkový profil jako na obrázku předešlém a to Cu (5 nm)/NiFe (6 nm)/Cu (3 nm)/Co (6 nm) na Si substrátu. Tentokrát je ovšem hloubkový profil v lineárním měřítku a normalizovaný k jedné. Na tomto profilu jsou dobře patrné jednotlivé přechody mezi vrstvami. Křivka náležející signálu mědi na tomto profilu je normalizována k jedné, ale pro normalizaci bylo vybráno maximum z oblasti mědi mezi vrstvami Co a NiFe. To bylo provedeno z důvodu, že signál mědi byl asi 1000x větší u přírodního oxidu mědi, než u signálu mědi z mezivrstvy a při použití maxima mědi z vrchní vrstvy nebyla mezivrstva Cu (3 nm) na hloubkovém profilu patrná. Také signál Ni a Fe je normalizován tak aby součet obou

složek odpovídal maximu tj. jedné. Tím je zcela patrné, že obsah NiFe je v poměru Ni (80 %) a Fe (20 %).



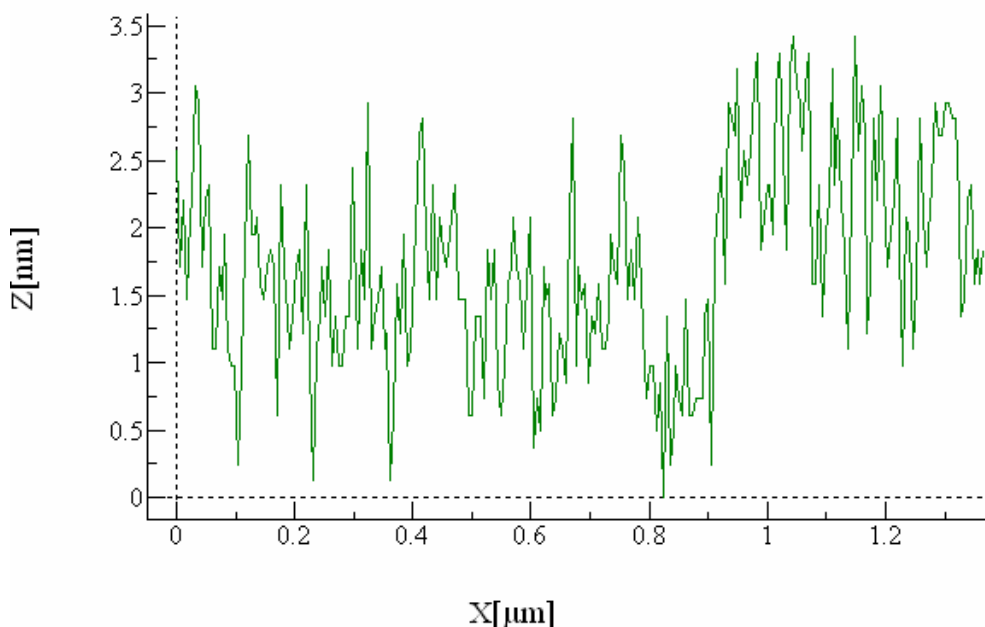
Obr. 37 Hloubkový profil multivrstvy Cu (5 nm)/NiFe (6 nm)/Cu (3 nm)/Co (6 nm)/ Si substrát. Hloubkový profil je v lineárním měřítku a normalizovaný.

Při dopadu primárních iontů na povrch zkoumaného vzorku se tvoří kráter. Po delší době odprašování dochází na dně kráteru ke zvyšování drsnosti. Zvyšování drsnosti je nežádoucí, jelikož snižuje hloubkové rozlišení profilu multivrstvy. Zajímalo mne, jak bude vypadat dno kráteru po odprašení multivrstvy při současném napouštění kyslíku do analytické komory. Pro srovnání je na **obr. 38** znázorněn povrch vzorku Cu (5 nm)/NiFe (6 nm)/Cu (3 nm)/Co (6 nm) na Si substrátu analyzovaný mimo kráter vytvořený po odprašování iontovým svazkem. **Obr. 40** znázorňuje dno kráteru vzorku Cu (5 nm)/NiFe (6 nm)/Cu (3 nm)/Co (6 nm) na Si substrátu. Tyto obrázky byly pořízeny na mikroskopu atomárních sil (AFM). Během analýzy SIMS docházelo k současnému napouštění kyslíku do analytické komory.



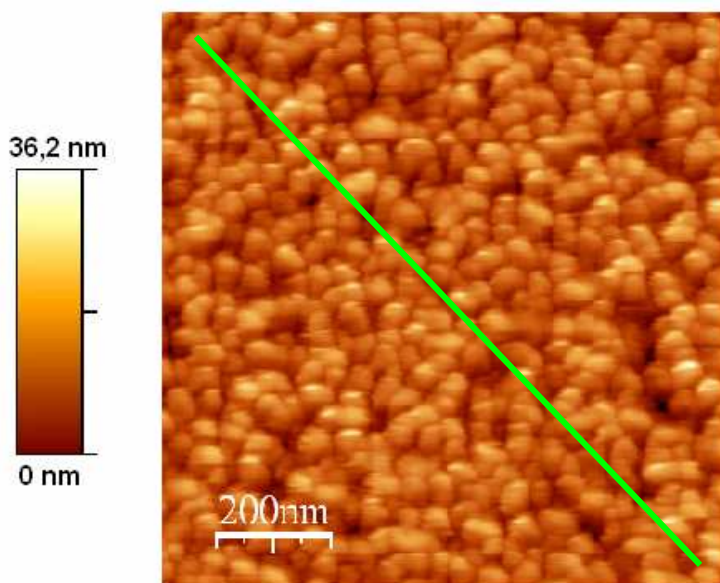
Obr. 38 Obrázek povrchu vzorku Cu (5 nm)/NiFe (6 nm)/Cu (3 nm)/Co (6 nm)/ Si substrát mimo kráter. Obrázek byl pořízen na mikroskopu AFM.

Jak je vidět na **obr. 38** povrch vzorku mimo kráter je rovný bez ostrůvků a napouštění kyslíku do analytické komory nemělo na drsnost povrchu příliš velký vliv. **Obr. 39** znázorňuje profil povrchu vzorku Cu (5 nm)/NiFe (6 nm)/Cu (3 nm)/Co (6 nm) na Si substrátu měřený mimo kráter po analýze SIMS.



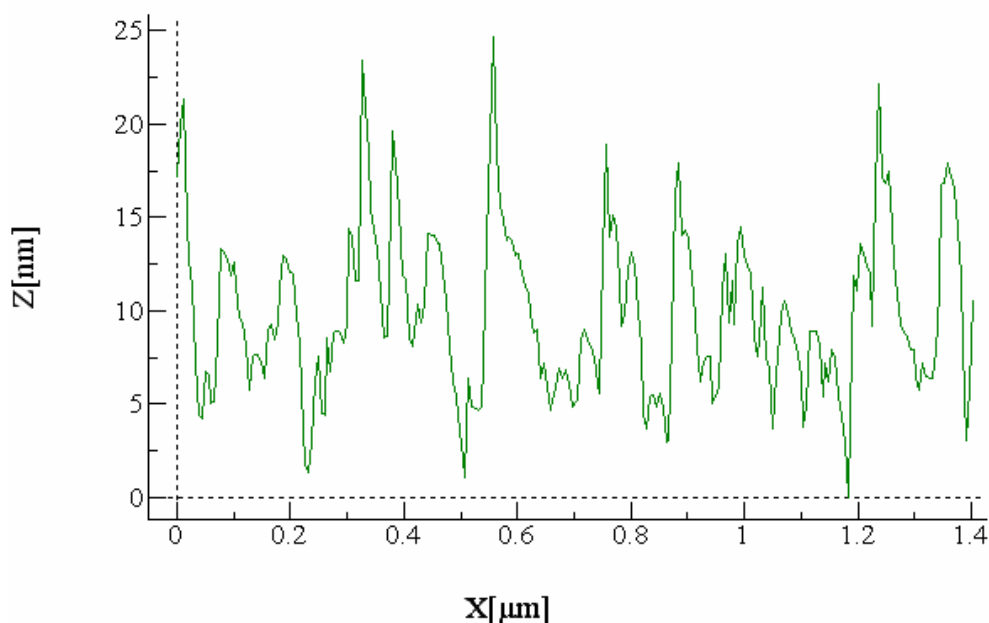
Obr. 39 Profil povrchu vzorku Cu (5 nm)/NiFe (6 nm)/Cu (3 nm)/Co (6 nm)/ Si substrát mimo kráter. Vzorek byl analyzován pomocí AFM.

I na tomto profilu je vidět, že výškové rozdíly na povrchu vzorku jsou maximálně 1,5 nm.



Obr. 40 Obrázek dna kráteru vzorku Cu (5 nm)/NiFe (6 nm)/Cu (3 nm)/Co (6 nm)/ Si substrát. Obrázek byl pořízen na mikroskopu AFM.

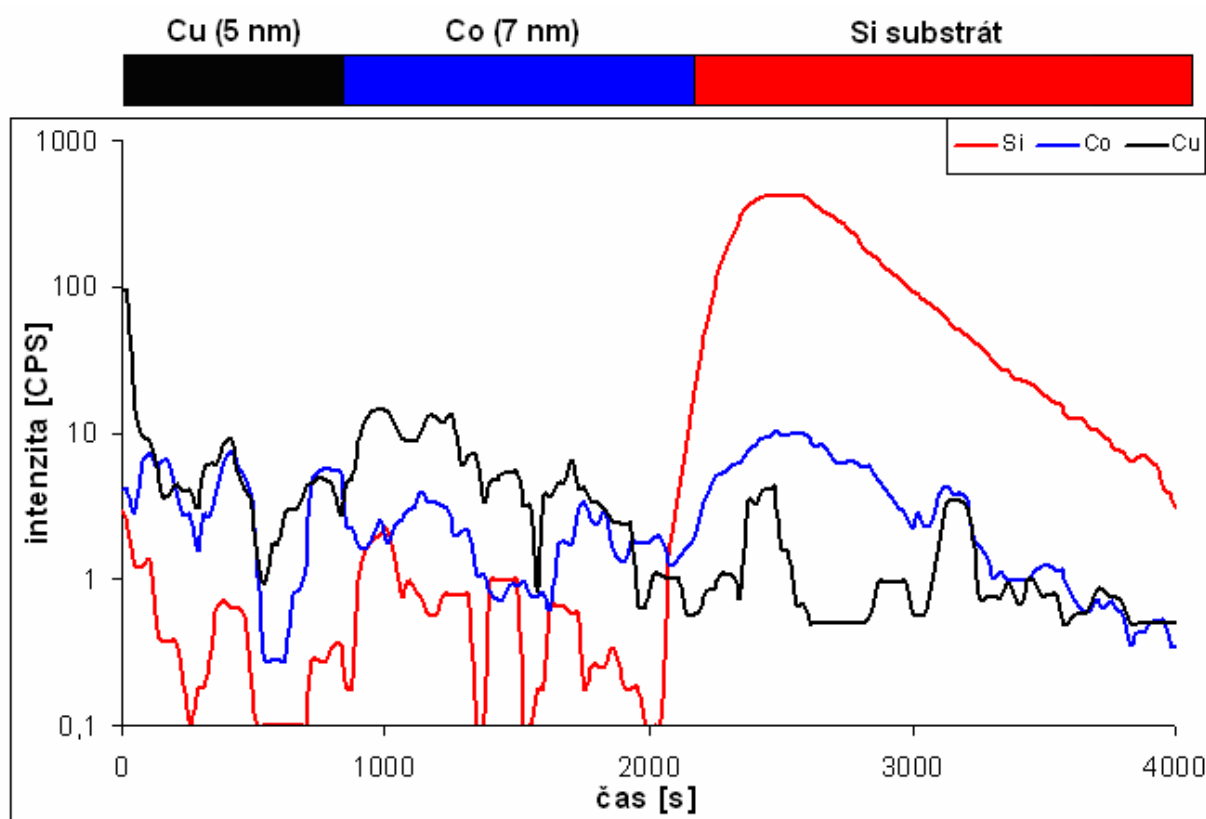
Jak je z **obr. 40** patrné na dně kráteru dopad primárních iontů a oxidace povrchu vytvořily mnoho ostrůvků. Pomocí programu WSxM 4.0 Develop 5.1, který je určen pro vyhodnocení výsledků analýzy mikroskopem AFM, jsem zobrazil profil dna kráteru. Tento profil je zobrazen na **obr. 41**.



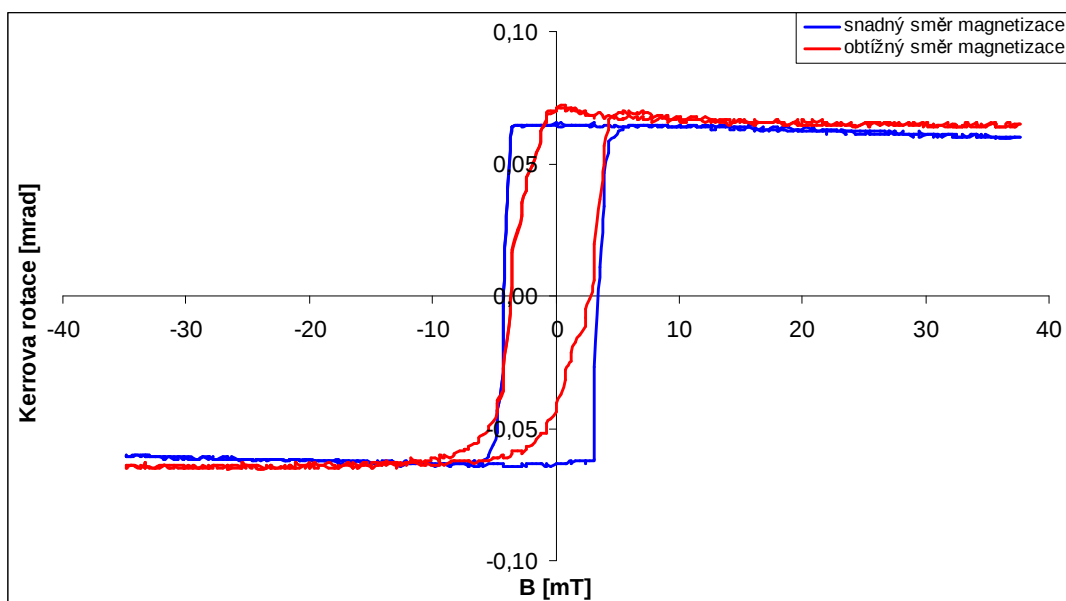
Obr. 41 Profil dna kráteru vzorku Cu (5 nm)/NiFe (6 nm)/Cu (3 nm)/Co (6 nm)/ Si substrát. Vzorek byl analyzován pomocí AFM.

Je zde vidět, že jednotlivé ostrůvky jsou velice vysoké. Multivrstva nadeponovaná na křemíkovém substrátu má tloušťku přibližně 16 nm. Po odprášení celé multivrstvy a části křemíkového substrátu se vytvořily ostrůvky, které mají výšku až 25 nm. Tento jev se vyskytuje u vzorků, kde jsou deponované kovové vrstvy a v případě napouštění kyslíku do komory byl tento jev ještě zesílen.

Jelikož multivrstvy, které jsem analyzoval byly magnetické, bylo nutné zjistit také magnetické vlastnosti. Měření magnetických vlastností provedl V. Uhlíř pro čtyři vzorky. Jednalo se vždy o vrstvy Co (7 nm), překrytými vrstvou Cu (5 nm). Rozdíly mezi vzorky tvořily různé tloušťky vrstev oxidu kobaltu pod kobaltovou vrstvou. Měření magnetizačních hysterezních křivek probíhalo na optickém Kerrově mikroskopu na ÚFI. Jako první vzorek pro měření magnetických vlastností byl vybrán Cu (5 nm)/Co (7 nm) na Si substrátu bez vrstvy oxidu kobaltu. Hloubkový profil této multivrstvy je zobrazen na **obr. 42** a příslušná hysterezní křivka je na **obr. 43**.



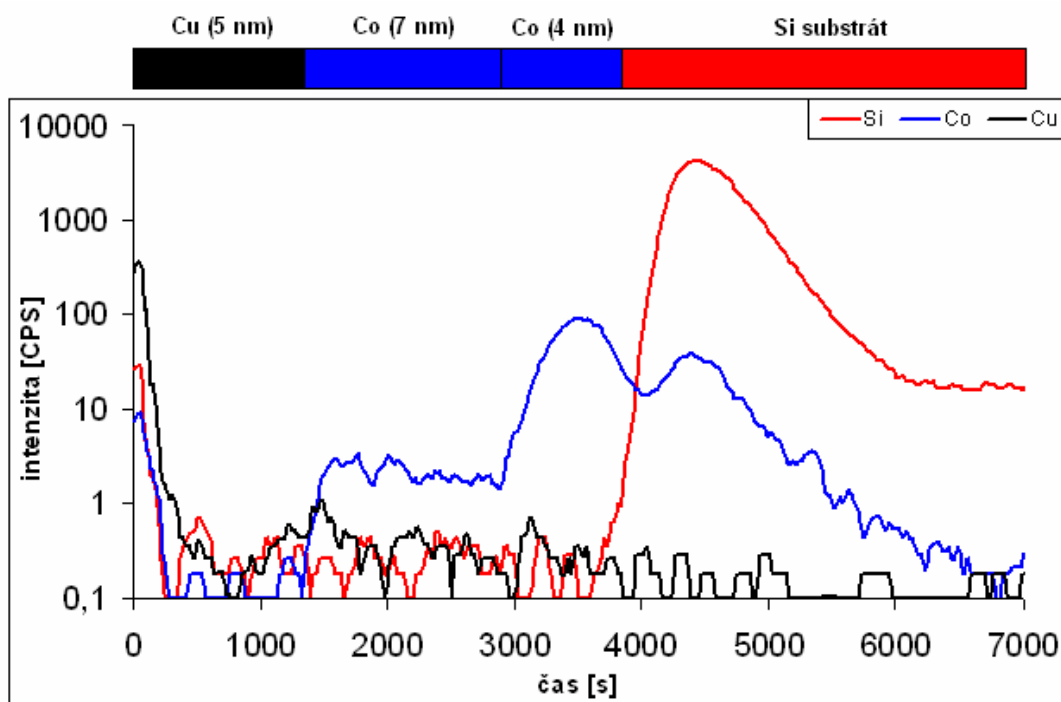
Obr. 42 Hloubkový profil multivrstvy Cu (5 nm)/Co (7 nm)/Si substrát.



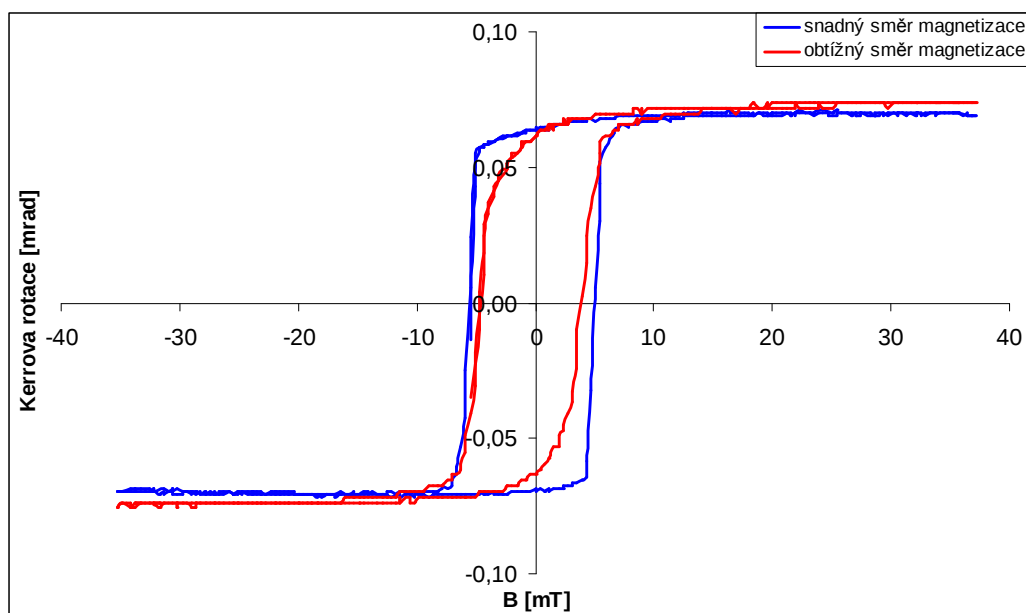
Obr. 43 Hysterezi křivka měřená na optickém Kerrově mikroskopu. Měřený vzorek byl Cu (5 nm)/Co (7 nm)/ Si substrát.

Zde je hysterezi křivka znázorněna jako Kerrova rotace závislá na magnetickém poli magnetické látky. Užitá funkce Kerovy rotace je přímo úměrná magnetizaci. U tohoto vzorku byla zjištěna koercitivita o velikosti 3,9 mT.

Jako následující vzorek pro měření magnetických vlastností byl vybrán Cu (5 nm)/Co (7 nm)/Co (4 nm) na Si substrátu. Zde byla vrstva Co 4 nm oxidována. Na **obr. 44** je hloubkový profil této multivrstvy a na **obr. 45** je příslušná hysterezní křivka.



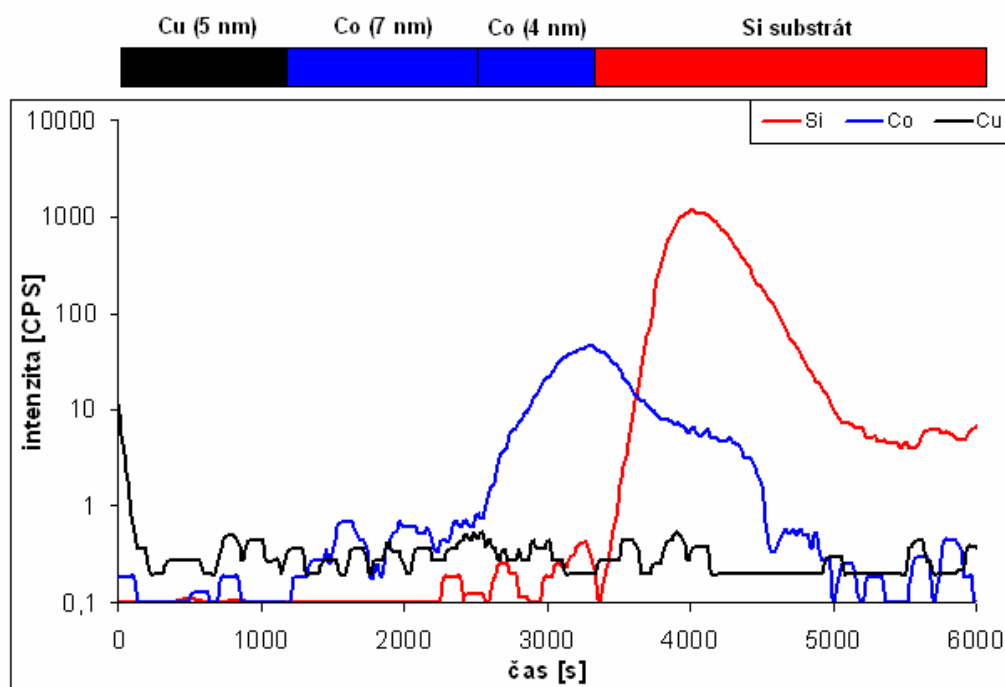
Obr. 44 Hloubkový profil multivrstvy Cu (5 nm)/Co (7 nm)/Co (4 nm)/Si substrát. Oxidace vrstvy Co (4 nm) probíhala při pokojové teplotě.



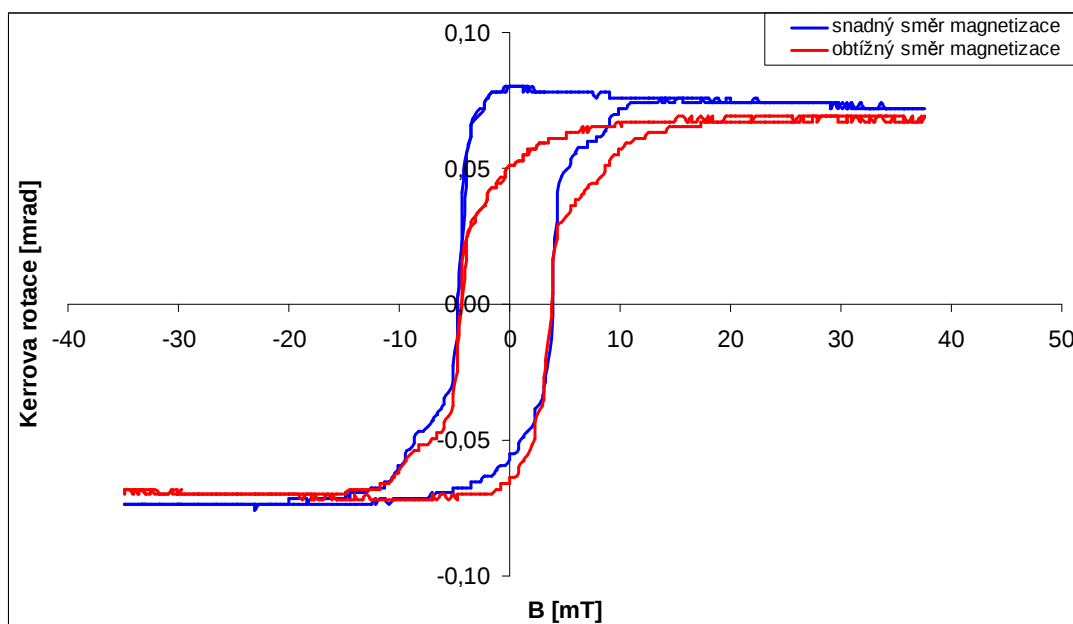
Obr. 45 Hysterezi křivka měřená na optickém Kerrově mikroskopu. Měřený vzorek byl Cu (5 nm)/Co (7 nm)/Co (4 nm)/Si substrát. Vrstva 4 nm Co byla oxidována.

Z hysterezní křivky je patrné, že oxid kobaltu, jako anti-feromagnet má vliv na magnetické vlastnosti multivrstvy. Tento vliv se projevil zvýšením koercitivity na hodnotu 5,3 mT.

U následujícího měření byla použita stejná multivrstva jako v předešlém experimentu, pouze při oxidaci vrstvy Co 4 nm byla zvýšena teplota na 120 °C. Na **obr. 46** je hloubkový profil této multivrstvy a na **obr. 47** je příslušná hysterezní smyčka.



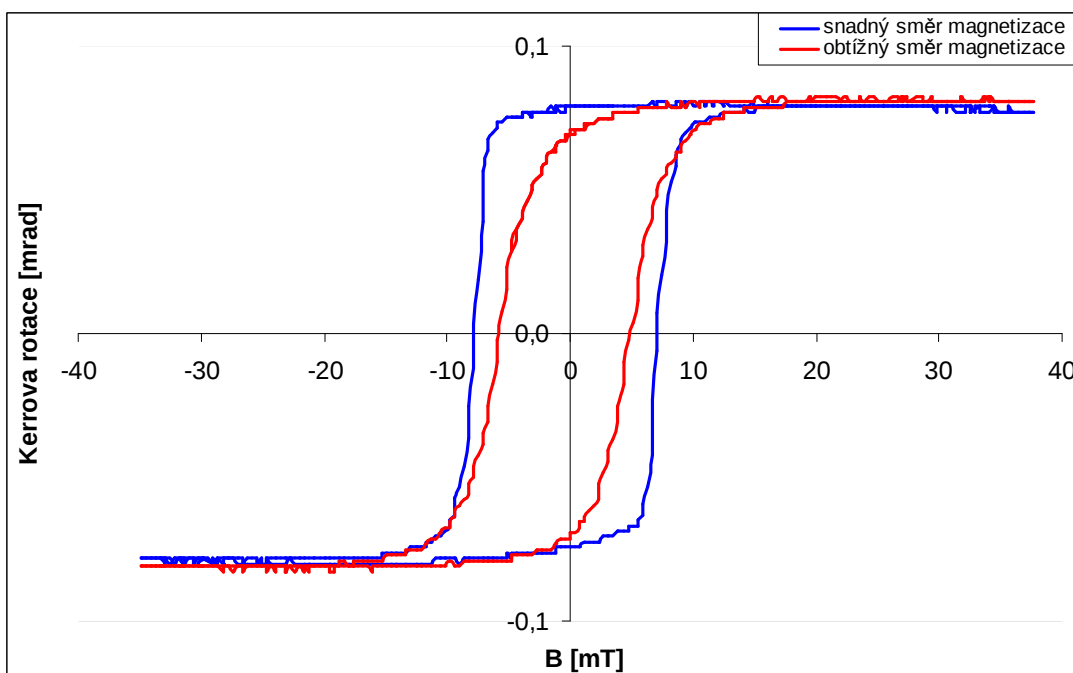
Obr. 46 Hloubkový profil multivrstvy Cu (5 nm)/Co(7 nm)/Co (4 nm)/Si substrát. Oxidace vrstvy Co (4 nm) probíhala při 120 °C.



Obr. 47 Hysterezi křivka měřená na optickém Kerrově mikroskopu. Měřený vzorek byl Cu (5 nm)/Co (7 nm)/Co (4 nm)/Si substrát. Vrstva 4 nm Co byla oxidována při teplotě 120 °C.

Naměřená hodnota magnetické indukce byla 4,1 mT. Je vidět, že zvýšení teploty při oxidaci nemá přílišný vliv na magnetické vlastnosti multivrstvy. Dokonce došlo k mírnému snížení koercitivity.

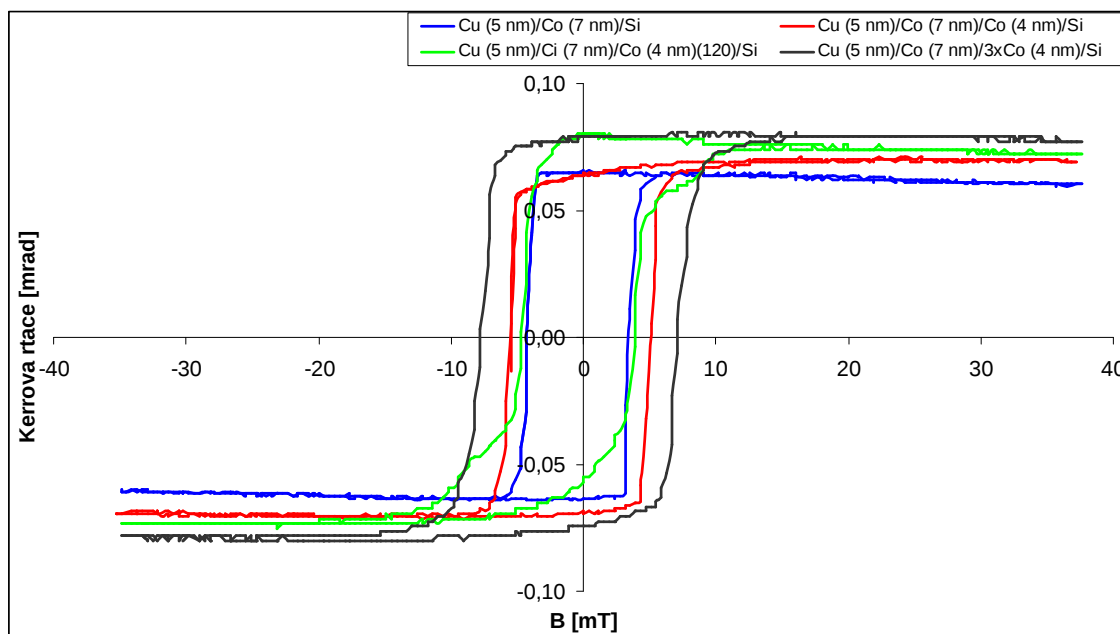
Pro poslední experiment byla vybrána multivrstva Cu (5 nm)/Co (7 nm)/3xCo (4nm) na Si substrátu. Hloubkový profil této multivrstvy je na **obr. 32** a hysterezní křivka pro tuto multivrstvu je zobrazena na **obr. 48**.



Obr. 48 Hysterezi křivka měřená na optickém Kerrově mikroskopu. Měřený vzorek byl Cu (5 nm)/Co (7 nm)/3xCo (4 nm)/Si substrát. Vrstvy 3x4 nm Co byly oxidovány.

Naměřená koercitivita zde byla 7,4 mT. Tato hodnota je téměř dvojnásobná oproti předešlým. U této multivrstvy není kontinuální oxidová vrstva, ovšem i přes tento fakt je požadovaný parametr nejlepší dosažený.

Na **obr. 49** je srovnání hysterezních křivek pro všechny čtyři multivrstvy. Je zde velice dobře patrné, že multivrstva Cu (5 nm)/Co (7 nm)/3xCo (4 nm) na Si substrátu má nejlepší požadované magnetické vlastnosti.



Obr. 49 Srovnání hysterezích křivek pro vzorky Cu (5 nm)/Co (7 nm)/Si substrát; Cu (5 nm)/Co (7 nm)/Co (4 nm)/Si substrát; Cu (5 nm)/Co (7 nm)/Co (4 nm)/Si substrát, kde byl Co oxidován při 120 °C a Cu (5 nm)/Co (7 nm)/3xCo (4 nm)/Si substrát. Srovnány jsou hysterezní křivky pro snadné směry magnetizace.

Závěr

Obsahem této práce byla především analýza magnetických tenkých vrstev prováděná pomocí hloubkového profilování metodou SIMS. Proto byla značná pozornost věnována právě této metodě. V diplomové práci byl zmíněn fyzikální princip metody SIMS a její experimentální uspořádání. Úplný popis postupu měření na použité aparatuře byl diskutován v kapitole 3. Pomocí hloubkových profilů bylo analyzováno složení a míra oxidace jednotlivých vrstev v multivrstvách. Také bylo experimentálně prokázáno, že je možné identifikovat rozhraní jednotlivých vrstev s přesností několika nanometrů.

V práci je i stručně rozebrána problematika magnetických vlastností látek. Tomuto tématu je věnována kapitola 2. Stručně byl nastíněn také princip GMR efektu v tenkých vrstvách. Pro vznik GMR efektu je nutné mít multivrstvu složenou ze dvou feromagnetických vrstev a vodivého nemagnetického *spaceru*. Pokud je pod tuto trojvrstvu přidána další vrstva antiiferomagnetického materiálu, GMR efekt je více výrazný. Tato vrstva způsobí tzv. „ukotvení“ magnetických momentů feromagnetické vrstvy umístěné nad touto vrstvou, což způsobí rozšíření GMR píku. Velikost rozšíření je závislá na velikosti koercitivity ukotvené kobaltové vrstvy. Proto byla při analýzách magnetických multivrstev věnována zvláštní pozornost tenkým vrstvám oxidů kobaltu, který je antiiferomagnetikem. Pro zvýšení koercitivity ukotvené kobaltové vrstvy byla optimalizována depozice oxidové kobaltové vrstvy. Optimalizací depozičního postupu bylo dosaženo dvojnásobné hodnoty koercitivity v porovnání s počáteční hodnotou. Postup depozice oxidových vrstev byl popsán v kapitole 6.

V kapitole 6 věnované experimentální části práce byly uvedeny SIMS hloubkové profily a magnetizační křivky čtyřech vrstevnatých systémů. Magnetizační křivky, pomocí kterých byla stanovena velikost koercitivity byly měřeny na optickém Kerrově mikroskopu. Analýza byla provedena pro stejné vzorky s jedinou odlišností a to tloušťkou vrstvy oxidu kobaltu. Výsledky ukazují, že koercitivita kobaltové vrstvy byla závislá na tloušťce vrstvy oxidu kobaltu a také na podmínkách oxidace.

V budoucnu se bude nadále pracovat s vrstvami kobaltu a jeho oxidů, zvláště pak měření GMR trojvrstev NiFe/Cu/Co. Budou se také zkoumat jiné druhy přírodních antiiferomagnetik, především IrMn a FeMn.

Literatura

- [1] BÁBOR, P.: *Hmotnostní spektroskopie sekundárních iontů v analýze povrchů a tenkých vrstev*, [Disertační práce], Brno, VUT, FSI, 2005.
- [2] VÁLYI, L.: *Atom and ion sources*, Akadémiai Kajdó, Budapešť, 1977
- [3] FIALA, J.: *Iontové svazky a jejich aplikace v technologiích*, [Diplomová práce], Brno, VUT, FSI, 2004.
- [4] SEDLÁK, B., ŠTOLL, I.: *Elektřina a magnetismus*, ACADEMIA, Praha, 1993.
- [5] Feynman, R. P., Leighton, R. B., Sands, M.: *Feynmanovy přednášky z fyziky*, Fragment, Praha, 2001.
- [6] HALLIDAY, D., RESNICK, R., WALKER, J.: *Fyzika, 3. část, Elektřina a magnetismus*. Brno: VUTIUM, 2003. p.834-850. ISBN 80-214-1868-0.
- [7] KITTEL, CH.: *Introduction to Solid State Physics*, 7. ed., John Wiley & Sons, Inc., New York, 1996.
- [8] OHRING, M.: *The Material Science of Thin Films*, ACADEMIA, Praha, 1992.
- [9] HEMPEL, T., HUTTEN, A.: *Simulation of GMR Characteristics and Magnetization Loops*, manuál k programu GMRsin, Německo, 2003.
- [10] URBÁNEK, I.: *Modernizace aparatury IBAD*, [Diplomová práce], Brno, VUT, FSI, 2008.
- [11] BENINGHOVEN, A.: *Secondary ion mass spectrometry – basics concepts, instrumental aspects, applications and trends*, John Wiley & Sons, NY, vol. 86, 1987.
- [12] LIN, K.-W., et al.: Structural magnetic properties of ion-beam deposited NiFe/Co-oxide bilayers, *Eur. phys. j. B*, 2005, vol. 45, p. 237-242.
- [13] VÁCLAVU, M.: *Studium oxidace oxidu uhelnatého na površích směsných oxidů SnCeOx metodami fotoelektronové spektroskopie a teplotně programované reakce*. [Diplomová práce], Karlova univerzita, Praha, 2007.
- [14] http://en.wikipedia.org/wiki/Giant_magnetoresistive_effect
- [15] DOWSETT, M. G., et al.: *Ultralow energy secondary ion mass spectrometry and transient yields at the silicon surface*, *J. Vac. Sci. Technol. B* 16(1), 1998.
- [16] LEE, H., et al.: Subnanometre depth resolution in sputter depthprofiling of Si layers using grazing-incident low-energy O²⁺ and Ar⁺ ions, *Surf. Interface Anal.*, 2003, 36, p. 259 – 263.

- [17] SCHAUER, S. N.: *Investigation of sputtered ion production*, [Dizertační práce], Arizona State University, 1991.
- [18] ALCORN, R. L.: *Surface collisionally activated dissociation on secondary ion mass spectrometry*, [Dizertační práce], Arizona State University, 1989.
- [19] BROWN, E. K.: *Topics in secondary ion mass spectrometry*, [Dizertační práce], Arizona State University, 1996.
- [20] WILSON, R. G., STEVIE, F. A., MAGEE, C. W.: *Secondary Ion Mass Spectrometry – a practical handbook for depth profiling and bulk analysis*, John Wiley, 1989.
- [21] OECHSNER, H.: *Thin film and depth profile analysis*, Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, NY, Tokyo 1984.
- [22] BARSHICK, M. Ch., DUCKWORTH, D. C., SMITH, D. H.: *Inorganic mass spectrometry – fundamentals and applications*, Marcel Dekker, NY, 2000.
- [23] CZANDERNA, W. A., HERKULES, D. M.: *Ion spectroscopies for surface analysis*, Plenum Press, NY, London, 1991. p.45.
- [24] HALLIDAY, D., RESNICK, R., WALKER, J.: *Fyzika, 5. část, Moderní fyzika*. Brno: VUTIUM, 2003. p.834-850. ISBN 80-214-1868-0.
- [25] GIANCOLI, D. C.: *Physics for Scientists & Engineers with Modern Physics*, Prentice Hall, New Persey, 2000.
- [26] ŠIKOLA, T., *et al.*: Ion Beam Assisted Deposition of Metallic and Ceramic Thin Films, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 127/128, 673-676, 1997.
- [27] SCHMIDT, M., *et al.*: Exchange processes in interlayer diffusion – kinks, corners and the growth mode, *Applied Physics A* 72, 405 – 412, 2001.

Dodatky

Zdrojový kód vytvořený v programu Delphi 6.0. program slouží k nastavení požadované hodnoty napětí pro ovládání řídicí jednotky RGV 050 A. Tato jednotka má za úkol kontrolu tlaku plynu v komoře iontového zdroje.

```
unit nicardcontrol;
```

```
interface
```

```
uses
```

```
Windows, Messages, SysUtils, Variants, Classes, Graphics, Controls, Forms,  
Dialogs, StdCtrls, nidaqmx, NIDAQmxAPI_TLB, Buttons, Spin;
```

```
type
```

```
TForm1 = class(TForm)  
  Button1: TButton;  
  Memo1: TMemo;  
  Edit1: TEdit;  
  SpeedButton1: TSpeedButton;  
  SpinEdit1: TSpinEdit;  
  SpinEdit2: TSpinEdit;  
  procedure Button1Click(Sender: TObject);  
  procedure Button2Click(Sender: TObject);
```

```
private
```

```
  { Private declarations }
```

```
public
```

```

        { Public declarations }
    end;

var
    Form1: TForm1;

implementation

procedure TForm1.Button1Click(Sender: TObject);

var
    TaskHandle: Longint;
    vtaskhandle:longint;
    DAQmx_Val_Volts:DAQmxVoltageUnits2;
    read: Longint;
    data: PDouble;
    error: Longint;
    errbuff :array[1..2048] of char ;
    i,ii,j: integer;

begin
    error := DAQmxCreateTask("",@taskHandle);
    error := DAQmxCreateAOVoltageChan(taskhandle,('Dev1/ao0'),",-10.0,10.0,10348,");

    for i:=1 to 50 do

        begin
            if j=10 then j:=0 else j:=10;
            Application.ProcessMessages;
            error:=0;
            data^:=spinedit2.Value/10;
            error := DAQmxWriteAnalogF64(taskHandle,1,1,0,0,data,@read,nil);
        end;
    end;
end;

```

```

    if( taskHandle<>0 ) then
    begin
        DAQmxStopTask(taskHandle);
        DAQmxClearTask(taskHandle);
    end;
end;

procedure TForm1.Button2Click(Sender: TObject);
const
    DAQmx_Val_Rising = $00002828;
    DAQmx_Val_FiniteSamps = 10178;
type
    int8 = Shortint;
type
    PUINT8 = ^UINT8;
    uInt8 = Byte;
type

type
    uInt16 = Word;
type
    PINT32 = ^INT32;
    int32 = LongInt;
type
    PUINT32 = ^UINT32;
    uInt32 = LongInt;
type
    float32 = Single;
type
    pfloat64 = ^float64;
    float64 = Double;
    __INT64 = int64;
    uInt64 = __INT64;

```

```

PBOOL32 = ^BOOL32;
bool32 = UINT32;
var
  TaskHandle: PLongint;
  error: Longint;
  read: Longint;
  data: PDouble;
  errBuff: Pchar;
  i: byte;
begin
  error := DAQmxCreateTask("", @taskHandle);

  error := DAQmxCfgSampClkTiming(taskHandle^, "10000.0, DAQmx_Val_Rising, DA
    Qmx_Val_FiniteSamps, 1000);
  error := DAQmxStartTask(taskHandle^);
    QmxReadAnalogF64(taskHandle^, 1000, 10.0, DAQmx_Val_GroupByChannel, data,
      1000, @read, nil);
  Memo1.Lines.Add(intTOstr(read));
  if( taskHandle^ < > 0 ) then
  begin
    DAQmxStopTask(taskHandle^);
    DAQmxClearTask(taskHandle^);
  end;
end;

procedure TForm1.FormClose(Sender: TObject; var Action: TCloseAction);
begin
  {edit1.Text:='0';
  Button1Click(Sender);}
end;

procedure TForm1.SpinEdit2Change(Sender: TObject);
begin

```

end;

end.