



AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE

DZIEDZINA nauk ścisłych i przyrodniczych

DYSCYPLINA nauki fizyczne

ROZPRAWA DOKTORSKA

Badanie efektu bliskości magnetycznej w epitaksjalnych układach cienkowarstwowych z antyferromagnetykiem

Autor: Marcin Szpytma

Promotor rozprawy: dr hab. Anna Koziół-Rachwał

Praca wykonana: Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica
w Krakowie, Wydział Fizyki i Informatyki Stosowanej

Kraków, 2024

Oświadczenie autora rozprawy:

Oświadczam, świadomy odpowiedzialności karnej za poświadczenie nieprawdy, że niniejszą pracę doktorską wykonałem osobiście i samodzielnie, oraz że nie korzystałem ze źródeł innych niż wymienione w pracy.

data, podpis autora rozprawy

Oświadczenie promotora rozprawy:

Niniejsza rozprawa jest gotowa do oceny przez recenzentów.

data, podpis promotora rozprawy

Pragnę podziękować mojej Promotor dr hab. Annie Kozioł-Rachwał za przekazaną wiedzę, życzliwość, cenne uwagi oraz sugestie, które ugruntowały ostateczny kształt tej rozprawy, jak również okazane zaangażowanie i pomoc, które towarzyszyły mi przez lata opieki naukowej.

Prof. dr hab. Tomaszowi Ślęzak oraz dr hab. Michałowi Ślęzak serdecznie dziękuję za merytoryczne wsparcie oraz dzielenie się wieloletnim doświadczeniem i wiedzą.

Szczególne podziękowania składam również wszystkim współpracownikom z Laboratorium Nanostruktur Powierzchniowych, a w szczególności dr inż. Weronice Janus, dr inż. Piotrowi Dróżdź oraz mgr. inż. Hashimowi Nayyef za pomoc w realizacji badań oraz inspirujące dyskusje naukowe.

Dziękuję również dr Marcinowi Zajęc za pomoc w trakcie pomiarów XAS. Dr Dorocie Wilgockiej-Ślęzak, dr Annie Mandziak, prof. dr Andrei Locatelli, dr Teyfikowi O. Menten oraz dr Mateo Jugovac dziękuję za wsparcie w realizacji pomiarów X-PEEM.

W szczególny sposób pragnę podziękować rodzicom oraz mojej żonie Patrycji za cierpliwość i nieograniczone wsparcie.

Niniejsza praca powstała w ramach projektu finansowanego przez Narodowe Centrum Nauki Grant Nr. 2020/38/E/ST3/00086 oraz w ramach grantu Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa Wyższego: „Inicjatywa Doskonałości – Uczelnia Badawcza” AGH.



Republic
of Poland



Foundation for
Polish Science

European Union
European Regional
Development Fund



Streszczenie

Celem niniejszej pracy było zbadanie wpływu efektu bliskości magnetycznej na właściwości magnetyczne epitaksjalnych układów cienkowarstwowych z antyferromagnetykiem.

W pracy przedstawiony został wpływ oddziaływania warstwy AFM_1 o wyższej temperaturze Néela (CoO lub NiO) na warstwę AFM_2 o niższej temperaturze uporządkowania (FeO). Wykorzystując metodę spektroskopii Mössbauera wykazano, że w układzie MgO/FeO/CoO/MgO(001) bliskość magnetyczna CoO powoduje wzrost temperatury uporządkowania wustytu. Za pomocą metody MOKE udowodniono, że w układzie Fe/FeO/CoO(NiO) obecność dolnej warstwy antyferromagnetycznej wpływa na wzmocnienia oddziaływania *exchange bias* na górnej międzywierzchni Fe/FeO. Dodatkowo zaprezentowano wpływ efektu bliskości magnetycznej warstwy CoO(NiO) na temperaturę blokowania w trójwarstwie Fe/FeO/CoO(NiO).

Systematyczne pomiary XAS przeprowadzone dla Co/NiO/Fe/W(110) z wykorzystaniem efektów liniowego oraz kołowego magnetycznego dichroizmu promieniowania X pozwoliły na charakteryzację właściwości magnetycznych podwarstw w układzie. Pokazano, że oddziaływanie wymienne na interfejsach Co/NiO oraz NiO/Fe jest odpowiedzialne za przeniesienie właściwości magnetycznych dolnej warstwy Fe do górnej warstwy Co poprzez antyferromagnetyczną warstwę NiO. Za pomocą rentgenowskiej mikroskopii fotoelektronów PEEM udowodniono, że struktura domenowa warstw Fe w układzie Co/NiO/Fe jest powielona nie tylko przez warstwę NiO, ale również przez górną warstwę Co.

Wykorzystując magneto-optyczną mikroskopię Kerra oraz Voigta scharakteryzowane zostały właściwości magnetyczne cienkich warstw CoO na podłożu MgO(001). Zbadano ewolucję struktury domenowej CoO wraz a grubością warstwy tlenku. Dla układu Fe/CoO pokazano, jak obecność ferromagnetycznej warstwy Fe wpływa na strukturę domenową CoO.

Abstract

The goal of this dissertation was to investigate the influence of the magnetic proximity effect on the magnetic properties of epitaxial multilayers with antiferromagnetic sublayers.

The study presents the influence of the proximity of an antiferromagnetic CoO(NiO) layer on magnetic properties of FeO in FeO/CoO epitaxial bilayers. With a use of Mössbauer spectroscopy, it was demonstrated that the magnetic proximity of CoO significantly increases the ordering temperature of thin wüstite from about 180 K to nearly 300 K in FeO/CoO. MOKE measurements performed for Fe/FeO/CoO(NiO) system showed that proximity of CoO(NiO) can significantly enhance the exchange bias interaction at the upper Fe/FeO interface. Moreover, the magnetic proximity effect led to the increase in the blocking temperature in Fe/FeO/CoO(NiO) trilayer compared to the Fe/FeO bilayer.

Magnetic properties of Co/NiO/Fe/W(110) system, were characterized with use of x-ray magnetic linear dichroism and x-ray magnetic circular dichroism. . It was demonstrated that the exchange interaction at the Co/NiO and NiO/Fe interfaces is responsible for the transfer of the magnetic properties of the lower Fe layer to the upper Co layer through the antiferromagnet. Transfer of magnetic properties from Fe film through NiO to Co layer is also reflected in the domain structure of sublayers, which was revealed with a use of PEEM microscope.

Magnetic properties of thin CoO layers grown on MgO(001) substrate were investigated using magneto-optical Kerr and Voigt microscopy. Magneto-optical studies showed evolution of domain structure in CoO as a function of antiferromagnet thickness. For Fe/CoO bilayer it was demonstrated how the presence of the ferromagnetic Fe layer influences the domain structure in CoO.

Spis treści

1. Wstęp.....	13
2. Magnetyzm układów cienkowarstwowych.....	15
2.1. Materiały o dalekozasięgowym uporządkowaniu momentów magnetycznych	15
2.1.1. Ferromagnetyki.....	16
2.1.2. Antyferromagnetyki.....	18
2.2. Wpływ obniżenia wymiarowości układów na ich właściwości magnetyczne	21
2.3. Właściwości wybranych tlenków metali przejściowych	24
2.3.1. Monotlenek żelaza (wustyt) – FeO.....	25
2.3.2. Tlenek niklu (II) – NiO.....	25
2.3.3. Tlenek kobaltu (II) – CoO	26
3. Efekty interfejsowe w układach z cienkimi warstwami antyferromagnetyka.....	27
3.1. Efekt bliskości magnetycznej.....	27
3.2. Sprzężenie wymienne typu <i>exchange bias</i>	30
4. Metody eksperymentalne.....	35
4.1. Wprowadzenie	35
4.2. Preparatyka magnetycznych epitaksjalnych układów cienkowarstwowych	35
4.2.1. Metoda epitaksji z wiązek molekularnych – MBE.....	36
4.2.2. Odparowanie wiązką elektronową – EBV.....	39
4.3. Metody charakteryzacji właściwości strukturalnych i magnetycznych cienkich warstw	40
4.3.1. Dyfrakcja niskoenergetycznych elektronów – LEED	40
4.3.2. Spektroskopia Mössbauera elektronów konwersji – CEMS	42
4.3.3. Zjawiska magneto-optyczne	46
4.3.4. Spektroskopia absorpcyjna promieniowania X - XAS.....	63
4.3.5. Fotoemisyjna mikroskopia elektronowa z wykorzystaniem promieniowania X: X - PEEM.....	70
5. Efekt bliskości magnetycznej w dwuwarstwie FeO/CoO	75
5.1. Preparatyka epitaksjalnych układów FeO/CoO(NiO) na podłożach MgO(001).....	75
5.2. CEMS – charakteryzacja właściwości chemicznych oraz magnetycznych ⁵⁷ FeO w układach MgO/ ⁵⁷ FeO/MgO(001) oraz MgO/ ⁵⁷ FeO/CoO/MgO(001)	76
5.3. Pomiar spektroskopii absorpcyjnej promieniowania X warstw CoO oraz FeO w układzie dwuwarstwowym FeO/CoO.....	80
5.4. MOKE – oddziaływanie wymienne w trójwarstwie Fe/FeO/CoO.....	84

6. Transfer anizotropii magnetycznej poprzez warstwę AFM – efekt bliskości magnetycznej w trójwarstwie Co/NiO/Fe	89
6.1. Preparatyka epitaksjalnych trójwarstw Co/NiO/Fe na podłożu W(110).....	90
6.2. Pierwiastkowo czuła spektroskopia promieniowania X w układzie Co/NiO/Fe/W(110).....	92
6.3. Wizualizacja struktury domenowej z wykorzystaniem mikroskopii X - PEEM	98
6.4. Reorientacja spinowa w trójwarstwie Co/NiO/Fe/W(110) wywołana zmianą temperatury.....	100
6.5. Wielkość pola anizotropii w układzie Co/NiO/Fe – XMCD oraz XMLD w funkcji zewnętrznego pola magnetycznego.....	102
7. Właściwości magnetyczne epitaksjalnych układów z CoO	105
7.1. Preparatyka układów z warstwą CoO	105
7.2. Charakteryzacja struktury domenowej tlenku kobaltu przy użyciu mikroskopu polaryzacyjnego.....	107
7.2.1. Analiza asymetrii intensywności antyferromagnetycznych domen CoO	110
7.3. Spektroskopia XAS cienkich warstw CoO	116
7.3.1. Obrazowanie struktury domenowej CoO za pomocą mikroskopii X.....	122
7.4. Efekt bliskości magnetycznej w dwuwarstwie Fe/CoO.....	123
8. Podsumowanie.....	131
Lista referencji	133

1. Wstęp

Cienkie warstwy magnetyczne są przedmiotem intensywnych badań nieprzerwanie od kilku dziesięcioleci. Odkrycie zjawisk gigantycznego magnetooporu (ang. *Giant Magnetoresistance*, GMR) [1, 2] i tunelowego magnetooporu (ang. *Tunneling Magnetoresistance*, TMR) [3, 4] zintensyfikowało rozwój elektroniki spinowej (spintroniki). Urządzenia spintroniczne, niezależnie czy przeznaczone do zastosowań związanych z czujnikami, logiką czy zapisem danych, wykorzystują ferromagnetyki (FM) jako elementy aktywne. Najnowsze badania wskazują na ogromny potencjał antyferromagnetyków (AFM) dla zastosowań w urządzeniach spintronicznych nowej generacji. Antyferromagnetyki wykazują szereg interesujących właściwości. Niewrażliwość na zewnętrzne pole magnetyczne, czy brak generacji magnetycznych pól rozproszonych sprawiają, że są one rozważane jako aktywne elementy nowych układów spintronicznych [5, 6]. Rozwój badań w kierunku wykorzystania potencjału AFM doprowadził do utworzenia dziedziny zwanej spintroniką antyferromagnetyków. Możliwe wykorzystanie cienkowarstwowych AFM w spintronice potwierdzają prace eksperymentalne demonstrujące zdolność sterowania magnetycznymi właściwościami AFM za pomocą impulsów prądu elektrycznego [7, 8] czy impulsów światła laserowego [9, 10]. Brak występowania pól rozproszonych oraz odporność na zewnętrzne pola magnetyczne pozwalają na ograniczenie rozmiarów pojedynczych komórek pamięci antyferromagnetycznych oraz ich gęstsze upakowanie [11].

Intensywny rozwój technik uzyskiwania ultra-wysokiej próżni (ang. *Ultra-High Vacuum*, UHV) oraz metod wytwarzania wysokiej jakości cienkich warstw umożliwił preparatykę zaawansowanych epitaksjalnych układów cienkowarstwowych z dokładnością do pojedynczych warstw atomowych. Właściwości układów o grubościach rzędu nanometrów mogą się znacząco różnić od właściwości materiałów litych. Z tego powodu, badania podstawowe odgrywają fundamentalną rolę w wielu zagadnieniach związanych z fizyką układów cienkowarstwowych. W przypadku układów wielowarstwowych, w których każda z warstw składowych posiada dalekozasięgowe uporządkowanie magnetyczne, właściwości magnetyczne podwarstw mogą wynikać z tzw. efektu bliskości magnetycznej (ang. *Magnetic Proximity Effect*, MPE). Efekt MPE jest rezultatem sprzężenia pomiędzy interfejsowymi spinami sąsiednich warstw [12], a jego konsekwencją może być zmiana temperatury uporządkowania lub/i modyfikacja struktury magnetycznej podwarstw. Dla magnetycznych heterostruktur o różnych temperaturach uporządkowania magnetycznego efekt MPE może prowadzić do wzrostu temperatury uporządkowania jednej z warstw [13]. Jest to szczególnie istotne z punktu widzenia aplikacyjnego układów cienkowarstwowych. Wynikiem bliskości

magnetycznej warstw może również być zmiana kierunku uporządkowania magnetycznego [14–16], czy też indukcja momentu magnetycznego w warstwie paramagnetycznej [17].

Celem niniejszej rozprawy doktorskiej było zbadanie magnetycznych właściwości epitaksjalnych układów wielowarstwowych, w których przynajmniej jedna z warstw była warstwą antyferromagnetyczną. Wyniki badań otrzymanych w trakcie realizacji pracy pokazały, że w układzie dwuwarstwowym FM/AFM oraz $\text{AFM}_2/\text{AFM}_1$ magnetyczne właściwości antyferromagnetyka, mogą być modulowane poprzez bliskość zarówno warstwy ferromagnetycznej jak i antyferromagnetycznej. Ponadto, wykazano wpływ warstwy AFM na właściwości magnetyczne trójwarstwowego układu $\text{FM}_2/\text{AFM}/\text{FM}_1$.

W Rozdziale 2 pracy opisano pokrótce rodzaje uporządkowania magnetycznego oraz scharakteryzowano antyferromagnetyki wykorzystane w eksperymentalnej części pracy. Rozdział 3 poświęcony jest efektom interfejsowym występującym w układach cienkowarstwowych, w szczególności w układach FM/AFM i $\text{AFM}_2/\text{AFM}_1$. Szczegółowy opis metod eksperymentalnych wykorzystanych w trakcie realizacji badań, będących przedmiotem pracy doktorskiej, znajduje się w Rozdziale 4. Rozdział ten zawiera opis preparatyki układów cienkowarstwowych oraz metod charakteryzacji ich właściwości magnetycznych. Opis eksperymentalnej części pracy otwiera Rozdział 5, w którym przedstawiono wyniki badań efektu bliskości magnetycznej w układzie FeO/CoO. W tym samym rozdziale opisano wpływ bliskości CoO na sprzężenie Fe/FeO, w układzie Fe/FeO/CoO. W Rozdziale 6 pracy znajduje się opis magnetycznych właściwości układu Co/NiO/Fe/W(110). Zaprezentowane wyniki pomiarów liniowego i kołowego magnetycznego dichroizmu promieniowania X dowodzą, że oddziaływanie na interfejsach Co/NiO i NiO/Fe odpowiedzialne jest za przeniesienie właściwości magnetycznych Fe do warstwy Co przez oddziaływanie z antyferromagnetykiem. W ostatnim Rozdziale części eksperymentalnej pracy, opisane zostały właściwości magnetyczne cienkich warstw CoO na podłożu MgO(001). Dodatkowo, pokazano jak obecność ferromagnetycznej warstwy Fe wpływa na strukturę domenową CoO w układzie Fe/CoO. Rozdział 8 podsumowuje eksperymentalną część pracy.

2. Magnetyzm układów cienkowarstwowych

Układy o obniżonej wymiarowości są szeroko wykorzystywane już od ponad pięćdziesięciu lat. Szczególną uwagę naukowców nieustannie przyciągają cienkie warstwy, których właściwości często różnią się od właściwości materiałów litych [18, 19]. Na szczególną uwagę zasługują cienkie warstwy magnetyczne, które znajdują zastosowania w wielu gałęziach przemysłu. Unikalne właściwości magnetyczne cienkich warstw wynikają ze złamanej symetrii translacyjnej na powierzchni lub interfejsie, których udział jest dominujący dla układów o grubościach rzędu pojedynczych warstw atomowych. Możliwość sterowania magnetycznymi właściwościami układów cienkowarstwowych poprzez modyfikację ich powierzchni lub międzywierzchni sprawia, że są one interesujące zarówno z punktu widzenia badań podstawowych jak również potencjalnych zastosowań. Ferro- i antyferro- magnetyki, które posiadają dalekozasięgowe uporządkowanie magnetyczne są powszechnie wykorzystywane jako elementy elektroniki spinowej, tzw. spintroniki. Warto wspomnieć że ferromagnetyki są stosowane jako aktywne elementy pamięci magnetycznych, podczas gdy dotychczasowa rola antyferromagnetyków ograniczała się do polaryzacji magnetycznej warstwy FM [20].

2.1. Materiały o dalekozasięgowym uporządkowaniu momentów magnetycznych

Początkiem XX w. Heisenberg wykazał w swojej teorii, że źródłem uporządkowania momentów magnetycznych w materiale jest kwantowo-mechaniczne oddziaływanie funkcji falowych, zwane oddziaływaniem wymiennym (ang. *exchange interaction*). Oddziaływanie wymienne jest wynikiem nierozróżnialności identycznych cząstek kwantowych oraz zakazu Pauliego. Zakładając, że wymiana zachodzi pomiędzy sąsiednimi spinami atomów/ionów magnetycznych, Heisenberg opracował uogólniony model opisujący źródło dalekozasięgowego uporządkowania momentów magnetycznych w ciele stałym. Międzyatomowe sprzężenie wymienne pomiędzy jonami magnetycznymi (o niecałkowicie wypełnionych powłokach elektronowych) w sieci krystalicznej wyrażane jest uogólnionym hamiltonianem Heisenberga:

$$H_H = -2 \sum_{i>j} J_{ij} S_i \cdot S_j, \quad (2.1)$$

który jest wieloelektronowym rozszerzeniem hamiltonianu spinowego:

$$H_S = -2J S_1 \cdot S_2 , \quad (2.2)$$

gdzie J jest tak zwaną całką wymiany, a S_1 i S_2 to operatory spinowe dwóch niezależnych elektronów. Całka wymiany ma wymiar energii i opisuje preferowaną konfigurację spinów. Jeśli $J > 0$ preferowane jest równoległe ułożenie spinów ($\uparrow\uparrow$), podczas gdy dla $J < 0$ spiny preferują ustawienie antyrównoległe ($\uparrow\downarrow$) [21, 22]. W układzie wieloelektronowym hamiltonian Heisenberga (2.1) zakłada sumowanie po wszystkich parach spinów. Model Heisenberga służy do opisu materiałów magnetycznych o zlokalizowanych momentach magnetycznych i dotyczy bezpośredniego oddziaływania par jonów magnetycznych (i, j) [21, 22].

Atomy magnetyczne w kryształach mogą być oddzielone, na przykład, jodem niemagnetycznym o całkowicie wypełnionych powłokach elektronowych. W takim przypadku w oddziaływaniu wymiany pomiędzy dwoma najbliższymi jonami magnetycznymi pośredniczą elektrony atomu niemagnetycznego, a oddziaływanie jest nazywane nadwymianą. Sprzężenie tego typu zwykle jest znacznie silniejsze niż wymiana bezpośrednia i zwykle skutkuje antyrównoległym ($\uparrow\downarrow$) ułożeniem spinów. Nadwymiana odgrywa szczególną rolę w przypadku antyferromagnetycznych monotlenków metali przejściowych. Ponadto, istnieją jeszcze inne formy oddziaływań pośrednich, takie jak sprzężenie typu RKKY (Ruderman – Kittel – Kasuya – Yosida), czy oddziaływanie podwójnej wymiany [21].

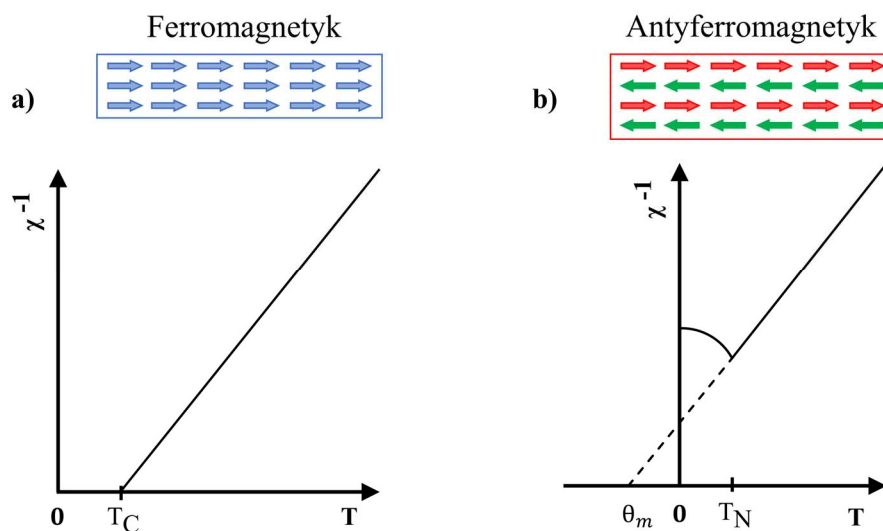
2.1.1. Ferromagnetyki

Dalekozasięgowe uporządkowanie spinów w materiałach ferromagnetycznych pojawia się poniżej krytycznej temperatury, zwanej temperaturą Curie (T_C). Powyżej T_C podatność magnetyczna χ ferromagnetyka opisana jest prawem Curie-Weissa:

$$\chi = \frac{C}{T - T_C} , \quad (2.3)$$

gdzie C jest stałą materiałową, zwaną stałą Curie, a T temperaturą bezwzględną. Powyżej T_C ferromagnetyk zachowuje się jak paramagnetyk. Schematyczną zależność temperaturową χ^{-1} dla ferromagnetyka przedstawia Rysunek 1(a). Poniżej T_C , materiały ferromagnetyczne posiadają spontaniczne namagnesowanie, które jest konsekwencją równoległego ułożenia momentów magnetycznych atomów. Zgodnie z koncepcją pola molekularnego Weissa,

w rozmagnesowanym stanie, objętość ferromagnetyka jest podzielona na obszary, z których każdy lokalnie posiada określony kierunek namagnesowania. Obszary te zwane są domenami magnetycznymi. Powstawanie struktury domenowej jest konsekwencją konkurencji dwóch rodzajów oddziaływań w ferromagnetyku. Jedno z nich to opisane wyżej oddziaływanie wymiany, które dąży do ferromagnetycznego ustawienia momentów magnetycznych, a drugie to magnetyczne oddziaływanie dipolowe. Zwykle, znacząco słabsze oddziaływanie dipolowe dąży do wytworzenia struktury domenowej w układzie, co skutkuje obniżeniem energii pól rozproszonych.



Rysunek 1. Schematyczne przedstawienie uporządkowania momentów magnetycznych oraz zależność odwrotności podatności magnetycznej od temperatury $\chi^{-1}(T)$ dla: a) ferromagnetyka, b) antyferromagnetyka.

W odróżnieniu od innych materiałów FM reaguje silnie na pole magnetyczne. Wypadkowa magnetyzacja FM w stanie spontanicznego namagnesowania jest znacząco mniejsza (lub nawet zerowa) niż magnetyzacja w dużym zewnętrznym polu magnetycznym $\mathbf{H}$ (w tzw. stanie nasycenia). Charakterystyczny dla ferromagnetyka proces, związany z konwersją stanu wielodomenowego do stanu jednodomenowego, o magnetyzacji $\mathbf{M}$ skierowanej równolegle do przyłożonego pola magnetycznego, jest podstawą zjawiska histerezy. Pomiar zależności $\mathbf{M}(\mathbf{H})$ jest jedną z podstawowych metod charakteryzacji właściwości magnetycznych FM i może być zrealizowany na przykład przy użyciu metody magneto-optycznego efektu Kerra (ang. *Magneto-optic Kerr Effect*, MOKE). Z kolei do obrazowania struktury domenowej FM oraz jej ewolucji w zewnętrznym polu magnetycznym może być wykorzystana metoda mikroskopii MOKE. Opis wymienionych metod pomiarowych znajduje się w Rozdziale 4.3.3.

Cienkie warstwy ferromagnetyczne są wykorzystywane do zapisu i odczytu informacji w układach spintronicznych. W pamięciach magnetycznych bazujących na ferromagnetykach stany bitowe „0” i „1” odpowiadają przeciwnym orientacjom namagnesowania FM. Pomimo

iż FM są używane w wielu rodzajach pamięci magnetycznych, ich czułość na zewnętrzne pole magnetyczne, a także wytwarzane przez nie pola rozproszone, ograniczają możliwość zwiększenia gęstości zapisu informacji przy użyciu tych materiałów. Alternatywą dla zastosowań FM jako aktywnych elementów spintronicznych są antyferromagnetyki, które w ostatnim dziesięcioleciu są intensywnie eksplorowane pod względem potencjalnych zastosowań.

2.1.2. Antyferromagnetyki

Louis Néel, poczynawszy od 1932 roku w serii artykułów rozwijał koncepcję istnienia „nowego” rodzaju uporządkowania magnetycznego oraz przedstawił jego uogólniony opis. Za odkrycia związane z antyferromagnetyzmem i ferrimagnetyzmem Néel otrzymał nagrodę Nobla w 1970 roku [22, 23]. Podobnie jak w przypadku FM, dalekozasięgowe uporządkowanie magnetyczne AFM występuje poniżej pewnej temperatury krytycznej, zwanej temperaturą Néela (T_N). W najprostszym przypadku, antyferromagnetyk składa się z dwóch uporządkowanych ferromagnetycznie podsieci, o magnetyzacji kolejno $\mathbf{M}_1$ oraz $\mathbf{M}_2$. Ponieważ wektory $\mathbf{M}_1$ i $\mathbf{M}_2$ mają przeciwne zwroty, wypadkowy moment magnetyczny antyferromagnetyka jest równy zero. Koncepcja antyferromagnetyzmu została potwierdzona eksperymentalnie, w latach pięćdziesiątych XX w., gdy określenie magnetyzacji każdej z podwarstw stało się możliwe dzięki pomiarom z wykorzystaniem rozpraszania neutronów [21]. Dodatkowo zauważono, że w temperaturze uporządkowania następuje nieznaczny, ale gwałtowny wzrost podatności magnetycznej χ , a także anomalia ciepła właściwego. Podatność magnetyczna powyżej T_N przybliżana jest jako $\chi = (M_1 + M_2)/H$. Temperaturową zależność χ^{-1} dla antyferromagnetyków (Rysunek 1(b)) opisuje zmodyfikowana formuła prawa Curie-Weissa:

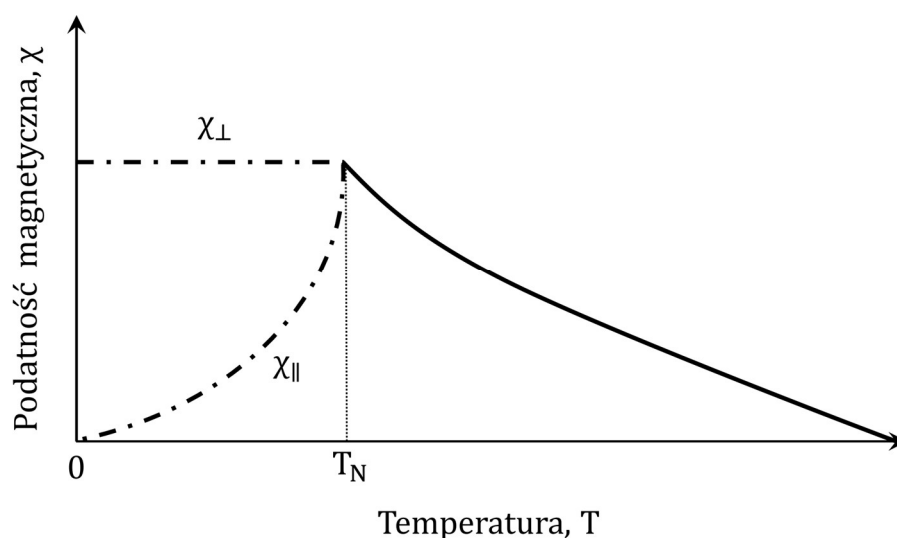
$$\chi = \frac{C}{T - \theta_m}, \quad (2.4)$$

gdzie θ_m jest wynikiem ekstrapolacji zależności $\chi^{-1}(T)$ i odpowiada temperaturze Curie. W przypadku AFM, jej wartość jest zwykle ujemna [21].

Poniżej T_N , oś wzdłuż której układa się namagnesowanie dwóch podsieci w AFM determinowana jest przez anizotropię magnetokrystaliczną. Z tego powodu, χ w temperaturach niższych niż T_N będzie zależna od kierunku przyłożenia pola $\mathbf{H}$ względem tej osi. Jeżeli zewnętrzne pole przykładane jest w kierunku prostopadłym do kierunku uporządkowania

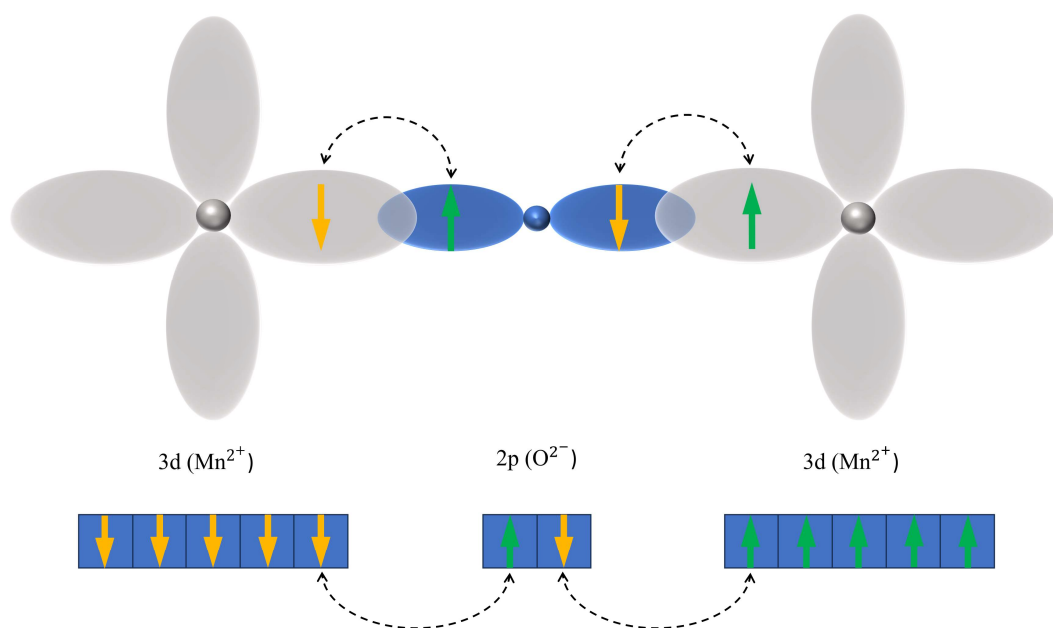
momentów magnetycznych w podsieciach, to układ zachowuje się jak paramagnetyk. Pole magnetyczne przyłożone prostopadle do osi ułożenia spinów powoduje ich wychylenie z podsieci o kąt α w kierunku zwrotu pola. Indukowane jest w ten sposób stałe i słabe namagnesowanie. Jednak prostopadła podatność magnetyczna ($\chi_{\perp}$) jest bardzo słabo zależna od temperatury. Sytuacja jest odmienna, gdy przykładane pole magnetyczne jest równoległe do momentów magnetycznych leżących w podsieciach AFM. Zakładając temperaturę $T \rightarrow 0$ K, siła wywołana działaniem pola magnetycznego, która dąży do wychylenia spinów, jest równa zero. W rezultacie równoległa podatność magnetyczna $\chi_{\parallel}$ również będzie wynosiła zero. Zwiększanie amplitudy pola magnetycznego, aż do pewnej wielkości krytycznej, w której oddziaływania momentów magnetycznych z polem przewyższą oddziaływania wymiany, spowoduje obrót spinów podsieci ustawionej antyrównoległe do kierunku pola (ang. *spin-flip*). Po obrocie, materiał zachowuje się jak nasycony ferromagnetyk. Pola powodujące *spin-flip* wynoszą zazwyczaj kilkadziesiąt tesli. Niezerowa wartość ($\chi_{\parallel}$) w temperaturach wyższych od zera bezwzględne spowodowana jest pojawieniem się fluktuacji termicznych, przez które spiny wychylają się z położenia równowagi i silniej oddziałują z polem magnetycznym [21]. W przypadku AFM o słabej anizotropii, dla pola krytycznego przyłożonego równoległe do kierunku momentów magnetycznych o amplitudzie mniejszej niż pole powodujące *spin-flip* następuje gwałtowna rotacja momentów magnetycznych podsieci do kierunku prostopadłego do przyłożonego pola (tzw. *spin-flop*). Dalsze zwiększenie pola zewnętrznego powoduje *spin-flip*.

W antyferromagnetykach, pomimo braku pól rozproszonych, pojawiać się może struktura domenowa. Powstawanie AFM struktury domenowej jest przypisywane obecności anizotropii magnetycznej, lokalnym fluktuacjom struktury AFM czy magnetostrykcji [24–26]. Przedstawiony powyżej opis różnicy występującej pomiędzy równoległą i prostopadłą podatnością magnetyczną odnosi się wyłącznie do AFM znajdującego się w stanie jednodomenowym którego podsieci magnetyczne są antyrównoległe i skompensowane. W takim przypadku, podatności te można wyznaczyć eksperymentalnie [21, 27]. Schematycznie temperaturowa ewolucja podatności magnetycznej AFM została przedstawiona na Rysunku 2. Zależność $\chi(T)$ została wyznaczona doświadczalnie, między innymi dla takich antyferromagnetyków jak MnF_2 , czy GdNiGe_3 [28, 29]. Podobny charakter $\chi(T)$ zaprezentowano również eksperymentalnie dla NiO i CoO [30].



Rysunek 2. Schematyczne przedstawienie podatności magnetycznej antyferromagnetyka.

Znanymi przykładami materiałów antyferromagnetycznych są monotlenki metali z grupy 3d. W tlenkach metali przejściowych, takich jak FeO, CoO czy NiO, za antyrównoległe sprzężenie spinów odpowiada wspomniane wcześniej oddziaływanie nadwymiany (ang. *superexchange*). W oddziaływaniu pomiędzy dwoma magnetycznymi jonami pośredniczy niemagnetyczny atom tlenu. Elektrony z orbitalu 2p tlenu mogą zapełnić wolne stany na niezapełnionych powłokach 3d sąsiadujących atomów metalu. Rezultatem hybrydyzacji orbitali 3d metalu i 2p tlenu jest powstanie wiązania dyktującego uporządkowanie spinów [27, 31]. Rysunek 3 przedstawia typowe wiązanie metal-tlen-metal z występującym oddziaływaniem nadwymiany na przykładzie antyferromagnetycznego tlenku MnO. Podobny przypadek dotyczy również wymienionych wyżej monotlenków żelaza, kobaltu i niklu. Dla każdego z nich, najkorzystniejszą energetycznie konfiguracją spinów najbliższych jonów magnetycznych, jest ich antyrównoległe ułożenie. Zapełnienie oraz degeneracja orbitali 3d determinuje siłę oraz znak oddziaływania nadwymiany. Nie bez znaczenia dla energii omawianego oddziaływania pozostaje odległość pomiędzy atomami metalu oraz kąt wiązania metal-tlen-metal. Siłę oraz charakter sprzężenia nadwymiany w izolatorach opisują reguły Goodenough-Kanamori-Andersona (GKA) [32, 33].



Rysunek 3. Uproszczony schemat oddziaływania nadwymiany w wiązaniu metal-tlen-metal na przykładzie monotlenku manganu – MnO.

Perspektywa zastosowania AFM w spintronicznych układach pamięci magnetycznych jest bardzo obiecująca. Wynika to z unikalnych właściwości magnetycznych AFM. Materiały AFM są odporne na zewnętrzne pola magnetyczne oraz nie generują pól rozproszonych, co umożliwia gęstą alokację bitów w jednostkach pamięci AFM. Silne oddziaływanie wymiany determinuje ultra-szybką dynamikę spinową (rzędu THz) AFM, która w przypadku ferromagnetyków jest na poziomie GHz [34]. Niedawno odkryte właściwości magneto-transportowe cienkich metalicznych warstw AFM [35] oraz dwuwarstw AFM/metal ciężki (ang. *heavy metal*, HM) [36] ukazują możliwość manipulacji kierunkiem uporządkowania magnetycznego antyferromagnetyków [6], co otwiera możliwość zastosowania antyferromagnetyków jako aktywnych elementów pamięci magnetycznych. Intensyfikacja badań nad potencjalnym wykorzystaniem AFM w spintronice zapoczątkowała powstanie nowej gałęzi elektroniki spinowej, tzw. spintroniki antyferromagnetyków [6, 34, 37].

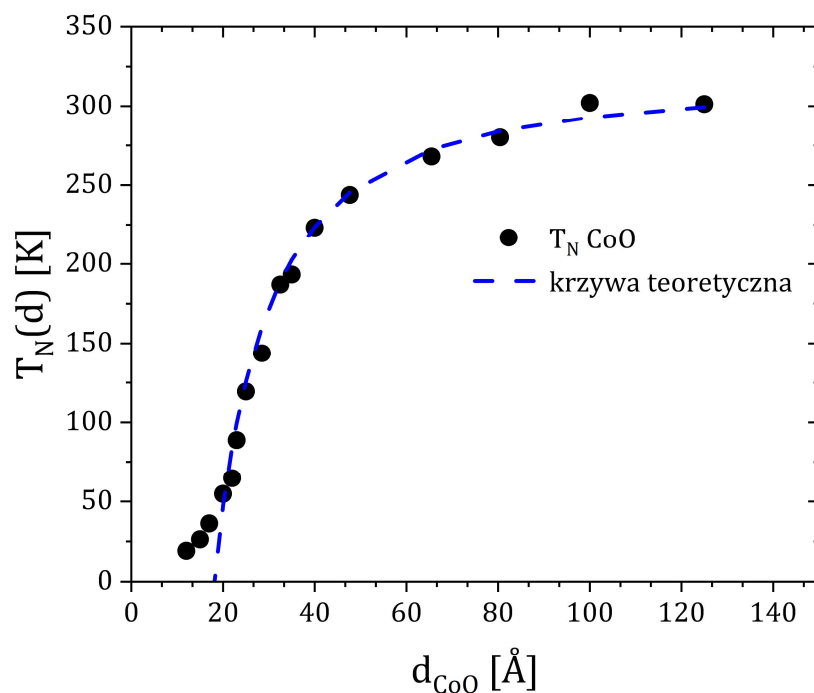
2.2. Wpływ obniżenia wymiarowości układów na ich właściwości magnetyczne

Obniżenie wymiarowości, zarówno w przypadku materiałów FM jak i AFM, jest często przyczyną pojawienia się unikalnych właściwości magnetycznych, niekiedy całkowicie różnych od tych charakterystycznych dla materiałów litych. Dla cienkich warstw magnetycznych redukcja grubości układu jest często związana ze zmianą (najczęściej zmniejszeniem) temperatury uporządkowania magnetycznego. Obniżenie, zarówno T_C jak i T_N może być konsekwencją zmniejszenia energii całkowitej oddziaływania wymiennego

w układzie. Jest to związane ze zredukowaną liczbą koordynacyjną atomów powierzchniowych, których przyczynę może być znaczący dla układów o grubościach rzędu kilku warstw atomowych [38]. Redukcja oddziaływania wymiennego wpływa na większą podatność na wzbudzenia termiczne i fluktuacje uporządkowania magnetycznego, co w konsekwencji powoduje przejście do stanu paramagnetycznego w niższych temperaturach niż w przypadku materiałów litych [39]. Temperatura uporządkowania magnetycznego jest silnie zależna nie tylko od grubości warstwy, ale również od sprzężenia z sąsiadującą warstwą uporządkowaną magnetycznie, gęstości defektów lub wakancji występujących w warstwie. Zmiana temperatury uporządkowania może być również wywołana zmianą naprężenia w warstwie magnetycznej [40]. Zmiana T_C wskutek obniżenia wymiarowości została wielokrotnie zaobserwowana dla cienkich warstw FM, takich jak Co, czy Ni [41, 42]. Efekt zmiany temperatury uporządkowania związany ze zmianą wymiarowości został również przedstawiony dla cienkich warstw antyferromagnetycznych, również CoO [43]. Zależność temperatury uporządkowania T_N cienkiej warstwy AFM od jej grubości d może być opisana fenomenologiczną formułą:

$$\frac{T_N(\infty) - T_N(d)}{T_N(\infty)} = \left(\frac{\xi_0}{d}\right)^\lambda, \quad (2.5)$$

gdzie $T_N(\infty)$ jest temperaturą Néela litego materiału, ξ_0 ekstrapolowaną stałą opisującą długość korelacji spin-spin w $T = 0$ K, a λ stałą skalującą [43, 44]. Zgodnie z pracą [43], Rysunek 4 przedstawia, wyznaczoną z pomiarów temperaturowej zależności podatności magnetycznej, temperaturę uporządkowania warstw CoO wraz z krzywą teoretyczną opisującą zależność $T_N(d)$. W przypadku wyników eksperymentalnych przedstawionych przez autorów, zależność opisana wzorem 2.5 bardzo dobrze opisuje $T_N(d)$ CoO dla grubości warstwy powyżej 18 Å.



Rysunek 4. Zależność temperatury uporządkowania, T_N CoO od grubości warstwy tlenku d_{CoO} wraz z dopasowaną krzywą teoretyczną [43].

Obniżenie wymiarowości układu może wpływać nie tylko na temperaturę uporządkowania magnetycznego warstwy. Ważną konsekwencją redukcji wymiarowości układu jest zmiana anizotropii magnetycznej. Anizotropia magnetyczna cienkich warstw, która wyróżnia preferowane kierunki momentów magnetycznych może być silnie zmodyfikowana w stosunku do materiałów litych [45]. Ustawienie wektora Néela, zdefiniowanego jako $\mathbf{n} = \mathbf{M}_1 - \mathbf{M}_2$, gdzie $\mathbf{M}_1$ i $\mathbf{M}_2$ to wektory magnetyzacji podsieci, jest najbardziej korzystne energetycznie wzdłuż osi zwanej osią łatwą anizotropii. Z kolei energia anizotropii osiąga maksimum, gdy wektor namagnesowania ustawiony jest wzdłuż osi trudnej. Struktura krystaliczna oraz symetria układu ma znaczący wpływ na pole krystaliczne i sprzężenie spinowo-orbitalne, które są źródłem anizotropii magnetokrystalicznej, występującej zarówno w przypadku warstw FM jak i AFM. Ze względu na ścisły związek anizotropii magnetokrystalicznej ze strukturą krystaliczną układu, namagnesowanie lub wektor Néela preferują ułożenie wzdłuż określonych osi krystalograficznych. Innym źródłem anizotropii magnetycznej jest dalekozasięgowe oddziaływanie dipolowe, które często determinuje kierunek $\mathbf{M}$ w warstwach FM. Ponieważ oddziaływanie dipolowe jest zdeterminowane kształtem układu związana z nim anizotropia nazywana jest anizotropią kształtu.

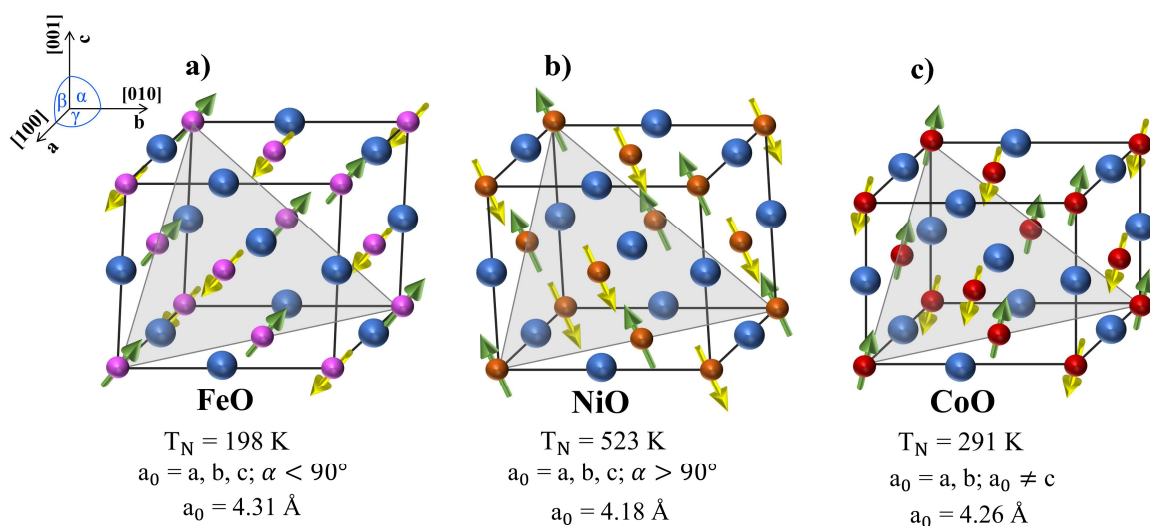
W przypadku cienkich, ciągłych warstw FM obecność anizotropowego pola od magnesowującego wymusza orientację namagnesowania w płaszczyźnie warstwy. Ponieważ pole od magnesowujące jest proporcjonalne do namagnesowania, anizotropia kształtu w przypadku antyferromagnetyków jest równa zero [21]. Wpływ na anizotropię magnetyczną

FM i AFM ma również naprężenie, którego pochodzenie może być związane ze wzrostem magnetycznej warstwy na niedopasowanym sieciowo podłożu. Powstałe naprężenie jest źródłem anizotropii magnetoelastycznej, której wielkość zależy od wielkości niedopasowania sieciowego, właściwości mechanicznych materiału (modułu Younga), czy też stopnia kompensacji powstałego naprężenia przez sieć krystaliczną. Dobór podłoża na które nanoszona jest warstwa, metody preparatyki oraz grubości nanoszonej warstwy pozwalają na sterowanie magnetycznymi właściwościami układów cienkowarstwowych, co ma szczególne znaczenie w perspektywie aplikacyjnej układów o grubości rzędu nanometrów.

2.3. Właściwości wybranych tlenków metali przejściowych

Metale przejściowe (ang. *transition metals*, TM) z grupy 3d takie jak Mn, Fe, Co czy Ni od wielu lat odgrywają ważną rolę w przemyśle, również w dziedzinie elektroniki i spintroniki. Monotlenki wspomnianych metali wzbudzają zainteresowanie badaczy, również ze względu na ich właściwości magnetyczne. Podczas realizacji niniejszej pracy doktorskiej wytwarzano oraz badano właściwości epitaksjalnych układów wielowarstwowych, w których jedną z podwarstw stanowiła warstwa wustytu (FeO), tlenku kobaltu (II) oraz tlenku niklu (II). FeO, CoO i NiO są izolatorami które, poniżej temperatury uporządkowania magnetycznego, wykazują dalekozasięgowe uporządkowanie AFM. Ze względu na charakter uporządkowania AFM, badane tlenki zaliczane są do antyferromagnetyków typu II. Typ ten przypisywany jest antyferromagnetykom, których uporządkowanie jest skutkiem oddziaływania nadwymiany przez atomy tlenu. Momenty magnetyczne jonów Fe^{2+} , Co^{2+} i Ni^{2+} są uporządkowane ferromagnetycznie w obrębie płaszczyzn (111) kryształu, podczas gdy sąsiadujące płaszczyzny (111) są względem siebie uporządkowane antyferromagnetycznie. Z tego powodu wszystkie z tych materiałów należą również do grupy antyferromagnetyków kolinearnych.

Badane w pracy tlenki, powyżej T_N tworzą prostą strukturę kubiczną typu NaCl. Atomy metalu skoordynowane są oktaedrycznie poprzez atom tlenu, tworząc sieć krystaliczną fcc. Poniżej temperatury uporządkowania kryształy FeO, NiO oraz CoO ulegają magnetycznemu przejściu fazowemu. Porządkowaniu momentów magnetycznych towarzyszy dystorsja strukturalna [21, 46].



Rysunek 5. Uprozczone przedstawienie struktury FeO (a), NiO (b) oraz CoO (c) poniżej temperatury uporządkowania magnetycznego. Pod obrazkami zamieszczone zostały podstawowe właściwości tlenków AFM.

2.3.1. Monotlenek żelaza (wustyt) – FeO

Lity wustyt porządkuje się magnetycznie poniżej $T_N = 198 \text{ K}$, a jego stała sieci a_0 wynosi $4.31 \text{ \AA}$ [47]. Eksperymentalnie udowodniono, że poniżej temperatury Néela kryształ ulega niewielkiemu romboedrycznemu odkształceniu ($\alpha < 90^\circ$), któremu towarzyszy nieznacznie wydłużenie komórki elementarnej w kierunku [111]. Momenty magnetyczne jonów Fe^{2+} są ułożone wzdłuż kierunku [111]; sprzęgają się ferromagnetycznie w obrębie płaszczyzn (111) i antyferromagnetycznie z momentami magnetycznymi sąsiadujących płaszczyzn (111) [48]. Struktura kryształu tlenku żelaza (II) została schematycznie przedstawiona na Rysunku 5(a). Badania eksperymentalne wskazują, że FeO nie jest tlenkiem stechiometrycznym (Fe_{1-x}O). Najczęściej występującymi defektami w sieci krystalicznej FeO są oktaedryczne wakancje kationów Fe^{2+} oraz dodatkowe jony Fe^{3+} o koordynacji tetraedrycznej [49].

Warstwy wustytu mogą być preparowane poprzez utlenianie cienkich warstw żelaza [50] lub poprzez reaktywną depozycję (ang. *reactive deposition*) Fe w atmosferze tlenu cząsteczkowego [51]. Nieliczne prace eksperymentalne pokazują, że poprzez optymalizację ciśnienia parcjalego tlenu podczas nanoszenia Fe oraz temperatury preparatyki możliwe jest uzyskanie epitaksjalnej warstwy FeO [52].

2.3.2. Tlenek niklu (II) – NiO

Struktura NiO jest bardzo zbliżona do struktury wymieniowego wyżej wustytu. Temperatura uporządkowania NiO jest jednak znacznie wyższa i wynosi $\sim 525 \text{ K}$ [53, 54]. Jest to najwyższa wartość T_N spośród monotlenków metali przejściowych. Stała sieci a_0 litego

kryształu NiO wynosi 4.18 Å. Poniżej temperatury Néela, NiO ulega niewielkiej romboedrycznej dystorsji ($\alpha \approx 90^\circ 4'$), komórka elementarna zostaje ściśnięta wzdłuż jednej z osi $\langle 111 \rangle$ kryształu. Ponieważ ściśnięcie komórki może wystąpić wzdłuż czterech równoważnych kierunków krystalograficznych, w kryształach może wystąpić zjawisko zbliźniaczenia [54]. Krystalograficzne domeny bliźniacze nazywane są domenami T (*ang. twin domains*). Podobnie jak we wszystkich AFM typu II, spiny Ni^{2+} sprzęgają się ferromagnetycznie w ramach płaszczyzn (111) oraz antyferromagnetycznie do równoległych płaszczyzn sąsiadujących. Schemat struktury kryształu tlenku niklu został przedstawiony na Rysunku 5(b). W ramach ferromagnetycznych płaszczyzn (111) momenty magnetyczne jonów Ni ustawiają się wzdłuż kierunków $[11\bar{2}]$, $[1\bar{2}1]$ lub $[\bar{2}11]$, tworząc tzw. domeny spinowe S (*ang. spin domains*) [54].

2.3.3. Tlenek kobaltu (II) – CoO

Stała sieci a_0 kryształu tlenku kobaltu wynosi 4.26 Å. CoO. W stanie uporządkowania magnetycznego, poniżej $T_N = 291$ K komórka elementarna CoO ulega odkształceniu tetragonalnemu wzdłuż osi $\langle 001 \rangle$ (ściśnięcie komórki o $\sim 1.2\%$) [48, 55]. Podobnie jak w przypadku FeO i NiO, w obrębie płaszczyzn (111) występuje ferromagnetyczne uporządkowanie momentów magnetycznych jonów Co^{2+} , a sąsiadujące płaszczyzny (111) są sprzężone antyferromagnetycznie. Kierunek ułożenia spinów CoO w obrębie płaszczyzn (111) jest konsekwencją współzawodnictwa oddziaływań dipolowych oraz anizotropii magnetokrystalicznej. Podczas gdy oddziaływanie dipolowe dąży do ułożenia spinów Co^{2+} równoległe do płaszczyzn (111), anizotropia magnetokrystaliczna próbuje wychylić momenty magnetyczne w kierunku osi kontrakcji tj. kierunku $[001]$ [48, 55, 56]. Zgodnie z badaniami eksperymentalnymi oraz teoretycznymi, momenty magnetyczne jonów Co^{2+} w litym CoO są ustawione równoległe do kierunku $[\bar{1}\bar{1}7]$ i odchylone o kąt $\sim 20^\circ$ od płaszczyzn (111) [46, 48]. Struktura CoO została przedstawiona schematycznie na Rysunku 5(c). Jak wskazują prace [57, 58], w przypadku cienkich warstw CoO o orientacji powierzchni (001) momenty magnetyczne preferują ułożenie wzdłuż kierunków $[110]$ i $[1\bar{1}0]$.

3. Efekty interfejsowe w układach z cienkimi warstwami antyferromagnetyka

Możliwość zastosowania antyferromagnetyków jako aktywnych elementów pamięci magnetycznych wpłynęła na intensywny rozwój badań nad cienkimi warstwami antyferromagnetycznymi oraz heterostrukturami, w których antyferromagnetyki stanowią jedną z podwarstw. W przypadku heterostruktur, obecność magnetycznej warstwy sąsiadującej może wpływać na właściwości magnetyczne antyferromagnetyka. Możliwy jest również efekt odwrotny, bliskość antyferromagnetyka może mieć wpływ na właściwości magnetyczne sąsiadującej warstwy.

Źródłem wspomnianych efektów jest międzywarstwowe oddziaływanie wymienne, które wynika ze sprzężenia elektronów/spinów poszczególnych warstw znajdujących się w strukturze wielowarstwowej. Największy przyczynek do oddziaływania pochodzi od międzywierzchni (lub jak zostało już przyjęte w literaturze – interfejsu), czyli na płaszczyźnie bezpośredniego kontaktu pomiędzy sąsiadującymi warstwami.

Najczęściej obserwowanymi zjawiskami, które znajdują swoje źródło w interfejsowych oddziaływaniach jest wyindukowana poprzez sprzężenie wymienne anizotropia jednozwrotowa (ang. *exchange bias*, EB) oraz efekt bliskości magnetycznej (ang. *magnetic proximity effect*, MPE). Efekty te mogą występować równocześnie, co zaprezentowano dla układu dwuwarstwowego Co/MnF₂ (111) [59, 60]. Na wystąpienie oraz wielkość efektów *exchange bias* i bliskości wpływ może mieć struktura oraz jakość interfejsu, w tym odkształcenia lub defekty wynikające z naprężenia wywołanego niedopasowaniem sieciowym warstw.. Wiele modeli teoretycznych oraz przykłady układów wielowarstwowych, w których występują zjawiska EB oraz MPE zostało przedstawione w przeglądowym artykule autorstwa P. K. Manna [61].

3.1. Efekt bliskości magnetycznej.

W strukturach cienkowarstwowych oddziaływanie wymienne pomiędzy interfejsowymi spinami sąsiadujących ze sobą warstw może być przyczyną pojawienia się efektu bliskości magnetycznej (ang. *Magnetic Proximity Effect*, MPE). Zjawisko MPE utożsamiane jest z modulacją właściwości magnetycznych materiału wskutek oddziaływania z sąsiadującym materiałem, również uporządkowanym magnetycznie. Podobnie jak dla sprzężenia typu *exchange bias* (omawianego w następnej sekcji), badania efektu MPE mają duże znaczenie dla

rozwoju współczesnej technologii informacyjnej. Badania przeprowadzone dla układów wielowarstwowych pokazują, że efekt MPE może prowadzić do odkrycia nowych właściwości wielowarstw, które są odmienne od właściwości każdej z podwarstw [62].

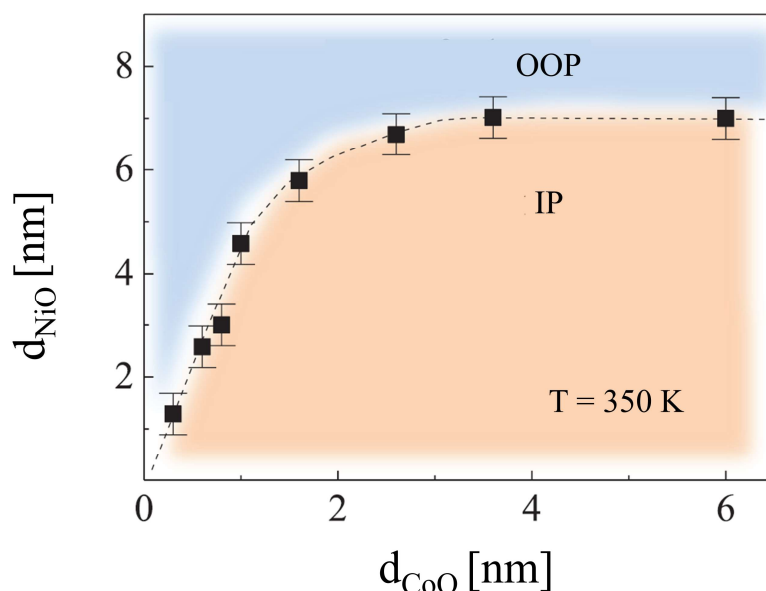
Efekt MPE przedstawiony został po raz pierwszy w teoretycznej pracy Zuckermanna z 1973 roku. Autor pracy postulował możliwość wyindukowania namagnesowania w warstwie paramagnetyka (PM) poprzez sprzężenie z pobliskim ferromagnetykiem. Dodatkowo, w pracy pokazano jak zmiana temperatury oraz grubości ferromagnetyka wpływają na magnetyzm warstwy PM [63]. Wiele prac eksperymentalnych zaprezentowało efekt MP przewidziany przez Zuckermanna w układach dwuwarstwowych FM/PM. Przykładem mogą być supersieci Fe/V, dla których pokazano, że cienka warstwa Fe jest odpowiedzialna za indukowanie momentu magnetycznego w sąsiedniej warstwie V [64]. Efekt polaryzacji magnetycznej spinów w paramagnetycznej warstwie Pd został zaobserwowany również w wielowarstwach Ni/Pd [65]. Interesujące właściwości wywołane efektem bliskości zostały zaobserwowane również w układach FM/AFM, o różnej temperaturze uporządkowania magnetycznego podwarstwy FM i AFM. W pracy [13] pokazano wzrost temperatury Néela cienkich warstw FeMn w kontakcie z ferromagnetyczną warstwą Ni, która posiada wyższą temperaturę uporządkowania magnetycznego. Wzrost T_N wskutek MPE został również udowodniony eksperymentalnie dla heterostruktur $Ni_{80}Fe_{20}/Co_3O_4$ [66]. Temperatura uporządkowania magnetycznego warstwy AFM w kontakcie z $Ni_{80}Fe_{20}$ ($T_C \approx 800$ K) wynosiła 205 K i była przeszło pięciokrotnie większa niż T_N litego Co_3O_4 . Innymi zaobserwowanymi konsekwencjami MPE mogą być: wzrost pola koercji FM w układzie FM/AFM [67], zmiana temperatury reorientacji spinowej w warstwie FM w kontakcie z AFM [68], czy też pojawienie się efektu *exchange bias* w układzie FM/PM/AFM w wyniku transferu sprzężenia wymiennego pomiędzy FM a AFM poprzez relatywnie grubą warstwę PM [15].

Badania eksperymentalne pokazały, że efekt bliskości magnetycznej może wpłynąć na właściwości magnetyczne warstwy AFM, w tym na wzrost temperatury uporządkowania magnetycznego. Znaczna część materiałów AFM posiada stosunkowo niską T_N , co utrudnia lub uniemożliwia ich zastosowanie w spintronice. Perspektywa możliwości zmiany T_N poprzez efekt MP jest niezwykle obiecująca z punktu widzenia zastosowań AFM w spintronice.

Możliwość zwiększenia T_N AFM poprzez bliskość materiału magnetycznego była intensywnie badana w wielu układach wielowarstwowych. Co interesujące, wzrost (czy też zmiana) temperatury Néela wskutek MPE została zaobserwowana również w układach antyferromagnetyk/antyferromagnetyk (AFM_1/AFM_2). Jednym z pierwszych artykułów wskazujących na modyfikację właściwości magnetycznych AFM_1 poprzez bezpośredni kontakt z AFM_2 były prace grup badawczych Ramosa [69] i Takano [70]. W pracach tych badano

właściwości strukturalne i magnetyczne supersieci złożonych z cienkich warstw dwóch AFM o różnych temperaturach Néela, $[\text{FeF}_2/\text{CoF}_2]_n$ oraz $[\text{NiO}/\text{CoO}]_n$, gdzie n oznacza ilość powtórzeń dwuwarstw w układzie. Rezultatem eksperymentów zaprezentowanych w obu artykułach była obserwacja identycznej temperatury uporządkowania magnetycznego dla każdego z antyferromagnetyków, której wartość znajdowała się pomiędzy wartościami T_N każdej z podwarstw. Rozwinięciem badań grupy badawczej Takano, były eksperymenty Carey'a wraz z współautorami [71]. W swoim artykule autorzy pracy wskazali, że w układzie wielowarstwowym $[\text{CoO}/\text{NiO}]_n$ temperatura Néela warstw CoO i NiO jest równa i wynosi 378 K. Dodatkowo pokazano, że anizotropia magnetokrystaliczna cienkich warstw antyferromagnetycznych silnie zależy od sprzężenia międzywarstwowego w supersieci. Stosunkowo niedawno efekt MP zauważony został również w epitaksjalnych układach NiO/CoO/MgO(001) oraz CoO/NiO/MgO(001) [72, 73]. Zhu oraz Li wraz ze współpracownikami zaobserwowali wzrost T_N CoO w stosunku do wartości charakterystycznej dla litego tlenku kobaltu, wskutek bliskości warstwy NiO o znacznie wyższej temperaturze uporządkowania magnetycznego. W pracach [72] oraz [73] pokazano, że przy odpowiednim doborze grubości podwarstw AFM może wystąpić także zjawisko reorientacji spinowej (ang. *spin reorientation transition*, SRT) w warstwie NiO poprzez oddziaływania na interfejsie CoO/NiO. Udowodniono, że dla małych grubości NiO kontakt z warstwą CoO o silniejszej anizotropii wymusza ułożenie spinów w płaszczyźnie warstwy (ang. *in-plane*, IP). Powyżej grubości krytycznej, następuje reorientacja momentów magnetycznych NiO do kierunku prostopadłego do płaszczyzny warstwy (ang. *out-of-plane*, OOP). W pracy [72] pokazano diagram fazowy przedstawiający zależność orientacji spinów NiO od grubości warstw AFM (Rysunek 6).

Rozwinięciem eksperymentów dotyczących efektu MP w układzie NiO/CoO były badania układu Py/NiO/CoO/MgO(001). Yang oraz współautorzy wykazali, że reorientacja kierunku spinów w warstwie NiO wywołana efektem MP wpływa na oddziaływanie ferromagnetyk-antyferromagnetyk na górnym interfejsie Py/NiO[74].



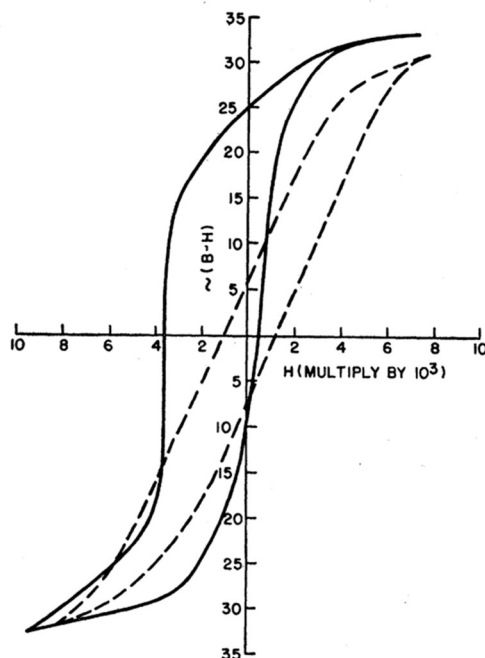
Rysunek 6. Diagram fazowy przedstawiający reorientację spinów NiO (orientacja w płaszczyźnie – IP lub prostopadłe do płaszczyzny próbki – OOP) w funkcji grubości NiO i CoO w temperaturze $T = 350$ K. Czarne punkty wyznaczają grubość krytyczną NiO i CoO (d_{NiO} , d_{CoO}) dla której następuje SRT w warstwie NiO [72].

Wyniki cytowanych wyżej eksperymentów przeprowadzonych w układach $\text{AFM}_2/\text{AFM}_1$ są dowodem na to, że MPE jest skutecznym sposobem modulacji konfiguracji spinowej oraz temperatury uporządkowania warstw antyferromagnetycznych. Ponadto, praca autorstwa Yanga i współautorów udowadnia, że w układzie $\text{FM}/\text{AFM}_2/\text{AFM}_1$ oddziaływanie pomiędzy dwiema warstwami AFM może mieć również wpływ na oddziaływanie pomiędzy warstwą FM a AFM_2 .

3.2. Sprzężenie wymienne typu *exchange bias*.

Zjawisko wyindukowanej poprzez sprzężenie wymienne anizotropii jednozwrotowej zostało pierwszy raz eksperymentalnie zaobserwowane w 1956 roku przez Meiklejohna i Beana w układzie nanocząstek z rdzeniem Co otoczonych powłoką CoO. Badacze zauważyli, że pętla histerezy magnetycznej zmierzona dla tego układu Co/CoO jest wyraźnie przesunięta względem osi zerowej pola magnetycznego [75]. Oryginalny wynik, pokazujący asymetryczną pętlę histerezy uzyskaną przez Meiklejohna i Beana przedstawiono na Rysunku 7. Odkryta „nowa anizotropia magnetyczna”, znana jest dzisiaj jako efekt *exchange bias*, w języku polskim zwana jest również polaryzacją lub anizotropią wymiany. W 1978 roku Hempstead, Krongelb i Thompson zaprezentowali jako pierwsi możliwość wykorzystania zjawiska *exchange bias* w sensorach magnetycznych oraz dyskach twardych [76]. Od tego momentu eksploracja efektu EB stała się nieodłączną częścią badań, zarówno podstawowych jak i aplikacyjnych. Użycie antyferromagnetycznej warstwy która wymusza anizotropię jednozwrotową w warstwie FM, znalazło zastosowanie w zaworach spinowych (ang. *spin valves*) używanych do odczytu

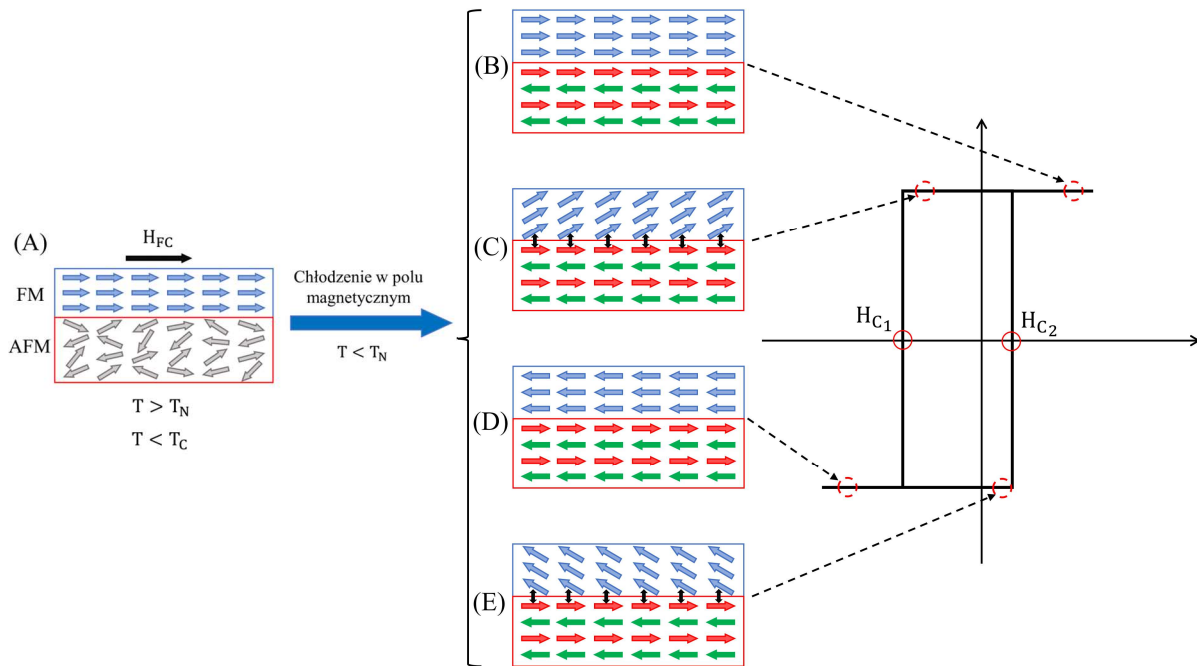
informacji w pamięciach magnetycznych [77]. Wiele prac eksperymentalnych i teoretycznych zostało poświęconych wyprowadzeniu teorii zjawiska anizotropii wymiennej, jednakże po dzień dzisiejszy efekt ten nie jest w pełni rozumiany [78].



Rysunek 7. Pętla histerezy zmierzona w temperaturze 77 K dla cząstek kobaltu pokrytych monotlenkiem kobaltu. Linia ciągła przedstawia pętlę zmierzoną po chłodzeniu układu w zewnętrznym polu magnetycznym, linia przerywana przedstawia pętlę chłodzoną bez przykładania pola. Rysunek prezentuje oryginalny wynik przedstawiający efekt *exchange bias* opublikowany przez W. H. Meiklejohna i C. P. Beana w artykule z 1956 roku pt. „New Magnetic Anisotropy” [75].

Exchange bias najczęściej obserwowany jest w układach FM/AFM, ale może pojawiać się również w układach FM/ferrimagnetyk(FI), czy też FI/AFM [79, 80]. Pojawienie się anizotropii wymiennej w układzie FM/AFM jest powszechnie przypisywane nieskompensowanym spinom w warstwie AFM [81, 82], które znajdują się w sąsiedztwie warstwy FM. Dla układu FM/AFM efekt pojawia się zwykle gdy warstwa AFM charakteryzuje się stosunkowo dużą anizotropią magnetokrystaliczną. Jednozwrotowa anizotropia w takiej strukturze najczęściej indukowana jest w trakcie chłodzenia układu FM/AFM z temperatury T (T_C (FM) $> T > T_N$ (AFM)) w zewnętrznym polu magnetycznym będącym w stanie nasycić ferromagnetyk (ang. *field cooling*, FC) i jest rezultatem wzajemnego sprzężenia spinów na interfejsie pomiędzy FM a AFM przy przejściu przez T_N . Możliwe jest jednak wystąpienie tak zwanego spontanicznego sprzężenia *exchange bias*, który pojawia się bez procesu FC, ale poniżej temperatury uporządkowania AFM. Przykładem układu w którym zaobserwowano spontaniczny EB jest FeCo/IrMn, dla którego *exchange bias* jest skutkiem strukturalnych przejść fazowych w metalicznym antyferromagnetyku [83].

Głównym i charakterystycznym rezultatem efektu EB jest przesunięcie pętli histerezy względem osi zerowej pola magnetycznego. Pole koercji, zdefiniowane jako wartość pola magnetycznego, dla którego wartość magnetyzacji FM wynosi zero, jest różne dla gałęzi pętli mierzonej podczas zmniejszania i zwiększania pola magnetycznego (oznaczane kolejno jako H_{C1} oraz H_{C2} na Rysunku 8). Gdy układ FM/AFM chłodzony jest w zewnętrznym polu magnetycznym możliwe jest wystąpienie przesunięcia pętli zależnego od kierunku pola FC. W przypadku przesunięcia zgodnego z polem mówimy o dodatnim efekcie EB, natomiast w przypadku przesunięcia w kierunku przeciwnym do pola o efekcie ujemnym. Przesunięciu pętli towarzyszy najczęściej również jej poszerzenie, to znaczy powiększenie jej koercji H_C , zdefiniowanej jako $H_C = (|H_{C1}| + |H_{C2}|)/2$. Często obserwowany jest także tak zwany efekt treningu pętli (ang. *training effect*), który przejawia się jako stopniowe zanikanie EB w trakcie kolejnych przemagnesowań układu. Zjawisko EB jest najczęściej silnie zależne od temperatury i maleje wraz z jej wzrostem. Temperatura, w której efekt zanika zwana jest temperaturą blokowania, T_B . Zwykle jest ona niższa niż T_N [84].



Rysunek 8. Najprostszy model przedstawiający mechanizm zjawiska EB. Na rysunku przedstawiono schematycznie ustawienie spinów FM (kolor niebieski) i AFM (kolory czerwony i zielony) podczas pomiaru pętli histerezy magnetycznej. H_{C1} oraz H_{C2} oznaczają pola koercji gałęzi pętli histerezy zarejestrowanej podczas malejącej oraz rosnącej wartości pola magnetycznego.

Jeden z pierwszych modeli próbujący wytłumaczyć pochodzenie efektu EB, zaproponowany przez Meiklejohn'a [85, 86] został zaprezentowany jakościowo na Rysunku 8. Model zakłada, że początkowo układ znajduje się w temperaturze poniżej T_C FM oraz powyżej

T_N AFM. Przyłożenie zewnętrznego pola magnetycznego, H_{FC} powoduje uporządkowanie spinów FM. Następnie, podczas chłodzenia układu, przy przejściu przez T_N , momenty magnetyczne AFM porządkują się i w wyniku oddziaływania wymiennego na interfejsie sprzęgają się ze spinami FM. Jeśli sprzężenie FM-AFM jest ferromagnetyczne, jak założono na Rysunku 8, to spiny AFM na interfejsie układają się równolegle do momentów magnetycznych warstwy FM. Zarejestrowana wtedy pętla histerezy magnetycznej charakteryzuje się asymetrią. Powodem tego jest fakt, że spiny AFM utrudniają obrót momentów magnetycznych FM poprzez wywieranie na nie mikroskopowego momentu skręcającego przeciwnego do kierunku działania pola magnetycznego. Dlatego, potrzebne jest większe pole magnetyczne aby spiny FM ustawiły się zgodnie z przyłożonym polem. Dla przeciwnego zwrotu pola magnetycznego momenty magnetyczne FM ustawiają się zgodnie z polem dla mniejszej wartości zewnętrznego pola magnetycznego. Ułatwiony obrót spinów FM jest spowodowany poprzez ten sam mikroskopowy moment skręcający wywierany przez momenty magnetyczne AFM, który w tym przypadku działa zgodnie z kierunkiem pola magnetycznego i wspomaga rotację namagnesowania FM. Ostateczna wartość przesunięcia pętli względem osi zerowej pola jest zwana polem *exchange bias* (H_{EB}) i jest podstawowym parametrem opisującym wielkość efektu. Zgodnie z oznaczeniami na Rysunku 8, H_{EB} definiuje się jako $H_{EB} = (H_{C_2} + H_{C_1})/2$. Fenomenologiczny model zaproponowany przez Meiklejohna, pozwala na wyłącznie jakościowe zrozumienie efektu. Modele, które lepiej odwzorowują wyniki eksperymentalne biorą pod uwagę wiele innych czynników mających znaczący wpływ na EB, takich jak szorstkość interfejsu [87], niekolinearne ustawienie momentów magnetycznych FM i AFM [88], czy też formowanie się domen w warstwie FM i AFM [84, 89].

Występowanie efektu EB w cienkowarstwowych układach od wielu lat wykazuje ogromne zastosowanie aplikacyjne. Sprzężenie interfejsowe w dwuwarstwie FM/AFM jest między innymi wykorzystywane we wspomnianych wcześniej zaworach spinowych. Warstwa AFM w tym przypadku odgrywa pasywną rolę, którą jest stabilizacja i utwardzenie magnetyzacji warstwy FM poprzez indukowanie jednozwrotowej anizotropii.

4. Metody eksperymentalne

4.1. Wprowadzenie

Niniejsza praca doktorska była realizowana głównie w Pracowni Nanostruktur Powierzchniowych WFiIS AGH. Magnetyczne epitaksjalne układy cienkowarstwowe zostały wytworzone z wykorzystaniem aparatury ultra wysokiej próżni (ang. *Ultra High Vacuum*, UHV). Cienkie warstwy były preparowane metodami fizycznego osadzania par (ang. *Physical Vapour Deposition*, PVD). W laboratorium Nanostruktur Powierzchniowych przeprowadzono pomiary właściwości strukturalnych oraz część pomiarów pozwalających na charakteryzację magnetycznych właściwości przygotowanych struktur. Struktura powierzchni wzrastających warstw była kontrolowana w trakcie preparatyki metodą dyfrakcji niskoenergetycznych elektronów (ang. *Low Energy Electron Diffraction*, LEED). Charakteryzacja właściwości magnetycznych i chemicznych próbek zawierających izotop ^{57}Fe odbywała się *in-situ* z wykorzystaniem metody spektroskopii mössbauerowskiej elektronów konwersji (ang. *Conversion Electron Mössbauer Spectroscopy*, CEMS). Pętle histerezy magnetycznej dla heterostruktur z cienkimi warstwami ferromagnetyka zostały zarejestrowane przy użyciu metody magneto-optycznego efektu Kerra (ang. *Magneto Optical Kerr Effect*, MOKE). Obrazy magnetycznej struktury domenowej, zarówno w warstwach ferromagnetycznych, jak i antyferromagnetycznych, zarejestrowano przy użyciu mikroskopu magneto-optycznego.

Część wyników eksperymentalnych przedstawionych w niniejszej pracy została uzyskana w placówkach synchrotronowych. Badania wykorzystujące metodę spektroskopii absorpcyjnej promieniowania X (ang. *X-ray Absorption Spectroscopy*, XAS), w tym pomiary efektu liniowego oraz kołowego dichroizmu magnetycznego promieniowania X (ang. *X-ray Magnetic Linear Dichroism*, XMLD; ang. *X-ray Magnetic Circular Dichroism*, XMCD), wykonano na linii badawczej PIRX w Narodowym Centrum Promieniowania Synchrotronowego SOLARIS. Obrazy struktury domenowej zostały uzyskane przy użyciu fotoemisyjnego mikroskopu elektronowego promieniowania X (ang. *X-ray Photoemission Electron Microscopy*, XPEEM) w synchrotronie Elettra Sincrotrone Trieste we Włoszech.

4.2. Preparatyka magnetycznych epitaksjalnych układów cienkowarstwowych

Epitaksja jest procesem wzrostu warstw krystalicznych, których struktura jest wymuszona przez monokrystaliczne podłoże. W przypadku gdy warstwa i monokrystaliczne

podłoże stanowią ten sam materiał, proces nazywany jest homoepitaksją. Dla heteroepitaksji materiał rosnącej warstwy różni się od podłoża [90]. Jednym z czynników, który determinuje przebieg procesu epitaksji jest dopasowanie stałych sieciowych substratu oraz adsorbatu. Stopień wzajemnego dopasowania struktur krystalograficznych materiałów określa tak zwany współczynnik niedopasowania f , definiowany jako $f = \frac{a_1 - a_2}{a_2}$, gdzie a_1 jest stałą sieci materiału preparowanego, a a_2 to stała sieci podłoża [91]. Wysoka czystość oraz dobrze zdefiniowana struktura krystaliczna preparowanych warstw są kluczowe w procesie wytwarzania nanometrycznych systemów cienkowarstwowych. W celu przygotowania epitaksjalnych układów wielowarstwowych z precyzyjnie określoną grubością każdej z podwarstw, konieczne jest zapewnienie warunków UHV oraz zastosowanie odpowiednich metod procesu fizycznego osadzania par. Podczas preparatyki układów cienkowarstwowych opisywanych w niniejszej pracy wykorzystano dwie z metody PVD, epitaksję z wiązek molekularnych (ang. *Molecular Beam Epitaxy*, MBE) oraz odparowanie wiązką elektronów (ang. *Electron Beam Vaporization*, EBV).

4.2.1. Metoda epitaksji z wiązek molekularnych – MBE

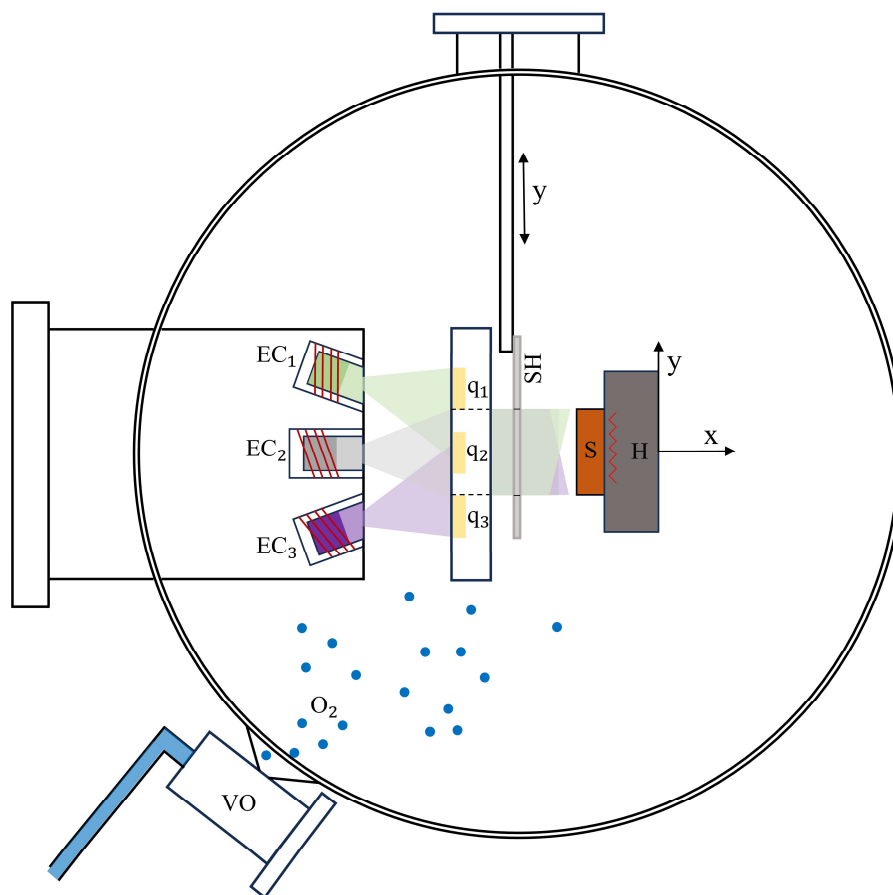
Eksperymenty J. R. Arthura i J. Y. Cho z Bell Telephone Laboratories nad kinetyką mechanizmu wzrostu epitaksjalnych warstw półprzewodników połączone z obserwacją ich struktury *in-situ* z wykorzystaniem metody odbiciowej dyfrakcji wysokoenergetycznych elektronów (ang. *Reflection High Energy Electron Diffraction*, RHEED) umożliwiły rozwój techniki MBE [92]. Epitaksja z wiązek molekularnych początkowo używana była do preparatyki warstw półprzewodnikowych, lecz z biegiem czasu stała się również uniwersalną metodą wytwarzania zaawansowanych układów cienkowarstwowych. Największą zaletą tej techniki, wyróżniającą ją spośród innych metod PVD, jest precyzyjna kontrola wiązki molekularnej (lub atomowej), umożliwiającą wytwarzanie pojedynczych warstw atomowych o wysokiej czystości.

W metodzie MBE wytworzony wskutek ogrzewania materiału strumień atomów lub molekuł krystalizuje na powierzchni podłoża. Aby możliwe było wytworzenie strumienia atomów (molekuł), konieczne jest zapewnienie warunków ultra wysokiej próżni. Parametrem opisującym odległość jaką mogą bezkolizyjnie pokonać molekuły pod ciśnieniem p , jest średnia droga swobodna L , która może być przybliżona wzorem:

$$L = \frac{k_B T}{\sqrt{2} \pi p d^2}, \quad (4.1)$$

gdzie k_B - stała Boltzmanna ($1,381 \times 10^{-23} \text{ JK}^{-1}$), T – temperatura, a d to średnica przemierzających próżnię molekuł. Ciśnienie w nowoczesnej aparaturze próżniowej jest rzędu $1 \times 10^{-8} \text{ Pa}$. Przyjmując temperaturę 300 K, a średnicę parowanych molekuł $1.26 \text{ \AA}$ (średnica atomu Fe), średnia droga swobodna L wyznaczona ze wzoru 4.1 wynosi około 5800 km. Uwzględniając fakt, że w typowych układach MBE podłoże znajduje się zwykle od 0.2 m do 0.3 m od pozycji parowanego materiału źródłowego, zapewnienie takich warunków UHV zapewnia prostoliniowy i bezkolizyjny ruch atomów adsorbentu. Oznacza to, że w komorze UHV, w której zapewniono ciśnienie niższe niż 100 nPa ($1 \times 10^{-7} \text{ Pa} = 1 \times 10^{-9} \text{ mbar}$), możliwa jest preparatyka ultra czystych warstw metodą MBE. Warto wspomnieć, że w takich warunkach czas osadzania się gazów resztkowych na podłożu jest rzędu kilkunastu godzin [93]. Przy szybkości nanoszenia równej około jedna monowarstwa (ang. *monolayer*, ML) na minutę, możliwe jest wytworzenie ultracienkich układów o wysokiej czystości z dokładnością do części pojedynczej warstwy atomowej.

Rysunek 9 przedstawia schemat komory próżniowej z układem do preparatyki cienkich warstw metodą MBE znajdujący się w jednej z komór próżniowych Pracowni Nanostruktur Powierzchniowych AGH. Przedstawiony układ został wykorzystany do preparatyki warstw badanych w trakcie realizacji niniejszej pracy doktorskiej. W komorze UHV znajdują się komórki efuzyjne (EC_1 , EC_2 , EC_3) umieszczone w chłodzonej wodą miedzianej obudowie. Zamocowane na nośniku (H) podłoże (S) umieszczone jest naprzeciwko komórek efuzyjnych. Pozycja podłoża może być precyzyjnie kontrolowana za pomocą ruchu manipulatora, w którym umieszczony jest nośnik. Nośnik wyposażony jest w grzałkę, która umożliwia zmianę temperatury podłoża podczas procesu nanoszenia warstw. Ruchoma przesłona (HS) znajdująca się pomiędzy nośnikiem a komórkami efuzyjnymi umożliwia przysłonięcie części podłoża i nanoszenie materiału na wybraną część kryształu. Komórki efuzyjne składają się z ceramicznego tygla o wysokiej czystości z umieszczonym wewnątrz adsorbentem. Wiązka parowanych atomów otrzymywana jest poprzez dostarczenie energii termicznej do materiału źródła poprzez oporowe nagrzewanie wolframowego drutu nawiniętego na tygiel. Rozgrzanie tygla do wysokiej temperatury powoduje sublimację lub parowanie materiału w nim umieszczonego i wytworzenia wiązki molekularnej o kształcie stożka. Standardowe komórki efuzyjne wytwarza się z np. Al_2O_3 , tlenku berylu lub pirolitycznego azotku boru (PBN). Materiał komórek dobiera się zwykle uwzględniając reaktywność materiałów adsorbentu oraz temperaturę potrzebną do jego sublimacji/parowania [90].



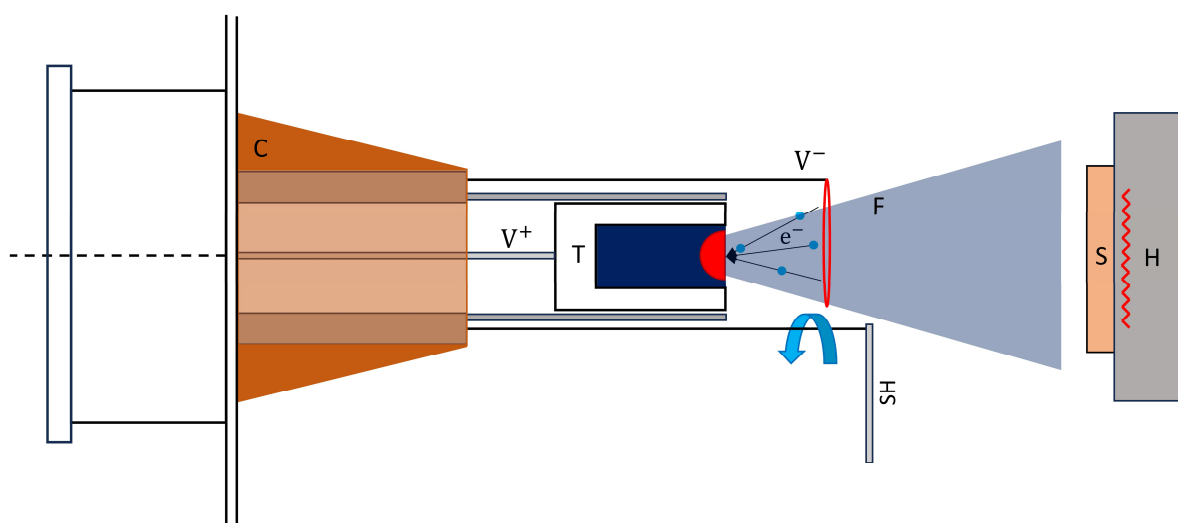
Rysunek 9. Schemat komory próżniowej z układem do preparatyki metodą MBE. $EC_{1,2,3}$ – komórki efuzyjne w których znajdują się źródła nanoszonych metali; $q_{1,2,3}$ – kwarcowe sensory grubości warstw; S – podłoże monokrystaliczne na nośniku; H – nośnik i manipulator z możliwością kontroli temperatury substratu oraz ruchu w płaszczyźnie XYZ; HS – mechaniczna przesłona poruszająca się w osi Y; VO – zawór igłowy umożliwiający dopuszczenie tlenu do komory podczas reaktywnej depozycji warstw.

Wszystkie układy wielowarstwowe badane w ramach realizacji niniejszej pracy doktorskiej zostały przygotowane na podłożach MgO(001). Niedopasowanie sieciowe, temperatura podłoża podczas nanoszenia, czy też szybkość nanoszenia warstw mają znaczący wpływ na kinetykę dyfuzji atomów osadzanych na podłożu, a co za tym idzie na proces epitaksji. W teorii, epitaksja cienkich warstw metalicznych może odbywać się w temperaturze pokojowej, ze względu na stosunkowo niską energię dyfuzji powierzchniowej metali [90]. Jednak, otrzymanie wysokiej jakości warstw epitaksjalnych może wiązać się z preparatyką w podwyższonej temperaturze lub wygrzewaniem naniesionego materiału. Szybkość depozycji materiałów jest kontrolowana przy użyciu mikrowag kwarcowych (ang. *Quartz Crystal Microbalance*, QCM) (Rysunek 9 - q_1, q_2, q_3). Zmiana częstotliwości drgań piezoelektrycznego rezonatora kwarcowego jest proporcjonalna do masy naniesionego na niego materiału (grubość warstwy), co zostało udowodnione eksperymentalnie przez Sauerbrey'a w 1959 roku [94].

4.2.2. Odparowanie wiązką elektronową – EBV.

Kolejną z metod PVD, wykorzystywaną podczas realizacji pracy doktorskiej, była technika odparowywania wiązką elektronów - EBV. Podobnie jak w przypadku metody MBE, EBV również może zostać wykorzystana do preparatyki cienkich warstw epitaksjalnych. Ogrzewanie materiału źródła w parowniku EBV odbywa się poprzez bombardowanie go wiązką elektronów.

Przez cienki drut (np. wolframowy) przepuszczany jest prąd rzędu kilku amperów, co prowadzi do oporowego nagrzewania druta i termoemisji elektronów. Wyemitowane z filamentu (katody) termoelektrony są przyspieszane w polu elektrycznym (o potencjale do 2 kV, w warunkach UHV) w kierunku tygla z materiałem adsorbentu lub bezpośrednio do pręta wykonanego z adsorbentu (anody). W przypadku zastosowania tygla jest on wykonany z ceramiki lub wysokotopliwego metalu, takiego jak wolfram czy molibden. Energia kinetyczna przyspieszanych elektronów, przekazywana jest w postaci energii termicznej po zderzeniu z powierzchniowymi atomami adsorbentu w tyglu. Bombardowanie wysokoenergetycznymi elektronami powoduje drastyczny, lokalny wzrost temperatury, który prowadzi do stopienia i odparowania materiału przeznaczonego do parowania lub bezpośrednio do jego sublimacji. W zaawansowanych technologicznie parownikach EBV można spotkać się również z odpowiednim układem formowania wiązki elektronów poprzez pole magnetyczne, które skupia ją bezpośrednio na powierzchni parowanego materiału [95]. Metoda EBV umożliwia także parowanie wysokotopliwych materiałów izolujących. W tym przypadku, energia termiczna przekazywana jest adsorbentowi poprzez powierzchnię styku z materiałem tygla, prowadząc do sublimacji/parowania materiału. Schemat działania prostego parownika EBV przedstawiony jest na Rysunku 10.



Rysunek 10. Uproszczony schemat parownika EBV. S – podłoże; H – nośnik i manipulator z możliwością kontroli temperatury próbki; T – tygiel z materiałem przeznaczonym do odparowania; SH – obrotowa przesłona; F – filament; C – chłodzona wodą obudowa parownika. Wysoki potencjał przykładany jest pomiędzy filamentem V^- a uziemieniem V^+ .

Metoda EBV zyskała popularność ze względu na dużą różnorodność materiałów, które mogą być odparowane przy jej użyciu z zachowaniem ultra wysokiej czystości. Ogromną zaletą tej techniki jest możliwość preparatyki warstw materiałów wysokotopliwych (np. Pt, Ir, Pd) lub izolujących tlenków (np. MgO) o wysokiej temperaturze topnienia. W pracy doktorskiej wykorzystano podstawowy, jednoźródłowy parownik EBV, przy użyciu którego preparowano warstwy MgO oraz Pt w warunkach UHV.

4.3. Metody charakteryzacji właściwości strukturalnych i magnetycznych cienkich warstw

4.3.1. Dyfrakcja niskoenergetycznych elektronów – LEED

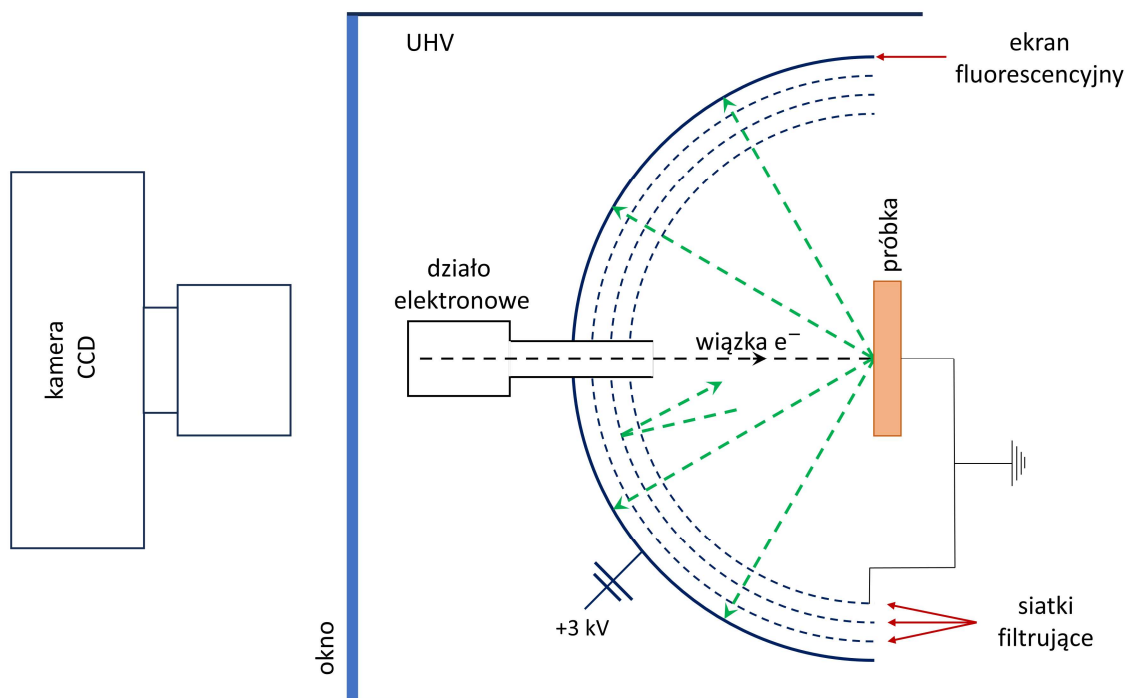
LEED należy do jednej z technik dyfrakcyjnych, które pozwalają na uzyskanie bezpośredniej informacji o strukturze powierzchni cienkich warstw. Metoda ta jest uznawana za najstarszą ze współczesnych technik laboratoryjnych opartych na dyfrakcji elektronów. Pierwszy eksperyment związany z LEED przeprowadzili Davisson i Germer w 1927 roku. Wykazali, że gdy powierzchnia kryształu Ni została oświetlona wiązką monoenergetycznych elektronów, uległy one elastycznemu rozproszeniu w preferowanych kierunkach, co można było wytłumaczyć dyfrakcją na periodycznie ułożonych atomach w kryształach Ni. Eksperyment ten potwierdził falową naturę elektronu postulowaną przez de Broglie w 1921 roku. Znaczący rozwój metody LEED nastąpił w latach sześćdziesiątych XX w., co było bezpośrednio związane z postępem technologii UHV [96].

Wykorzystanie niskoenergetycznych elektronów do analizy strukturalnej powierzchni cienkich warstw wynika z dwóch powodów. Dla typowych energii wiązki elektronowej wykorzystywanych w metodzie LEED (do kilkuset elektronowoltów) spełniony jest warunek dyfrakcji, to znaczy długość fali elektronowej λ_e jest porównywalna lub mniejsza od odległości międzyatomowych w kryształach. Zależność długości λ_e od napięcia przyspieszającego U opisuje formuła de Broglie:

$$\lambda_e = \frac{h}{\sqrt{2m_e q_e U}} \Rightarrow \lambda_e [\text{\AA}] \approx \sqrt{\frac{150}{E_{\text{eV}}}}, \quad (4.2)$$

gdzie h jest stałą Plancka, m_e i q_e kolejno masą oraz ładunkiem elementarnym elektronu, a E_{eV} energią wiązki w elektronowoltach. Drugim powodem jest fakt, że średnia droga swobodna niskoenergetycznych elektronów w kryształach jest niewielka, rzędu kilku warstw atomowych

[97]. Stąd, większość zderzeń sprężystych elektronów z atomami zachodzi w obrębie górnej powierzchni warstwy. Efektem dyfrakcji elektronów na powierzchni kryształu jest obserwacja sieci odwrotnej, która jest jednoznacznie związana z siecią rzeczywistą kryształu. LEED jest idealnym narzędziem charakteryzującym dwuwymiarową strukturę powierzchni krystalicznej próbek cienkowarstwowych.

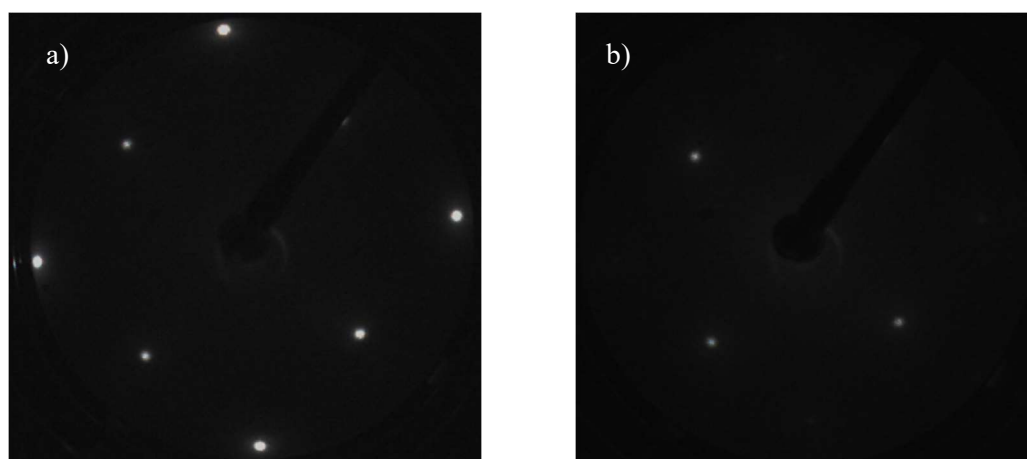


Rysunek 11. Schemat układu pomiarowego LEED. System składa się z umieszczonego w komorze próżniowej działka elektronowego skierowanego prostopadle do powierzchni próbki oraz hemisferycznego ekranu fluoroscencyjnego, znajdującego się na wysokim, dodatnim potencjale. Przed ekranem znajdują się również siatki filtrujące elektrony odbite nieelastycznie. Ekran jest wizualizowany przy użyciu kamery CCD umieszczonej za wizjerem komory próżniowej.

Rysunek 11 przedstawia schemat spektrometru LEED. Powierzchnia próbki, oświetlana jest ogniskowaną elektrostatycznie wiązką elektronów, emitowaną z działka elektronowego. W przypadku używanego w pracy doktorskiej cyfrowego kontrolera LEED LPS300-D firmy OCI Vacuum Microengineering, prąd wiązki nie przekraczał $1\mu\text{A}$ przy energii elektronów od 10 – 300 eV. Po dotarciu do powierzchni próbki, elektrony ulegają dyfrakcji na powierzchni badanego kryształu. Te, które zostały odbite lub wyemitowane z próbki, poruszają się prostoliniowo w kierunku koncentrycznie ustawionych siatek wykonanych najczęściej z połączanego wolframu [98]. Pierwsza z siatek znajduje się na tym samym potencjale co próbka. Umożliwia to prostoliniowy ruch elektronów w obszarze wolnym od oddziaływań elektrostatycznych. Potencjał kolejnych siatek jest zbliżony do potencjału źródła elektronowego. Pozwala to na przepuszczenie przez obszar siatek wyłącznie elektronów o energii zbliżonej do energii elektronów źródła, czyli odbitych elastycznie. Następnie elektrony są przyspieszane wysokim dodatnim potencjałem, rzędu kilku kV, w kierunku ekranu fluorescencyjnego, na którym formuje się obraz dyfrakcyjny. Najczęściej do systemu aparatury

LEED dołączona jest również kamera z matrycą CCD, która rejestruje obraz ekranu fluorescencyjnego i umożliwia jego odtworzenie na ekranie komputera. Obserwowany wzór dyfrakcyjny jest dwuwymiarową projekcją sieci odwrotnej powierzchni próbki oświetlanej elektronami.

Metoda LEED pozwala na określenie symetrii i struktury krystalograficznej powierzchni badanej warstwy oraz jej relacji ze strukturą podłoża. Dzięki dyfrakcji niskoenergetycznych elektronów można określić ciągłość oraz epitaksjalność badanych warstw. Umieszczenie spektrometru LEED w komorze preparacyjnej umożliwia analizę strukturalną układów na każdym etapie preparatyki. Obrazy dyfrakcyjne pozwalają wnioskować również o jakości badanej powierzchni. Ostre, intensywne plamki dyfrakcyjne o niskiej intensywności tła są oznaką gładkiej, uporządkowanej atomowo powierzchni warstwy. Obecność defektów strukturalnych, czy innych niedoskonałości w strukturze krystalicznej może wpływać na zniekształcenie plamek dyfrakcyjnych, zwiększenie intensywności tła, czy też pojawienie się dodatkowych plamek dyfrakcyjnych. Brak obrazu LEED badanej powierzchni może świadczyć o nieuporządkowanej lub amorficznej drobnej strukturze polikrystalicznej. Na Rysunku 12 przedstawiono przykładowy obraz dyfrakcyjny warstw Fe w układzie Fe/MgO(001).



Rysunek 12. Przykładowe obrazy dyfrakcyjne LEED uzyskane na 4 nm warstwie Fe na podłożu MgO(001) dla elektronów o energii: a) 70 eV, b) 100 eV.

4.3.2. Spektroskopia Mössbauera elektronów konwersji – CEMS

Metoda CEMS została użyta podczas realizacji niniejszej pracy do charakteryzacji właściwości magnetycznych i chemicznych cienkich warstw zawierających mössbauerowsko aktywny izotop ^{57}Fe . Technika ta opiera się na odkryciu R. L. Mössbauera, który zaobserwował bezdrzutową rezonansową fluorescencję promieniowania γ w ^{191}Ir [99, 100]. Efekt został nazwany nazwiskiem naukowca, a Mössbauer za swoje odkrycie otrzymał nagrodę Nobla w 1961 roku.

W przypadku próbek zawierających izotop ^{57}Fe stan wzbudzony jądra Fe powstaje w wyniku absorpcji kwantu promieniowania γ emitowanego przez radioaktywny izotop ^{57}Co . Podczas rozpadu promieniotwórczego ^{57}Co , którego czas połowicznego zaniku wynosi 270 dni powstaje wzbudzony stan jądra ^{57}Fe o energii $E_w = 136,46 \text{ keV}$ [101]. Proces deekscytacji do stanu podstawowego, z prawdopodobieństwem ponad 90%, odbywa się poprzez stan pośredni, którego energia wynosi $E_0 = 14,4 \text{ keV}$. Przejście do stanu podstawowego E_p związane jest z emisją kwantu promieniowania γ , o energii równej $E_0 = E_w - E_p$, bez uwzględnienia energii odrzutu. Wyemitowany w ten sposób foton może być następnie zaabsorbowany przez jądro izotopu ^{57}Fe w stanie podstawowym, wzbudzając je do stanu o energii E_w . Bezodrutowy opis procesu emisji oraz rezonansowej absorpcji promieniowania gamma jest najprostszym opisem efektu Mössbauera [101].

Zgodnie z zasadą nieoznaczoności, energetyczne poziomy jądrowe są rozmyte, a szerokość połówkowa rozmycia energetycznego poziomu wzbudzonego, tzw. naturalna szerokość linii Γ wynosi:

$$\Gamma\tau = \hbar, \quad (4.3)$$

gdzie $\hbar$ jest zredukowaną stałą Plancka, a τ średnim czasem życia jądra w stanie wzbudzonym. W przypadku izotopu ^{57}Fe , jego pierwszy stan wzbudzony o energii 14.4 keV posiada $\tau = 1.43 \times 10^{-7} \text{ s}$ oraz $\Gamma = 4.55 \times 10^{-9} \text{ eV}$. Stosunek $\frac{\Gamma}{E_0}$ definiuje możliwość zajścia rezonansowej absorpcji, czyli nałożenia się widma emisji i absorpcji promieniowania γ [102].

Dla swobodnych atomów założenie, że foton γ emitowany przez jądro atomowe posiada energię $E_\gamma = E_0 = E_w - E_p$, nie jest prawdziwe. Foton posiada pęd, dlatego w rzeczywistości jądro atomowe, które emituje kwant promieniowania γ doznaje odrzutu w kierunku przeciwnym do kierunku propagacji fotonu. Energia odrzutu wynosi:

$$E_R = \frac{E_\gamma^2}{2Mc^2}, \quad (4.4)$$

gdzie $E_R = \frac{p^2}{2M}$ to pęd odrzutu ($p = \frac{E_\gamma}{c}$), M to masa atomu, a c to prędkość światła. W przypadku ^{57}Fe energia odrzutu po przejściu z pośredniego stanu wzbudzonego o energii 14.4 keV do stanu podstawowego wynosi $E_R = 1.95 \times 10^{-3} \text{ eV}$ i jest sześć rzędów wielkości większa od naturalnej szerokości linii widmowej Γ [102].

Rudolf Mössbauer w swoich eksperymentach udowodnił, że sytuacja jest odmienna w przypadku atomów w sieci krystalicznej. Istnieje wtedy wysokie prawdopodobieństwo, że mössbauerowsko aktywny atom w kryształ nie ulegnie odrzutowi. Jeśli masa M we wzorze (4.4) zostanie zastąpiona masą kryształu, wartość E_R jest znacznie mniejsza od naturalnej szerokości linii promieniowania γ . W konsekwencji, zjawiska emisji i absorpcji traktowane są jako bezdrzutowe. Prawdopodobieństwo zajścia bezdrzutowego procesu (efektu Mössbauera), zdefiniowane jako stosunek liczby kwantów wyemitowanych bezdrzutowo do całkowitej liczby wyemitowanych kwantów jest opisane przez czynnik Lamba – Mössbauera f_{LM} , który zależy od temperatury, masy jądra i temperatury Debye’a. Dla przejścia 14.4 keV izotopu ^{57}Fe w temperaturze pokojowej czynnik $f_{LM} = 0.91$ [102].

Oddziaływanie z elektronami powłok atomowych może prowadzić do przesunięcia lub/i rozszczepienia jądrowych poziomów energetycznych. Stąd, widmo mössbauerowskie zazwyczaj posiada skomplikowaną strukturę, która wynika z otoczenia elektronowego jądra. Kształt widma jest zdeterminowany przez koordynację, stopień utlenienia atomu, rodzaj symetrii otoczenia, obecność uporządkowania magnetycznego. W związku z czym, występuje znaczące niedopasowanie energetyczne linii absorpcji i emisji. Przesunięcie linii energetycznych może zostać skompensowane poprzez efekt Dopplera I rodzaju. Jeżeli zbiorowi atomów emitujących fotony γ nada się prędkość v w kierunku propagacji kwantów γ to niedopasowanie energetyczne linii może być modulowane zgodnie z relacją:

$$E_D = \frac{v}{c} E_\gamma . \quad (4.5)$$

Przy odpowiednim dopasowaniu prędkości obie linie widmowe mogą się w całości lub częściowo pokrywać, spełniając kryterium zajścia rezonansowej absorpcji promieniowania. Z tego powodu metodologia pomiarowa spektroskopii Mössbauera (ang. *Mössbauera Spectroscopy*, MS) polega na oświetlaniu próbki poprzez źródło promieniotwórcze poruszające się z prędkością v , wykonujące ruchy w kierunku absorbera (próbki) oraz oddalające się od niego. Ruch źródła powoduje modulację energii fotonów promieniowania γ zgodnie z Równaniem 4.5

Na kształt widma mössbauerowskiego wpływa również związany z ruchem termicznym atomów efekt Dopplera II rzędu. Jego skutkiem jest poszerzenie linii emisji i absorpcji, które opisuje się poprzez dopplerowską szerokość linii Γ_D , zależną od temperatury T :

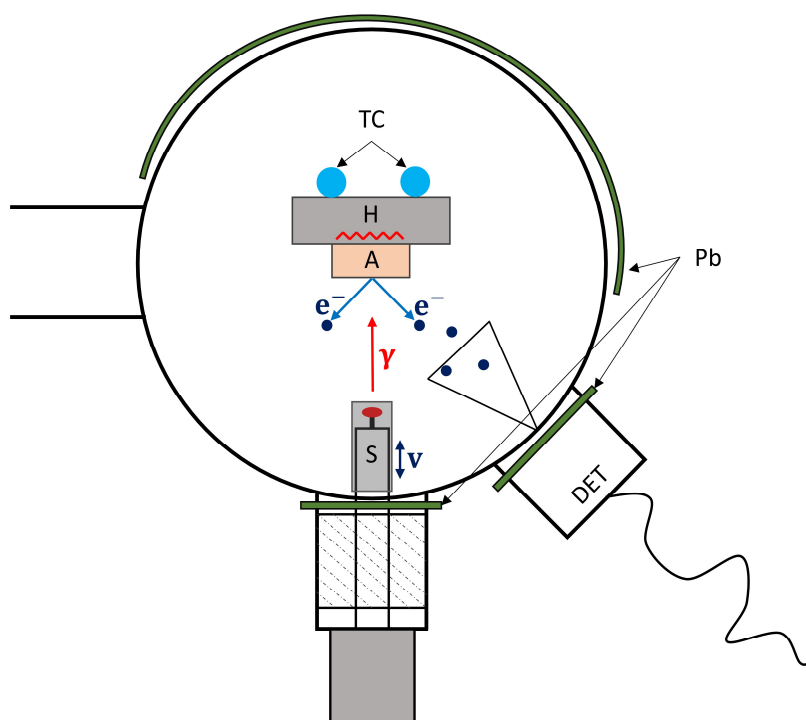
$$\Gamma_D = 2\sqrt{E_R \cdot k_B T} , \quad (4.6)$$

gdzie k_B jest stałą Boltzmanna [102].

Deekscytacja jądra atomowego po procesie absorpcji promieniowania γ może nastąpić poprzez przekazanie energii elektronom z powłok K, L oraz M. Proces ten to tzw. konwersja wewnętrzna. W przypadku wzbudzenia rezonansowego promieniowaniem o energii 14.4 keV mössbauerowsko aktywnego izotopu żelaza (^{57}Fe) najbardziej prawdopodobny jest proces konwersji wewnętrznej z emisją elektronu o energii 7.3 keV z powłoki K (81%). Silne oddziaływanie elektronów z materią sprawia że, elektrony konwersji mogą wydostać się wyłącznie z głębokości do kilkuset nanometrów [101]. Technika wykorzystująca elektrony konwersji do obserwacji efektu Mössbauera ma charakter powierzchniowy, co znajduje zastosowanie metody CEMS w pomiarach właściwości cienkich warstw.

Analiza widm CEMS polega na numerycznym dopasowaniu składowych widma, które odpowiadają konkretnemu otoczeniu atomu ^{57}Fe . Składowe widma są identyfikowane poprzez charakterystyczne wartości przesunięcia izomerycznego, rozszczepienia kwadrupolowego oraz magnetycznego rozszczepienia zeemanowskiego, które opisane jest przez magnetyczne pole nadsubtelne, B_{HF} . Pomiar widm CEMS może dostarczyć informacji o lokalnych właściwościach magnetycznych, jak i strukturalnych. Powierzchniowy charakter metody CEMS oraz możliwość uzyskania informacji o lokalnym środowisku atomowym znajduje swoje szczególne zastosowanie podczas pomiarów właściwości cienkich warstw magnetycznych zawierających izotop ^{57}Fe .

W trakcie realizacji pracy doktorskiej widma CEMS były rejestrowane *in-situ* po transferze próbki do komory umożliwiającej pomiary mössbauerowskie. Pomiary wykonano w kriostacie z możliwością kontroli temperatury w warunkach UHV. Schemat komory próżniowej z układem pomiarowym przedstawia Rysunek 13.



Rysunek 13. Schemat układu umożliwiającego wykonanie pomiarów CEMS in-situ w szerokim zakresie temperatur. S – cyklicznie przemieszczające się źródło promieniotwórcze; A – próbka absorbująca; H – manipulator z nośnikiem na próbkę; TC – kapilary na chłodziwo (ciekły azot); DET – detektor typu *channeltron*; Pb – osłony ołowiane.

Budowa komory i kriostatu w aparaturze Laboratorium Nanostruktur Powierzchniowych pozwala na wykonanie pomiarów CEMS w zakresie temperatur od 80 K do 400 K z precyzyjną stabilizacją temperatury podczas pomiaru. Źródłem promieniowania γ był radioaktywny izotop $^{57}\text{Co}(\text{Rh})$, o początkowej aktywności 200 mCi. Podczas pomiaru próbka była oświetlana promieniowaniem padającym prostopadle do jej powierzchni. Elektrony emitowane z powierzchni próbki były rejestrowane przy użyciu kanałowego powielacza elektronowego, tzw. *channeltronu*, o dużej średnicy wejściowej i niskiej czułości na promieniowanie γ oraz X. Pomiędzy próbką a źródłem radioaktywnym wprowadzana była również mechaniczna przesłona, która miała na celu ograniczyć sygnał od żelaza naniesionego poza obszar podłoża.

4.3.3. Zjawiska magneto-optyczne

Wiele eksperymentów udowodniło, że stan magnetyczny ośrodka może mieć wpływ na padające na niego promieniowanie elektromagnetyczne. Szereg efektów, nazywanych zjawiskami magneto-optycznymi ukazuje wpływ pola magnetycznego lub spontanicznej magnetyzacji ośrodka na absorpcję, czy też transmisję światła. Jednym z efektów magneto-optycznych, jest odkryty w 1845, efekt Faradaya (ang. *Magneto-optic Faraday Effect*, MOFE). Michael Faraday pokazał, że polaryzacja liniowo spolaryzowanej wiązki światła ulega skręceniu po transmisji przez materiał umieszczony w polu magnetycznym, którego wektor skierowany jest równoległe do płaszczyzny padania wiązki [103]. Około 30 lat później, John

Kerr pokazał, że analogiczne zjawisko występuje po odbiciu światła od magnetycznego ośrodka. Zaobserwował on rotację płaszczyzny polaryzacji światła padającego po odbiciu od powierzchni żelaza [104, 105]. Odkrycie Kerra, znane jest dzisiaj jako magneto-optyczny efekt Kerra (ang. *Magneto-optic Kerr Effect*, MOKE). MOKE razem z efektem Faradaya zaliczane są do zjawisk magnetycznej dwójłomności kołowej. Kolejnym przełomem w dziedzinie magneto-optyki było wykazanie przez W. Voigta w 1898 istnienia liniowej dwójłomności w parach sodu umieszczonych w polu magnetycznym oraz magneto-optycznych właściwości paramagnetycznych cieczy przez Cottona i Moutona w 1907 [106]. Obydwa eksperymenty były przykładami efektu liniowej dwójłomności magnetycznej (ang. *Magnetic Linear Birefringence*, MLB) [107].

Wszystkie wymienione powyżej efekty magneto-optyczne znalazły swoje zastosowanie zarówno w nauce jak i przemyśle. MOKE jest obecnie najpowszechniej stosowaną techniką pomiaru namagnesowania powierzchni cienkich warstw magnetycznych [106]. W latach pięćdziesiątych XX w. Williams i Fowler wraz ze współpracownikami [108, 109] zaprezentowali możliwość zastosowania magneto-optycznego efektu Kerra oraz efektu Faradaya do obrazowania struktury domenowej. Rozwój technologii cyfrowej umożliwił obrazowanie domen magnetycznych również przy pomocy efektu Voigta w konfiguracji odbiciowej [110].

a) Efekt Faradaya - MOFE

W swoim eksperymencie Faraday udowodnił, że płaszczyzna polaryzacji liniowo spolaryzowanego światła uległa skręceniu po przejściu przez szklany pręt umieszczony w polu magnetycznym, które było przyłożone równoległe do kierunku propagacji światła. Kąt skręcenia płaszczyzny polaryzacji, θ_F , zwany rotacją Faradaya, jest proporcjonalny do przyłożonego pola magnetycznego oraz grubości materiału. Uogólnioną zależność opisuje się wzorem:

$$\theta_F = B \cdot l \cdot V, \quad (4.7)$$

gdzie B wyznacza indukcję pola magnetycznego w kierunku rozchodzenia się światła, l drogę przebytą przez wiązkę (zwykle grubość próbki), a V jest współczynnikiem proporcjonalności (tzw. stała Verdet) zależnym od rodzaju materiału. Efekt Faradaya może występować zarówno w ośrodkach magnetycznych jak i niemagnetycznych, jednak skręcenia płaszczyzny

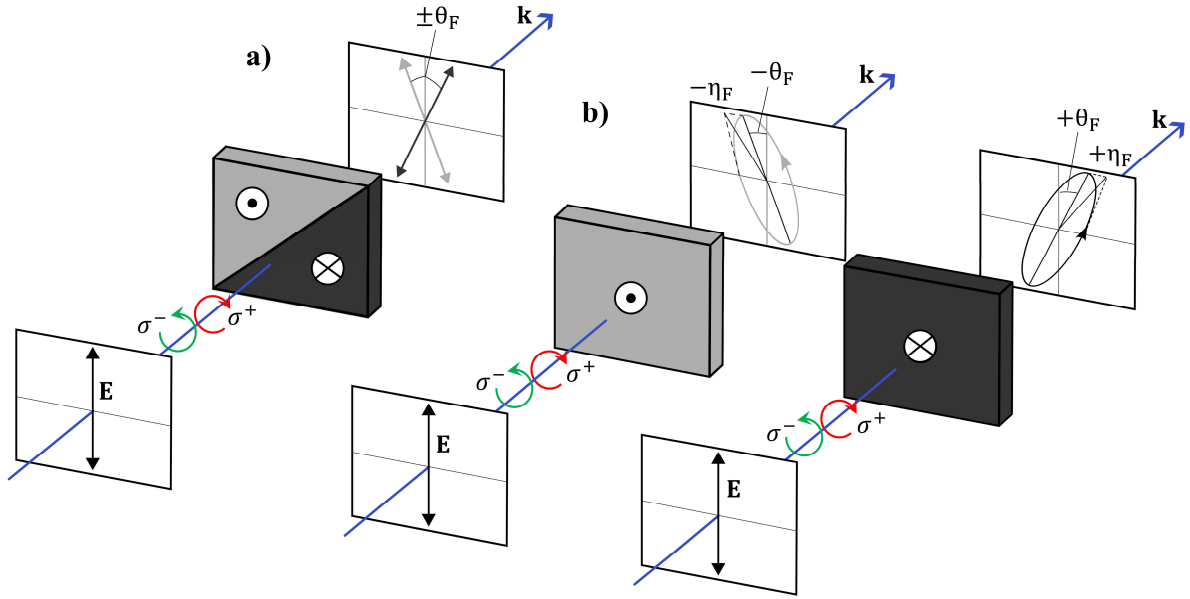
polaryzacji w materiałach o niezerowym namagnesowaniu są co najmniej dwa rzędy wielkości większe niż w materiałach niemagnetycznych [106].

Opis skręcenia Faradaya występującego w transparentnych materiałach magnetycznych poprzez uogólnione Równanie 4.7 nie jest w pełni wystarczający. Wynika to z faktu, że pochodzenie efektu Faradaya może być związane z niezerową magnetyzacją ośrodka przez który przechodzi światło, a nie z zewnętrznym polem magnetycznym.

Liniowo spolaryzowaną falę elektromagnetyczną można przedstawić jako sumę fal spolaryzowanych kołowo o przeciwnych skrętnościach. W magnetycznie uporządkowanym materiale prędkość fali o długości λ i polaryzacji kołowej prawoskrętnej (σ^+) i lewoskrętnej (σ^-) wynosi kolejno λ/n_+ oraz λ/n_- , gdzie n_+ oraz n_- to współczynniki załamania światła w ośrodku fali o polaryzacji σ^+ i σ^- . Ponieważ n_+ i n_- mogą różnić się w części rzeczywistej i urojonej współczynnika to dyspersja i absorpcja fal o przeciwnej skrętności może być różna. Różnica w dyspersji dwóch polaryzacji kołowych jest przyczyną skręcenia płaszczyzny polaryzacji światła padającego o kąt Faradaya θ_F , który jest proporcjonalny do różnicy współczynników załamania Δn . Skręcenie to można opisać jako:

$$\theta_F = -\frac{\omega l}{2c}(n_+ - n_-) = -\frac{\omega l}{2c}(\Delta n), \quad (4.8)$$

gdzie c jest prędkością światła, a ω jego częstotliwością. Różnica w absorpcji promieniowania o przeciwnych skrętnościach prowadzi do zmiany amplitud dwóch polaryzacji kołowych, a w konsekwencji zmiany polaryzacji na eliptyczną. Eliptyczność, η_F jest proporcjonalna do części zespolonej Δn , która jest wynikiem zależności pomiędzy współczynnikami załamania, magnetyzacją oraz tensorem dielektrycznym ϵ danego materiału [111]. Różna absorpcja kołowych polaryzacji światła o przeciwnych skrętnościach jest źródłem magnetycznego dichroizmu kołowego [106, 107, 112]. Magneto-optyczne zjawisko Faradaya przedstawiono na Rysunku 14.



Rysunek 14. Magneto-optyczny efekt Faradaya. Zjawisko dwójłowności kołowej powoduje rotację wektora polaryzacji, zależną od wektora $\mathbf{M}$ (a), (b) nałożenie efektu dwójłowności oraz dichroizmu. Liniowo spolaryzowane promieniowanie pada na próbkę prostopadle do jej powierzchni. Promieniowanie o liniowej polaryzacji $\mathbf{E}$ może być przedstawione jako suma dwóch fal spolaryzowanych kołowo, o polaryzacjach σ^+ i σ^- . Różna dyspersja oraz absorpcja fal o przeciwnych skrętnościach są przyczyną skręcenia polaryzacji światła oraz zmiany polaryzacji na eliptyczną.

Zjawisko Faradaya zaliczane jest do efektów liniowych, ponieważ rotacja θ_F zależy liniowo od rzutu wektora $\mathbf{M}$ na kierunek propagacji fali światła transmitowanego. „Rotacyjna” natura efektu Faradaya wynika z zależności pomiędzy wektorem indukcji elektrycznej $\mathbf{D}$, natężeniem pola elektrycznego $\mathbf{E}$ oraz tensorem przenikalności dielektrycznej ϵ_0 , która dla częstości optycznych jest opisana równaniem:

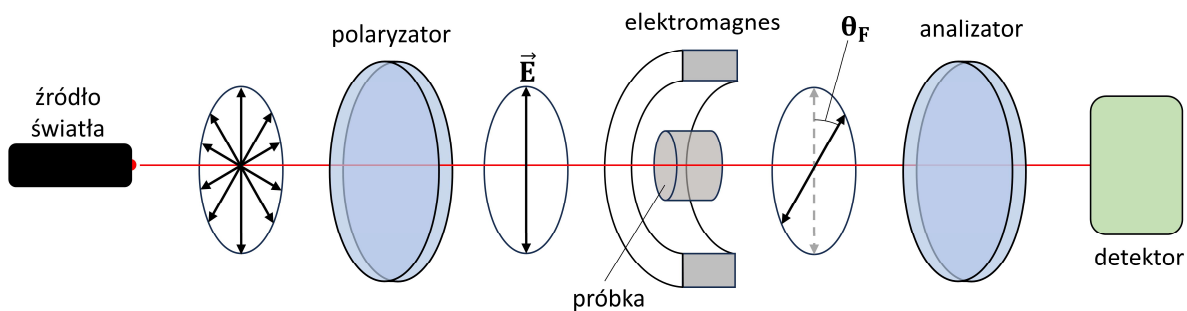
$$\mathbf{D} = \epsilon_0 n^2 \begin{pmatrix} 1 & -iQ_V m_3 & iQ_V m_2 \\ iQ_V m_3 & 1 & -iQ_V m_1 \\ -iQ_V m_2 & iQ_V m_1 & 1 \end{pmatrix} \mathbf{E}, \quad (4.9)$$

gdzie Q_V to magneto-optyczna stała Voigta, m_1 , m_2 , m_3 to składowe wektora $\mathbf{M}$, a n to współczynnik załamania [111]. Powyższy wzór może być przedstawiony w postaci:

$$\mathbf{D} = \epsilon_0 n^2 [\mathbf{E} + iQ_V (\mathbf{M} \times \mathbf{E})], \quad (4.10)$$

która wyraźnie wskazuje, że zależna od magnetyzacji składowa wektora $\mathbf{D}$ jest różna od zera wyłącznie gdy iloczyn wektorowy $\mathbf{M} \times \mathbf{E}$ jest niezerowy.

Efekt Faradaya jest stosowany do pomiaru namagnesowania transparentnych próbek magnetycznych. Na Rysunku 15 przedstawiono prosty układ pomiarowy magneto-optycznego efektu Faradaya.



Rysunek 15. Schemat układu pomiarowego magneto-optycznego efektu Faradaya z zewnętrznym polem magnetycznym przykładanym prostopadle do próbki.

W układzie pomiarowym MOFE wyemitowane ze źródła światło po przejściu przez polaryzator pada na transparentną próbkę umieszczoną w polu magnetycznym. Na skutek oddziaływania z magnetyczną próbką zmienia się polaryzacja oraz intensywność światła. Po przejściu przez próbkę światło przechodzi przez drugi polaryzator, nazwany analizatorem. Analizator jest obrócony o kąt 90 stopni względem polaryzatora. Sygnał, po przejściu przez analizator jest rejestrowany w foto-czułym detektorze. Intensywność sygnału rejestrowanego przez detektor (I) jest związana z kątem θ_F zależnością:

$$I = I_0 \cos^2(\theta_F - \alpha) + I_B, \quad (4.11)$$

gdzie I_0 to intensywność światła padającego, α to kąt skręcenia analizatora względem polaryzatora, a I_B to intensywność tła. [112].

b) Efekt Kerra - MOKE

MOKE jest efektem analogicznym do zjawiska Faradaya, lecz w przeciwieństwie do niego występuje przy odbiciu światła od materiału magnetycznego. Z powodu małej głębokości penetracji światła w głąb próbki, kąty skręcenia płaszczyzny polaryzacji światła w przypadku efektu Kerra są zwykle mniejsze niż w przypadku efektu Faradaya. Ograniczona głębokość próbkowania jest powodem wykorzystania MOKE do charakteryzacji magnetycznych właściwości cienkich warstw magnetycznych.

Fenomenologiczny opis efektu Kerra jest bardzo podobny do opisu zjawiska Faradaya. Rotacja płaszczyzny polaryzacji fali odbitej θ_K (rotacja Kerra) wynika z różnic we współczynnikach odbicia dla składowej polaryzacji prawo- $r(n_+)$ oraz lewo-skrętnej $r(n_-)$. W najprostszym przypadku, gdy światło pada na próbkę prostopadle do jej powierzchni, współczynniki te można opisać jako:

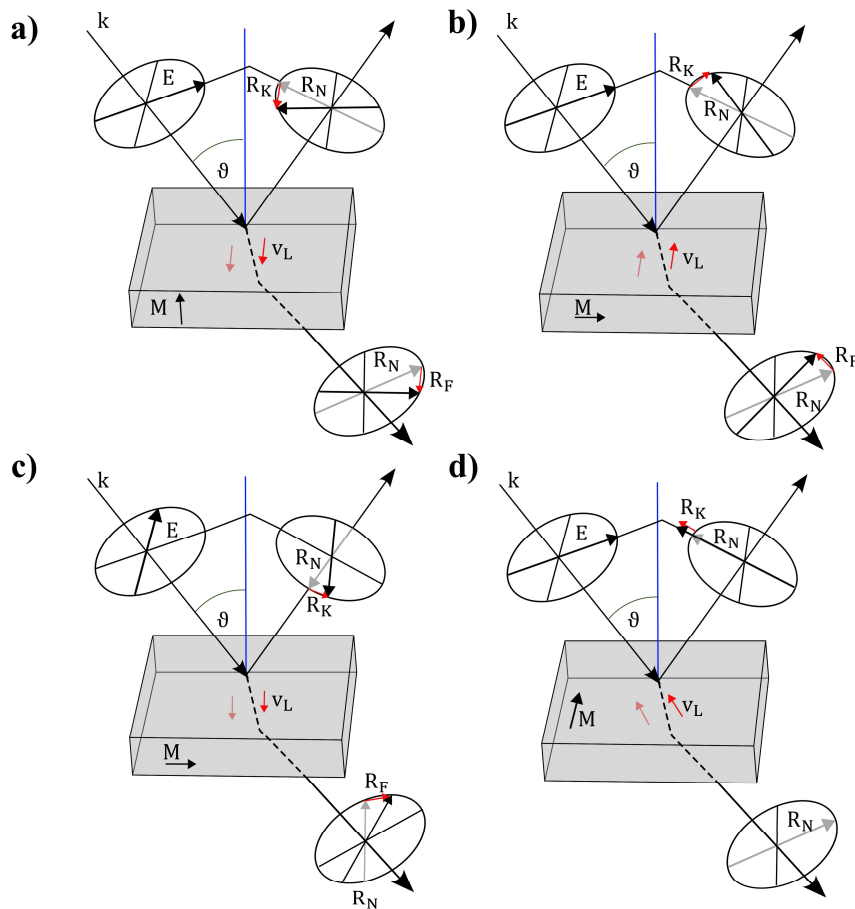
$$r(n_+) = \frac{1 - n_+}{1 + n_+}, r(n_-) = \frac{1 - n_-}{1 + n_-}. \quad (4.12)$$

Odmienna absorpcja promieniowania o różnych skrętnościach skutkuje zmianą polaryzacji padającego światła na eliptyczną, o eliptyczności η_K . Z powodu różnych wartości współczynników (n_+) i (n_-) światło padające na magnetyczną próbkę po odbiciu będzie posiadało małą składową polaryzacji prostopadłą do polaryzacji padającego promieniowania. Stosunek magneto-optycznej składowej Kerra o amplitudzie $\mathbf{R}_K$, do prostopadłej do niej składowej światła odbitego od powierzchni niemagnetycznej ($\mathbf{R}_N$), które jest spolaryzowane w tej samej płaszczyźnie co promieniowanie padające, związany jest z eliptycznością η_K oraz skręceniem Kerra θ_K następującą relacją [106]:

$$\frac{R_K}{R_N} = \frac{K}{N} = \frac{\tan(\theta_K) + i \tan(\eta_K)}{1 - i \tan(\theta_K) \tan(\eta_K)}. \quad (4.13)$$

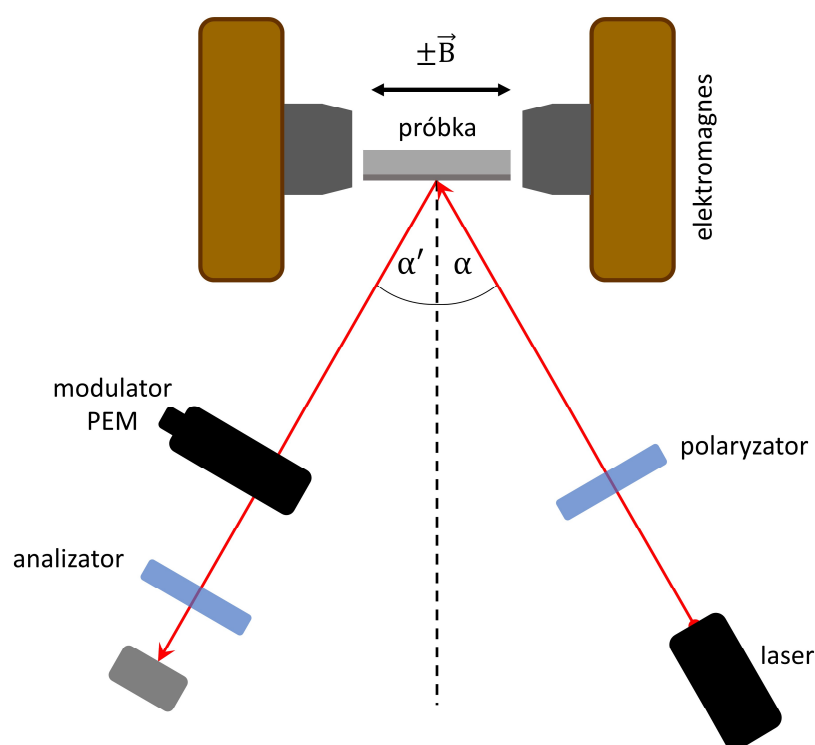
Zmiana polaryzacji światła po odbiciu (efekt Kerra) lub transmisji (efekt Faradaya) przez materiał magnetyczny może być wyznaczona na podstawie analizy siły Lorentza działającej na elektrony w magnetycznym materiale. Wektor polaryzacji liniowej $\mathbf{E}$ padającej fali świetlnej wywołuje oscylacyjny ruch elektronów w ośrodku absorbującym. Elektrony poruszają się równolegle do płaszczyzny polaryzacji, a ich oscylacyjny ruch jest źródłem promieniowania. Odbite światło jest spolaryzowane tak samo jak światło padające, a jego amplituda wynosi $\mathbf{R}_N$. Jednocześnie na skutek działania siły Lorentza indukowana jest niewielka składowa ruchu wibracyjnego elektronów, prostopadła do kierunku padania światła i kierunku namagnesowania. Ruch ten jest proporcjonalny do iloczynu wektorowego namagnesowania i wektora polaryzacji liniowej, a prędkość z nim związana, tzw. „prędkość Lorentza” wynosi $\mathbf{v}_L = -\mathbf{M} \times \mathbf{E}$. Prędkość $\mathbf{v}_L$ jest powodem powstania amplitudy Kerra ($\mathbf{R}_K$) w przypadku odbicia oraz amplitudy Faradaya w przypadku transmisji ($\mathbf{R}_F$). Kierunki wektorów $\mathbf{R}_K$ i $\mathbf{R}_N$ są prostopadłe do kierunku propagacji fali świetlnej. Superpozycja $\mathbf{R}_N$ i $\mathbf{R}_K$ ($\mathbf{R}_F$) ostatecznie prowadzi do zależnej od namagnesowania rotacji płaszczyzny polaryzacji [106] (Rysunek 16). W zależności od względnej orientacji namagnesowania, kierunku polaryzacji światła padającego i płaszczyzny padania fali świetlnej, definiuje się trzy podstawowe geometrie efektu Kerra: polarną (ang. *Polar*, PMOKE), podłużną (ang. *Longitudinal*, LMOKE) i transversalną lub poprzeczną (ang. *Transversal*, TMOKE). Omówiony wyżej efekt Kerra oraz jego możliwe konfiguracje przedstawiono na Rysunku 16. W PMOKE namagnesowanie skierowane jest prostopadle do powierzchni próbki. Skręcenie

Kerra w PMOKE jest największe dla $\vartheta = 0^\circ$ oraz niezależne od kierunku wektora polaryzacji liniowej (równoległego do powierzchni próbki). Konfiguracja LMOKE pozwala na pomiary rotacji Kerra gdy wektor magnetyzacji leży w płaszczyźnie warstwy. W przypadku LMOKE, θ_K mierzalne jest wyłącznie przy ukośnym padaniu światła ($\vartheta > 0^\circ$). Skręcenie pojawia się zarówno dla wektora polaryzacji równoległego (polaryzacja s) oraz prostopadłego (polaryzacja p) do namagnesowania. Różnicą jest jedynie kierunek skręcenia. Dla transversalnego efektu Kerra skręcenie generowane jest gdy namagnesowanie leżące w płaszczyźnie jest prostopadłe do płaszczyzny padania światła. Dla polaryzacji p efekt MOKE pojawi się wyłącznie jako zmiana amplitudy światła odbitego. W celu zmierzenia rotacji Kerra, światło padające musi zostać spolaryzowane pod kątem 45° do wektora $\mathbf{M}$. Efekt Faradaya w tej konfiguracji nie występuje. Uogólniając, w konfiguracji polarnej i płaszczyznowej wartość kąta skręcenie może być przybliżona do stosunku $\pm\theta_K \approx \frac{R_K}{R_N}$. Przy czym znak $\pm$ wynika z kierunku namagnesowania względem płaszczyzny polaryzacji. Wyjątkiem jest konfiguracja transversalna, w której efekt Kerra związany jest ze zmianą amplitudy światła odbitego, a nie wprost z rotacją jego płaszczyzny polaryzacji [113].



Rysunek 16. Ilustracja podstawowych konfiguracji magneto-optycznego efektu Kerra oraz dodatkowo Faradaya. $\mathbf{R}_N$ jest składową polaryzacji światła odbitego bez skręcenia płaszczyzny po odbiciu. $\mathbf{R}_K$ i $\mathbf{R}_F$ są wektorami efektów magneto-optycznych Kerra i Faradaya, powstałe na skutek generowanej prędkości Lorentza $\mathbf{v}_L$. (a) konfiguracja polarna; (b) i (c) konfiguracja podłużna z wektorem polaryzacji liniowej $\mathbf{E}$ kolejno równoległym oraz prostopadłym do namagnesowania; (d) konfiguracja transversalna.

Tak jak rotacja Faradaya, skręcenie Kerra jest liniowo proporcjonalne do namagnesowania próbki. Ze względu na ten fakt oraz możliwość zastosowania różnych konfiguracji podczas pomiarów, metoda MOKE stała się uniwersalnym narzędziem pomiarowym pętli histerezy magnetycznej. Wysoka czułość techniki pozwala na stosowanie jej do pomiarów namagnesowania cienkich warstw ferromagnetycznych [106, 107]. Standardowy układ pomiarowy MOKE składa się ze źródła światła, polaryzatora oraz analizatora, stojaka na próbkę, a także modulatora foto-elastycznego oraz foto-czułego detektora. W celu wykonania pomiarów histerezy magnetycznej nośnik z próbką umieszczany jest pomiędzy nabiegunkami cewek elektromagnesu. Kontrolowana indukcja pola magnetycznego jest zapewniona poprzez precyzyjną kalibrację prądu płynącego przez cewki.



Rysunek 17. Schemat laboratoryjnego układu pomiarowego magneto-optycznego efektu Kerra w konfiguracji podłużnej LMOKE.

W trakcie realizacji tej pracy doktorskiej pomiary pętli histerezy cienkowarstwowych układów z ferromagnetykiem zostały wykonane przy wykorzystaniu układu pokazanego schematycznie na Rysunku 17. Źródłem światła była dioda laserowa która generowała wiązkę o długości fali $\lambda = 632 \text{ nm}$ (światło czerwone). Po przejściu światła przez pryzmat polaryzacyjny Glana-Thompsona promienie świetlne ulegały odbiciu od powierzchni próbki, znajdującej się w zewnętrznym polu magnetycznym wytwarzanym przez cewki elektromagnesu (maksymalne pole w konfiguracji podłużnej wynosi - 0.5 T, a w konfiguracji polarnej 1 T). Odbita wiązka przechodziła następnie przez modulator fotoelastyczny, który modulował sinusoidalnie jej płaszczyznę polaryzacji z częstotliwością 50 kHz. Przed

oświetleniem powierzchni czynnej detektora foto-czułego, światło przechodziło przez analizator (drugi pryzmat polaryzacyjny Glana-Thompsona). Zastosowanie drugiego polaryzatora eliminuje składowe powodujące eliptyczność polaryzacji i przywraca wiązkę polaryzację liniową, zachowując wyłącznie skręcenie θ_K . Światło padające na detektor mierzone było jako sygnał napięciowy, który był wstępnie wzmacniany oraz odczytywany na selektywnym nano-woltomierzu typu *lock-in*, sprzężonym z modulatorem i dostrojonym do jego częstotliwości modulacji. W układzie pomiarowym MOKE mierzona jest intensywność modulowanego światła przechodzącego przez analizator. Intensywność światła rejestrowana w detektorze w czasie t opisana jest zależnością:

$$I(t) = I_0 \sin^2(\alpha + \theta_K + A_M \sin \omega t) + I_B, \quad (4.14)$$

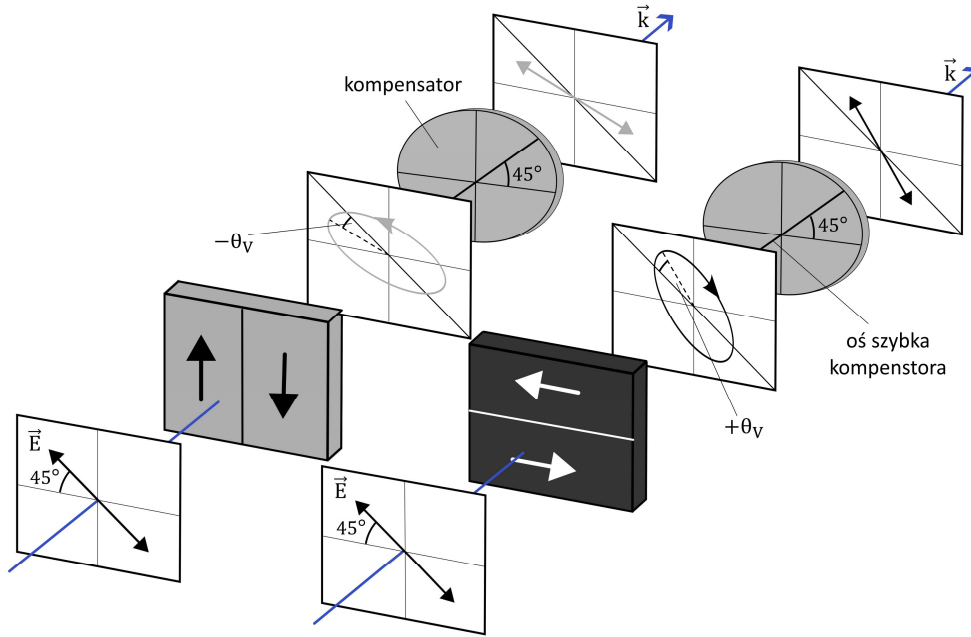
gdzie I_0 jest intensywnością wiązki padającej, α kątem wzajemnego skrzyżowania polaryzatora i analizatora, A_M jest amplitudą modulacji w modulatorze foto-elastycznym, a I_B to intensywność tła. Dedykowane oprogramowanie umożliwia synchroniczną rejestrację sygnału z *lock-in*'a wraz ze zmianą zewnętrznego pola magnetycznego. Mierzone zmiany intensywności są proporcjonalne do skręcenia Kerra, więc również do namagnesowania próbki.

c) Efekt Voigta - MLB

Wyżej opisane efekty Faradaya i Kerra są wynikiem kołowej dwójłomności magnetycznej i zależą liniowo od namagnesowania badanych materiałów. W przeciwieństwie do efektów Faradaya i Kerra efekt Voigta jest proporcjonalny do kwadratu namagnesowania M^2 . Zjawisko Voigta może zostać zaobserwowane jeśli kierunek światła padającego na powierzchnię próbki jest prostopadły do wektora magnetyzacji $\mathbf{M}$. W przypadku namagnesowania leżącego w płaszczyźnie próbki, wektor $\mathbf{k}$ powinien być prostopadły do jej powierzchni. Padające na próbkę liniowo spolaryzowane promieniowanie może być przedstawione jako suma dwóch liniowo spolaryzowanych fal, z których jedna posiada polaryzację równoległą do namagnesowania próbki, a polaryzacja drugiej jest prostopadła do $\mathbf{M}$. Współczynniki załamania dla składowej równoległej ($n_{\parallel}$) i prostopadłej ($n_{\perp}$) różnią się od siebie, a ich różnica Δn jest określona zależnością:

$$\Delta n \approx \frac{C + \epsilon Q_V^2}{2 \bar{n}}, \quad (4.15)$$

gdzie C jest stałą materiałową zależną od częstotliwości światła, ϵ to przenikalność elektryczna ośrodka, $\bar{n} = \frac{1}{2} \cdot (n_{\parallel} - n_{\perp})$ to tzw. „optyczny” współczynnik załamania powyżej temperatury uporządkowania magnetycznego, a Q_V to materiałowa stała Voigta. Gdy wektor $\mathbf{E}$ fali świetlnej spolaryzowanej liniowo leży wzdłuż lub prostopadle do kierunku namagnesowania, płaszczyzna polaryzacji nie ulegnie zmianie podczas odbicia lub przejścia przez ośrodek magnetyczny. Stan ten może zmienić się gdy któraś ze składowych polaryzacji będzie tworzyła niezerowy kąt z wektorem namagnesowania leżącym w płaszczyźnie próbki, przy czym największy efekt występuje dla kąta 45° [106]. Różnica we współczynnikach załamania dla dwóch składowych wektora $\mathbf{E}$ jest związana z różną szybkością rozchodzenia się fal w magnetycznym ośrodku oraz odmiennym osłabieniem składowych. W konsekwencji światło doznaje wyindukowanej namagnesowaniem dwójłomności, która jest proporcjonalna do rzeczywistej części Δn , oraz efektu dichroizmu proporcjonalnego do części urojonej Δn . Pierwsze zjawisko, którego wkład jest zwykle dominujący, znane jest jako efekt Voigta lub liniowa dwójłomność magnetyczna (ang. *Magnetic Linear Birefringence*, MLB). Należy zaznaczyć, że liniowość odnosi się do polaryzacji światła padającego, a nie rzędu efektu. W przypadku efektu MLB składowe fali o prostopadłych do siebie polaryzacjach po odbiciu od próbki różnią się w fazie, co skutkuje pojawieniem się eliptyczności polaryzacji o skrętności zależnej od względnej orientacji osi namagnesowania i płaszczyzny polaryzacji padającego promieniowania. Pojawieniu się eliptyczności towarzyszy również skręcenie płaszczyzny polaryzacji światła o kąt θ_V względem polaryzacji światła padającego. Kwadratowa zależność od namagnesowania materiału powoduje, że efekt Voigta jest czuły na oś magnetyzacji, a nie zwrot wektora $\mathbf{M}$, tak jak liniowe efekty Kerra i Faradaya. Schemat efektu w konfiguracji transmisyjnej przedstawia Rysunek 18.



Rysunek 18. Schemat magneto-optycznego efektu Voigta w konfiguracji transmisyjnej. Po przejściu przez obszar domenowy próbki o wspólnej osi namagnesowania (lub o danym wektorze Néela w antyferromagnetyku) kąt polaryzacji ulega skręceniu o kąt Voigta czemu towarzyszy zmiana polaryzacji na eliptyczną. Zastosowanie kompensatora linearyzuje eliptyczność w zależności od skręcenia osi szybkiej.

Drugie ze wspomnianych zjawisk, czyli liniowy dichroizm magnetyczny jest konsekwencją różnych amplitud prostopadłych składowych polaryzacji światła po przejściu przez ośrodek magnetyczny i przyczynia się do pojawienia rotacji polaryzacji. W praktyce rotacja polaryzacji wywołana dichroizmem może występować jednocześnie z efektem Voigta.

W trakcie realizacji niniejszej pracy doktorskiej efekt Voigta został wykorzystany do obrazowania magnetycznej struktury domenowej w cienkich warstwach przy użyciu mikroskopii magneto-optycznej. Obrazy struktury domenowej były rejestrowane w konfiguracji odbiciowej. Jak wspomniano wcześniej, skręcenie θ_V jest silnie zależne od kąta jaki tworzy wektor polaryzacji z wektorem $\mathbf{M}$. Zakładając, że φ to kąt pomiędzy płaszczyzną polaryzacji światła padającego a wektorem namagnesowania, to skręcenie θ_V po odbiciu można opisać zależnością [114]:

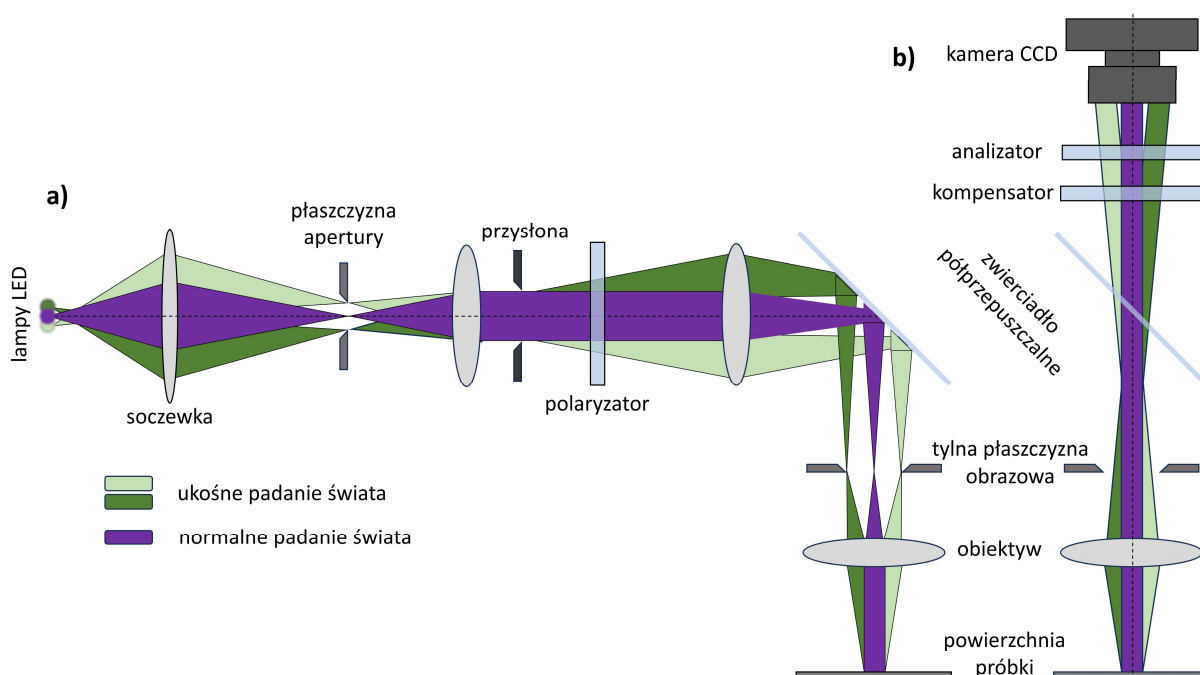
$$\theta_V = \frac{r_{\parallel} - r_{\perp}}{r_{\parallel} + r_{\perp}} \sin 2\varphi, \quad (4.16)$$

gdzie $r_{\parallel}$ i $r_{\perp}$ są współczynnikami odbicia dla składowej polaryzacji równoległej oraz prostopadłej do wektora namagnesowania. Odmienne współczynniki odbicia są konsekwencją różnych współczynników załamania $n_{\parallel}$ i $n_{\perp}$ [114]. Efekt MLB może być wykorzystany do wizualizacji domen magnetycznych o ortogonalnych do siebie osiach namagnesowania.

d) Mikroskopia magneto-optyczna

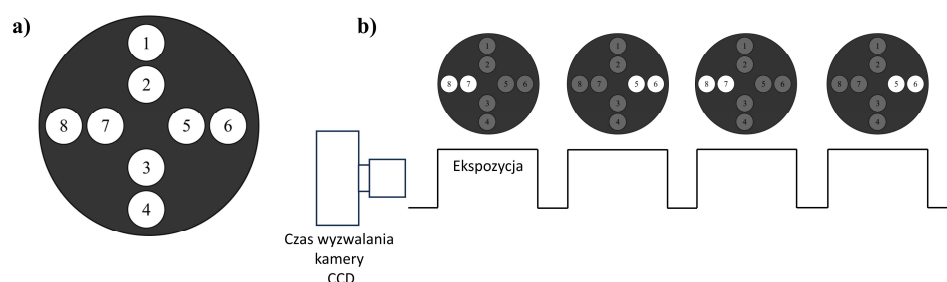
Wykorzystanie technik mikroskopowych pozwala na uzyskanie podstawowych informacji o właściwościach magnetycznych cienkich warstw, takich jak struktura domenowa czy dynamika przemagnesowania. W latach osiemdziesiątych XX w. nastąpił przełom w rozwoju cyfrowego przetwarzania obrazów, dzięki czemu mikroskopia magneto-optyczna stała się szeroko stosowanym oraz efektywnym narzędziem obserwacji struktury domenowej materiałów magnetycznych, również cienkich warstw [115]. Najczęściej używana jest mikroskopia Kerra, która wykorzystuje efekt Kerra (w różnych konfiguracjach) do obrazowania domen ferromagnetycznych (μ MOKE). Możliwość obserwacji struktury domenowej wynika z różnej rotacji płaszczyzny polaryzacji światła padającego na domeny o innym kierunku namagnesowania. Dzięki cyfrowemu przetwarzaniu obrazów możliwe jest wzmocnienie kontrastu magnetycznego pochodzącego od próbki poprzez odjęcie obrazu tła (bez widocznych domen magnetycznych) od obrazu zawierającego informację domenową. Zastosowanie takiej procedury pozwala na eliminację niemagnetycznego kontrastu pochodzącego od topografii powierzchni z zachowaniem jedynie kontrastu domenowego. Metoda μ MOKE jest łatwym oraz bezpośrednim sposobem uzyskiwania informacji o strukturze magnetycznej warstw. W połączeniu z technikami magnetometrycznymi, czy też magneto-transportowymi może dostarczać również informacji o innych podstawowych właściwościach fizycznych badanych układów cienkowarstwowych. Najnowsze badania pokazują, że oprócz wykorzystania klasycznych efektów odbiciowych do uzyskania obrazów domenowych o wysokim kontraście można wykorzystać efektu magnetycznego dichroizmu kołowego (ang. *Magnetic Circular Dichroism*, MCD). Jednakże, zastosowanie efektu MCD wymaga użycia odpowiednich powłok antyrefleksyjnych w celu wzmocnienia kontrastu magneto-optycznego [116]. W pracy [117] pokazano, że wymienione wcześniej powłoki antyrefleksyjne mogą zwiększyć kontrast na uzyskanych obrazach domenowych, zarówno przy użyciu polaryzacji kołowej, jak i liniowej.

Budowa mikroskopu Kerra jest bardzo podobna do prostego polaryzacyjnego mikroskopu refleksyjnego, w którym w celu uzyskania jednorodnie oświetlonych obrazów wykorzystywana jest metoda oświetleniowa Köhlera [115]. Rysunek 19 przedstawia schemat rozchodzenia się wiązki świetlnej w układzie mikroskopowym wraz z ważniejszymi elementami optycznymi mikroskopu. Rysunek 19(a) pokazuje drogę wiązki w kierunku powierzchni próbki, podczas gdy na Rysunku 19(b) przedstawiono drogę wiązki w kierunku matrycy kamery CCD po odbiciu od powierzchni próbki.



Rysunek 19. Układ optyczny mikroskopu wraz z przykładowymi drogami wiązek świetlnych: ukośną (kolor zielony) oraz normalną (kolor fioletowy). Na schemacie pokazano: a) drogę wiązki świetlnej w kierunku powierzchni próbki, b) drogę jaką przebywa światło odbite od próbki w kierunku kamery CCD.

Światło emitowane przez źródło przechodzi przez soczewki oraz układ apertury i mechanicznej przysłony, a następnie zostaje liniowo spolaryzowane i skierowane w stronę badanej powierzchni po odbiciu od zwierciadła półprzepuszczalnego. Wiązka skupiana jest na próbce po przejściu przez obiektyw (Rysunek 19(a)). Odbita od powierzchni próbki fala świetlna wraca i ponownie przechodzi przez soczewkę obiektywu. Po przejściu przez zwierciadło światło dociera do analizatora (Rysunek 19(b)). Zależnie od układu, przed analizatorem może znajdować się dodatkowy element optyczny - kompensator (płytką ćwierćfalowa), którego zadaniem jest zmiana polaryzacji światła z eliptycznej na liniową. Jeśli polaryzacja światła odbitego od powierzchni magnetycznej próbki ulegnie rotacji to w zależności od wzajemnego skręcenia polaryzatora i analizatora (lub także kompensatora) powstają różnice w intensywności światła przechodzącego ostatecznie przez analizator. Dla wiązki świetlnej odbitej od obszarów o przeciwnym namagnesowaniu zwykle obserwowana jest inwersja intensywności. Dzięki zastosowaniu kamery z matrycą CCD różne intensywności światła wynikające z istnienia struktury domenowej mogą zostać przedstawione jako różnice kontrastu na obrazie w skali szarości. W konwencjonalnych mikroskopach magneto-optycznych źródłem światła były łukowe lampy rtęciowe lub ksenonowe. Źródłem światła w nowoczesnych mikroskopach jest układ diod LED, co zapewnia stabilne, intensywne oświetlenie oraz długi czas funkcjonowania.

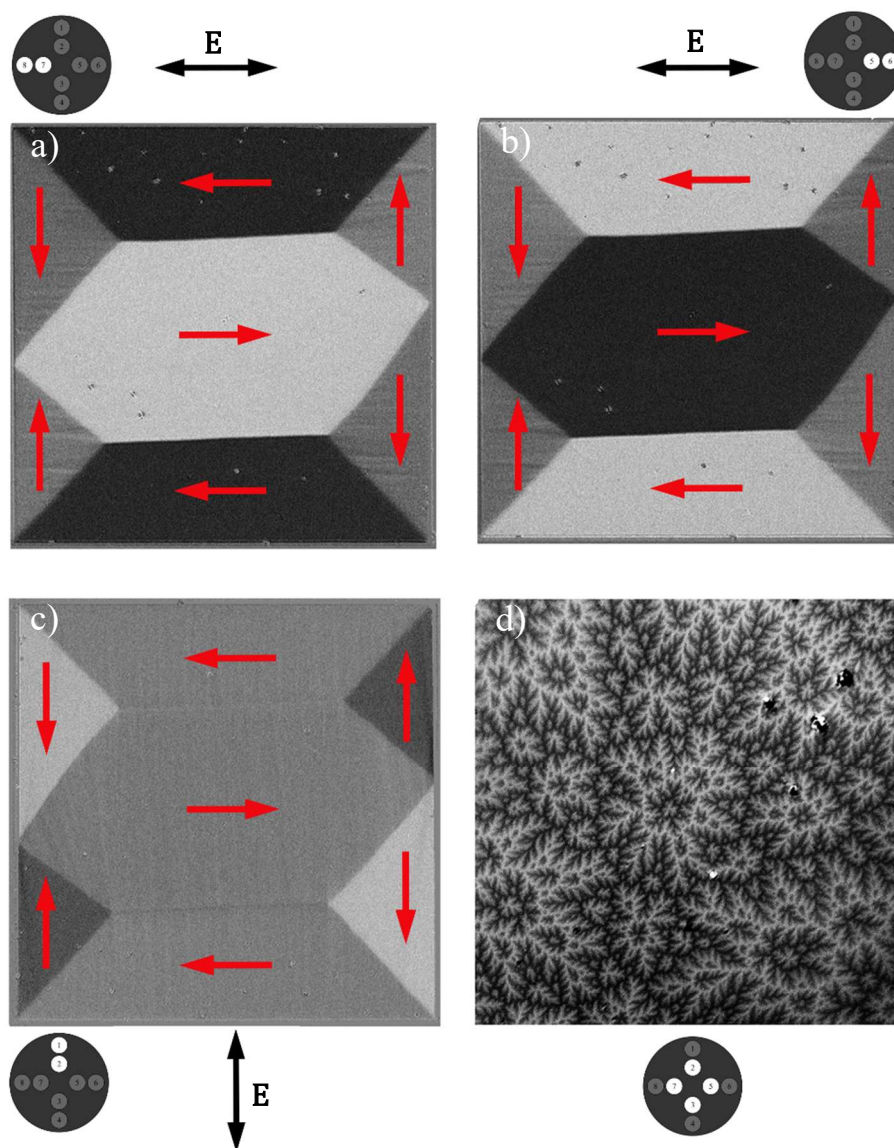


Rysunek 20. a) Układ oświetlenia diodami LED w mikroskopie Evico Magnetics. Wszystkie diody są zapalone. b) Schemat wyzwalania obrazowania metodą stroboskopową. Naprzemiennie zapalane są przeciwległe do siebie diody, ekspozycja jest zsynchronizowana z wyzwalaniem kamery CCD.

W pracy doktorskiej do obrazowania struktury domenowej został użyty mikroskop magneto-optyczny firmy Evico Magnetics GmbH. Źródło światła stanowił układ ośmiu diod LED o wysokiej intensywności, których promieniowanie prowadzone było przez niezależne światłowody. Wykorzystanie takiego sposobu oświetlenia eliminuje konieczność zastosowania dodatkowych mechanicznych przesłon. Schemat użytego oświetlenia został przedstawiony na Rysunku 20(a). Budowa źródła światła z kilkoma diodami zapewnia możliwość selektywnego wyboru kierunku padania promieniowania. W płaszczyznowych efektach Kerra kierunek oświetlenia definiuje czułość na wektor namagnesowania domen. W przypadku geometrii LMOKE oraz TMOKE promieniowanie wychodzące ze światłowodów pada na powierzchnię badanej próbki ukośnie. W celu obrazowania struktury domenowej w geometrii PMOKE do oświetlenia próbki używa się czterech centralnych diod (2, 3, 5, 7 na Rysunku 20(a)) lub jednej diody, której pozycję ustala się tak, aby emitowane przez nią światło padało prostopadle do powierzchni próbki. W przypadku obserwacji domen płaszczyznowych, ukośne padanie światła stwarza możliwość pojawienia się dodatkowego kontrastu pochodzącego od składowej namagnesowania prostopadłej do powierzchni próbki. W celu eliminacji tego efektu źródło diodowe może pracować w trybie stroboskopowym, w którym zapalane są naprzemiennie przeciwległe diody (diody 8 i 7 naprzemiennie z diodami 5 i 6). Dzięki synchronizacji oświetlenia z czasem ekspozycji kamery oraz zastosowaniu dedykowanego oprogramowania można wyznaczyć obraz będący różnicą obrazów zarejestrowanych przy użyciu dwóch par diod. Taka metodologia pozwala na eliminację przyczynku PMOKE do rejestrowanego sygnału [115]. Z kolei suma obrazów uzyskanych przy użyciu czterech diod wzmacnia kontrast pochodzący od prostopadłej do powierzchni składowej $\mathbf{M}$. Schemat metody stroboskopowej przedstawia Rysunek 20(b).

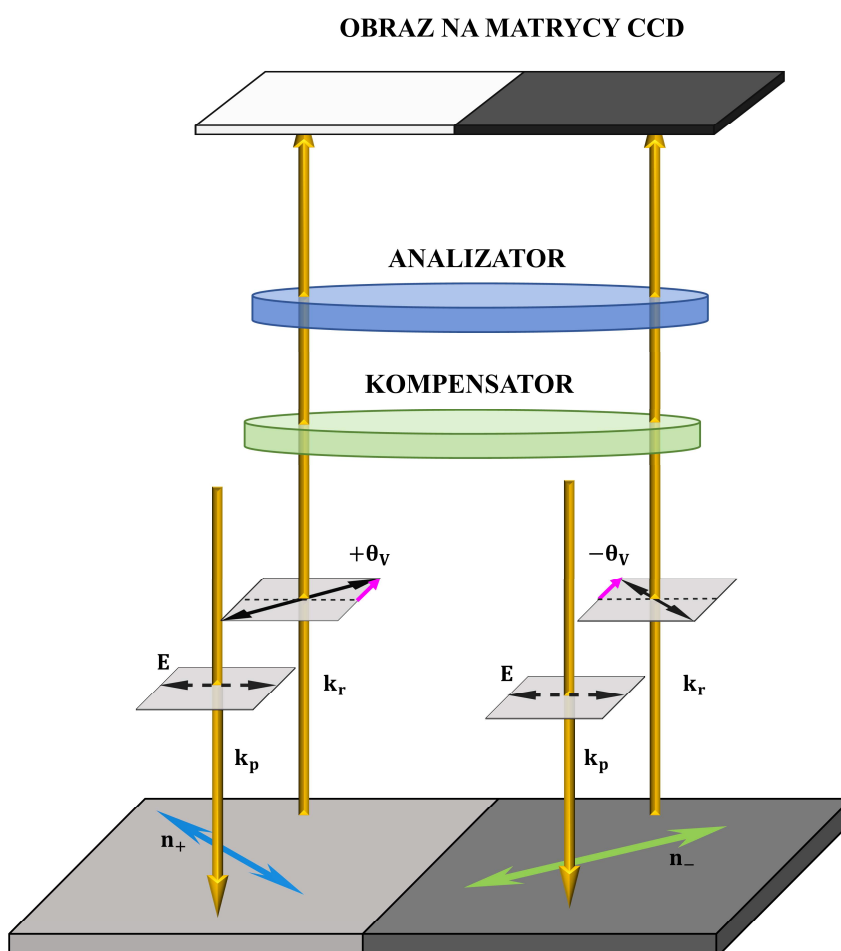
Użycie elektromagnesu podczas obserwacji struktury domenowej ferromagnetyka pozwala na obrazowanie zarówno stanu domenowego po rozmagnesowaniu, jak i dynamiki procesu przemagnesowania w czasie rzeczywistym. Ostateczny obraz domenowy uzyskuje się poprzez odjęcie obrazu referencyjnego (zwykle w nasyceniu FM) od obrazu rzeczywistego.

Zastosowanie elektromagnesu umożliwia pomiar pętli histerezy magnetycznej z dowolnie wybranego obszaru znajdującego się w polu widzenia. Podczas analizy pętli histerezy magnetycznej oraz obrazów domenowych trzeba wziąć pod uwagę pojawienie się pasożytniczego efektu Faradaya generowanego w soczewkach obiektywu, który może znajdować się w polu magnetycznym podczas obrazowania. Na Rysunku 21 pokazano przykładowe obrazy domen ferromagnetycznych na strukturyzowanej warstwie stopu $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$ (Rysunek 21(a - c)) oraz powierzchni kryształu Co (Rysunek 21(d)) uzyskane przy użyciu mikroskopu MOKE. Mikroskopia LMOKE jest czuła na domeny o składowej $\mathbf{M}$ równoległej do płaszczyzny padania światła. Zmiana kierunku padania na antyrównoległy, z zachowaniem kierunku polaryzacji, skutkuje uzyskaniem przeciwnego kontrastu, jak pokazano w punkcie a) i b) na Rysunku 21.



Rysunek 21. Domeny magnetyczne uzyskane na strukturyzowanej warstwie $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$ o grubości 240 nm, obrazowane z czułością płaszczyznową ze światłem padającym z różnych kierunków [a) – c)]. Kierunki oświetlenia zaznaczone zostały poprzez schematy włączonych (podświetlonych) diod LED. Na zdjęciu d) przedstawiony został kontrast domenowy z obrazowany z czułością polarną na powierzchni kryształu Co [115].

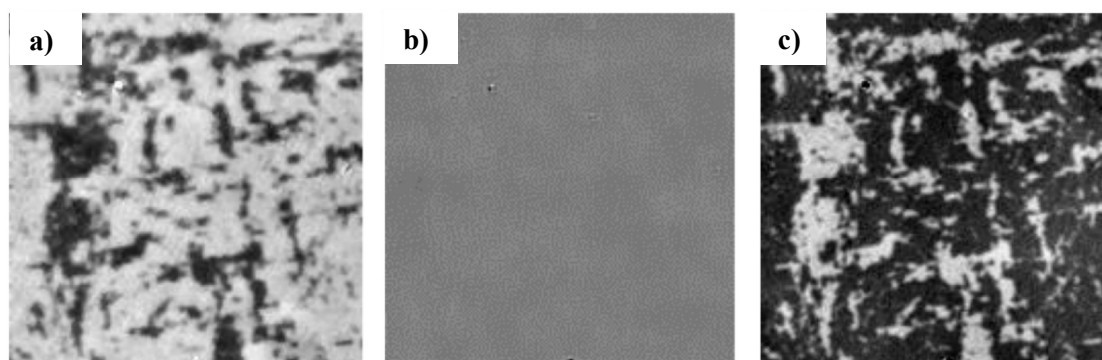
Struktura domenowa cienkich warstw AFM obrazowana jest głównie za pomocą metody X - PEEM z wykorzystaniem efektu XMLD (metoda zostanie opisana bliżej w następnej sekcji). Technika ta wymaga zastosowania promieniowania synchrotronowego, do którego dostęp często jest ograniczony. Stosunkowo niedawno pokazano, że do obrazowania domen AFM można użyć mikroskopu magneto-optycznego z zastosowaniem efektu Voigta w konfiguracji odbiciowej [110]. Najnowsze badania pokazują, że efekt MLB może służyć do wizualizacji struktur domenowych w kolinearnych AFM, takich jak NiO [118] CoO [114] lub CuMnAs [119]. Zachowując normalne padanie światła względem powierzchni próbki, możliwe jest obrazowanie ortogonalnych do siebie domen AFM równoległych do płaszczyzny lub dających rzut na płaszczyznę warstwy. Schemat powstawania kontrastu w warstwie AFM z prostopadłymi do siebie domenami (o prostopadłych wektorach Néela) przedstawiono na Rysunku 22.



Rysunek 22. Ilustracja przedstawiająca powstawanie przeciwnego kontrastu w skali szarości na matrycy kamery CCD wskutek występowania magneto-optycznego efektu Voigta w antyferromagnetyku. Prostopadle do siebie wektory Néela ($\mathbf{n}_+$, $\mathbf{n}_-$) powodują powstawanie przeciwnego skręcenia płaszczyzny polaryzacji światła po odbiciu (kąt θ_v i $-\theta_v$). Wektory $\mathbf{k}_p$ oraz $\mathbf{k}_r$ oznaczają kolejno wiązkę światła padającego oraz odbitego.

Płaszczyzna polaryzacji światła odbitego od warstwy AFM ulega skręceniu o kąt Voigta (θ_V) względem światła padającego, co jest konsekwencją zmiany polaryzacji światła z liniowej na eliptyczną. Odbita wiązka świetlna przechodzi przez analizator. Intensywność rejestrowanego w detektorze światła zależy od skręcenia osi analizatora względem osi polaryzatora. Światło odbite od domen AFM o prostopadłych do siebie wektorach Néela ulega skręceniu w przeciwnych kierunkach, a różnice intensywności światła po odbiciu od dwóch ortogonalnych domen AFM są przyczyną pojawienia się kontrastu na rejestrowanym obrazie. Jeśli skręcenie polaryzacji światła odbitego od dwóch prostopadłych domen AFM wynosi kolejno $+\theta_V$, $-\theta_V$, to obrót analizatora o mały kąt $+\theta_A$ od pozycji wygaszenia z polaryzatorem spowoduje zmianę intensywności I przechodzącego przez niego światła. Zmiana ta jest proporcjonalna do $\sin^2(\theta_A + \theta_V)$ oraz $\sin^2(\theta_A - \theta_V)$. Zmiana kąta $+\theta_A$ na $-\theta_A$ spowoduje symetryczną inwersję kontrastu domenowego. Największe zmiany intensywności (największy kontrast) można zaobserwować gdy płaszczyzna polaryzacji światła tworzy kąt $\varphi = 45^\circ$ z wektorem Néela domen AFM. W przypadku gdy $\varphi = 0^\circ$ lub $\varphi = 90^\circ$ kontrast pomiędzy domenami nie jest obserwowany. Jeżeli występujący efekt magnetycznej dwójłomności liniowej jest niewielki, do obserwacji efektu Voigta niezbędne jest zastosowanie płytki ćwierćfalowej (kompensatora, umieszczonego przed analizatorem na Rysunku 22). Odpowiednie ustawienie kąta osi szybkiej kompensatora względem analizatora pozwala na zamianę polaryzacji odbitego światła z eliptycznej na liniową, umożliwiając obserwację subtelnych zmian intensywności pochodzących od światła odbitego od prostopadłych względem siebie domen.

Przykładowe obrazy domenowe uzyskane poprzez pomiar efektu Voigta przy użyciu mikroskopu magneto-optycznego dla warstw NiO przedstawiono na Rysunku 23.



Rysunek 23. Przykładowe obrazy struktury domenowej 20nm warstwy NiO na podłożu MgO(001) uzyskane z użyciem mikroskopu magneto-optycznego poprzez pomiar efektu Voigta. Zdjęcia zostały zapisane dla różnych kątów φ pomiędzy płaszczyzną polaryzacji a wektorem Néela: a) $\varphi = 45^\circ$, b) $\varphi = 90^\circ$, c) $\varphi = 135^\circ$. Pole widzenia było równe $40 \times 40 \mu\text{m}^2$ [114].

4.3.4. Spektroskopia absorpcyjna promieniowania X - XAS

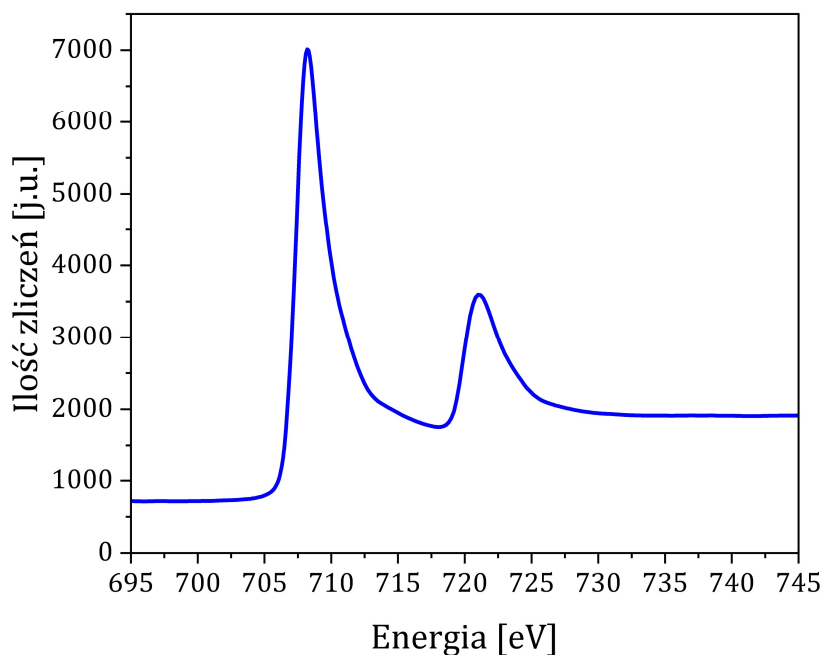
Spektroskopia XAS jest uniwersalną techniką umożliwiającą uzyskanie informacji o właściwościach elektronowych, strukturalnych oraz magnetycznych materii. Niewątpliwą zaletą metody jest jej pierwiastkowa czułość, która umożliwia użycie XAS do badania układów wielowarstwowych.

Absorpcja promieniowania rentgenowskiego zachodzi jeśli energia promieniowania X jest równa lub większa od energii wiązania elektronu. Wzbudzenie elektronu powyżej poziomu Fermiego jest przyczyną pojawienia się wakancji w rdzeniu atomowym, która zostaje zapełniona przez elektron z wyższej powłoki atomowej. Elektron z wyższej powłoki zapełnia wakancję, a nadmiar energii jest emitowany w postaci kwantu promieniowania X o charakterystycznej energii. Innym sposobem deekscytacji jest emisja elektronu Augera. Wówczas zapełnieniu dziury przez elektron z wyższej powłoki towarzyszy emisja elektronu z powłoki walencyjnej. Przekrój czynny na absorpcję jest zależny od energii promieniowania padającego oraz liczby atomowej absorbenta. Oświetlanie próbki wiązką promieniowania X w szerokim zakresie energii pozwala na pomiar zależności współczynnika absorpcji od energii padającego promieniowania opisanej wzorem [120]:

$$\mu \approx \frac{\rho Z^4}{m_A E^3}, \quad (4.17)$$

gdzie ρ to gęstość próbki, Z liczba atomowa, m_A masa atomowa, a E to energia promieniowania wzbudzającego. Wzbudzenie elektronu znajdującego się na określonym poziomie rdzeniowym jest przyczyną wzrostu absorpcji promieniowania rentgenowskiego, któremu towarzyszy pojawienie się w widmie XAS charakterystycznego obszaru, tzw. krawędzi absorpcji [31]. Energia, dla której obserwowane są krawędzie absorpcji rośnie wraz ze wzrostem liczby atomowej Z absorbentu zgodnie z prawem Moseley'a [121]. Im większa liczba atomowa, tym silniej związane są elektrony rdzeniowe, a energia potrzebna do ich wzbudzenia jest wyższa. Krawędzie są jasno zdefiniowane, stąd zaleta pierwiastkowej czułości metody XAS. Ekscytacji mogą ulegać elektrony rdzenia o głównej liczbie kwantowej n równej 1, 2 a także 3 dla pierwiastków ciężkich. Wymienione główne liczby kwantowe odpowiadają krawędziom absorpcji K, L oraz M. Krawędź K opisuje wzbudzenie elektronu ze stanu 1s, L ze stanów 2s i 2p (w tym L_2 i L_3 odpowiadają poziomom wynikającym z rozszczepienia spin-orbita $2p_{1/2}$ oraz $2p_{3/2}$), M ze stanów 3s, 3p oraz 3d. Przejścia są zdeterminowane przez reguły wyboru dla przejść dipolowych [122].

Rezonansowa absorpcja promieniowania X w metalach przejściowych, związana jest z przejściami elektronowymi z powłok $2p \rightarrow 3d$. Powłoka d może być obsadzona przez 10 elektronów. Dostępne nieobsadzone stany elektronowe opisane są przez gęstość stanów (ang. *Density of States* – DOS). Charakterystyczne piki absorpcyjne w widmie XAS metali z grupy 3d opisują przejścia $2p_{3/2} \rightarrow 3d$ (linia L_3) oraz $2p_{1/2} \rightarrow 3d$ (linia L_2). Przykładowe widmo XAS Fe zarejestrowane w przedziale energii (695 – 745) eV zostało pokazane na Rysunku 24.



Rysunek 24. Przykładowe widmo XAS, zmierzone w przedziale energii (695 – 745)eV (w przedziale energii krawędzi absorpcji $L_{2,3}$ Fe).

Jak wspomniano, elektron po wzbudzeniu promieniowaniem o określonej energii szybko powraca do stanu podstawowego emitując nadmiar energii w postaci fotonu X (fluorescencja promieniowania X – ang. *X-ray Fluorescence*, XRF) lub emisji elektronu Auger’a. Energia fotonów emitowanych przez wzbudzony atom w procesie fluorescencji jest charakterystyczna dla energii przejścia pomiędzy dwoma określonymi poziomami energetycznymi dla każdego pierwiastka, stąd nazwa promieniowanie charakterystyczne. XRF podlega zasadom przejść dipolowych, którym nie podlegają przejścia Auger’a. Deekscytacja poprzez emisję elektronu Auger’a odbywa się jednokrodkowo, przy jednoczesnym powrocie wzbudzonego elektronu do stanu rdzeniowego i emisji elektronu z powłoki walencyjnej (elektronu Auger’a). Energia kinetyczna elektronu Auger’a jest ściśle określona i zależy od powłok, pomiędzy którymi zachodzi deekscytacja wzbudzonego fotoelektronu. Ze względu na ściśle określone energie emitowanego promieniowania X lub elektronów Augera oba zjawiska są wykorzystywane do detekcji w spektroskopii XAS. W przypadku detekcji widm fluorescencyjnych (ang. *Total Fluorescence Yield*, TFY) wykorzystuje się fakt, że intensywność promieniowania fluorescencyjnego jest proporcjonalna do ilości elektronów na danej powłoce elektronowej.

Wiązka promieniowania pada na próbkę pod kątem 45° a detektor jest ustawiony pod kątem 90° względem promieniowania X. Taka geometria pomiaru zapewnia minimalne rozpraszanie promieniowania. W zakresie miękkiego promieniowania X widmo XAS zmierzone poprzez pomiar fluorescencji może być zniekształcone na skutek efektów samoabsorpcyjnych. Bezpośrednią miarą procesu absorpcji promieniowania X jest pomiar pierwotnych elektronów Auger'a (ang. *Auger Electron Yield*, AEY). Metoda AEY jest czuła na powierzchnię badanej próbki ze względu na krótką drogę swobodną pierwotnych elektronów Auger'a w materii. Znaczna część eksperymentów XAS wykorzystuje fakt, że konsekwencją rozpraszania elektronów Auger'a oraz fotoelektronów jest lawinowa kaskada elektronów wtórnych. Pewna część tych elektronów będzie miała wystarczająco wysoką energię kinetyczną aby pokonać pracę wyjścia próbki. Jeśli próbka jest wykonana z materiału przewodzącego, to po jej uziemieniu, pomiaru XAS można dokonać przy użyciu metody całkowitej wydajności elektronów (ang. *Total Electron Yield*, TEY). Metoda TEY polega na pomiarze prądu niezbędnego do neutralizacji ładunku próbki, który jest proporcjonalny do współczynnika absorpcji [122, 123]. Tryb TEY ze względu na głębokość próbkowania rzędu od kilku do kilkunastu nm jest popularną metodą detekcji sygnału XAS pochodzącego od cienkich warstw. [122]. Innymi technikami detekcji absorpcji promieniowania X są bezpośredni pomiar emitowanych elektronów przy użyciu powielacza elektronowego typu *channeltron* oraz pomiar transmisji promieniowania przechodzącego przez próbkę. Choć pomiary XAS mogą być wykonywane w warunkach laboratoryjnych [124], eksperymenty XAS przeprowadzane są najczęściej przy użyciu promieniowania synchrotronowego. Promieniowanie synchrotronowe jest generowane na skutek zakrzywienia toru ruchu wysokoenergetycznych elektronów (o energii rzędu kilku GeV) poprzez pole magnetyczne. Unikalne właściwości, takie jak duża intensywność, szeroki zakres energetyczny czy możliwość monochromatyzacji sprawiają, że promieniowanie synchrotronowe jest szeroko wykorzystywane nie tylko w fizyce ciała stałego ale również w chemii, medycynie, geologii, farmakologii czy biologii [123, 125]. Zastosowanie urządzeń wstawkowych umożliwia zmianę polaryzacji światła, co sprawia że promieniowanie synchrotronowe jest idealnym narzędziem do badania materiałów magnetycznych.

Pomiary widm XAS przedstawione w niniejszej pracy przeprowadzane były na linii badawczej PIRX Narodowego Centrum Promieniowania Synchrotronowego SOLARIS w Krakowie [126, 127].

a) Magnetyczny Dichroizm Kołowy Promieniowania X - XMCD

XMCD jest techniką wykorzystującą promieniowanie X o polaryzacji kołowej w celu wyznaczenia mikroskopowych właściwości magnetycznych materiałów. Absorpcja promieniowania X zależy od orientacji wypadkowego momentu magnetycznego $\mathbf{M}$ względem kierunku padania spolaryzowanego promieniowania i jest różna dla światła o polaryzacji prawoskrętnej (σ^+) i lewoskrętnej (σ^-). Ten typ dichroizmu może być obserwowany w ferro- oraz ferri-magnetykach. Pierwszy raz zjawisko XMCD zostało zarejestrowane w konfiguracji transmisyjnej dla krawędzi absorpcji K żelaza [128]. Jak pokazano później, dla metali przejściowych dużo większy sygnał XMCD obserwowany jest na krawędziach L_2 , L_3 , co związane jest z faktem, że w przypadku wspomnianych krawędzi elektrony są wzbudzane do odpowiedzialnych za magnetyzm poziomów 3d.

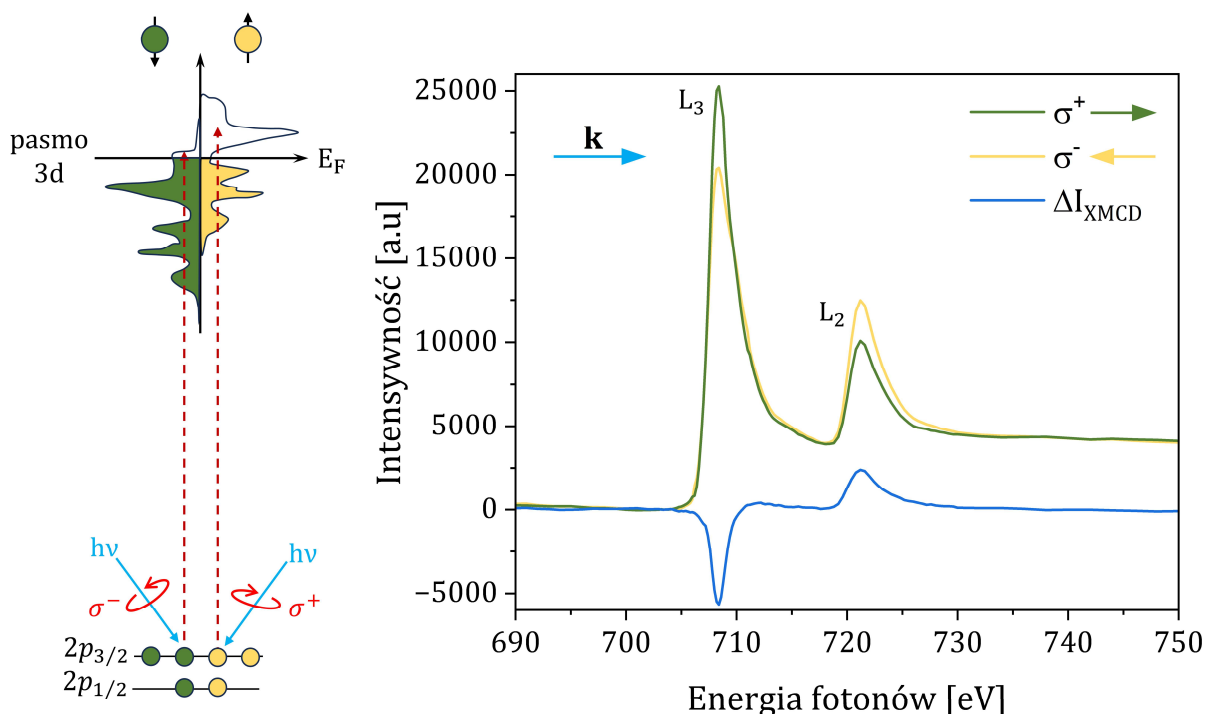
Sygnał XMCD jest różnicą pomiędzy intensywnością widma XAS zebranego dla kołowo spolaryzowanego promieniowania o kierunku promieniowania $\mathbf{k}$ równoległym do kierunku namagnesowania próbki a widmem zarejestrowanym dla antyrównoległego kierunku padania wiązki względem $\mathbf{M}$. Polaryzacja kołowa promieniowania X o momencie orbitalnym L_f jest scharakteryzowana przez magnetyczną liczbę kwantową równą $+1$ lub -1 , w zależności od skrętności promieniowania. Zgodnie z dipolowymi regułami wyboru, proces absorpcji w wyniku oddziaływania próbki ze spolaryzowanym kołowo promieniowaniem może zajść pomiędzy poziomami elektronowymi, dla których $\Delta l = \pm 1$, a zmiana magnetycznej liczby kwantowej wynosi $\Delta m = \pm 1$. Przejście zachodzi bez zmiany spinu. Różnicę intensywności pomiędzy widmami XAS zarejestrowanymi dla antyrównoległej $I^{\uparrow\downarrow}$ i równoległej $I^{\uparrow\uparrow}$ orientacji namagnesowania względem kierunku padającego promieniowania (ΔI_{XMCD}) opisuje zależność:

$$\Delta I_{\text{XMCD}} = I^{\uparrow\downarrow} - I^{\uparrow\uparrow} = I^- - I^+. \quad (4.18)$$

Równoległa i antyrównoległa konfiguracja wektorów $\mathbf{k}$ i $\mathbf{M}$ zazwyczaj jest realizowana poprzez przyłożenie do próbki podczas pomiaru zewnętrznego pola magnetycznego. Alternatywnie, sygnał XMCD może zostać wyznaczony jako różnica intensywności widm zmierzonych dla prawo- i lewo-skrętnej polaryzacji padającego promieniowania. Wielkość efektu XMCD jest wprost proporcjonalna do atomowego momentu magnetycznego [31].

W metalach przejściowych, dla przejść elektronowych $2p \rightarrow 3d$ różnica intensywności absorbowanego promieniowania X dla σ^+ i σ^- wynika z różnej gęstości nieobsadzonych stanów elektronowych o spinie dodatnim ($\uparrow$) i ujemnym ($\downarrow$) powyżej energii Fermiego E_F . Rysunek 25 przedstawia schematycznie efekt XMCD na krawędziach absorpcji $L_{2,3}$ żelaza oraz

przykładowe widma XAS zarejestrowane w zakresie energii (690 – 750) eV wraz z wyznaczonym sygnałem XMCD. Kołowo spolaryzowane promieniowanie wzbudza elektrony z orbitali 2p do nieobsadzonych stanów 3d. W widmie XAS obserwowane są dwa piki, których obecność związana jest z wyindukowanym sprzężeniem spin-orbita rozszczepieniem poziomu 2p na poziomy $2p_{1/2}$ i $2p_{3/2}$. Linia L_3 odpowiada przejściu $2p_{3/2} \rightarrow 3d$, a linia L_2 $2p_{1/2} \rightarrow 3d$. Zachowanie kierunku spinu podczas wzbudzenia oraz nierównowagowa populacja stanów możliwych do obsadzenia na poziomie Fermiego dla elektronów o spinie $\uparrow$ i $\downarrow$ są powodem różnej absorpcji promieniowania prawo- i lewo-skrętnego (Rysunek 25, widmo zielone i żółte). W konsekwencji obserwowany jest efekt dichroizmu (Rysunek 25, niebieska krzywa).

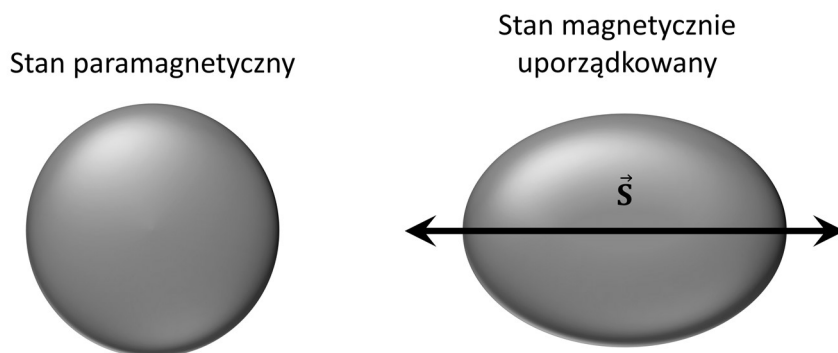


Rysunek 25. Ilustracja efektu XMCD na przykładzie krawędzi absorpcji L żelaza. Schemat po lewej przedstawia wzbudzenie elektronów z powłok 2p poprzez absorpcję promieniowania padającego. Elektrony, w zależności od spinu, obsadzają wolne stany elektronowe na orbitalu 3d. Po prawej przedstawione są przykładowe widma Fe zmierzone dla dwóch polaryzacji kołowych o przeciwnej skrętności, σ^+ i σ^- . Krzywa pod widmami to wyliczona intensywność efektu XMCD.

Wielkość dichroizmu zależy od trzech parametrów: stopnia polaryzacji kołowej wiązki, wypadkowego momentu magnetycznego próbki oraz kąta pomiędzy kierunkiem momentu pędu fotonu L_f i kierunkiem wypadkowego momentu magnetycznego. Chemiczna czułość metody XMCD sprawia, że jest ona często wykorzystywana do charakteryzacji magnetycznych właściwości podwarstw w układach wielowarstwowych.

b) Magnetyczny Dichroizm Liniowy Promieniowania X - XMLD

Efekt dichroizmu liniowego może być obecny zarówno w materiałach niemagnetycznych, jak i magnetycznych. W przypadku tzw. naturalnego liniowego dichroizmu (ang. *X-ray Natural Linear Dichroism*, XNLD) efekt jest związany z anizotropowym rozkładem ładunku w materiale absorbatu, który jest konsekwencją istnienia wiązań atomowych. Efekt liniowego dichroizmu nie występuje w materiałach dla których rozkład ładunku jest sferyczny, gdyż dla nich nie pojawia się zależność absorpcji od kierunku wektora polaryzacji liniowej $\mathbf{E}$. W przypadku materiałów magnetycznych, niesferyczny rozkład ładunku może być konsekwencją pojawienia się uporządkowania magnetycznego występującego poniżej temperatury krytycznej. Wówczas efekt nazywany jest magnetycznym dichroizmem liniowym (ang. *X-ray Magnetic Linear Dichroism*, XMLD). Złamanie sferycznej symetrii rozkładu ładunku w przypadku efektu XMLD jest wynikiem oddziaływania wymiany i sprzężenia spin-orbita, któremu towarzyszy uporządkowanie spinów materiału magnetycznego wzdłuż wyróżnionych kierunków. Efekt deformacji rozkładu ładunku wskutek uporządkowania magnetycznego został zilustrowany na Rysunku 26.



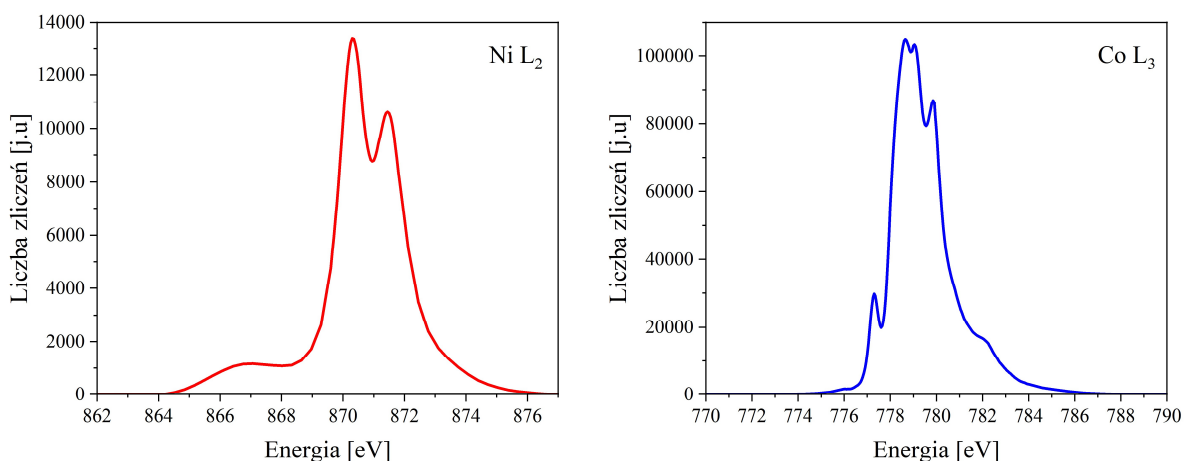
Rysunek 26. Ilustracja deformacji sferycznego rozkładu ładunku w stanie paramagnetycznym (po lewej) do anizotropowego w stanie uporządkowania magnetycznego (po prawej). Założono, że w stanie paramagnetycznym nie występuje deformacja rozkładu ładunku związana z wiązaniami atomowymi która prowadzi do efektu XNLD.

Zgodnie z konwencją, magnetyczny dichroizm liniowy zdefiniowany jest jako zależność widm XAS zarejestrowanych dla promieniowania o liniowej polaryzacji od kąta pomiędzy wektorem $\mathbf{E}$ a kierunkiem momentów magnetycznych w próbce. W odróżnieniu od efektu XMCD, który cechuje proporcjonalność do $\cos \theta$, efekt XMLD jest proporcjonalny do $\cos^2 \theta$, gdzie θ to kąt pomiędzy wektorem $\mathbf{E}$ a kierunkiem momentów magnetycznych. Stąd, sygnał XMLD, ΔI_{XMLD} jest wyznaczany jako różnica widm XAS zarejestrowanych dla pomiaru w którym wektor polaryzacji liniowej $\mathbf{E}$ promieniowania padającego jest równoległy ($I^{\parallel}$) oraz prostopadły ($I^{\perp}$) do kierunku momentów magnetycznych [31]:

$$\Delta I_{\text{XMLD}} = I^{\parallel} - I^{\perp}. \quad (4.19)$$

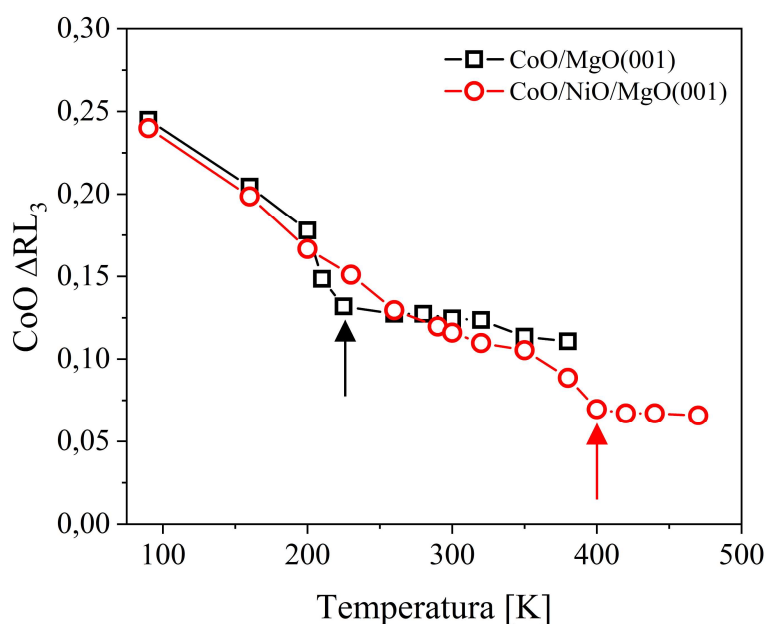
W przeciwieństwie do XMCD, efekt XMLD jest nieczuły na zwrot momentów magnetycznych, a jedynie na ich kierunek. Ponieważ XMLD zależy od kwadratu namagnesowania (M^2) efekt jest wykorzystywany do charakteryzacji magnetycznych właściwości układów AFM.

W przypadku monokrystalicznych cienkich warstw antyferromagnetycznych efekty naturalnego liniowego dichroizmu oraz magnetycznego liniowego dichroizmu mogą występować równocześnie. Efekty XNLD oraz XMLD mogą być odseparowane poprzez pomiary widm XAS w funkcji temperatury. Powyżej temperatury uporządkowania magnetycznego zanika efekt niesymetryczności rozkładu ładunku wynikający z magnetyzmu, podczas gdy przyczynę pochodzący od efektów krystalicznych jest zwykle niezależny, bądź bardzo słabo zależny od temperatury. Rejestracja widm XAS w funkcji temperatury pozwala na wyznaczenie temperatury Néela (T_N) antyferromagnetyków. Rysunek 27 przedstawia przykładowe widma NiO (kolor czerwony) oraz CoO (kolor niebieski) zmierzone w 80 K kolejno na krawędziach absorpcji L_2 Ni oraz L_3 Co z linowo spolaryzowanym promieniowaniem X padającym prostopadłe do powierzchni próbki. Podstawowymi parametrami, które pozwalają opisać właściwości magnetyczne NiO oraz CoO są kolejno RL_2 (ang. L_2 ratio) i RL_3 (ang. L_3 ratio). Oba parametry wyznaczane są jako stosunek intensywności sygnałów XAS dla odpowiednich energii promieniowania X. W przypadku RL_2 jest to stosunek intensywności sygnału XAS dla energii promieniowania ~ 870 eV do intensywności sygnału dla energii ~ 871.4 eV [129]. W przypadku CoO, RL_3 definiowane jest jako stosunek intensywności sygnałów XAS dla energii promieniowania ~ 777 eV oraz ~ 779.7 eV [73, 130]. W pracy [73] metoda XMLD została wykorzystana do wyznaczenia orientacji wektora Néela oraz T_N cienkich antyferromagnetycznych warstw CoO oraz NiO w układach CoO/MgO(001) oraz CoO/NiO/MgO(001).



Rysunek 27. Przykładowe widma XAS NiO oraz CoO zmierzone w 80 K z wykorzystaniem polaryzacji liniowej przy padaniu prostopadłym do powierzchni próbki na krawędziach absorpcji L_2 Ni (kolor czerwony) oraz L_3 Co (kolor niebieski).

Jednym ze sposobów określenia temperatury uporządkowania magnetycznego AFM jest wyznaczenie temperaturowej zależności ΔRL_2 dla NiO lub ΔRL_3 w przypadku CoO. Przy czym ΔRL_2 oraz ΔRL_3 definiowane są jako różnice pomiędzy parametrami RL_2 (RL_3) wyznaczonymi dla widm zmierzonych dla dwóch kątów padania wiązki β . [72]. Kąt β definiowany jest jako kąt pomiędzy wiązką promieniowania padającego a osią normalną do powierzchni warstwy. W układach, w których magnetyczny liniowy dichroizm ma znaczący wkład do XLD, różnica stosunków RL_2 (RL_3) silnie zależy od temperatury, a wartość temperatury w której parametry przyjmują wartość stałą może być utożsamiana z T_N AFM. Na Rysunku 28 pokazano wyznaczoną w pracy [73] temperaturową zależność ΔRL_3 dla cienkiej warstwy CoO w układzie CoO/MgO(001) (kolor czarny) oraz CoO/NiO/MgO(001) (kolor czerwony). Stosunek ΔRL_3 w przypadku pojedynczej warstwy CoO o grubości 2 nm przyjmuje wartość stałą powyżej 220 K. Co ciekawe, w układzie CoO(2 nm)/NiO(2 nm) parametr ten stabilizuje się w temperaturze równej około 400 K. Wynik ten wskazuje na wzrost temperatury uporządkowania CoO w układzie dwuwarstwowym.



Rysunek 28. Zależność temperaturowa ΔRL_3 zmierzona dla warstwy CoO w układach CoO/MgO(001) oraz CoO/NiO/MgO(001). Grubość warstw CoO oraz NiO wynosiła 2 nm. Strzałki przedstawiają temperatury uporządkowania kolejno pojedynczej warstwy CoO (strzałka czarna) oraz CoO w sąsiedztwie NiO (strzałka czerwona) [73].

4.3.5. Fotoemisyjna mikroskopia elektronowa z wykorzystaniem promieniowania X: X - PEEM

Metoda XPEEM łączy w sobie zalety techniki XAS oraz powierzchniowo czułej mikroskopii fotoelektronów. Dzięki zastosowaniu promieniowania synchrotronowego jako

źródła światła, mikroskopia PEEM pozwala na obrazowanie cienkich warstw z czułością chemiczną. Co więcej, wykorzystanie promieniowania o polaryzacji liniowej i kołowej pozwala na użycie mikroskopu PEEM do obrazowania struktury domenowej w cienkowarstwowych układach AFM i FM.

Emisja fotoelektronów, elektronów wtórnych oraz elektronów Auger'a w mikroskopii X - PEEM jest skutkiem absorpcji promieniowania X padającego na próbkę pod określonym kątem. Elektrony wyemitowane z próbki pełniącej rolę anody przyspieszane są przez potencjał, rzędu kilkunastu kilowoltów, przyłożony pomiędzy próbkę a soczewkę katodową. Przyspieszone elektrony przechodzą przez kolumnę obrazującą, w skład której wchodzi szereg soczewek elektrostatycznych i magnetycznych oraz inne elementy optyki elektronowej takie jak stygmator, deflektor czy apertura kontrastowa. Kolumna zakończona jest sprzężonym z ekranem fluorescencyjnym detektorem mikrokanalikowym (ang. *microchannel plate detector*), za którym umieszczona jest kamera z matrycą CCD. Ponieważ pierwsza soczewka kolumny obrazującej znajduje się w odległości około 2 - 3 mm od powierzchni próbki wiązka promieniowania pada na badaną powierzchnię pod kątem 15° - 25° . W standardowych układach jest to kąt 16° [131]. Fotoelektrony emitowane z próbki posiadają różne energie kinetyczne. Konsekwencją rozmycia energetycznego w płaszczyźnie detekcji jest ograniczenie zdolności rozdzielczej mikroskopu. Problem ten rozwiązuje ruchoma apertura kontrastowa, której zadaniem jest ograniczenie wiązki elektronowej do elektronów o zbliżonej energii kinetycznej. Odpowiednie dostosowanie rozmiaru apertury kontrastowej zwiększa rozdzielczość uzyskiwanych obrazów [132]. Dostrojenie energii fotonów do krawędzi absorpcji danego pierwiastka zapewnia metodzie czułość pierwiastkową. Do obrazowania w metodzie PEEM używane są głównie elektrony wtórne. W przypadku pracy z fotoelektronami mogą być one poddane analizie energetycznej dzięki zastosowaniu analizatora energii. Najpopularniejszym analizatorem energii, którego zadaniem jest wycięcie wąskiego przedziału energetycznego z szerokiego pasma energetycznego elektronów, jest analizator hemisferyczny. Szerokość pasma energetycznego elektronów po przejściu przez analizator wynosi około 10 eV. Analizator energii umożliwia wybranie odpowiedniej energii kinetycznej elektronów opuszczających powierzchnię próbki, co daje możliwość zmapowania danego pierwiastka na powierzchni. Dzięki zastosowaniu analizatora możliwy jest również pomiar widma XPS z danego obszaru na próbce [133]. Mikroskop PEEM służy także do obserwacji kontrastu absorpcyjnego, co jest niezwykle użyteczne w przypadku badań próbek wielowarstwowych lub strukturyzowanych.

Wykorzystanie promieniowania o zadanej polaryzacji pozwala na uzyskanie kontrastu absorpcyjnego z magnetyczną zdolnością rozdzielczą. Obrazy X - PEEM zarejestrowane dla

dwóch przeciwnych polaryzacji kołowych (XMCD - PEEM) pozwalają na obserwację struktury domenowej na powierzchni próbek FM, podczas gdy możliwość rejestracji obrazów dla liniowej polaryzacji promieniowania (XMLD - PEEM) umożliwia obserwację domen na powierzchni antyferromagnetyków. W obu przypadkach eliminacja niemagnetycznego kontrastu pochodzącego od topografii próbki jest uzyskiwana dzięki cyfrowemu przetwarzaniu obrazów. Dla XMCD – PEEM odjęcie dwóch obrazów uzyskanych dla tej samej energii fotonów, ale o przeciwnym skręceniu polaryzacji promieniowania, powoduje wzmocnienie kontrastu magnetycznego. Jeśli tak uzyskany obraz różnicowy zostanie podzielony przez sumę obrazów składowych, wyeliminowany zostanie komponent pochodzący od topografii, wzmacniając ten o naturze magnetycznej. Opisany proces odbywa się poprzez obliczenie asymetrii intensywności A_{XMCD} opisanej formułą:

$$A_{XMCD} = \frac{I^{\sigma+} - I^{\sigma-}}{I^{\sigma+} + I^{\sigma-}}, \quad (4.20)$$

gdzie $I^{\sigma+}$ oraz $I^{\sigma-}$ oznaczają intensywność odpowiadających sobie pikseli na obrazach uzyskanych kolejno dla kołowej polaryzacji prawo- i lewo- skrętnej. Liniowa zależność efektu XMCD od magnetyzacji $\mathbf{M}$ pozwala na rozróżnienie domen FM o różnych kierunkach i zwrotach namagnesowania względem kierunku padania promieniowania X.

Czułość efektu XMLD na kierunek wektora Néela sprawia, że pomiar XMLD - PEEM jest efektywnym narzędziem obrazowania domen AFM. W celu uzyskania optymalnego kontrastu domenowego AFM, podobnie jak w przypadku XMCD - PEEM wyznaczana jest asymetria obrazów. Wzór 4.20 przyjmuje postać:

$$A_{XMLD} = \frac{I^{E_1} - I^{E_2}}{I^{E_1} + I^{E_2}}, \quad (4.21)$$

gdzie I^{E_1} , I^{E_2} oznaczają intensywności odpowiadających sobie pikseli dla obrazów uzyskanych dla dwóch prostopadłych polaryzacji liniowych padającego promieniowania. W przypadku warstw tlenków metali przejściowych asymetria często wyznaczana jest z obrazów zarejestrowanych dla zbliżonych do siebie energii promieniowania padającego o tej samej polaryzacji liniowej. Dla NiO obrazy PEEM rejestrowane są dla $E_1 = 871.5$ eV oraz $E_2 = 870.3$ eV, które wyznaczone są przez maksima absorpcji na krawędzi absorpcji L_2 Ni. Taki sposób wyliczania asymetrii został wykorzystany do wizualizacji domen NiO w pracy [134]. Z

kolei energie E_1 i E_2 dla CoO są zdefiniowane poprzez maksima absorpcji na krawędzi L_3 [132].

W trakcie realizacji pracy doktorskiej obrazowanie metodą X - PEEM zostało zrealizowane na linii badawczej DEMETER Narodowego Centrum Promieniowania Synchrotronowego SOLARIS, na linii Nanospectroscopy synchrotronu Elettra Sincrotrone we Włoszech, a także na stacji pomiarowej CIRCE centrum synchrotronowego ALBA w Hiszpanii.

5. Efekt bliskości magnetycznej w dwuwarstwie FeO/CoO

Efekt bliskości magnetycznej może być źródłem nowych właściwości magnetycznych podwarstw w układach wielowarstwowych. Jak wspomniano w części teoretycznej pracy, możliwość modulacji właściwości magnetycznych materiałów AFM, w szczególności temperatury uprządkowania magnetycznego, ma duże znaczenie dla ich potencjalnego zastosowania w spintronice. Nieliczne prace dotyczące bliskości magnetycznej w układach dwuwarstwowych AFM₂/AFM₁, udowodniły, że MPE może prowadzić do modyfikacji temperatury Néela czy zmiany orientacji uporządkowania magnetycznego [72, 74].

W ramach realizacji pracy doktorskiej zbadano wpływ oddziaływania warstwy AFM₁ o wyższej T_N (CoO lub NiO) na warstwę AFM₂ o niższej temperaturze uporządkowania (FeO), w układzie FeO/CoO oraz FeO/NiO. W celu scharakteryzowania magnetycznych właściwości układów AFM₂/AFM₁ wykorzystano metody XMLD oraz CEMS. Wpływ efektu bliskości na międzywierzchni AFM₂/AFM₁ na oddziaływanie FM/AFM₂ w układzie FM/AFM₂/AFM₁ zbadano przy użyciu metody LMOKE. Wyniki przedstawione w poniższym Rozdziale zostały opublikowane w pracy [135].

5.1. Preparatyka epitaksjalnych układów FeO/CoO(NiO) na podłożach MgO(001)

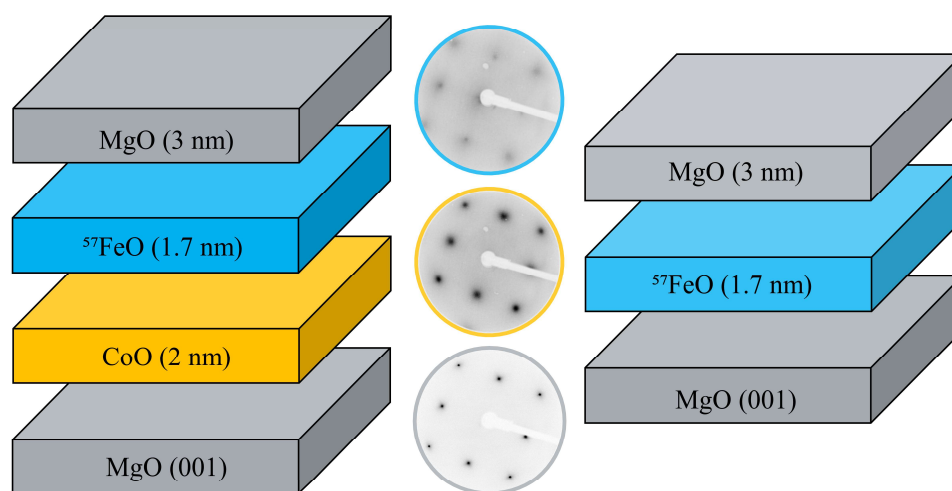
Cienkowarstwowe epitaksjalne układy magnetyczne zostały przygotowane w warunkach UHV na monokrystalicznych, polerowanych podłożach MgO(001) o wymiarach $10 \times 10 \times 0.5 \text{ mm}^3$ zakupionych od firmy Crystal GmbH. Warstwy FM i AFM zostały wytworzone za pomocą metody MBE. Ochronne i buforowe warstwy MgO były nanoszone za pomocą parownika EBV. Struktura powierzchni wytworzonych warstw była kontrolowana przy użyciu spektrometru LEED na każdym etapie preparatyki. Szybkość nanoszenia poszczególnych materiałów określano używając mikrowagi kwarcowej QCM.

Preparatykę układów wielowarstwowych poprzedzało wygrzewanie monokrystalicznych podłoży w temperaturze 770 K przez 1 godzinę. Celem wygrzewania było oczyszczenie powierzchni podłoży z zanieczyszczeń pochodzących od długotrwałej ekspozycji na powietrze. Po wygrzewaniu, na podłoża zostały naniesione buforowe warstwy MgO o grubości 5 nm lub Cr o grubości 20 nm, odpowiednio w temperaturach 720 K oraz 475 K. Warstwy antyferromagnetycznych monotlenków przygotowywano w procesie reaktywnej depozycji (ang. *reactive deposition*) metali w atmosferze tlenu cząsteczkowego, w temperaturze 475 K.

Ciśnienie tlenu cząsteczkowego w próżniowej komorze preparacyjnej podczas nanoszenia metalicznego Co oraz Ni wynosiło 1×10^{-6} mbar. W przypadku cienkich warstw FeO ciśnienie tlenu podczas depozycji Fe wynosiło 5×10^{-8} mbar. W takich warunkach możliwe było wytworzenie stechiometrycznie stabilnej warstwy wustytu. Optymalne warunki wzrostu warstw FeO na MgO(001) zostały opisane w publikacji [136]. W celu wykorzystania metody CEMS do charakteryzacji właściwości chemicznych i magnetycznych wytworzonych filmów tlenku żelaza, warstwy FeO przygotowywane były z użyciem mössbauerowsko aktywnego izotopu ^{57}Fe . Ostatecznie wszystkie próbki przykryto ochronną warstwą MgO o grubości 3 nm.

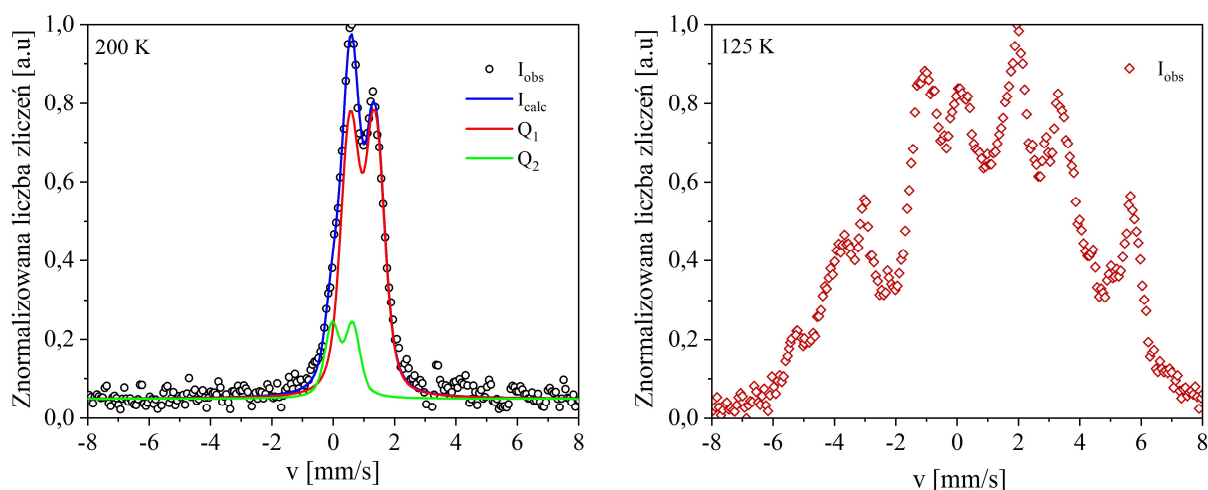
5.2. CEMS – charakteryzacja właściwości chemicznych oraz magnetycznych ^{57}Fe w układach MgO/ ^{57}FeO /MgO(001) oraz MgO/ ^{57}FeO /CoO/MgO(001)

W celu charakteryzacji właściwości warstwy FeO w układzie MgO/FeO/MgO oraz porównania właściwości wustytu w wielowarstwach MgO/FeO/MgO i MgO/FeO/CoO/MgO wykorzystano metodę spektroskopii Mössbauera. W przypadku obydwu układów warstwowych, aby wytworzyć warstwy tlenku, utleniono 1 nm ^{57}Fe , co poskutkowało powstaniem około 1.7 nm stechiometrycznego FeO. Grubość tlenku kobaltu w dwuwarstwie AFM₂/AFM₁ wynosiła 2 nm. Oba antyferromagnetyczne tlenki są izostruktralne względem siebie, a także względem podłoża MgO(001). Identyczna struktura krystaliczna oraz niedopasowanie sieciowe mniejsze niż 2% umożliwiły wzrost wysokiej jakości epitaksjalnych cienkich warstw antyferromagnetycznych tlenków FeO i CoO.



Rysunek 29. Schemat cienkowarstwowych układów MgO/ ^{57}FeO /CoO/MgO(001) oraz MgO/ ^{57}FeO /MgO(001) wraz z zaznaczonymi grubościami podwarstw. Środkowa kolumna przedstawia obrazy LEED wykonane po preparatyce kolejnych warstw.

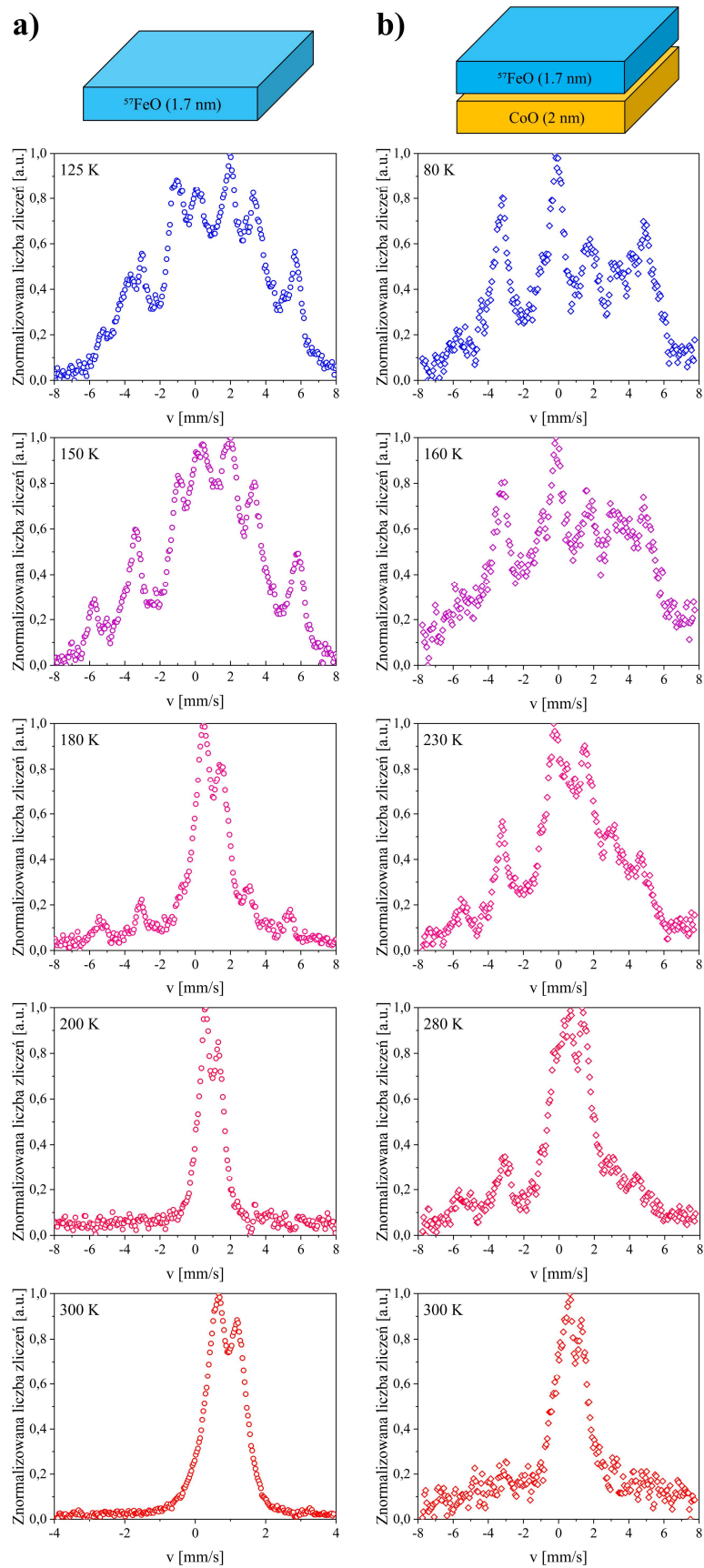
Schematy opisanych powyżej próbek wraz z obrazami LEED zarejestrowanymi po depozycji buforowej warstwy MgO, CoO oraz FeO zostały przedstawione na Rysunku 29. Obrazy LEED potwierdziły epitaksjalny wzrost badanych układów. Widma CEMS zostały zarejestrowane w komorze UHV z kriostatem. W trakcie pomiarów CEMS nośnik z próbką znajdował się w stacji wyposażonej w grzałkę, co umożliwiło wykonanie pomiarów w różnych temperaturach. Podczas pomiarów CEMS promieniowanie gamma padało na próbkę prostopadle do jej powierzchni, tak jak na schemacie przedstawionym w Rozdziale 4.3.2.



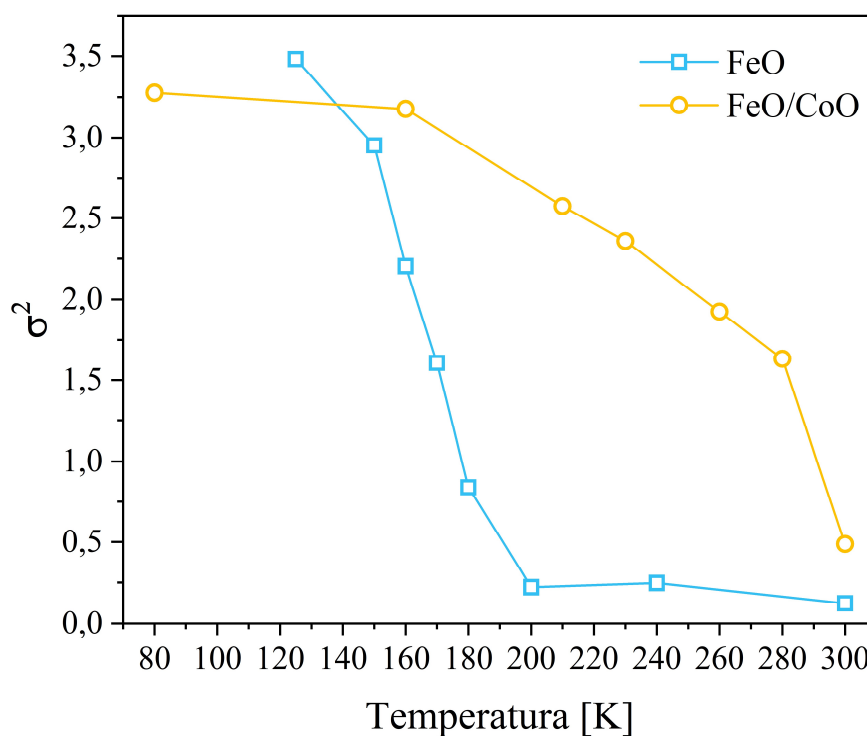
Rysunek 30. Przykładowe widma CEMS ^{57}FeO w układzie $\text{MgO/FeO}(1.7 \text{ nm})/\text{MgO}(001)$ zarejestrowane w temperaturze 200 K (po lewej) oraz 125 K (po prawej). Widmo zmierzone w 200 K (czarne punkty) zostało przedstawione wraz z dopasowaniem numerycznym (I_{calc} , niebieska linia). Q_1 , Q_2 oznaczają składowe kwadrupolowe dopasowania.

Na Rysunku 30 przedstawiono przykładowe widma CEMS zarejestrowane dla warstwy wustytu umieszczonej pomiędzy MgO w temperaturze 200 K (Rysunek 30, po lewej) oraz 125 K (Rysunek 30, po prawej). Widmo zmierzone w temperaturze wyższej niż T_N litego FeO (wynoszącej 198 K) jest charakterystyczne dla wustytu w stanie paramagnetycznym. Numeryczne dopasowanie widm przy użyciu programu Recoil [137] pozwoliło na zidentyfikowanie dwóch składowych o charakterystycznych wartościach rozszczepienia kwadrupolowego (ang. *quadrupole splitting*, QS) i przesunięcia izomerycznego (ang. *isomer shift*, IS), które opisują atomy Fe znajdujące się w różnych otoczeniach. Składowa Q_1 , której udział wynosi 82% całkowitej intensywności widma posiada wartość $\text{IS} = 1.06 \text{ mm/s}$ oraz $\text{QS} = 0.82 \text{ mm/s}$. Zgodnie z wynikami poprzednich badań, składowa Q_1 opisuje oktaedrycznie skoordynowane jony Fe^{2+} w regularnej strukturze wustytu, powyżej T_N [136, 138]. Udział drugiej składowej, Q_2 o $\text{IS} = 0.4 \text{ mm/s}$, i $\text{QS} = 0.67 \text{ mm/s}$ wynosi 18%. Składowa Q_2 opisuje jony Fe^{3+} znajdujące się w sąsiedztwie defektów [138]. W temperaturze 180 K zarejestrowano rozszczepione magnetycznie widmo CEMS, a wraz z dalszym obniżaniem temperatury rozszczepienie widm było coraz bardziej wyraźne. Rozszczepienie magnetyczne widm jest związane z przekroczeniem temperatury uporządkowania magnetycznego FeO. Po prawej

stronie Rysunku 30 przedstawione zostało przykładowe widmo CEMS cienkiej warstwy wustytu zmierzone w temperaturze 125 K. Widmo posiada skomplikowaną strukturę, która, jak pokazano we wcześniejszych pracach, jest wynikiem współlistnienia kilku składowych magnetycznych opisujących regularnie skoordynowane atomy Fe oraz jony żelaza w sąsiedztwie defektów [136, 138]. Temperaturowa ewolucja widm FeO jednoznacznie wskazuje na przejście układu ze stanu paramagnetycznego do stanu uporządkowanego magnetycznie (Rysunek 31). Pomimo, iż niskotemperaturowe widma ze względu na swoją złożoność nie mogą być jednoznacznie dopasowane, T_N FeO może być określona z pomiarów CEMS poprzez wyznaczenie zależności wariancji widm (σ^2) od temperatury. Temperaturowa ewolucja wariancji widm, która jest przybliżeniem zależności średniego pola nadsubtelnego działającego na jądro Fe w warstwie FeO została wyznaczona ze znormalizowanych pomiarów CEMS zarejestrowanych dla warstw FeO. Z przedstawionej zależności $\sigma^2(T)$ (Rysunek 32, kolor niebieski) wynika, że rozszczepienie magnetyczne widm zanika pomiędzy $T = 180$ K a $T = 200$ K. Oznacza to, że T_N cienkiej warstwy wustytu jest bliska temperatury uporządkowania magnetycznego litego FeO (dla którego $T_N = 198$ K). Niezerowa wartość σ^2 dla $T > 200$ K jest wynikiem rozszczepienia kwadrupolowego składowej paramagnetycznej. Dla warstw tlenku żelaza w dwuwarstwie FeO/CoO magnetyczny charakter widm CEMS jest zachowany do dużo wyższych temperatur (Rysunek 31(b), prawa kolumna). Widmo zarejestrowane w temperaturze 280 K posiada niezerowy przyczynek od składowej magnetycznej, co oznacza że T_N warstwy FeO w kontakcie z CoO jest znacznie wyższa niż temperatura uporządkowania litego wustytu. Wniosek ten potwierdza zależność $\sigma^2(T)$ wyznaczona dla FeO w układzie MgO/FeO/CoO/MgO(001) (Rysunek 32, kolor żółty). Wynika z niej, że temperatura uporządkowania FeO znajduje się pomiędzy 280 K a 300 K. Wartość ta jest bliska T_N litego tlenku kobaltu.



Rysunek 31. Systematyczne pomiary temperaturowe widm CEMS ^{57}FeO w układach: a) $\text{MgO}/^{57}\text{FeO}(1.7 \text{ nm})/\text{MgO}(001)$, b) $\text{MgO}/^{57}\text{FeO}(1.7 \text{ nm})/\text{CoO}(2 \text{ nm})/\text{MgO}(001)$.

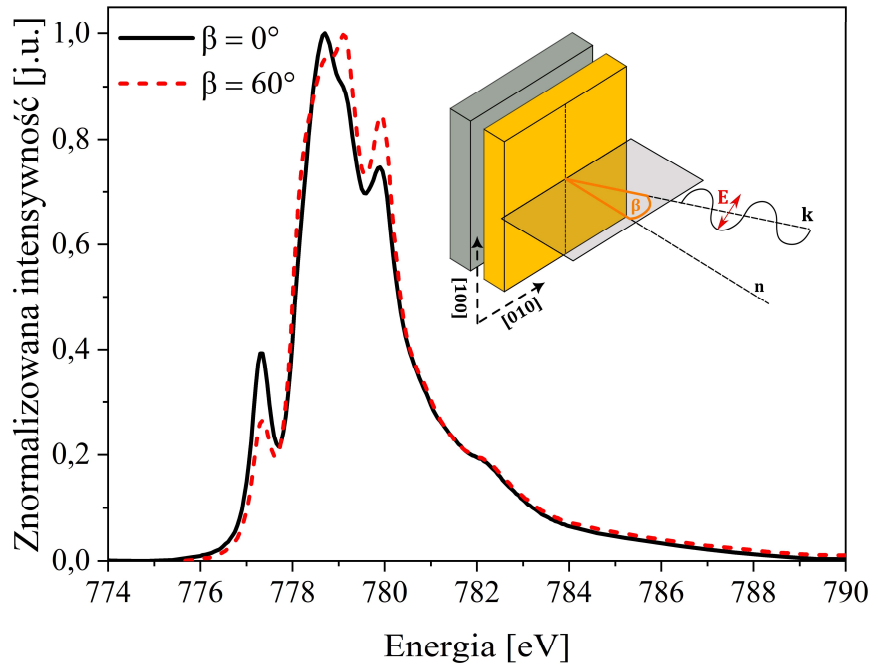


Rysunek 32. Temperaturowa ewolucja wariancji σ^2 wyznaczonej ze znormalizowanych widm CEMS dla układów $\text{MgO}/^{57}\text{FeO}(1.7 \text{ nm})/\text{MgO}(001)$ (kolor niebieski), $\text{MgO}/^{57}\text{FeO}(1.7 \text{ nm})/\text{CoO}(2 \text{ nm})/\text{MgO}(001)$ (kolor żółty).

Systematyczne pomiary widm CEMS FeO w funkcji temperatury w układach $\text{MgO}/\text{FeO}/\text{MgO}$ oraz $\text{CoO}/\text{FeO}/\text{MgO}$ są bezpośrednim dowodem zwiększenia temperatury Néela warstwy wustytu wskutek bliskości warstwy CoO.

5.3. Pomiary spektroskopii absorpcyjnej promieniowania X warstw CoO oraz FeO w układzie dwuwarstwowym FeO/CoO.

Pomiary CEMS umożliwiły wyznaczenie temperatury uporządkowania magnetycznego cienkich warstw wustytu w układach $\text{MgO}/\text{FeO}/\text{MgO}$ oraz $\text{MgO}/\text{FeO}/\text{CoO}$. Aby potwierdzić, że zwiększenie temperatury uporządkowania tlenku żelaza w układzie $\text{MgO}/\text{FeO}/\text{CoO}$ jest konsekwencją bliskości magnetycznej tlenku kobaltu, za pomocą spektroskopii absorpcyjnej XAS wyznaczono T_N CoO. Pierwiastkowo czułe pomiary widm XAS CoO w heterostrukturze $\text{MgO}/\text{FeO}/\text{CoO}/\text{MgO}$ zostały wykonane dla liniowo spolaryzowanego promieniowania wiązki padającej w zakresie temperatur 80 K – 500 K.

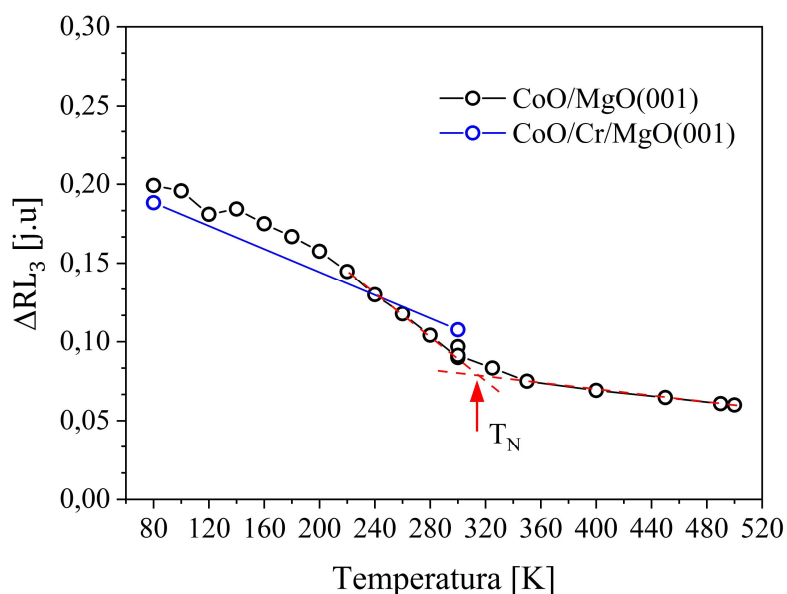


Rysunek 33. Przykładowe widma XAS zarejestrowane dla liniowej polaryzacji wiązki padającego promieniowania X w 80 K na krawędzi absorpcji L_3 kobaltu dla dwóch różnych kątów padania β .

Widma zostały zmierzone na krawędzi absorpcji L_3 kobaltu dla dwóch różnych kątów padania ($\beta = 0^\circ$ oraz $\beta = 60^\circ$). Kąt β zdefiniowany jest jako kąt pomiędzy wektorem padającym $\mathbf{k}$ a wektorem normalnym do powierzchni próbki, $\mathbf{n}$. Do detekcji sygnału XAS wykorzystano metodę TEY. Geometria pomiarowa wraz z przykładowymi widmami XAS CoO zmierzonymi w układzie FeO(1.7 nm)/CoO(2 nm)/MgO w temperaturze 80 K zostały przedstawione na Rysunku 33. Wielkości efektu XMLD określono poprzez wyznaczenie parametru RL_3 z zarejestrowanych widm Co na krawędzi L_3 . Parametr RL_3 , zgodnie z pracami [72, 130], zdefiniowano jako stosunek intensywności pików o energii $E_1 = 777.3$ eV do pików o energii $E_2 = 779.9$ eV. Wielkością odzwierciedlającą w tym przypadku amplitudę magnetycznego dichroizmu liniowego jest ΔRL_3 , definiowana jako:

$$\Delta RL_3 = RL_3^0 - RL_3^{60}, \quad (5.1)$$

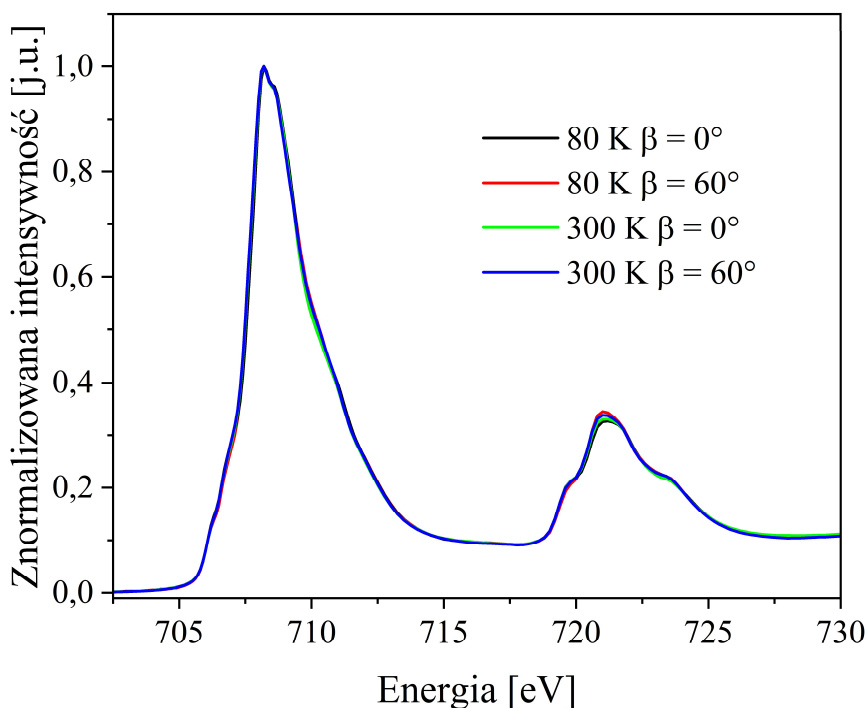
gdzie RL_3^0 oraz RL_3^{60} odpowiadają kolejno wielkościom stosunków RL_3 dla widm zmierzonych pod kątem padania wiązki 0° i 60° względem normalnej do powierzchni próbki.



Rysunek 34. Zależność temperaturowa ΔRL_3 wyznaczona z widm XAS zmierzonych na krawędzi absorpcji L_3 Co w układzie MgO/FeO/CoO/MgO oraz MgO/FeO/CoO/Cr/MgO.

Rysunek 34 przedstawia zależność ΔRL_3 od temperatury wyznaczoną na podstawie pomiarów XAS w układzie FeO/CoO/MgO. Dodatkowo wartości ΔRL_3 zdefiniowanej zgodnie ze wzorem (5.1) sugerują, że spiny AFM CoO w układzie FeO/CoO/MgO ułożone są w płaszczyźnie warstwy. Zgodnie z wynikami XAS uzyskanymi dla warstwy CoO(001) przedstawionymi w literaturze [57, 72, 130], płaszczyznowe uporządkowanie spinów CoO przypisywane jest ścisłającemu naprężeniu wywieranemu na warstwę AFM, którego źródłem jest niedopasowanie sieciowe pomiędzy warstwą CoO a podłożem MgO. Wraz ze wzrostem temperatury zaobserwowano spadek wartości ΔRL_3 aż do temperatury równej około 300 K, powyżej której zauważono bardzo słabą temperaturową zależność ΔRL_3 . Wyznaczona z zależności $\Delta RL_3(T)$ temperatura uporządkowania CoO wynosi około 300 K. Powyżej T_N warstwy CoO zanotowano niezerową wartość ΔRL_3 . Wynik ten wskazuje na obecność naturalnego dichroizmu w warstwie AFM, który charakteryzuje bardzo słaba zależność od temperatury [72]. Na Rysunku 34, oprócz zależności $\Delta RL_3(T)$ dla CoO w układzie FeO/CoO/MgO, przedstawiono wartości ΔRL_3 w temperaturze 80 K i 300 K, wyznaczone dla CoO w heterostrukturze FeO/CoO/Cr/MgO. Celem dodatkowych badań było porównanie wartości ΔRL_3 dla warstwy AFM przygotowanej na buforze Cr i MgO. Wyniki ΔRL_3 wyznaczone dla CoO w strukturze FeO/CoO/Cr/MgO są porównywalne z tymi, które zostały otrzymane dla AFM pomiędzy FeO a MgO. Dodatnia wartość parametru ΔRL_3 wskazuje na ułożenie spinów CoO w płaszczyźnie próbki, podobnie jak w przypadku wielowarstw przygotowanych na MgO. Wynik ten nie jest zaskakujący, jeśli weźmiemy pod uwagę, że stała sieci Cr jest mniejsza, podobnie jak w przypadku MgO, niż stała sieci CoO. Warstwa CoO zarówno w układzie

CoO/MgO oraz w układzie CoO/Cr doznaje naprężenia ściskającego, które może determinować kierunek uporządkowania magnetycznego.



Rysunek 35. Widma XAS zmierzone na krawędzi absorpcji $L_{2,3}$ Fe w temperaturze 80 K (kolor czarny i czerwony) i 300 K (kolor zielony i niebieski) dla dwóch różnych kątów padania wiązki promieniowania X w układzie FeO(1.7 nm)/CoO(2 nm)/MgO(001).

W celu zbadania efektu liniowego dichroizmu promieniowania X warstwy FeO(1.7 nm) w układzie FeO/CoO, pomiary XAS na krawędziach absorpcji L_2 i L_3 żelaza zostały wykonane dla dwóch różnych kątów padania promieniowania. Przykładowe widma zarejestrowane w temperaturze 80 K i 300 K zostały przedstawione na Rysunku 35. Na krawędzi L_3 Fe zaobserwowano małą różnicę w sygnale XAS dla widm zmierzonych dla kątów $\beta = 0^\circ$ oraz $\beta = 60^\circ$. Niewielki dichroizm nie wykazywał żadnej zależności temperaturowej. W szczególności, nie zaobserwowano zmiany dichroizmu FeO w układzie FeO/CoO przy przejściu przez T_N wyznaczoną w pomiarach CEMS. Fakt ten oznacza, że zaobserwowany dichroizm nie jest związany z uporządkowaniem magnetycznym ale z lokalną symetrią pól krystalicznych. Spektroskopia Mössbauera jednoznacznie udowodniła magnetyczny charakter FeO poniżej temperatury uporządkowania. Brak XMLD może być więc związany z małą amplitudą efektu w porównaniu z naturalnym dichroizmem (XNLD) lub może wynikać z istnienia drobnej struktury domenowej o różnej orientacji wektora Néela w warstwach FeO.

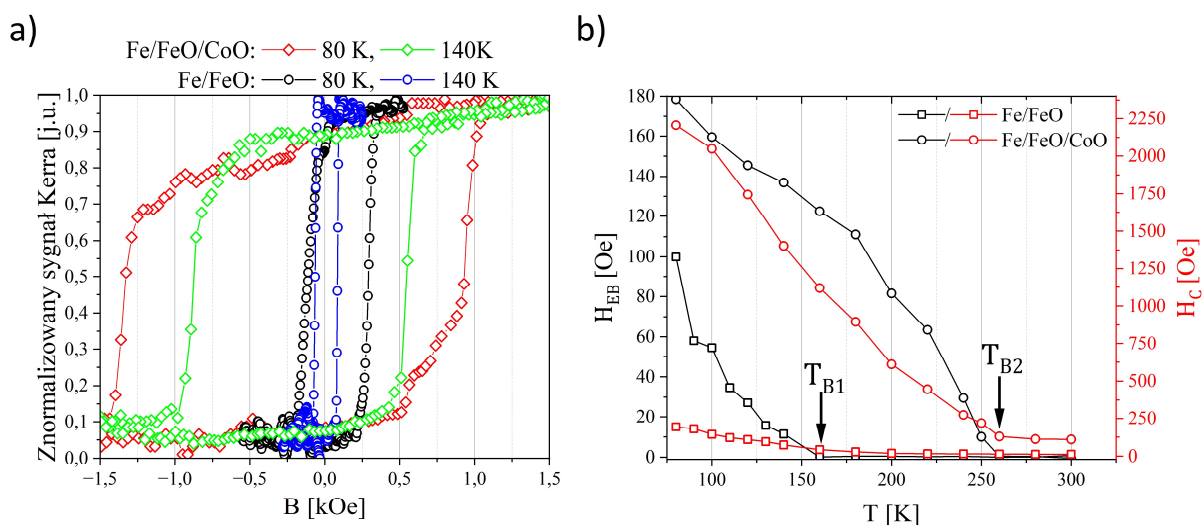
Pomiary liniowego dichroizmu promieniowania X w dwuwarstwie FeO/CoO pozwoliły na wyznaczenie T_N tlenku kobaltu w układzie MgO/FeO/CoO. Temperatura Néela CoO jest porównywalna z temperaturą uporządkowania FeO wyznaczoną z pomiarów CEMS, co

pozwała stwierdzić, że wzmocnienie temperatury uporządkowania magnetycznego warstwy wustytu o grubości 1.7 nm jest spowodowana efektem bliskości magnetycznej 2 nm CoO.

5.4. MOKE – oddziaływanie wymienne w trójwarstwie Fe/FeO/CoO

Modyfikacja właściwości magnetycznych FeO dzięki bliskości sąsiadującej warstwy CoO może wpływać na oddziaływanie wymiany pomiędzy cienką warstwą FM a FeO w układzie FM/FeO/CoO. W celu zbadania tego efektu przygotowano kilka układów wielowarstwowych, w których dwuwarstwa FeO/CoO została pokryta cienką warstwą Fe o grubości 1 nm. Właściwości magnetyczne układów zostały scharakteryzowane przy użyciu techniki MOKE w konfiguracji podłużnej (LMOKE). W trakcie pomiarów pętli histerezy FM, zewnętrzne pole magnetyczne było przykładane w płaszczyźnie warstw, wzdłuż kierunku [001] Fe (równoległe do kierunku [110] MgO). Podczas pomiarów próbki były umieszczone w kriostacie, co umożliwiało wykonanie systematycznych pomiarów w zakresie temperatur od 80 K do 350 K.

W celu określenia wpływu CoO na magnetyczne właściwości Fe/FeO pomiary pętli histerezy wykonane dla układu Fe (1 nm)/FeO (1.7 nm)/CoO(2 nm)/MgO(001) zostały porównane z pętlami zmierzonymi dla Fe (1 nm)/FeO (1.7 nm)/MgO(001). Na Rysunku 36(a) przedstawiono przykładowe pętłe LMOKE zarejestrowane w temperaturze 80 K oraz 140 K w układzie Fe/FeO (kolor czarny i niebieski) oraz Fe/FeO/CoO (kolor czerwony i zielony). Zarówno w temperaturze 80 K, jak 140 K pętłe zmierzone dla trójwarstwy Fe/FeO/CoO charakteryzują się większym polem koercji niż te zarejestrowane dla dwuwarstwy Fe/FeO.



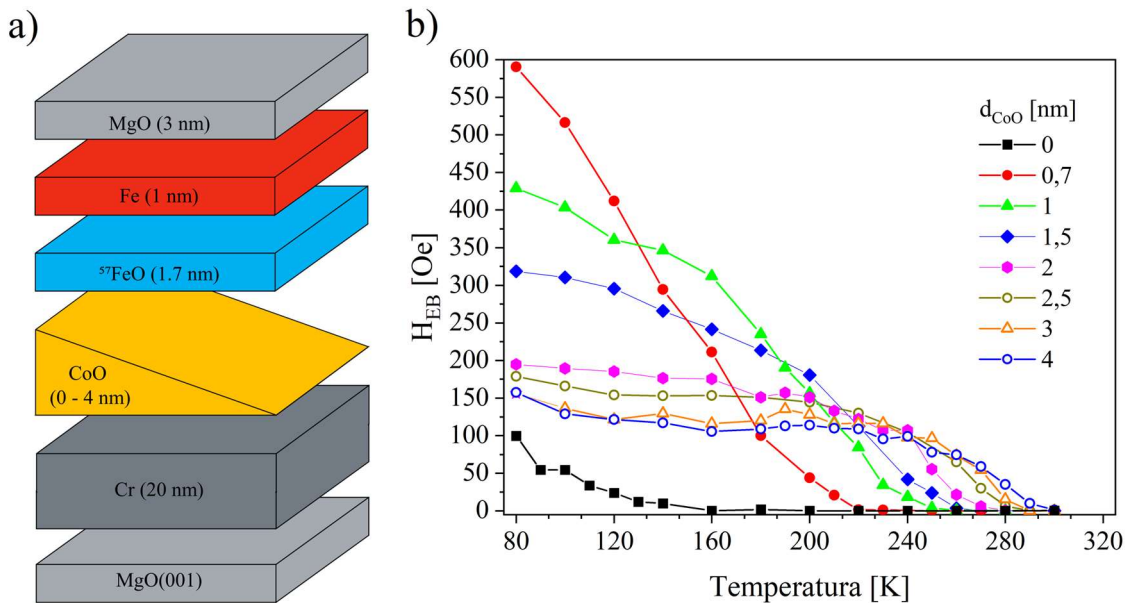
Rysunek 36. a) Przykładowe znormalizowane pętłe histerezy zmierzone w temperaturze 80 K i 140 K w dwóch układach: Fe/FeO/MgO oraz Fe/FeO/CoO/MgO. Zewnętrzne pole magnetyczne zostało przyłożone wzdłuż płaszczyznowego kierunku Fe[001]. b) Zależność temperaturowa pola *exchange bias* H_{EB} wyznaczonego z pętli histerezy Fe dla wymienionych układów wielowarstwowych.

Rysunek 36(b) pokazuje zależność pola koercji (H_C) oraz pola sprzężenia wymiennego *exchange bias* (H_{EB}) od temperatury. Wartości H_C oraz H_{EB} wyznaczono wykorzystując wzory:

$$H_C = (|H_{C_1}| + |H_{C_2}|) / 2, \quad (5.2)$$

$$H_{EB} = (H_{C_1} + H_{C_2}) / 2, \quad (5.3)$$

gdzie H_{C_1} oraz H_{C_2} są kolejno wartościami koercji dla rosnącej oraz malejącej gałęzi pętli histerezy. Począwszy od najniższych temperatur można zauważyć wyraźne wzmocnienie sprzężenia wymiennego na górnym interfejsie Fe/FeO w układzie Fe/FeO/CoO. Przykładowo, w 80 K wartość H_{EB} dla wielowarstwy Fe/FeO/CoO wynosiła około 180 Oe, podczas gdy w układzie Fe/FeO pole *exchange bias* było równe około 100 Oe. Dodatkowo, zaobserwowano zwiększenie T_B w układzie Fe/FeO/CoO w porównaniu z dwuwarstwą Fe/FeO. Temperatura blokowania wzrosła z 160 K (T_{B1}) do 260 K (T_{B2}) dla dwuwarstwy znajdującej się w kontakcie z CoO. Porównawcze pomiary dowodzą, że oddziaływanie wymienne na międzywierzchni Fe/FeO oraz temperatura blokowania mogą zostać wzmocnione wskutek bliskości CoO.

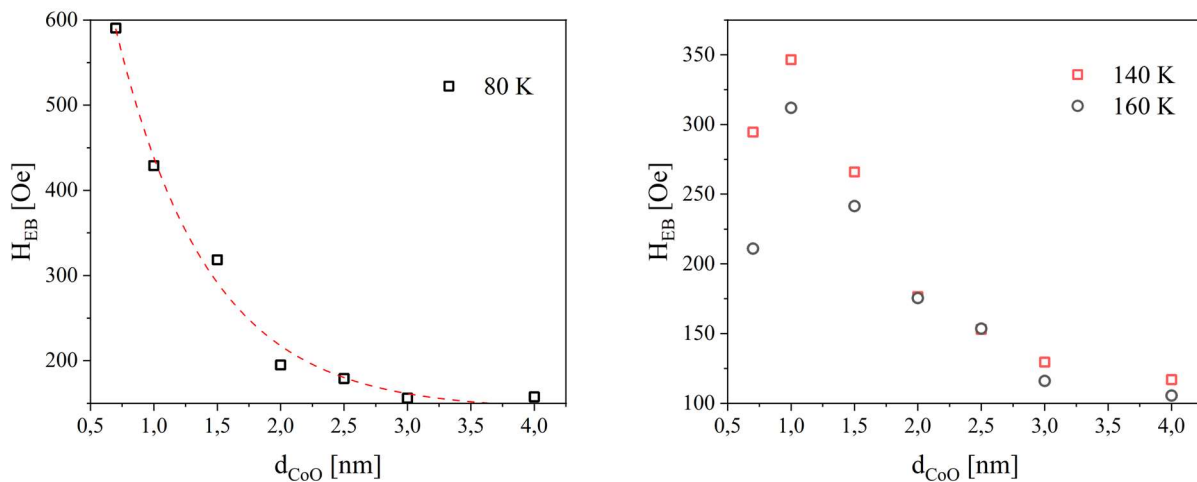


Rysunek 37. a) Schemat układu Fe/FeO/CoO/Cr/MgO(001) z klinową warstwą CoO. Grubości podwarstw zostały zaznaczone na schemacie. b) Temperaturowa zależność pola *exchange bias* $H_{EB}(T)$ dla różnych grubości podwarstwy CoO, d_{CoO} .

W celu określenia charakteru zależności $H_{EB}(T)$ dla różnych grubości CoO, przygotowana została osobna próbka, dla której warstwa tlenku kobaltu została wytworzona w formie klina. Użycie mechanicznej przesłony w trakcie depozycji CoO pozwoliło na otrzymanie warstwy tlenku o zmiennej grubości od 0 do 4 nm. Próbkę schematycznie przedstawioną na Rysunku 37(a) została przygotowana na buforze Cr o grubości 20 nm.

Temperaturową ewolucję pola sprzężenia wymiennego w zależności od grubości podwarstwy CoO (d_{CoO}) w układzie Fe/FeO/CoO przedstawiono na Rysunku 37(b). Dla wszystkich badanych d_{CoO} , bliskość warstwy CoO powoduje znaczące zwiększenie H_{EB} w trójwarstwowym układzie Fe/FeO/CoO. W temperaturze 80 K największe wzmocnienie pola H_{EB} zaobserwowano dla CoO o grubości 0.7 nm, dla której H_{EB} wzrosło sześciokrotnie w porównaniu z układem Fe/FeO.

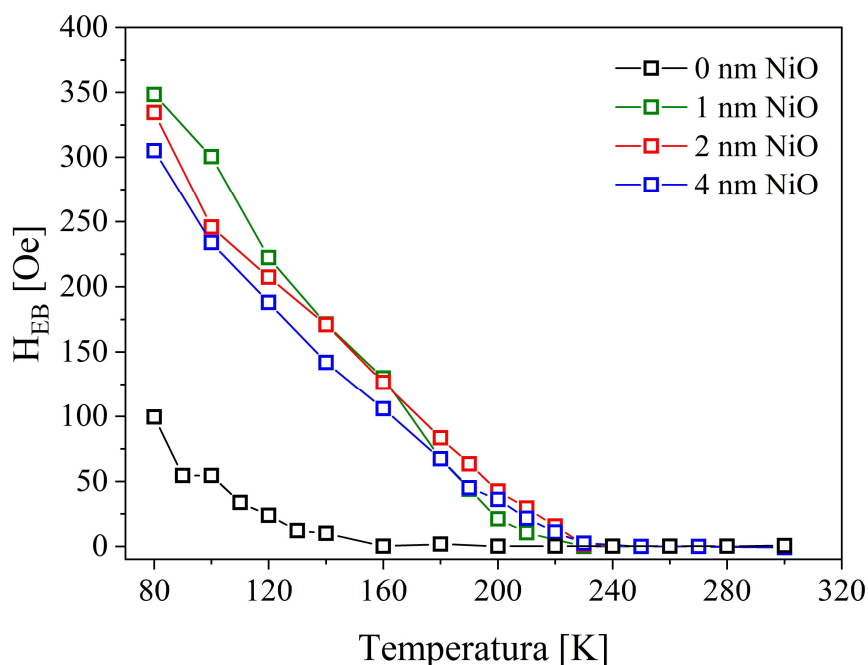
Dla dwuwarstwy Fe/FeO (Rysunek 37(b), czarne punkty) oraz trójwarstwy Fe/FeO/CoO(0.7nm) (Rysunek 37(b), czerwone punkty) zaobserwowano w przybliżeniu liniową zależność temperaturową pola sprzężenia wymiennego. Liniowa zależność $H_{\text{EB}}(T)$ została teoretycznie przewidziana dla układów FM/AFM o kubicznej anizotropii AFM przez Malozemoffa [139] i zaobserwowana dla dwuwarstw FM/CoO(NiO) [140, 141]. Temperatura blokowania w układzie Fe/FeO/CoO(0.7 nm) wynosi 220 K i jest znacznie wyższa niż wartość T_{B} zarejestrowana dla dwuwarstwy Fe/FeO (160 K). Z zależności $H_{\text{EB}}(T)$ wyznaczonej dla różnych grubości podwarstw CoO wynika, że dalsze zwiększanie d_{CoO} skutkuje stopniowym zmniejszeniem wartości pola *exchange bias* w 80 K oraz monotonicznym wzrostem T_{B} . Dla FeO przygotowanego na CoO o grubości 2 nm, dla którego wartość T_{N} wyznaczona z pomiarów CEMS wyniosła blisko 300 K, pole H_{EB} zanika w temperaturze 270 K. Wynik ten potwierdza, że T_{B} ultracienkiej warstwy AFM jest niższa niż temperatura uporządkowania, co znajduje potwierdzenie we wcześniejszych pracach eksperymentalnych [58]. W przypadku podwarstwy o największej grubości CoO ($d_{\text{CoO}} = 4$ nm), T_{B} wynosi około 300 K, i jest dwa razy wyższa niż temperatura blokowania wyznaczona dla dwuwarstwy Fe/FeO.



Rysunek 38. Zależność pola *exchange bias* (H_{EB}) od grubości podwarstwy tlenku kobaltu (d_{CoO}) wyznaczona z pomiarów MOKE przeprowadzonych w temperaturze 80 K dla układu Fe/FeO/CoO. Po prawej charakterystyki $H_{\text{EB}}(d_{\text{CoO}})$, wyznaczone dla pomiarów przeprowadzonych w 140 K i 160 K.

Charakter zależności $H_{\text{EB}}(T)$ zmienia się dla $d_{\text{CoO}} > 0.7$ nm. Dla tych grubości CoO, w zakresie niskich temperatur, H_{EB} wykazuje słabą zależność od temperatury, a wyraźna zmiana wartości pola *exchange bias* następuje powyżej pewnej temperatury krytycznej (T_{K}),

której wartość rośnie wraz ze wzrostem grubości CoO. Temperatury krytyczne, powyżej których obserwowana jest zmiana charakteru zależności $H_{EB}(T)$ są zbliżone do zaobserwowanych wcześniej wartości T_B w układzie CoO/Fe [142]. Wynik ten sugeruje że zmiana charakteru zależności $H_{EB}(T)$ jest związana ze zmianą anizotropii warstwy FeO powyżej temperatury blokowania CoO. Dla $0.7 \text{ nm} < d_{\text{CoO}} < 3 \text{ nm}$, poniżej temperatury 140 K zaobserwowano monotoniczny spadek wartości H_{EB} wraz ze zwiększaniem grubości CoO. Dalsze zwiększanie grubości tlenku nie wpływa na wartość H_{EB} . Niemonotoniczny charakter zależności $H_{EB}(d_{\text{CoO}})$ pojawia się dla $T \geq 140 \text{ K}$. Przykładowe charakterystyki $H_{EB}(d_{\text{CoO}})$ zostały przedstawione na Rysunku 38. Zgodnie z przewidywaniami teoretycznymi Malozemoffa, wartość pola *exchange bias* jest proporcjonalna do odwrotności grubości antyferromagnetyka (d_{AFM}), $H_{EB} \sim 1/d_{\text{AFM}}$ [143]. W przypadku badanej trójwarstwy Fe/FeO/CoO(d_{CoO}) zależność ta jest spełniona dla $T < 140 \text{ K}$. Niemonotoniczna zależność $H_{EB}(d_{\text{AFM}})$ dla $T \geq 140 \text{ K}$ jest podobna do zależności obserwowanych w pracach [142, 144] dla dwuwarstw FM/CoO, gdzie zmienność H_{EB} wraz ze zmianą d_{AFM} została wytłumaczona przy założeniu istnienia struktury domenowej w warstwie AFM [130]. Zmiana charakteru zależności $H_{EB}(d_{\text{CoO}})$ w układzie Fe/FeO/CoO pokazuje, że w niskich temperaturach układ zachowuje się jak dwuwarstwa Fe/FeO, podczas gdy powyżej temperatury krytycznej przyjmuje właściwości układu FM/CoO.



Rysunek 39. Charakterystyka temperaturowa pola *exchange bias* (H_{EB}) wyznaczona dla układu Fe(1 nm)/FeO(1.7 nm)/NiO(d_{NiO})/MgO dla różnych grubości tlenku niklu.

Właściwości magnetyczne układu Fe/FeO/CoO/Cr zostały porównane z właściwościami wielowarstwy Fe/FeO/NiO/Cr, dla której AFM warstwa CoO została zastąpiona izostrukturalną warstwą NiO. Pomiar MOKE w układzie Fe/FeO/NiO/Cr

przeprowadzono dla warstw NiO o grubościach 1 nm, 2 nm, 4 nm, analogiczne do pomiarów wykonanych dla Fe/FeO/CoO/Cr. Na Rysunku 39 przedstawiono temperaturową ewolucję H_{EB} dla różnych wartości d_{NiO} . Dla dwuwarstw przygotowanych na NiO zaobserwowano wyraźne wzmocnienie H_{EB} . Wartość sprzężenia *exchange bias* wzrosła z około 105 Oe dla Fe/FeO do 350 Oe dla Fe/FeO/NiO(1 nm). Podobnie jak w przypadku Fe/FeO/CoO w temperaturze 80 K zanotowano spadek H_{EB} wraz ze wzrostem grubości tlenku, choć w układzie Fe/FeO/NiO osłabienie pola *exchange bias* jest mniej wyraźne, $H_{EB} = 350$ Oe dla $d_{NiO} = 1$ nm podczas gdy dla $d_{NiO} = 3$ nm $H_{EB} = 300$ Oe. Wraz ze wzrostem temperatury zaobserwowano monotoniczny spadek wielkości H_{EB} , aż do T_B wynoszącej około 230 K. Wynik ten wskazuje na zwiększenie temperatury blokowania w układzie Fe/FeO/NiO w porównaniu z T_B uzyskaną dla dwuwarstwy Fe/FeO (160 K). W przeciwieństwie do trójwarstwy Fe/FeO/CoO nie zaobserwowano żadnej zależności T_B od grubości tlenku.

6. Transfer anizotropii magnetycznej poprzez warstwę AFM – efekt bliskości magnetycznej w trójwarstwie Co/NiO/Fe

W poprzednim Rozdziale opisany został wpływ bliskości magnetycznej CoO (AFM₁), o wyższej temperaturze uporządkowania, na właściwości magnetyczne FeO (AFM₂) w dwuwarstwie AFM₂/AFM₁. W takim układzie wykazane zostało zwiększenie temperatury Néela w wyniku skutku bliskości drugiego antyferromagnetyka. Udowodniono również, że oddziaływanie pomiędzy dwoma antyferromagnetykami może wpłynąć na sprzężenie wymienne na górnym interfejsie FM/AFM₂, w trójwarstwie Fe/FeO/CoO(NiO). W Rozdziale 6 przedstawione zostaną wyniki badań, ukazujące wpływ ferromagnetycznej warstwy Fe na właściwości magnetyczne NiO oraz Co w układzie trójwarstwowym Co/NiO/Fe.

Anizotropia magnetyczna jest jednym z parametrów, który definiuje właściwości materiałów magnetycznych. W przypadku materiałów litych kierunek namagnesowania jest wymuszony poprzez anizotropię magnetokrystaliczną, której źródłem jest oddziaływanie spin-orbita. Wraz z obniżaniem grubości materiału anizotropia kształtu, która wynika z geometrycznego kształtu próbki może zdominować efektywną anizotropię układu. Dla cienkich warstw, dodatkowy przyczynek do efektywnej anizotropii układu może pochodzić od anizotropii magnetoelastycznej oraz anizotropii powierzchniowej, której pochodzenie jest związane z oddziaływaniem spin-orbita, często silnie zmodyfikowanym na powierzchni czy międzywierzchni. Jeśli udział różnego typu anizotropii zmienia się w funkcji grubości warstwy lub temperatury może dojść do zmiany preferowanego kierunku łatwego magnesowania w układzie, tzw. reorientacji spinowej (ang. *spin reorientation transition*, SRT).

Układem cienkowarstwowym dla którego przeszło 30 lat temu zaobserwowano zjawisko SRT jest Fe/W(110). Wraz ze wzrostem grubości epitaksjalnych warstw Fe(110) na powierzchni wolframu można zaobserwować zmianę preferowanego kierunku namagnesowania Fe z kierunku $[1\bar{1}0]$ do $[001]$. Obserwowane przejście SRT jest wynikiem współzawodnictwa faworyzującej kierunek $[1\bar{1}0]$ anizotropii powierzchniowej oraz anizotropii objętościowej, która sprzyja ułożeniu namagnesowania wzdłuż kierunku $[001]$ [145, 146]. Grubość warstwy, dla której występuje opisana spontaniczna reorientacja spinowa jest zwana grubością krytyczną, d_{crit} i zwykle przyjmuje wartość z przedziału (150 ± 100) Å, w zależności od warunków preparatyki, czy też warstw pokrywających Fe.

Najnowsze badania wykazały, że przejście SRT Fe w układzie AFM/Fe/W(110) może wpływać na właściwości magnetyczne warstwy AFM [147]. Wyniki badań zaprezentowane

w pracach [147, 148] pokazują, że anizotropia magnetyczna oraz kierunek spinów w warstwie NiO zależą od magnetycznych właściwości sąsiadującej warstwy Fe. Wraz z reorientacją kierunku łatwego magnesowania w Fe, która została wyindukowana poprzez zmianę grubości FM oraz zmianę temperatury dla danej grubości Fe, zaobserwowano zmianę kierunku spinów w warstwie NiO. Ponadto pokazano, że zmiana uporządkowania magnetycznego Fe za pomocą małego zewnętrznego pola magnetycznego prowadzi do zmiany kierunku wektora Néela w warstwie NiO wskutek sprzężenia na międzywierzchni AFM/FM [149].

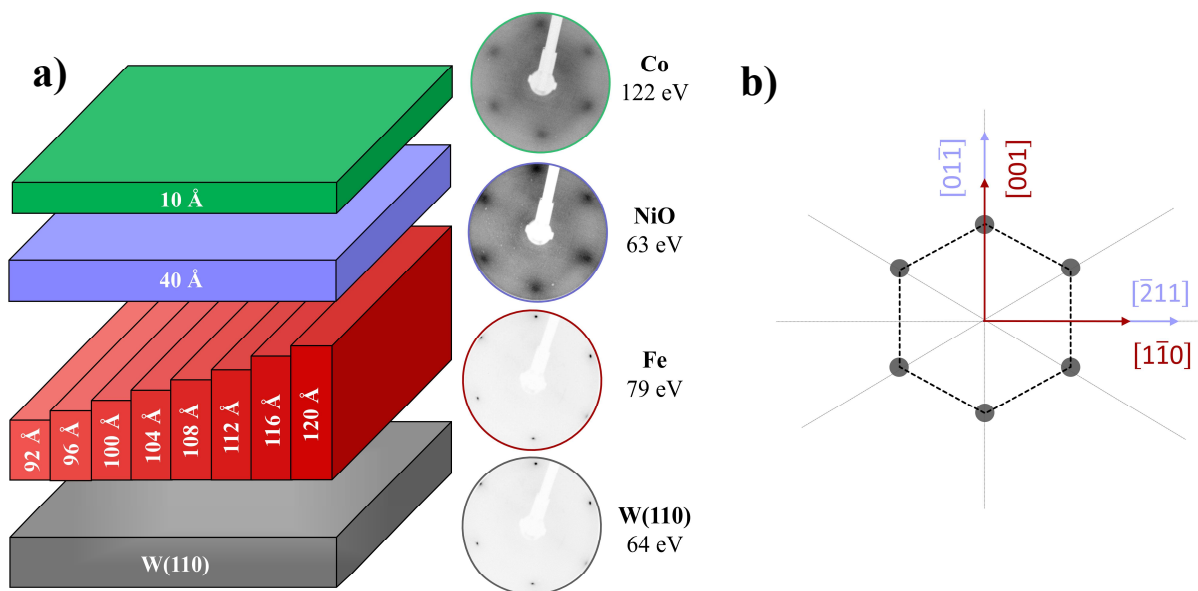
W niniejszej pracy rozszerzono badania nad układem NiO/Fe/W(110) do układu trójwarstwowego, Co/NiO/Fe/W(110). Przy użyciu spektroskopii XAS oraz obrazowania struktury domenowej metodą X - PEEM określono wpływ efektu bliskości magnetycznej Fe oraz NiO na magnetyczne właściwości cienkiej warstwy Co. Otrzymane w tej części rozprawy wyniki zostały opublikowane w pracy [150].

6.1. Preparatyka epitaksjalnych trójwarstw Co/NiO/Fe na podłożu W(110)

Epitaksjalne trójwarstwy Co/NiO/Fe zostały naniesione metodą MBE na monokrystaliczne podłoże wolframowe o orientacji powierzchni (110). Cechą odróżniającą podłoża wolframowe od opisanych w Rozdziale 5 podłoża MgO jest możliwość ich wielokrotnego wykorzystania. Z tego powodu preparatykę próbki poprzedza odpowiednia procedura czyszczenia powierzchni wolframu. Standardowa procedura czyszczenia polega na naprzemiennym kilkusekundowym wygrzewaniu podłoża w temperaturze około (1900 - 2100) K i następującym po nim wygrzewaniu przez 5 minut w temperaturze ~ 1400 K, w atmosferze tlenu. Zastosowanie procedury wygrzewania w tlenie powoduje segregację zanieczyszczeń znajdujących się w objętości kryształu do jego powierzchni. Z kolei szybkie zagrzanie W do wysokiej temperatury (tzw. flash) skutkuje usunięciem zanieczyszczeń z powierzchni kryształu [151]. Czystość powierzchni podłoża kontrolowana jest za pomocą spektrometru LEED. Na obrazie dyfrakcyjnym oczyszczonego podłoża wolframowego widoczne są wyłącznie ostre plamki, pochodzące od struktury powierzchni (1×1). W przypadku obecności dodatkowej rekonstrukcji lub wysokiego poziomu tła na obrazach LEED cykl czyszczenia jest powtarzany.

Na oczyszczony monokryształ W(110) o rozmiarach $8 \times 8 \times 1$ mm³, wykorzystując zmotoryzowaną mechaniczną przesłonę, naparowano w temperaturze pokojowej osiem pasków Fe o grubości (d_{Fe}) od 92 Å do 120 Å i szerokości ~ 1 mm. W celu uzyskania atomowo gładkiej, krystalicznej powierzchni (110), warstwa Fe została wygrzana po depozycji w 675 K przez 15

minut. Warstwy Fe pokryto 40 Å tlenku niklu nanoszonego poprzez reaktywną depozycję metalicznego Ni w atmosferze tlenu cząsteczkowego pod ciśnieniem 1×10^{-6} mbar. Ostatecznie, całość została przykryta 10 Å kobaltu. Po preparatyce próbkę przeniesiono *in-situ* do komory, w której wykonano pomiary XAS. Po przeprowadzeniu badań XAS na próbkę naniesiono 1 nm Au w celu zabezpieczenia górnej warstwy kobaltu przed utlenieniem podczas transportu próbki do mikroskopu X - PEEM.

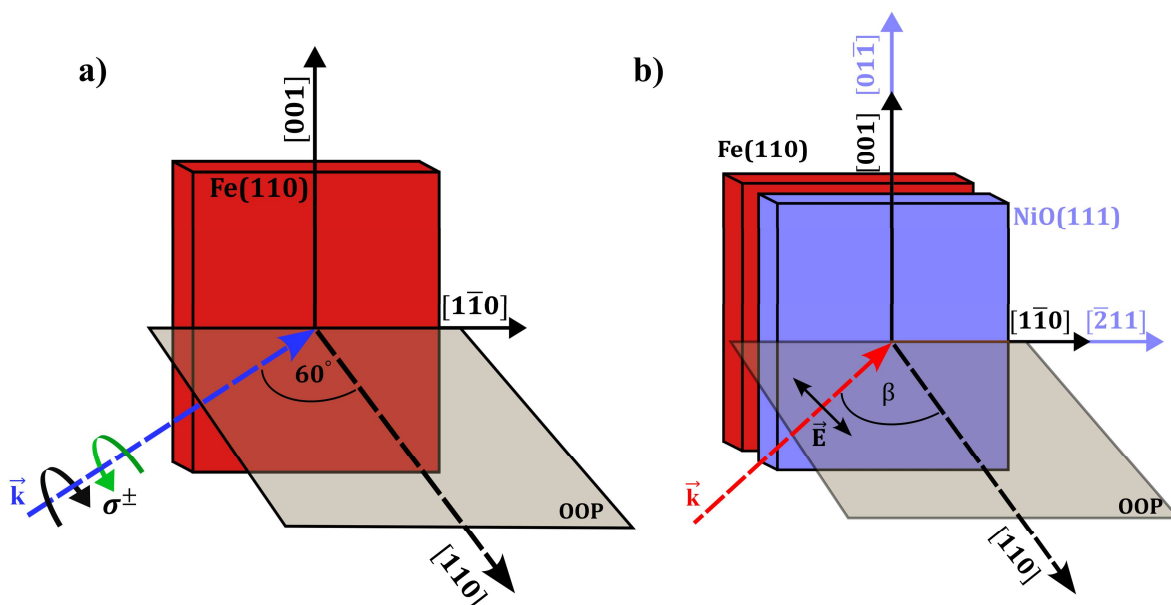


Rysunek 40. a) Schemat układu wielowarstwowego Co/NiO/Fe/W(110) z odpowiadającymi obrazami dyfrakcyjnymi LEED zarejestrowanymi po każdym z etapów preparatyki. Obok obrazów LEED umieszczone zostały wartości energii elektronów dla których rejestrowano obrazy dyfrakcyjne. b) wzajemna orientacja płaszczyznowych kierunków Fe(110) (kolor czerwony) i NiO(111) (kolor fioletowy).

Schemat opisanej wyżej trójwarstwy został przedstawiony na Rysunku 40(a) wraz z obrazami dyfrakcyjnymi LEED zarejestrowanymi podczas kolejnych etapów preparatyki. Na Rysunku 40(b) przedstawione zostały wzajemne orientacje krystalograficzne warstw Fe(110) oraz NiO(111), które określono eksperymentalnie na podstawie obrazów dyfrakcyjnych [148]. Ostre plamki dyfrakcyjne widoczne na obrazach LEED oraz brak dodatkowych rekonstrukcji wskazują na wysoką jakość epitaksjalnych warstw. Obraz LEED zarejestrowany po wygrzaniu warstwy Fe potwierdza strukturę bcc powierzchni żelaza. Powierzchnia NiO posiada sześciokrotną symetrię, co potwierdza wzrost tlenku niklu o orientacji (111) na warstwie Fe. W przypadku Co, obrazy dyfrakcyjne potwierdziły obecność powierzchni (0001) kobaltu hcp. Pomiary LEED pokazały, że struktura powierzchni warstw NiO i Co nie zależy od grubości podwarstwy Fe. Oznacza to, że źródłem zmian magnetycznych właściwości NiO oraz Co w układzie, które zostaną zaprezentowane w dalszej części tego rozdziału, nie są różnice w strukturze podwarstw.

6.2. Pierwiastkowo czuła spektroskopia promieniowania X w układzie Co/NiO/Fe/W(110)

Właściwości magnetyczne omawianej trójwarstwy zostały scharakteryzowane za pomocą spektroskopii XAS na linii PIRX Narodowego Centrum Promieniowania Synchrotronowego SOLARIS w Krakowie. Pomiary XAS wykonywano wykorzystując metodę detekcji TEY. Jako, że metoda TEY jest powierzchniowo czuła, głębokość próbkowania wynosiła do kilku nm. Pomiary XAS były wykonywane na ośmiu obszarach próbki, wyznaczonych poprzez różne grubości podwarstw Fe. Zakres grubości Fe został dobrany tak, aby pokryć przedział grubości w którym następuje zjawisko SRT w warstwie Fe.

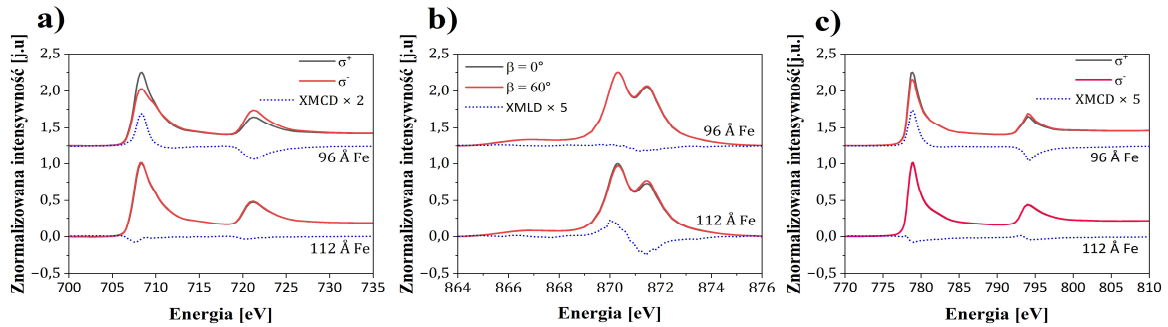


Rysunek 41. Schematyczne przedstawienie geometrii pomiarowych XAS dla układu Co/NiO/Fe/W(110) przeznaczonych do pomiaru efektów: a) XMCD – z wykorzystaniem polaryzacji kołowej prawo i lewoskrętnej ($\sigma^\pm$), b) XMLD – z wykorzystaniem polaryzacji liniowej o wektorze $\vec{E}$. OOP oznacza płaszczyznę prostopadłą do powierzchni warstwy, β jest kątem pomiędzy wiązką promieniowania padającego ($\vec{k}$) a normalną do powierzchni próbki.

W celu weryfikacji obecności przejścia SRT w warstwach Fe zostały wykonane pomiary XMCD, które pozwalają na wyznaczenie kierunku namagnesowania FM. Pomiary XMCD pozwoliły również na wyznaczenie kierunku namagnesowania warstwy Co.

Największa czułość zjawiska XMCD na namagnesowanie w płaszczyźnie występuje gdy wektor padania wiązki $\vec{k}$ promieniowania X jest równoległy do magnetyzacji $\vec{M}$. Przed pomiarami XMCD próbka została przemagnesowana w zewnętrznym polu magnetycznym o amplitudzie 140 mT. Pole przyłożono wzdłuż płaszczyznowego kierunku $[1\bar{1}0]$ Fe. Aby zyskać czułość na magnetyczne uporządkowanie Fe w płaszczyźnie warstwy, manipulator z próbką został obrócony tak, by kąt $\beta = 60^\circ$. W takiej geometrii pomiaru kąt pomiędzy normalną do powierzchni warstwy a wektorem $\vec{k}$ wynosi 60° , co zapewnia wystarczająco wysoką czułość na

namagnesowanie w płaszczyźnie warstwy. Geometria pomiaru XMCD została przedstawiona na Rysunku 41(a). W trakcie pomiarów XMCD rzut wektora falowego na płaszczyznę próbki był równoległy do kierunku $[1\bar{1}0]$ Fe ($\mathbf{k} \parallel [1\bar{1}0]$ Fe). Widma XAS zostały zarejestrowane dla lewoskrętnej (ang. *left-handed circular polarization* – LHCP, σ^-) i prawoskrętnej (ang. *right-handed circular polarization* – RHCP, σ^+) polaryzacji kołowej. Rysunek 41(b) przedstawia geometrię pomiarową, dla której wykonano pomiary XAS na krawędzi absorpcji L_2 Ni. W celu zbadania efektu XMLD w układzie Co/NiO/Fe widma XAS były rejestrowane dla dwóch kątów padania β , 0° i 60° . Rzut liniowej polaryzacji światła na płaszczyznę próbki był równoległy do kierunku $[1\bar{1}0]$ Fe ($\mathbf{E} \parallel [1\bar{1}0]$ Fe).



Rysunek 42. Znormalizowane widma XAS zmierzone w układzie Co(10 Å)/NiO(40 Å)/Fe(d_{Fe}) dla obszarów próbki o dwóch różnych grubościach żelaza, $d_{\text{Fe}} = 96 \text{ Å}$ i $d_{\text{Fe}} = 112 \text{ Å}$. Widma zostały zarejestrowane w temperaturze 80 K na krawędziach absorpcji: a) $L_{2,3}$ Fe, b) L_2 Ni c) $L_{2,3}$ Co. W przypadku a) oraz c) pomiary XAS zostały wykonane dla dwóch polaryzacji kołowych, oznaczonych jako σ^+ oraz σ^- , a rzut wektora falowego na powierzchnię próbki był równoległy do kierunku $[1\bar{1}0]$ Fe. Widma NiO zostały zmierzone z wykorzystaniem liniowej polaryzacji wiązki padającej, której wektor polaryzacji $\mathbf{E}$ (lub jego rzut na płaszczyznę) był równoległy do kierunku $[1\bar{1}0]$ Fe. Poniżej widm znajdują się wyliczone intensywności efektów XMCD oraz XMLD. Intensywności zostały przeskalowane w celu lepszej wizualizacji.

Przykłady widm XAS zmierzonych w temperaturze 80 K na krawędziach $L_{2,3}$ Co i Fe dla dwóch polaryzacji kołowych oraz na krawędzi L_2 niklu dla liniowej polaryzacji promieniowania przedstawiono na Rysunku 42. Widma zarejestrowano dla dwóch różnych obszarów próbki, które odpowiadały kolejno grubościom Fe 96 Å i 112 Å. W przypadku pomiarów XAS wykonanych na linii $L_{2,3}$ Fe (Rysunek 42(a)), na części próbki o grubości $d_{\text{Fe}} = 96 \text{ Å}$, zanotowano znaczną różnicę intensywności dla widm absorpcyjnych zmierzonych dla dwóch przeciwnych polaryzacji kołowych (σ^+ , σ^-) (Rysunek 42(a), górny panel). Z kolei dla warstwy Fe o grubości 112 Å widma zarejestrowane dla polaryzacji prawo- i lewo- skrętnej pozostają niemalże identyczne (Rysunek 42(a), dolny panel). Obecność dużego efektu XMCD dla $d_{\text{Fe}} = 96 \text{ Å}$ wskazuje, że wektor namagnesowania $\mathbf{M}$ cienkiego Fe jest równoległy do kierunku $[1\bar{1}0]$. Dla części próbki z grubszą warstwą Fe ($d_{\text{Fe}} = 112 \text{ Å}$), w przeciwieństwie do obszaru z cieńszym Fe, nie zaobserwowano sygnału XMCD. Fakt ten wskazuje na to, że orientacja momentów magnetycznych grubszej warstwy Fe jest prostopadła do rzutu wektora $\mathbf{k}$ na płaszczyznę próbki i równoległa do płaszczyznowego kierunku $[001]$. Wynik ten oznacza, że grubość krytyczna dla której zachodzi zjawisko SRT w warstwie Fe z kierunku $[1\bar{1}0]$ do

kierunku [001] zawiera się w przedziale grubości Fe $96 \text{ \AA} < d_{\text{Fe}} < 112 \text{ \AA}$. W celu zbadania czy magnetyczne właściwości warstwy Fe mają wpływ na magnetyzm warstwy NiO wykonano pomiary XAS na krawędzi absorpcji L_2 Ni, dla liniowej polaryzacji padającego światła (Rysunek 42(b)). Widma XAS zarejestrowano dla dwóch różnych kątów β dla części próbki z warstwą Fe o grubości $96 \text{ \AA}$ i $112 \text{ \AA}$. Zmierzone widma XAS, z dwoma wyraźnymi maksimami absorpcji oddzielonymi od siebie o $\sim 1.4 \text{ eV}$, mają strukturę typową dla tlenku niklu [129]. Widmo XAS zmierzone dla NiO/Fe ($d_{\text{Fe}} = 112 \text{ \AA}$) wykazuje dużo większą czułość na zmianę kąta padania β w porównaniu z widmem zarejestrowanym dla NiO/Fe ($d_{\text{Fe}} = 96 \text{ \AA}$). Jak wcześniej pokazano dla NiO(111)/Fe(110) [147, 149] takie zachowanie świadczy o zmianie kierunku wektora Néela w warstwie NiO z kierunku $[1\bar{1}0] \text{ Fe}$ ($[\bar{2}11] \text{ NiO}$) do kierunku $[001] \text{ Fe}$ ($[01\bar{1}] \text{ NiO}$).

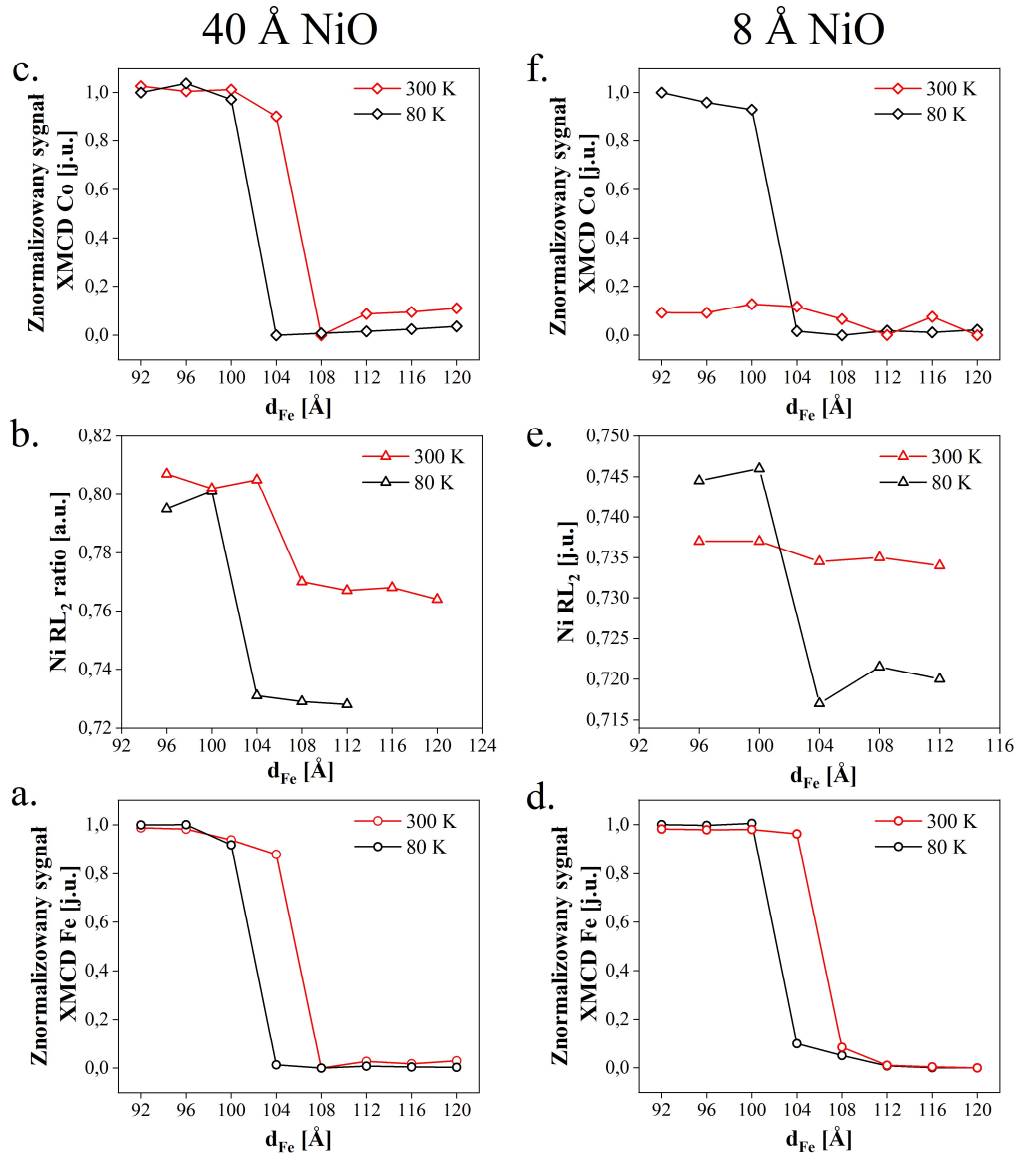
Ilościowo, wielkość efektu XMLD może być opisana za pomocą parametru RL_2 , zdefiniowanego jako stosunek intensywności sygnału XAS zarejestrowanego dla energii 871.4 eV do sygnału dla energii 870.1 eV [129, 152]. W przypadku widma zmierzonego dla $\beta = 0^\circ$ dla grubości żelaza równej $96 \text{ \AA}$ stosunek $RL_2 = 0.8$, natomiast dla grubszego Fe stosunek RL_2 jest równy 0.73 . Wartości te są porównywalne z tymi otrzymanymi wcześniej dla układu NiO/Fe w którym zaobserwowano reorientację spinów NiO wyindukowaną przejściem SRT w warstwie Fe. Podsumowując, wraz ze zmianą kierunku $\mathbf{M}$ w warstwie Fe w układzie Co/NiO/Fe/W obserwowana jest zmiana kierunku wektora Néela w warstwie NiO. Reorientacja spinowa w warstwie NiO jest wynikiem silnego sprzężenia na interfejsie pomiędzy momentami magnetycznymi Fe i NiO, co znajduje potwierdzenie we wcześniejszych pracach eksperymentalnych [147–149]. Aby zbadać wpływ reorientacji struktury spinowej w dwuwarstwie NiO/Fe na magnetyczne właściwości górnej warstwy Co, wykonane zostały pomiary XMCD na krawędzi absorpcji $L_{2,3}$ Co. Rysunek 42(c) przedstawia widma XAS zarejestrowane dla dwóch polaryzacji kołowych dla części próbki z warstwą Fe o grubości $d_{\text{Fe}} = 96 \text{ \AA}$ i $d_{\text{Fe}} = 112 \text{ \AA}$. Podobnie jak w przypadku pomiarów wykonanych na krawędziach $L_{2,3}$ Fe sygnał XMCD został zaobserwowany dla obszaru próbki z cieńszym żelazem, podczas gdy dla $d_{\text{Fe}} = 112 \text{ \AA}$ nie zarejestrowano XMCD. Wynik ten sugeruje, że w warstwie Co, podobnie jak w warstwie Fe i NiO, występuje efekt reorientacji spinowej. Oznacza to, że oddziaływanie na interfejsie Co/NiO oraz NiO/Fe umożliwia powielenie stanu magnetycznego dolnej warstwy Fe przez górną warstwę Co.

Systematyczne pomiary XAS w funkcji grubości żelaza pokazały, że grubość krytyczna definiuje nie tylko d_{Fe} dla której następuje SRT w warstwie Fe, ale również reorientację kierunku spinów w warstwach NiO oraz Co. Rysunek 43(a, c) przedstawia ewolucję sygnału XMCD, wyliczanego jako asymetria intensywności absorpcji promieniowania X dla dwóch

różnych polaryzacji kołowych na krawędzi L_3 Fe (Rysunek 43(a)) oraz L_3 Co (Rysunek 43(c)). Pomiary XAS zostały wykonane dla geometrii przedstawionej na Rysunku 41 dla $\beta = 60^\circ$. Sygnał XMCD dla Fe oraz Co został wyznaczony z wykorzystaniem Równania 4.20:

$$I_{\text{XMCD}} = \frac{I^{\sigma+} - I^{\sigma-}}{I^{\sigma+} + I^{\sigma-}}, \quad (6.1)$$

gdzie I_{XMCD} jest intensywnością sygnału asymetrii, natomiast $I^{\sigma+}$ oraz $I^{\sigma-}$ to wartości intensywności sygnału dla prawo- i lewo-skrętnej polaryzacji kołowej na krawędziach absorpcji L_3 Fe (Co).



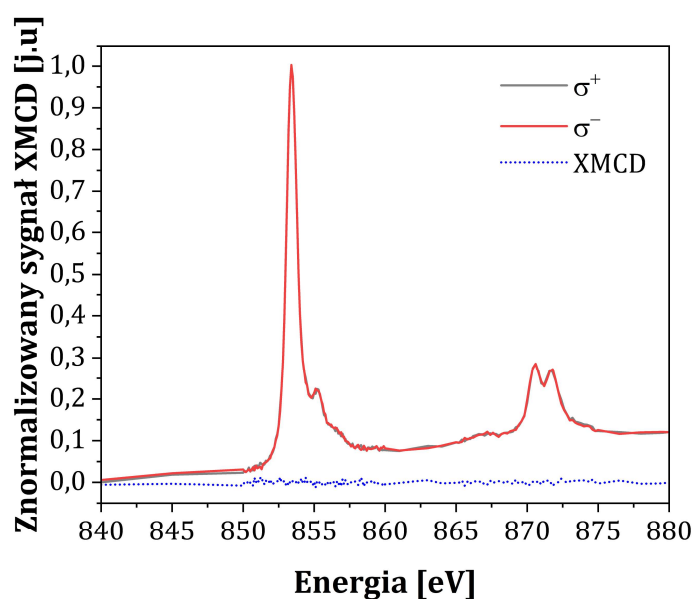
Rysunek 43. Zależność znormalizowanego sygnału XMCD (a,d), (c,f) oraz RL₂ (b,e) od grubości podwarstwy Fe. Sygnał XMCD wyznaczono z pomiarów XAS na krawędzi absorpcji L_3 Fe (a,d) oraz Co (c,f) w 80 K (kolor czarny) oraz 300 K (kolor czerwony). Zależność RL₂ (b,e) została wyznaczona na podstawie widm XAS NiO zmierzonych w 80 K oraz 300 K. Lewa oraz prawa kolumna przedstawiają kolejno wyniki dla układów Co/NiO(40Å)/Fe oraz Co/NiO(8Å)/Fe.

Przedstawione wartości XMCD zostały znormalizowane do sygnału dichroizmu wyznaczonego dla części próbki o $d_{\text{Fe}} = 92$ Å w temperaturze 80 K. Ponieważ pomiary były

przeprowadzane dla promieniowania X padającego wzdłuż kierunku $[1\bar{1}0]$ Fe, wartość 1 na przedstawionych wykresach XMCD(d_{Fe}) oznacza kierunek namagnesowania $\mathbf{M}$ warstwy Fe równoległy do tego kierunku $[1\bar{1}0]$, podczas gdy wartość 0 wskazuje na ułożenie wektora $\mathbf{M}$ prostopadle do kierunku padania promieniowania ($\mathbf{M} \parallel \text{Fe}[001]$). W temperaturze 80 K magnetyzacja podwarstwy Fe jest równoległa do kierunku $[1\bar{1}0]$ aż do grubości $d_{Fe} = 100 \text{ \AA}$, powyżej której występuje efekt SRT. Dla $d_{Fe} = 104 \text{ \AA}$ momenty magnetyczne Fe są równoległe do kierunku $[001]$. Charakter zależności XMCD(d_{Fe}) jest powielony przez zależność XMLD(d_{Fe}). Rysunek 43(b,e) przedstawia ewolucję stosunku RL_2 , wyznaczanego z widm XAS zmierzonych na krawędzi absorpcji L_2 Ni w funkcji grubości podwarstwy Fe. Gwałtowna zmiana sygnału XMCD, pochodzącego od warstwy żelaznej, jest w pełni „odbita” w zależności $RL_2(d_{Fe})$. Amplituda RL_2 spada z 0.8 do 0.73 wraz ze wzrostem grubości Fe od 100 $\text{\AA}$ do 104 $\text{\AA}$. Wynik ten potwierdza, że rotacji spinów w warstwie Fe towarzyszy zmiana kierunku uporządkowania momentów magnetycznych w sąsiadującej warstwie antyferromagnetyka. Zależność XMCD(d_{Fe}) wyznaczona na krawędzi L_3 Co wykazuje podobny trend do sygnału dichroizmu wyznaczonego na krawędzi L_3 Fe oraz L_2 Ni. Grubość krytyczna dla której obserwowany jest gwałtowny spadek sygnału XMCD Co jest taka sama jak d_{crit} wyznaczona dla Fe i NiO. Oznacza to, że obrotowi struktury spinowej w warstwie Fe i NiO towarzyszy obrót namagnesowania w górnej warstwie Co, co może być wynikiem silnego sprzężenia wymiennego na interfejsie Co/NiO. Innym wytłumaczeniem efektu replikowania kierunku $\mathbf{M}$ warstwy Fe przez warstwę Co jest magnetostatyczne sprzężenie typu *orange peel*, którego obecność jest zwykle związana z szorstkością interfejsów [153, 154]. Oddziaływanie magnetostatyczne pomiędzy dwiema warstwami ferromagnetyka oddzielonymi przekładką może prowadzić do wzajemnego równoległego ułożenia spinów. Aby zweryfikować, czy zmiana sygnału XMCD w warstwie Co jest konsekwencją silnego sprzężenia wymiennego na interfejsach FM/AFM i AFM/FM czy jest skutkiem oddziaływania magnetostatycznego należy wykonać pomiary XAS próbki powyżej T_N warstwy NiO. Wraz z przekroczeniem T_N zanika uporządkowanie magnetyczne AFM. Stąd, jeśli źródłem reorientacji spinowej w Co jest oddziaływanie wymiany, sygnał XMCD na linii L_3 Co nie powinien zmieniać się w funkcji grubości Fe. Warstwa kobaltu w tym przypadku powinna być nieczuła na zmiany anizotropii magnetycznej podwarstwy żelaznej. Ponieważ T_N warstwy NiO jest wysoka (wynosi ponad 400 K), a podgrzanie układu do temperatury powyżej 400K wiąże się z wysokim prawdopodobieństwem redukcji warstwy NiO, niemożliwe było przeprowadzenie takiego eksperymentu w układzie Co/NiO(40 $\text{\AA}$)/Fe. Eksperyment został przeprowadzony dla analogicznej próbki wielowarstwowej (jak ta pokazana na schemacie na Rysunku 40), o grubości podwarstwy NiO równej 8 $\text{\AA}$. Dla nowopowstałej trójwarstwy wykonano identyczne

pomiary XMCD(d_{Fe}) oraz $RL_2(d_{Fe})$, jak w przypadku Co/NiO(40 Å)/Fe. Wyniki pomiarów zostały przedstawione w prawej kolumnie na Rysunku 43. W temperaturze 80 K, zaobserwowana została podobna zależność XMCD (Rysunek 43(d, f)) oraz RL_2 (Rysunek 43(e)) jak ta wyznaczona dla układu z 40 Å NiO. Z zależności wynika, że w niskiej temperaturze, gdy cienka warstwa tlenku niklu jest uporządkowana magnetycznie, rotacji spinów Fe towarzyszy również zmiana kierunku momentów magnetycznych w warstwie Co. W temperaturze pokojowej, wartość RL_2 pozostaje niemal stała i nie zależy od SRT w warstwie Fe. Oznacza to, że w przypadku 8 Å NiO, $T = 300$ K jest wyższa niż T_N warstwy NiO. Gdy NiO znajduje się w stanie paramagnetycznym sygnał XMCD Co pozostaje stały, niezależnie od grubości Fe. Wynik ten dowodzi, że zmiany XMCD w górnej warstwie ferromagnetyka są skorelowane z właściwościami magnetycznymi NiO i nie wynikają z oddziaływań magnetostatycznych. Ponieważ siła oddziaływania międzywarstwowego typu *orange peel* maleje wraz ze zwiększeniem grubości przekładki pomiędzy ferromagnetykami [153], pojawienie się przyczynku od sprzężenia magnetostatycznego w układzie Co/NiO(40 Å)/Fe może zostać wykluczone.

Za pomocą pomiarów XAS sprawdzono, czy zmiana uporządkowania magnetycznego w trójwarstwie nie jest związana z obecnością ferromagnetycznych spinów w NiO. Na Rysunku 44 przedstawione zostały widma XAS zarejestrowane na krawędzi absorpcji L_2 Ni dla dwóch polaryzacji kołowych, σ^+ i σ^- . Identyczny kształt widm oraz brak sygnału XMCD pozwala stwierdzić, że próbka nie zawiera magnetycznych atomów metalicznego niklu.



Rysunek 44. Widma XAS zarejestrowane w temperaturze 80 K na krawędzi absorpcji L_2 Ni dla dwóch różnych polaryzacji kołowych. Poniżej przedstawiona została różnica intensywności pomiędzy parą widm.

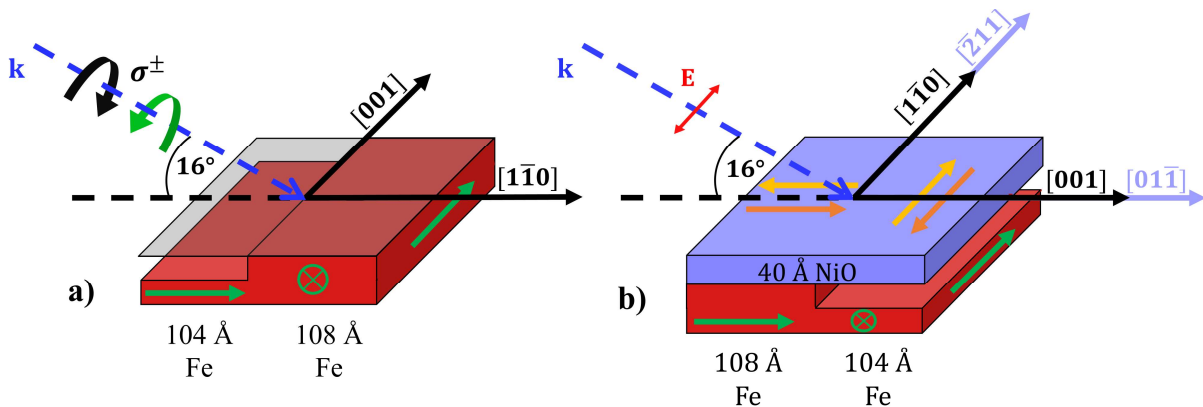
Pomiary XMCD i XMLD w funkcji grubości podwarstwy Fe w układzie Co/NiO(40 Å)/Fe pokazały, że grubość krytyczna w temperaturze 300 K (czerwone punkty na Rysunku

43) wzrosła w stosunku do d_{crit} wyznaczonej w $T = 80$ K. W temperaturze 300 K dla $d_{\text{Fe}} = 104$ Å momenty magnetyczne Fe, NiO oraz Co są równoległe do kierunku $[1\bar{1}0]$ żelaza podczas gdy w 80 K, spiny warstw FM oraz NiO porządkują się wzdłuż kierunku $[001]$ Fe. Wzrost grubości krytycznej w $T = 300$ K jest związany ze wzrostem anizotropii magnetycznej w kierunku $[1\bar{1}0]$ w warstwie Fe(110) [155].

6.3. Wizualizacja struktury domenowej z wykorzystaniem mikroskopii X - PEEM

Celem jednoznacznego potwierdzenia transferu właściwości magnetycznych Fe do warstwy Co poprzez antyferromagnetyk, w układzie Co/NiO/Fe zobrazona została magnetyczna struktura domenowa. Użycie mikroskopu X - PEEM pozwoliło na zarejestrowanie struktury domenowej z chemiczną czułością. Badania X - PEEM zostały wykonane na linii badawczej CIRCE w synchrotronie ALBA [156] oraz na linii Nanospectroscopy w synchrotronie Elettra [157].

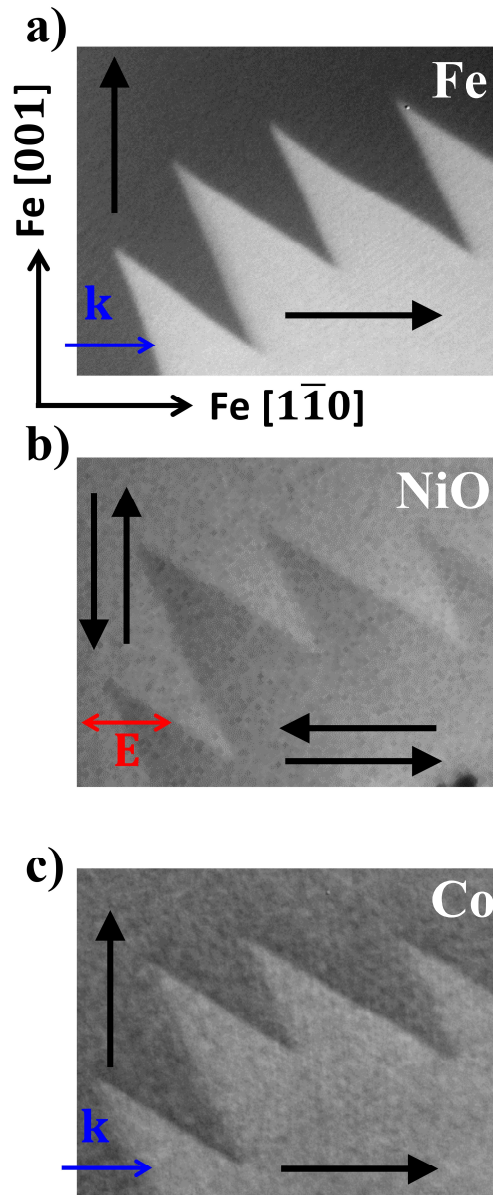
Struktura domenowa FM została zobrazona przy użyciu kołowo spolaryzowanego promieniowania (XMCD - PEEM), natomiast w przypadku antyferromagnetyka wykorzystano promieniowanie o liniowej polaryzacji (XMLD - PEEM). Rysunek 45 przedstawia schemat geometrii pomiarowych użytych podczas rejestracji obrazów PEEM.



Rysunek 45. Schematyczne przedstawienie geometrii pomiarowych wykorzystanych podczas obrazowania metodą XPEEM na granicy pomiędzy dwoma obszarami Fe (96 Å i 112 Å) w układzie Co/NiO/Fe : a) geometria wykorzystana w pomiarze XMCD-PEEM z użyciem polaryzacji kołowych o przeciwnej skrętności (σ^+ , σ^-), $\mathbf{k} \parallel [1\bar{1}0]\text{Fe}$, b) geometria użyta podczas pomiaru XMLD-PEEM z wykorzystaniem polaryzacji liniowej, $\mathbf{E} \parallel [1\bar{1}0]\text{Fe}$.

Podczas pomiarów X - PEEM promieniowanie pada na próbkę pod kątem 16° do jej powierzchni, co zapewnia dużą czułość metody na składową płaszczyznową domen ferromagnetycznych. W celu obserwacji płaszczyznowej struktury domenowej AFM pomiary XMLD zostały wykonane dla wektora polaryzacji $\mathbf{E} \parallel [1\bar{1}0]\text{Fe}$. Zarówno w przypadku XMCD - PEEM jak XMLD - PEEM, rzut wektora $\mathbf{k}$ na płaszczyznę próbki był równoległy do kierunku $[1\bar{1}0]$ żelaza. Kontrast na obrazach różnicowych jest wynikiem operacji asymetrii

opisanej Równaniami 4.20 oraz 4.21. Struktura domenowa warstw FM została zobrazowana na krawędzi absorpcji L_3 Fe i Co dla dwóch polaryzacji kołowych (σ^+ , σ^-). W przypadku pomiarów XMLD obrazy PEEM rejestrowane były dla dwóch energii promieniowania na krawędzi L_2 Ni ($E_1 = 867.9$ eV, $E_2 = 869.1$ eV). Rysunek 46 przedstawia obrazy magnetycznej struktury domenowej na granicy pomiędzy dwiema grubościami Fe, $d_{Fe} = 104$ Å i $d_{Fe} = 108$ Å zarejestrowane w temperaturze pokojowej dla każdej z podwarstw w układzie Co/NiO/Fe.



Rysunek 46. Obrazy X - PEEM struktury domenowej Fe, NiO oraz Co w układzie Co/NiO/Fe/W(110) zmierzone na granicy pomiędzy obszarami próbki o grubości Fe 104 Å i 108 Å: obrazy XMCD - PEEM uzyskane podczas pomiaru na krawędzi absorpcji L_3 Fe (a) oraz L_3 Co (c) dla promieniowania X padającego wzdłuż kierunku $[1\bar{1}0]$ żelaza; (b) obraz XMLD-PEEM zarejestrowany na krawędzi L_2 Ni na tym samym obszarze granicznym z wykorzystaniem polaryzacji liniowej o wektorze $\mathbf{E}$ równoległym do $[1\bar{1}0]$ Fe. Pole widzenia na wszystkich obrazach wynosi $8 \times 10 \mu\text{m}^2$.

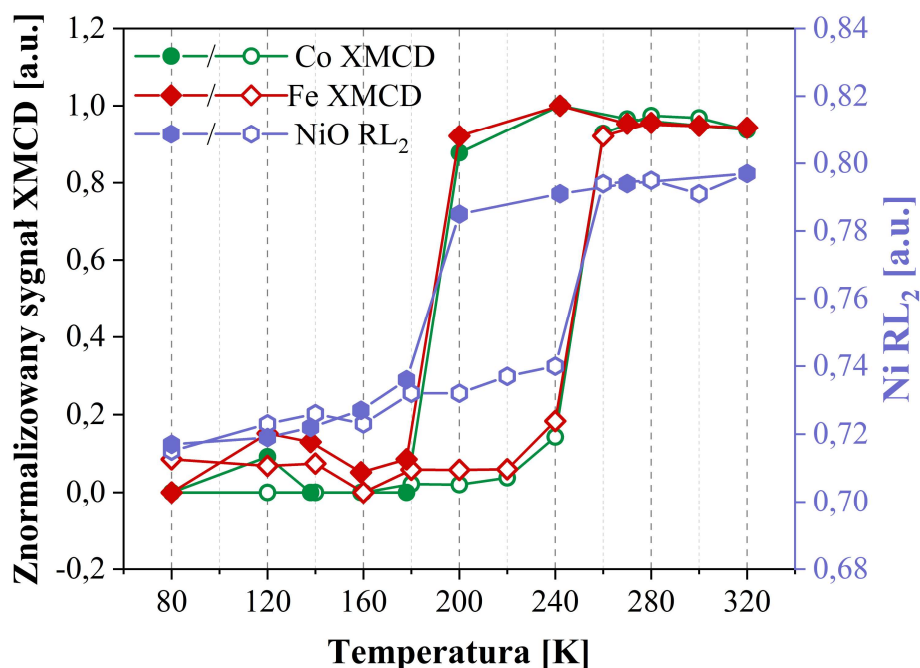
Na obrazie zarejestrowanym na krawędzi absorpcji L_3 Fe widoczny jest „zygzakowaty” wzór, charakterystyczny dla płaszczyznowej reorientacji domen FM (Rysunek 46(a)). Tego rodzaju ściana domenowa występuje pomiędzy obszarami Fe, dla których wzajemna orientacja

kierunków namagnesowania tworzy kąt prosty [158]. W przypadku badanego układu jest to granica pomiędzy obszarami próbki o grubości podwarstwy żelaznej 104 Å i 108 Å. Fakt ten sugeruje, że grubość krytyczna Fe, dla której następuje reorientacja spinowa znajduje się pomiędzy tymi wartościami, co jest zgodne z wynikami XAS. Identyczny wzór struktury domenowej został zarejestrowany na obrazie XMLD - PEEM pobliskiej warstwy NiO (Rysunek 46(b)) oraz na obrazie XMCD - PEEM warstwy Co (Rysunek 46(c)). Wynik ten bezpośrednio potwierdza, zaobserwowane wcześniej w pomiarach XAS, zjawisko transferu kierunku spinów warstwy żelaza do górnego ferromagnetyka poprzez antyferromagnetyczną przekładkę NiO.

6.4. Reorientacja spinowa w trójwarstwie Co/NiO/Fe/W(110) wywołana zmianą temperatury.

F. Gerhardt i in. udowodnili, że przyczynki powierzchniowe oraz objętościowe do anizotropii magnetycznej Fe(110) podlegają różnym zależnościom temperaturowym dla warstw żelaza o grubościach zbliżonych do grubości krytycznej [155]. W pobliżu grubości krytycznej warstwy żelaza charakteryzują się małą anizotropią magnetyczną, co umożliwia wyindukowanie reorientacji spinowej Fe poprzez zmianę temperatury. Jak pokazano teoretycznie [159], a następnie udowodniono eksperymentalnie [147, 160], efekt SRT wywołany zmianą temperatury posiada histerezę, temperatura dla której obserwowane jest przejście SRT podczas chłodzenia układu jest niższa niż temperatura przejścia rejestrowanego podczas ogrzewania układu. Histereza temperaturowego przejścia SRT umożliwia stabilizację dwóch, ortogonalnych względem siebie stanów magnetycznych Fe ($\mathbf{M} \parallel \text{Fe}[1\bar{1}0]$ lub $\mathbf{M} \parallel \text{Fe}[001]$) w określonym zakresie temperatur.

Niedawno, temperaturowe przejście SRT zostało zaprezentowane dla warstw NiO sprzężonych z warstwą Fe w układzie NiO/Fe/W(110) [147]. W zależności od historii temperaturowej próbki pokazano, że możliwa jest stabilizacja dwóch ortogonalnych stanów uporządkowania magnetycznego w NiO. Rysunek 47 przedstawia temperaturową zależność sygnałów XMCD oraz XMLD w układzie Co(10 Å)/NiO(40 Å)/Fe(d_{Fe}). Sygnały XMCD oraz XMLD zostały wyznaczone analogicznie do tych opisanych w Rozdziale 6.2. Pomiary zostały wykonane w geometrii pokazanej na Rysunku 41.



Rysunek 47. Temperaturowa zależność sygnału XMCD dla Fe oraz Co (czerwone i zielone punkty) oraz stosunku RL₂ Ni (fioletowe punkty) dla trójwarstwy Co(10 Å)/NiO(40 Å)/Fe(104 Å). Punkty pomiarowe oznaczone wypełnionymi symbolami zostały wyznaczone dla gałęzi chłodzenia, puste symbole oznaczają pomiary wykonane podczas ogrzewania próbki.

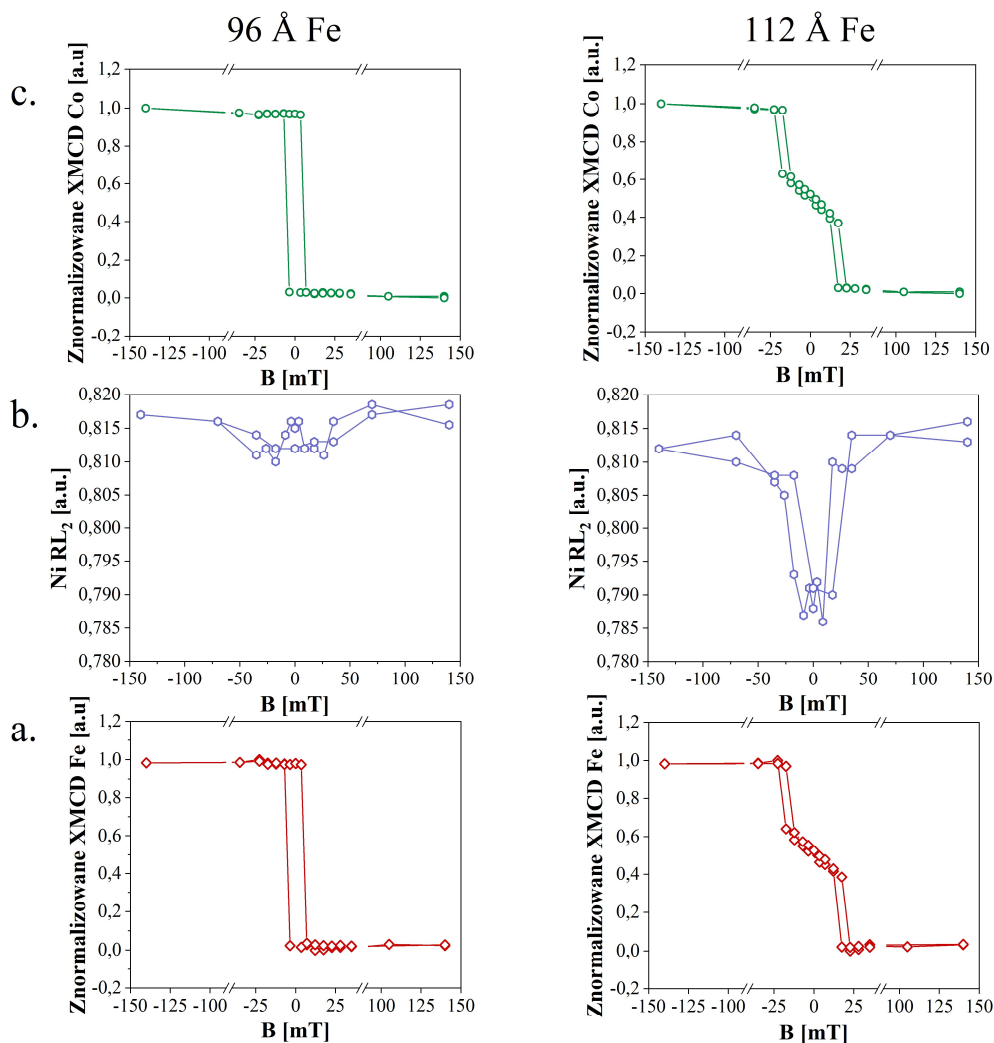
Pierwiastkowo czułe pomiary XAS przeprowadzono dla warstw Fe, NiO i Co dla grubości żelaza bliskiej grubości krytycznej, $d_{\text{Fe}} = 104 \text{ Å}$. Z porównania wyników pomiarów XMCD i XMLD wykonanych dla $d_{\text{Fe}} = 104 \text{ Å}$ w temperaturze 80 K i 300 K wynika (Rysunek 43), że spiny każdej z podwarstw porządkują się równolegle do kierunku $[1\bar{1}0]$ żelaza, natomiast w 300 K równolegle do kierunku $[001]$ Fe. Zależności XMCD(T) i XMLD(T) wyznaczone z pomiarów wykonanych podczas cyklu chłodzenia (wypełnione symbole) i grzania (puste symbole) przedstawiono na Rysunku 47. Otrzymana charakterystyka wskazuje, że w przedziale temperatury (200 – 240) K istnieje możliwość stabilizacji dwóch stanów **M** w warstwie Fe. W trakcie chłodzenia, do $T = 200 \text{ K}$, momenty magnetyczne żelaza porządkują się równolegle do płaszczyznowego kierunku $[1\bar{1}0]$. Z kolei podczas cyklu grzania ułożenie spinów równoległe do $[001]$ utrzymuje się aż do 240 K. Podobną histerezę temperaturową zaobserwowano dla zależności RL₂(T). Widoczna zmiana amplitudy stosunku RL₂ pojawia się w temperaturze 180 K w trakcie chłodzenia oraz w temperaturze 260 K podczas grzania. Wynik ten jest dowodem wzajemnego sprzężenia warstw Fe i NiO. Identyczna temperaturowa histereza została zanotowana dla sygnału XMCD Co. Temperatury krytyczne, w których zaobserwowano zmiany sygnału XMCD są tożsame z tymi, dla których zaobserwowano temperaturowe przejście SRT w warstwach Fe i NiO. Fakt ten oznacza, że sprzężenie wymienne na interfejsach FM/AFM oraz AFM/FM, w zakresie temperatur od 200 K do 240 K daje możliwość stabilizacji dwóch prostopadłych względem siebie stanów magnetyzacji

w warstwach Fe, Co oraz wektora Néela w warstwie NiO. Zmiany stanu magnetycznego wyindukowane są wyłącznie zmianą temperatury układu.

6.5. Wielkość pola anizotropii w układzie Co/NiO/Fe – XMCD oraz XMLD w funkcji zewnętrznego pola magnetycznego.

Wyniki pomiarów spektroskopii absorpcyjnej promieniowania X w funkcji d_{Fe} oraz rezultaty pomiarów przeprowadzonych dla wybranej grubości warstwy Fe w funkcji temperatury pokazały, że w układzie występuje transfer efektu SRT z Fe do górnej warstwy Co poprzez NiO. Celem kolejnego eksperymentu było sprawdzenie, czy w układzie jest replikowana wielkość pola anizotropii. Aby wyznaczyć wartość pola anizotropii dla każdej z warstw pierwiastkowo czułe pomiary XAS, z wykorzystaniem efektów XMCD dla Fe i Co oraz XMLD dla NiO, zostały wykonane w funkcji zewnętrznego pola magnetycznego $\mathbf{B}$. Pomiary zostały przeprowadzone na obszarach próbki o różnych grubościach Fe, $d_{\text{Fe}} = 96 \text{ \AA}$ i $d_{\text{Fe}} = 112 \text{ \AA}$, czyli dla grubości Fe przed i po przejściu SRT. Rysunek 48 przedstawia zależność sygnałów XMCD i XMLD od pola $\mathbf{B}$.

Pętle histerezy XMCD zostały zmierzone w geometrii zaprezentowanej na Rysunku 41(a). Wiązka padającego promieniowania tworzyła kąt 60° z normalną do powierzchni próbki. Wartość stosunku RL_2 została wyznaczona dla widm NiO zarejestrowanych dla wektora polaryzacji liniowej równoległego do kierunku $[1\bar{1}0]$ Fe. Podczas pomiarów zewnętrzne pole magnetyczne było przyłożone wzdłuż kierunku $[1\bar{1}0]$ warstwy Fe. Chociaż dla takiej geometrii pomiaru istnieje niezerowa składowa pola magnetycznego prostopadła do płaszczyzny, do obrotu momentów magnetycznych Fe poza płaszczyznę próbki (110) potrzebne jest pole magnetyczne o znacznie większej amplitudzie. Zatem składowa prostopadła pola magnetycznego nie wpływa na stan magnetyczny warstwy Fe podczas przemagnesowania.



Rysunek 48. Pierwiastkowo czułe pętle histerezy magnetycznej XMCD (a, c) oraz XMLD (wyrażone poprzez stosunek RL_2 (b) dla Fe, Co oraz NiO. Lewa oraz prawa kolumna przedstawiają kolejno wyniki uzyskane dla trójwarstwy Co/NiO/Fe(96 Å) oraz Co/NiO/Fe(112 Å). Zewnętrzne pole magnetyczne w trakcie pomiarów przykładano wzdłuż kierunku $[1\bar{1}0]$ warstwy Fe.

Na części próbki o $d_{Fe} = 96$ Å zarejestrowana została prostokątna pętla histerezy na krawędzi absorpcji L_3 Fe (Rysunek 48(a), po lewej), podczas gdy na obszarze o $d_{Fe} = 112$ Å zarejestrowano trudną, bezremanencyjną pętlę histerezy o polu anizotropii równym około 10 mT. Wynik ten potwierdza, że namagnesowanie cieńszej warstwy Fe jest równoległe do kierunku $[1\bar{1}0]$, a dla grubszej warstwy $\mathbf{M} \parallel [001]$. Ponieważ efekt XMLD jest nieczuły na reorientację momentów magnetycznych o 180° , obrót spinów w warstwie NiO w układzie Co/NiO/Fe(96 Å) nie wpływa na zależność $RL_2(B)$ (Rysunek 48(b)). Inaczej jest na części próbki z warstwą Fe o grubości 112 Å, dla której zaobserwowano wyraźne zmiany stosunku RL_2 w funkcji przyłożonego pola magnetycznego, które związane są z obrotem momentów magnetycznych w warstwie NiO o 90° . Czułość stosunku RL_2 na zewnętrzne pole magnetyczne jest konsekwencją podążania spinów AFM za namagnesowaniem warstwy Fe, dla której pole magnetyczne dąży do ustawienia magnetyzacji wzdłuż trudnej osi anizotropii [148]. Kształt pętli histerezy zmierzonych na krawędzi absorpcji L_3 Co jest identyczny jak kształt pętli

zmierzonych na krawędzi L_3 Fe. Dla trudnych pętli histerezy zaobserwowano tą samą wartość pola nasycenia, zarówno dla pętli zarejestrowanych dla Co, jak i Fe. Dowodzi to, że nie tylko kierunek anizotropii magnetycznej, ale też wielkość pola anizotropii w układzie Co(10 Å)/NiO(40 Å)/Fe(104 Å) jest transferowana z Fe do Co poprzez sprzężenie interfejsowe z NiO.

7. Właściwości magnetyczne epitaksjalnych układów z CoO

Charakteryzacja właściwości magnetycznych cienkowarstwowych układów z antyferromagnetykami ma fundamentalne znaczenie dla rozwoju różnorodnych zastosowań tych materiałów w dziedzinie nanotechnologii, a w szczególności elektroniki spinowej antyferromagnetyków. Antyferromagnetyki wykorzystywane w urządzeniach spintronicznych muszą spełniać wiele wymagań, takich jak, odpowiednia struktura krystalograficzna, stabilność temperaturowa, czy też rodzaj oddziaływania z sąsiadującymi warstwami w układzie wielowarstwowym.

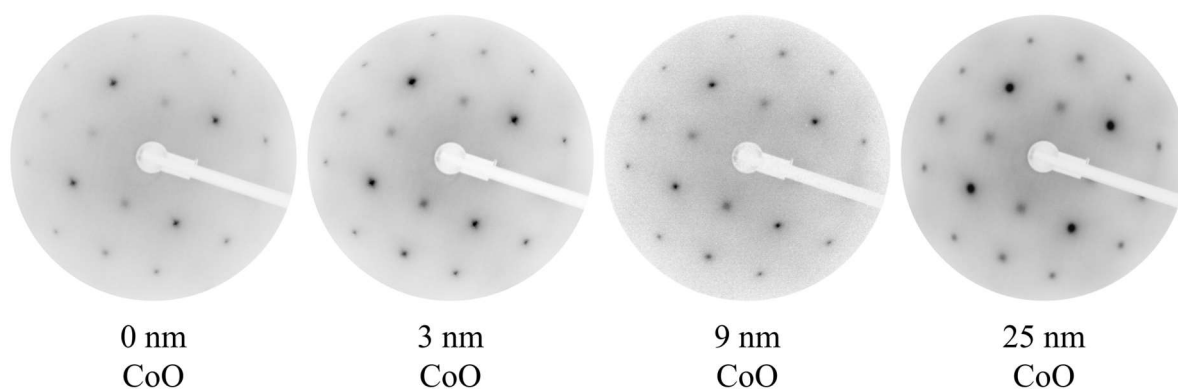
CoO jest tlenkiem należącym do grupy izolujących antyferromagnetyków, który wzbudza szczególne zainteresowanie badaczy, ze względu na potencjalne zastosowanie w przyszłych urządzeniach spintronicznych. Zainteresowanie wykorzystaniem CoO w spintronice jest związane ze stosunkowo niedawnymi odkryciami przełączania stanu spinowego w tlenku kobaltu w dwuwarstwach CoO/Pt za pomocą spinowo spolaryzowanego prądu [161, 162]. W trakcie realizacji tej pracy scharakteryzowano właściwości magnetyczne epitaksjalnych cienkich warstw CoO na podłożach MgO(001) oraz układów Fe/CoO/MgO(001) i Pt/CoO/MgO(001). W szczególności, skupiono się na obrazowaniu struktury domen antyferromagnetycznych warstw CoO oraz eksploracji interfejsowego oddziaływania w dwuwarstwie FM/AFM.

7.1. Preparatyka układów z warstwą CoO

Charakteryzacja właściwości magnetycznych materiałów AFM standardowymi metodami magnetometrycznymi, zwłaszcza w skali mikroskopowej, jest utrudniona ze względu na brak wypadkowego momentu magnetycznego. Podobnie jak w przypadku ferromagnetyków, jedną z podstawowych metod poznawczych właściwości magnetycznych AFM może być wizualizacja ich stanu domenowego. Po dziś dzień, mikroskopia XPEEM z wykorzystaniem efektu XMLD jest najczęściej stosowaną techniką obrazowania struktury domenowej AFM [163–165]. Jednak, ze względu na konieczność użycia promieniowania synchrotronowego metoda ta nie jest powszechnie dostępna. W przypadku nieprzewodzących AFM (np. NiO czy CoO) użycie mikroskopu PEEM do obrazowania struktury domenowej może być dodatkowo utrudnione z powodu ładowania elektrycznego powierzchni próbki podczas pomiaru.

Jak wspomniano w części teoretycznej pracy, struktura domenowa antyferromagnetyków może być obrazowana z wykorzystaniem efektów magneto-optycznych. W przypadku AFM o niekolinearnej strukturze spinowej (ang. *noncollinear*), jak metaliczny Mn_3Sn , wizualizacja domen magnetycznych jest możliwa przy wykorzystaniu odbiciowego efektu Kerra [166]. Stosunkowo niedawno zademonstrowano, że wykorzystując femtosekundowe impulsy laserowe możliwe jest określenie dynamiki wektora Néela metodą „pump-probe” w kolinearnych AFM, jak CuMnAs , czy CoO [118, 119]. Generowany w tej technice sygnał jest rezultatem magneto-optycznego efektu Voigta (MLB). Najnowsze badania wskazały, że efekt ten może być również zastosowany w celu wizualizacji domen AFM w warunkach laboratoryjnych, z wykorzystaniem konwencjonalnej mikroskopii magneto-optycznej [114].

W ramach realizacji badań do pracy, na podłożach $\text{MgO}(001)$ z użyciem metod MBE oraz EBV przygotowano wielowarstwowe próbki z podwarstwą CoO . Sposób przygotowania układów był analogiczny do metodologii przedstawionej w poprzednich rozdziałach. Po godzinnym wygrzewaniu kryształu MgO w 770 K, w temperaturze 720 K na podłoże została naparowana buforowa warstwa MgO o grubości 5 nm. W następnym kroku, poprzez reaktywną depozycję Co w atmosferze tlenu cząsteczkowego naniesiona została warstwa CoO . Podczas depozycji tlenu ciśnienie tlenu było utrzymywane na poziomie 1×10^{-6} mbar, a temperatura podłoża wynosiła 475 K. Warstwę CoO wytworzono z wykorzystaniem mechanicznej przesłony poruszającej się przed próbką, równoległe do jej powierzchni. Zastosowanie przesłony umożliwiło wytworzenie warstw tlenu w formie pasków o grubościach 1.5 nm, 3 nm, 4.5 nm, 6 nm, 7.5 nm, 9 nm, 10.5 nm, 12 nm oraz 25 nm. Struktura powierzchni tlenu kobaltu była kontrolowana przy wykorzystaniu spektrometru LEED. Na Rysunku 49 przedstawiono przykładowe obrazy dyfrakcyjne zarejestrowane dla kilku wybranych grubości warstwy CoO . Dla wszystkich grubości tlenu zaobserwowano ostre plamki dyfrakcyjne, co sugeruje wysoką jakość przygotowanych warstw. Niezależnie od grubości CoO zobrazowano identyczną strukturę o czterokrotnej symetrii, charakterystyczną dla CoO o orientacji (001). O izostrukturalności wzrastających warstw CoO świadczy identyczny wzór dyfrakcyjny uzyskany na podłożu $\text{MgO}(001)$ (0 nm CoO). Część próbek, po preparatyce tlenu została pokryta warstwą Pt o grubości 2 nm. Aby zbadać wpływ ferromagnetyka na stan magnetyczny CoO przygotowano dedykowaną próbkę $\text{Fe}(2 \text{ nm})/\text{CoO}(5 \text{ nm})/\text{MgO}(001)$. Warstwy Pt i Fe napyłano w temperaturze pokojowej.



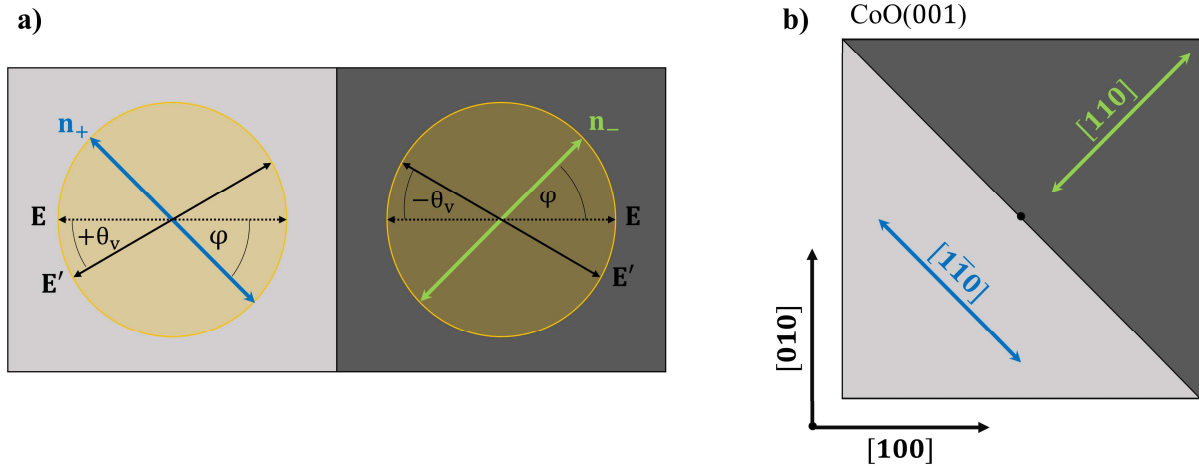
Rysunek 49. Przykładowe obrazy dyfrakcyjne LEED tlenku kobaltu na podłożu MgO(001) o grubości (od lewej): 0 nm (MgO), 3 nm, 9 nm oraz 25 nm. Obrazy wykonano dla wiązki elektronów o energii 210 eV.

7.2. Charakteryzacja struktury domenowej tlenku kobaltu przy użyciu mikroskopu polaryzacyjnego

Domeny antyferromagnetyczne tlenku kobaltu dla przygotowanych układów zostały zwizualizowane w Laboratorium Nanostruktur Powierzchniowych AGH przy wykorzystaniu polaryzacyjnego mikroskopu magneto-optycznego firmy Evico Magnetics GmbH. Zgodnie z wcześniejszymi obserwacjami [114, 167], kontrast optyczny pochodzący od domen AFM o prostopadłych do siebie wektorach Néela jest wynikiem występowania efektu Voigta w konfiguracji odbiciowej. Aby efekt ten mógł wystąpić, a jego rejestracja była możliwa, konieczne jest, aby liniowo spolaryzowane światło padało na powierzchnię badanej próbki prostopadle do jej powierzchni. Prostopadłe padanie światła było zrealizowane poprzez mechaniczny przesuw układu diod LED w taki sposób, aby promieniowanie emitowane przez jedną, wybraną diodę LED padało centralnie przez obiektyw.

Do rejestracji obrazów wykorzystano obiektyw CFI S Plan Fluor ELWD 60XC firmy Nikon o sześćdziesięciokrotnym powiększeniu. Stojak na którym znajdowała się próbka miał możliwość obrotu, co pozwalało na zmianę kąta pomiędzy wektorem Néela $\mathbf{n}$ warstwy AFM a wektorem polaryzacji światła padającego (kąt φ). Możliwość kontrolowanego obrotu próbki względem polaryzacji padającego promieniowania ma szczególne znaczenie podczas weryfikacji obserwowanego kontrastu. Zgodnie z teorią oraz eksperymentalnymi obserwacjami, kontrast pochodzący od domen antyferromagnetycznych może pojawiać się wyłącznie gdy wektor polaryzacji liniowej $\mathbf{E}$ nie jest równoległy do wektora Néela $\mathbf{n}$, przy czym największa intensywność kontrastu obserwowana jest gdy rzuty tych wektorów na płaszczyznę próbki tworzą kąt $\varphi = 45^\circ$. Dodatkowo, kontrast domenowy może być zanotowany wyłącznie w przypadku gdy w polu widzenia obrazu (ang. *field of view*, FOV) znajdują się domeny o różnych kierunkach wektorów Néela, oznaczanych jako $\mathbf{n}_+$ oraz $\mathbf{n}_-$. Kwadratowa

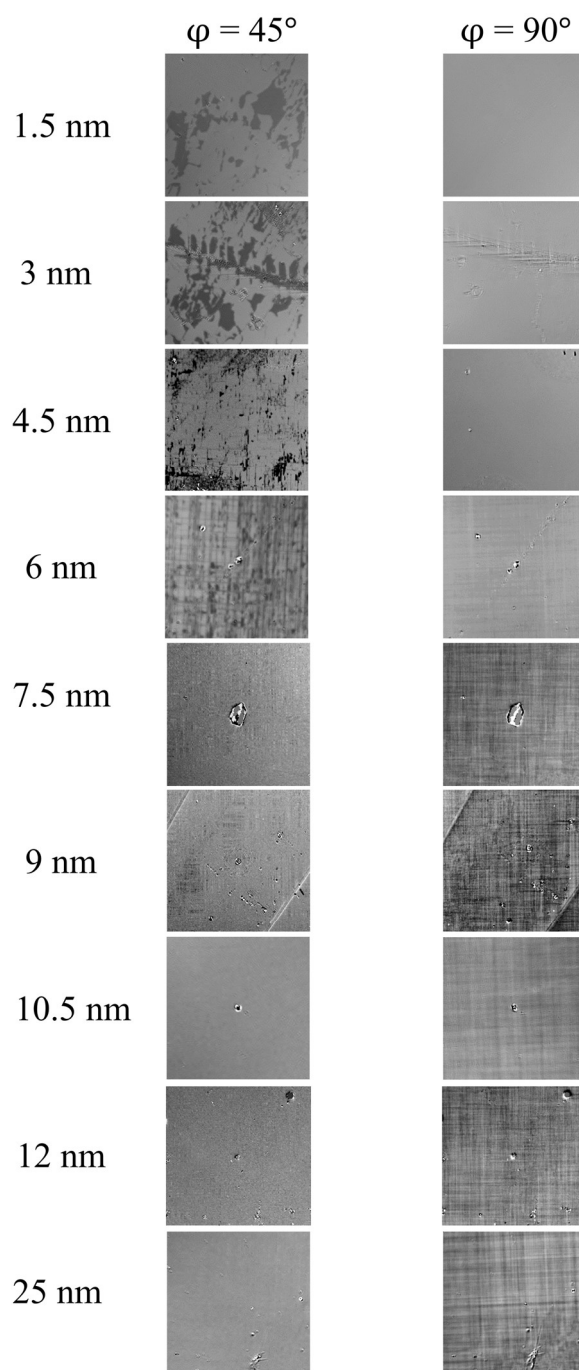
zależność efektu MLB determinuje osiową czułość zjawiska na kierunek ułożenia momentów magnetycznych. Przyjmując, że kąt skręcenia analizatora od pozycji wygaszenia z polaryzatorem wynosi θ_A , płaszczyzna polaryzacji światła odbitego od dwóch prostopadłych domen AFM zostanie skręcona o pewien kąt Voigta ($+\theta_V$ lub $-\theta_V$), równy co do wielkości ale przeciwny co do kierunku skręcenia. Kierunek ten jest zdefiniowany wzajemną relacją pomiędzy ułożeniem wektora polaryzacji liniowej $\mathbf{E}$ promieniowania padającego oraz wektora Néela $\mathbf{n}$ danej domeny AFM. Opisany układ przedstawiono schematycznie na Rysunku 50(a).



Rysunek 50. a) Schematyczna reprezentacja skręcenia płaszczyzny liniowo spolaryzowanego światła padającego prostopadłe do powierzchni próbki w odbiciowym efekcie Voigta. Polaryzacja liniowa przed oraz po odbiciu od obszaru próbki jest opisana kolejno przez wektory $\mathbf{E}$ oraz $\mathbf{E}'$. Uporządkowanie momentów magnetycznych AFM jest zdefiniowane przez prostopadłe wektory Néela ($\mathbf{n}_+$ oraz $\mathbf{n}_-$); b) Schemat ułożenia płaszczyznowych domen antyferromagnetycznych w cienkiej warstwie CoO(001) przygotowanej na podłożu MgO(001).

Zaprezentowane w literaturze pomiary XMLD cienkich warstw CoO wskazują, że jego antyferromagnetyczne spiny leżą w płaszczyźnie warstwy, układając się wzdłuż swojej osi łatwej, $\langle 110 \rangle$ [168, 169]. W związku z czterokrotną symetrią cienkich warstw CoO(001), płaszczyznowe wektory Néela mogą być równoległe do równoważnych kierunków $[110]$ lub $[1\bar{1}0]$, tak jak przedstawiono na Rysunku 50(b). Dlatego, gdy wektor polaryzacji liniowej $\mathbf{E}$ światła padającego nie jest równoległy do któregośkolwiek z tych kierunków można spodziewać się pojawienia kontrastu wynikającego z różnego skręcenia θ_V po odbiciu od dwóch rodzajów domen magnetycznych. Odbite światło przechodzi przez analizator, a następnie jest rejestrowane przez kamerę CCD. Zgodnie z opisem przedstawionym w części teoretycznej pracy, mierzona intensywność światła trafiającego do detektora (w tym przypadku kamery) jest proporcjonalna do $\sin^2(\theta_A - \theta_V)$ lub $\sin^2(\theta_A + \theta_V)$, w zależności od domeny od której światło zostało odbite [114], gdzie θ_A jest wymienionym wyżej kątem skręcenia analizatora od pozycji całkowitego wygaszenia z polaryzatorem. Gdy analizator otwierany jest symetrycznie od punktu wygaszenia o kąt $+\theta_A$ lub $-\theta_A$, kontrast domenowy ulega inwersji. Znak plus oraz minus w oznaczeniu kąta θ_A oznaczają obrót analizatora kolejno zgodnie i przeciwnie do ruchu wskazówek zegara. Dla $\varphi = 45^\circ$ wektor $\mathbf{E}$ światła padającego był równoległy do kierunku

[100] podłoża MgO(001), podczas gdy dla $\varphi = 90^\circ$ wektor $\mathbf{E}$ był równoległy do kierunku [110].



Rysunek 51. Różnicowe obrazy struktury domenowej CoO zarejestrowane w 295 K dla obszarów próbki o różnej grubości tlenku dla dwóch różnych kątów φ , $\varphi = 45^\circ$, $\mathbf{E} \parallel [100]$ MgO oraz $\varphi = 90^\circ$, $\mathbf{E} \parallel [110]$ MgO. Rozmiar przedstawionych obszarów to $(55 \times 55) \mu\text{m}^2$.

W pierwszym etapie badań, w temperaturze 295 K zarejestrowano obrazy struktury domenowej tlenku kobaltu w funkcji grubości dla $\varphi = 45^\circ$ oraz $\varphi = 90^\circ$. Obrazy różnicowe uzyskano poprzez odjęcie referencji (obrazu tła) od obrazu zebranego dla $+\theta_A$. Jako referencję w tym przypadku traktowano obraz tego samego obszaru otrzymany dla symetrycznego kąta otwarcia analizatora, $-\theta_A$. Zarejestrowane w ten sposób obrazy różnicowe zostały przedstawione na Rysunku 51. Dla warstw CoO o grubości mniejszej niż 7.5 nm ($d_{\text{CoO}} <$

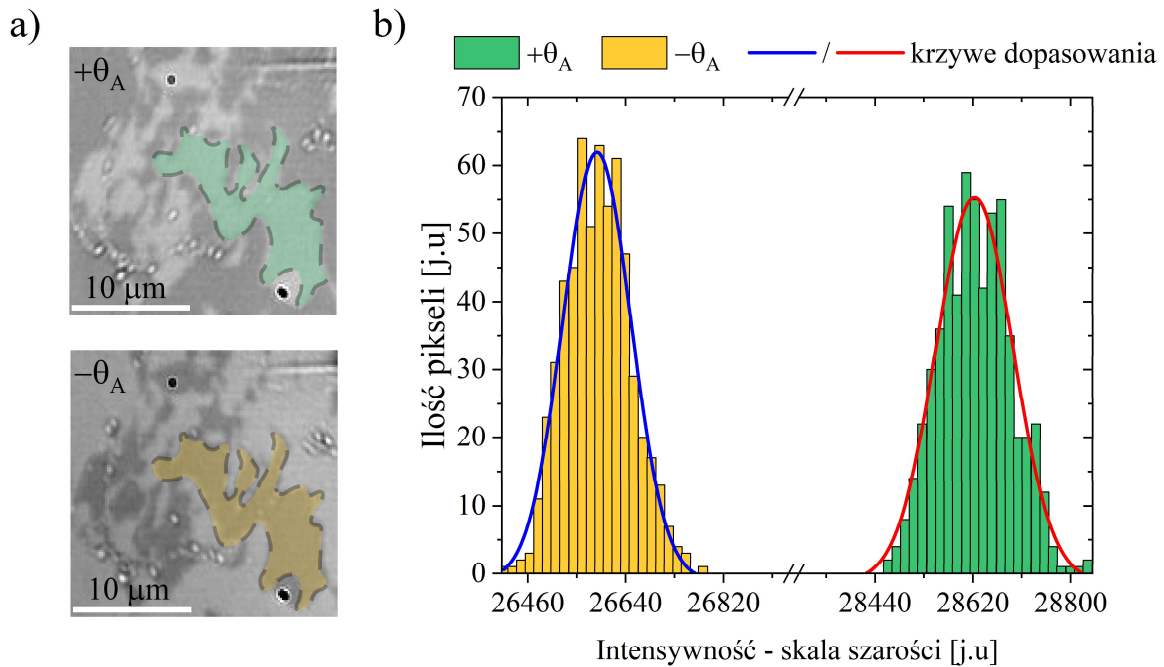
7.5 nm) kontrast, pochodzący od obszarów skręcających polaryzację światła odbitego, widoczny jest dla $\varphi = 45^\circ$ natomiast zanika dla $\varphi = 90^\circ$. Ten wynik sugeruje, że wektory Néela domen CoO dla $d_{\text{CoO}} < 7.5$ nm są równoległe do kierunków $[110]$ oraz $[1\bar{1}0]$ MgO(CoO). Oznacza to, że wektory Néela w domenach AFM jest równoległy do spodziewanych osi łatwych anizotropii magnetycznej warstwy CoO. Dla $d_{\text{CoO}} > 7.5$ nm w przypadku pomiarów wykonanych dla $\varphi = 45^\circ$ nie zaobserwowano kontrastu. Kontrast pojawia się dla $\varphi = 90^\circ$. Taka obserwacja sugeruje, że wektory Néela grubszych warstw tlenku są równoległe do kierunków $[100]$ oraz $[010]$, czyli są obrócone o kąt 45° względem struktury domenowej obserwowanej dla obszarów próbki z cieńszym CoO. Dodatkowo, można zaobserwować, że struktura oraz wielkość domen również ulega zmianie wraz ze zwiększeniem grubości tlenku. Dla $d_{\text{CoO}} < 7.5$ nm zaobserwowano domeny o nieregularnych kształtach i powierzchni od kilku do kilkunastu μm^2 . W przypadku grubszych warstw ($d_{\text{CoO}} > 7.5$ nm) domeny mają kształt „pasków” o średniej szerokości nie większej niż $4 \mu\text{m}$ oraz powierzchni nie większej niż kilka μm^2 . Podobne domeny CoO (co do kształtu oraz wielkości) jak te zaobserwowane na części próbki z cieńszymi warstwami tlenku, zostały zwizualizowane z wykorzystaniem efektu Voigta przez grupę J. Xu [167]. W wymienionej pracy nie zauważono jednak zmian w strukturze domenowej wraz ze wzrostem grubości tlenku. „Paskowe” domeny CoO zostały zaobserwowane w przez Greinera i współpracowników w temperaturze 77 K. Autorzy pracy [56] przeprowadzili eksperyment w którym obserwowali strukturę domenową 27 mikronowej warstwy CoO na podłożu MgO(001) za pomocą transmisyjnego mikroskopu polaryzacyjnego. Pojawienie się tego rodzaju domen zostało przypisane istnieniu domen bliźniaczych w CoO o różnych osiach kontrakcji i ścianach domenowych o kierunku $[110]$. Wyniki eksperymentów zaprezentowane w pracy [56] wskazują na magnetyczne pochodzenie „paskowych” domen, które zanikały po podgrzaniu próbki powyżej T_N CoO i pojawiały się ponownie po schłodzeniu [170]. Ponieważ kontrast obserwowany w niniejszej pracy zanika po obrocie próbki o 45° względem wektora $\mathbf{E}$ prawdopodobne jest, że pochodzenie kontrastu jest związane z uporządkowaniem magnetycznym. W celu potwierdzenia magnetycznego pochodzenia kontrastu przeprowadzone zostały pomiary kontrastu w funkcji temperatury oraz kąta φ .

7.2.1. Analiza asymetrii intensywności antyferromagnetycznych domen CoO

W celu wyznaczenia asymetrii intensywności sygnału wykonano pomiary intensywności $I(+\theta_A)$ oraz $I(-\theta_A)$ z wielu obszarów domenowych (odpowiednio dla skręcenia analizatora $+\theta_A$ oraz $-\theta_A$). Otrzymane wyniki wykorzystano do wyliczania asymetrii intensywności zgodnie z formułą analogiczną do Równań 4.20 i 4.21:

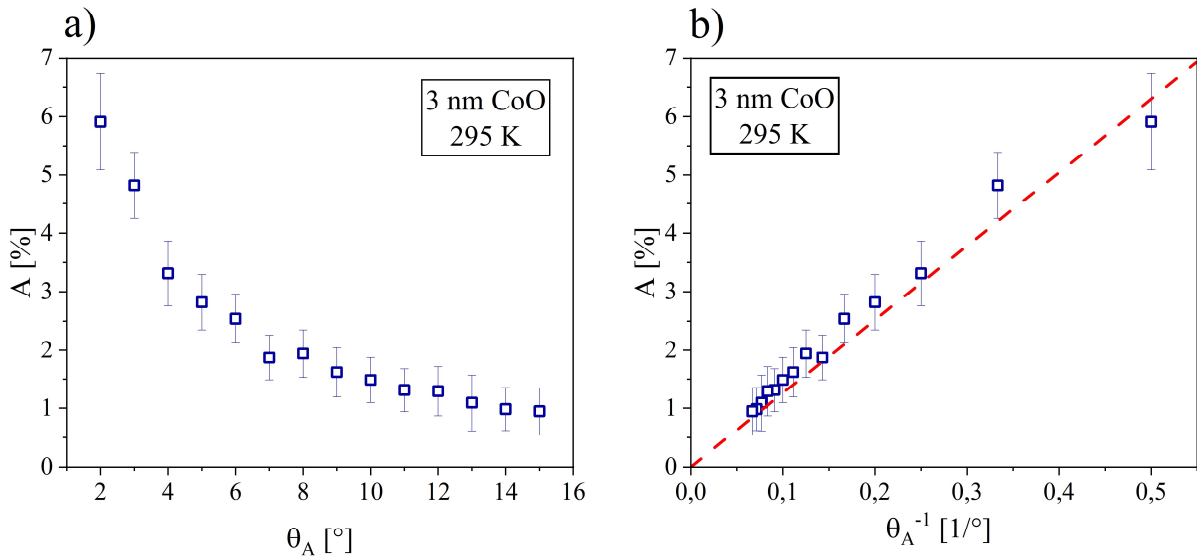
$$I_{ASYM} = \frac{I(+\theta_A) - I(-\theta_A)}{I(+\theta_A) + I(-\theta_A)} \quad (7.1)$$

Sposób pomiaru intensywności sygnału z wybranego obszaru domenowego na przykładowej części próbki z 3 nm CoO wizualizuje Rysunek 52(a). Rysunek 52(b) przedstawia rozkład intensywności pikseli w obszarze pokazanym na Rysunku 52(a) dla $+\theta_A$ i $-\theta_A$. Na osi odciętych odłożone są możliwe intensywności, a wartości na osi rzędnych są ilością pikseli o danej intensywności. Uzyskane rozkłady intensywności na wybranej części warstwy były odwzorowane przez rozkład normalny. Do obliczenia asymetrii wybrano wartości intensywności odpowiadające maksimum dopasowanych rozkładów normalnych (niebieska i czerwona linia).



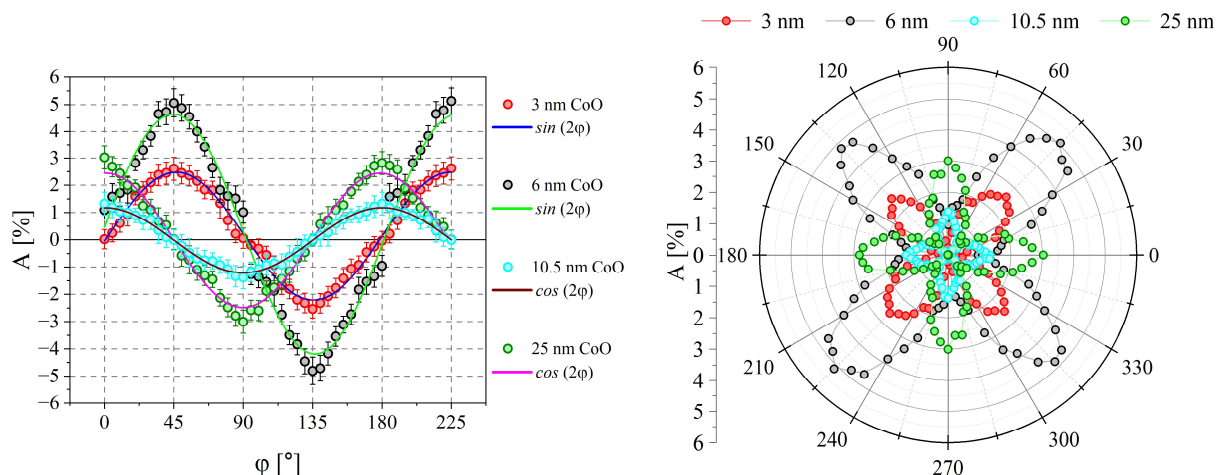
Rysunek 52. a) Przykładowy obraz struktury domenowej AFM uzyskany na obszarze próbki o grubości 3 nm CoO dla $+\theta_A$ oraz $-\theta_A$. Kolorami zostały zaznaczone przykładowe obszary dla których wykonano analizę intensywności. b) Histogramy rozkładu pikseli o danej intensywności w wybranym obszarze domenowym. Do rozkładów dopasowane zostały krzywe Gaussa. Skala szarości jest zdefiniowana dla obrazu 16-bitowego, więc wartość 0 – oznacza czerń, a 65536 – oznacza biel.

Wzór 7.1 został wykorzystany do ilościowej analizy intensywności asymetrii z nieprzetworzonych obrazów tego samego obszaru próbki, zwizualizowanego dla $+\theta_A$ i $-\theta_A$. W zależnościach przedstawionych w dalszej części tego rozdziału liczbową wartość sygnału asymetrii intensywności nazywana jest asymetrią (A) i jest przedstawiona w procentach. Niepewność wyznaczenia asymetrii została oszacowana na podstawie sygnału asymetrii intensywności wyznaczonego z tła obrazów.



Rysunek 53. a) Asymetria wyznaczona dla 3nm CoO w temperaturze 295 K w funkcji kąta otwarcia analizatora θ_A . Pomiary były wykonane dla kąta $\phi = 45^\circ$; b) Tożsama zależność kontrastu przedstawiona w funkcji odwrotności kąta θ_A wraz z dopasowaniem liniowym.

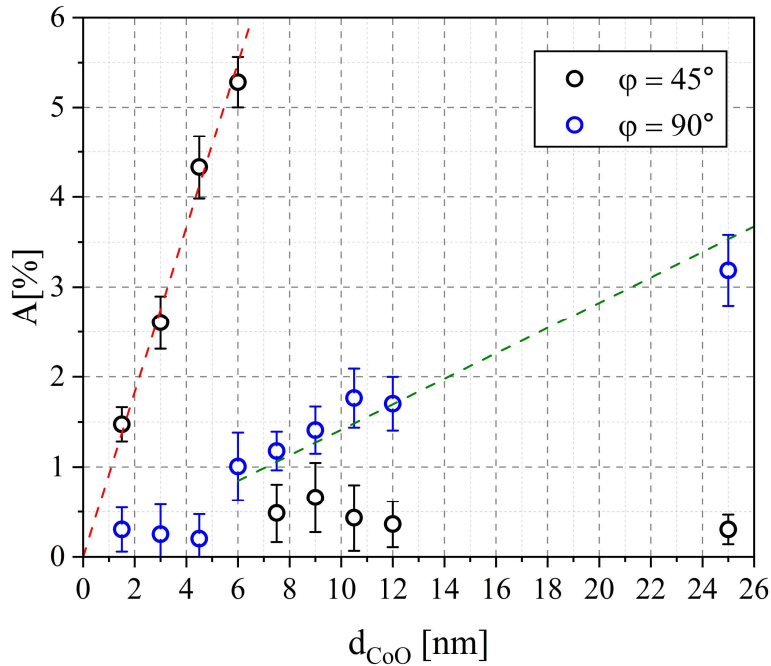
Pierwszą otrzymaną charakterystyką była zależność wyznaczonej asymetrii od kąta otwarcia analizatora, $A(\theta_A)$, przedstawiona na Rysunku 53(a). Eksperyment był przeprowadzony na obszarze próbki o grubości warstwy CoO równej 3 nm w temperaturze 295 K. Dla $\theta_V \ll \theta_A$ sygnał asymetrii powinien być odwrotnie proporcjonalny do kąta otwarcia analizatora θ_A , $C_{AFM} \propto \frac{2\theta_V}{\theta_A}$ [114]. Oznacza to, że wyznaczając zależność $A(\theta_A^{-1})$ możliwe jest określenie przybliżonej wartości kąta skręcenia Voigta θ_V . Charakterystyka $A(\theta_A^{-1})$ została przedstawiona na Rysunku 53(b). Dopasowanie prostej do zależności $A(\theta_A^{-1})$ pozwoliło na wyznaczenie kąta skręcenia θ_V dla 3 nm CoO, który wynosi (71 ± 1) milistopni. Wyznaczony kąt Voigta jest większy niż skręcenie Kerra warstwy Co o grubości $d_{Co} > 12$ nm dla której $\theta_K = 21$ milistopni [171]. We wcześniejszych badaniach J. Xu wraz ze współautorami wyznaczyli eksperymentalnie θ_V dla CoO o grubości 4.6 nm dla trzech różnych długości fali światła padającego (światła: czerwonego, niebieskiego oraz białego). W przypadku światła białego, skręcenie Voigta wynosiło 91 mdeg [167]. Różnica pomiędzy skręceniem Voigta wyznaczonym we wcześniejszych badaniach dla 4.6nm CoO i 3nm warstwy CoO badanej w niniejszej pracy może wynikać z różnej grubości magnetycznych warstw. Podobny efekt zależności rotacji Kerra od grubości Co został zaprezentowany w pracy [171].



Rysunek 54. Zależność asymetrii intensywności od kąta ϕ , gdzie $\phi = 0^\circ$ oznacza, że wektor polaryzacji liniowej $\mathbf{E} \parallel [110]$ CoO. Po lewej przedstawiono charakterystykę $A(\phi)$ wraz z dopasowanymi krzywymi $\sin(2\phi)$ oraz $\cos(2\phi)$. Po prawej zależność $A(\phi)$ dla $0^\circ < \phi \leq 360^\circ$ została przedstawiona w układzie biegunowym.

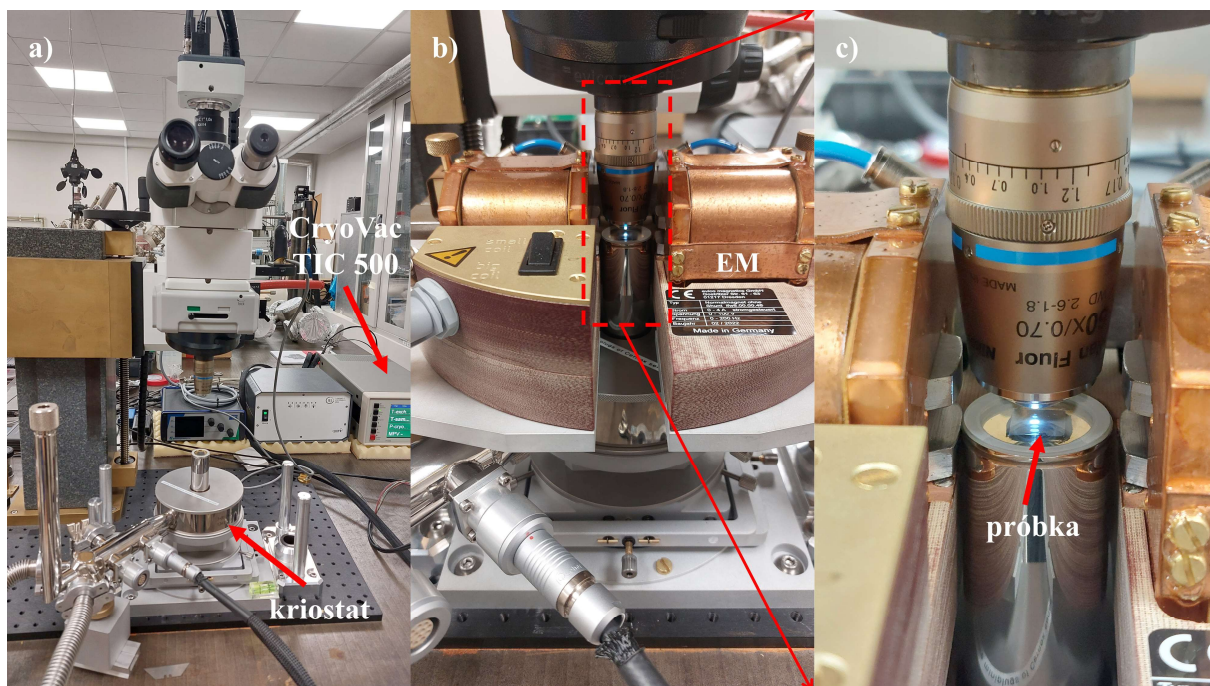
W dalszej części badań zdecydowano się na użycie kąta otwarcia analizatora (tzw. kąta offsetu) równego $\theta_A = \pm 6^\circ$. Wybór ten był podyktowany faktem stosunkowo wysokiego kontrastu dla tego kąta otwarcia przy jednoczesnej możliwości łatwego określenia obecności domen na obrazie generowanym przez kamerę w czasie rzeczywistym. Dla $\theta_A = \pm 6^\circ$ wyznaczono zależność kontrastu w funkcji kąta ϕ . Zgodnie z definicją podaną w Rozdziale 7.2, ϕ to kąt pomiędzy wektorem polaryzacji liniowej wiązki padającej a kierunkami krystalograficznymi podłoża oraz CoO(001). Przy czym, dla $\phi = 45^\circ$ i $\phi = 135^\circ$ wektor $\mathbf{E} \parallel [100]/[010]$ natomiast dla $\phi = 0^\circ$ i $\phi = 90^\circ$, $\mathbf{E} \parallel [110]/[1\bar{1}0]$. Dla stałej polaryzacji, zmiana ϕ realizowana była poprzez obrót próbki w płaszczyźnie warstwy, co było możliwe dzięki obrotowej podstawie, na której zamontowana była próbka. Zależność $A(\phi)$ dla wybranych grubości tlenku przedstawiono na Rysunku 54. Można zauważyć, że dla $d_{\text{CoO}} = 3$ nm oraz $d_{\text{CoO}} = 6$ nm zależność kontrastu od kąta ϕ jest opisana przez funkcję $\sin(2\phi)$, co jest zgodne z zaobserwowaną wcześniej w literaturze polaryzacyjną zależnością magneto-optycznego efektu dwójłomności dla CoO [119, 172]. Zależność $A(\phi)$ dla warstw o grubości 10.5 nm oraz 25 nm jest przesunięta w fazie o 45° względem zależności wyznaczonych dla mniejszych grubości tlenku i opisuje ją funkcja $\cos(2\phi)$. Zmiana kąta ϕ dla którego zaobserwowano maksimum kontrastu może być związana z obrotem antyferromagnetycznych domen CoO z kierunków $[110]/[1\bar{1}0]$ do $[100]/[010]$ wraz ze wzrostem grubości monotlenku. Dodatkowo, dla CoO o grubości 6 nm, minima kontrastu występujące dla ϕ równego wielokrotności $\pi/2$, nie są w granicy niepewności pomiaru równe zero, i wynoszą ± 1 % (Rysunek 54, prawa kolumna). Znaczący kontrast dla tej grubości CoO, występujący dla $\phi = k\pi/2$, gdzie $k = 1, 2, 3, 4$ sugeruje, że ta grubość tlenku jest krytyczną wartością grubości lub do niej zbliżoną, dla której wektor Néela CoO ulega reorientacji. Efekt reorientacji spinowej jest również widoczny w pomiarach zależności kontrastu od grubości warstwy tlenku dla kątów $\phi = 45^\circ$ oraz $\phi = 90^\circ$

przedstawionych na Rysunku 55. Dla $\varphi = 45^\circ$ wraz ze wzrostem grubości warstwy od 1.5 nm do 6 nm zaobserwowano liniowy wzrost kontrastu. Dalsze zwiększenie grubości tlenku dla tego samego kąta otwarcia analizatora oraz kierunku wektora polaryzacji względem podłoża, spowodowało nagły spadek kontrastu. Z kolei w przypadku $\varphi = 90^\circ$, nie zaobserwowano kontrastu dla grubości CoO mniejszej niż 6 nm, a liniowy wzrost A został zanotowany dla $d_{\text{CoO}} \geq 6 \text{ nm}$. Wynik ten, podobnie jak pomiary zależności $A(\varphi)$, wskazuje na obrót wektora Néela warstw CoO wraz ze zmianą grubości.



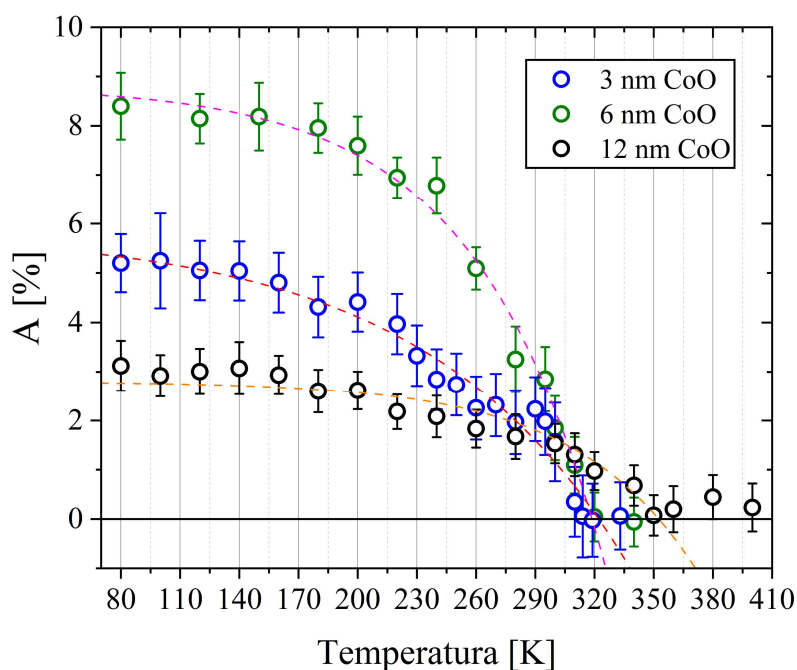
Rysunek 55. Zależność asymetrii A pochodzącej od domen CoO w temperaturze 295 K w funkcji grubości warstwy monotlenku kobaltu (d_{CoO}). Kontrast wyznaczono dla dwóch kątów φ : 45° oraz 90° .

W celu potwierdzenia, że źródłem efektu dwójłomności jest antyferromagnetyzm CoO, dla kilku wybranych grubości tlenku wyznaczono temperaturową zależność kontrastu. Do przeprowadzenia pomiarów w funkcji temperatury wykorzystany został kompatybilny z mikroskopem kriostat firmy CryoVac, w którym poprzez użycie układu pompującego zapewnione zostały warunki próżniowe (ok. 5×10^{-7} mbar). Zastosowanie ciekłego azotu umożliwiło obrazowanie próbki w zakresie temperatur od 80 do 400 K. Dokładną i stabilną temperaturę próbki uzyskano wykorzystując kontroler CryoVac TIC 500. Układ pomiarowy mikroskopu z zastosowanym kriostatem przedstawia Rysunek 56.



Rysunek 56. a) Zestaw pomiarowy mikroskopu magneto-optycznego EvicoMagnetics GmBh z kriostatem CryoVac. b) Zbliżenie na układ z dołożonymi cewkami elektromagnesu (EM) c) Obiektów w pozycji roboczej.

Pomiary zależności kontrastu w funkcji temperatury zostały przeprowadzone dla trzech wybranych grubości tlenku kobaltu: 3 nm, 6 nm oraz 12 nm. Wyniki zostały przedstawione na Rysunku 57. Ponieważ, wielkość efektu Voigta jest proporcjonalna do kwadratu momentu magnetycznego ($\pm M$) podwarstw, zależność kontrastu również przyjmie taką proporcjonalność. Z tego powodu, charakterystyki temperaturowe $A(T)$ spełniają zależność $\langle |M| \rangle^2(T)$ opisaną przez teorię pola średniego [21, 118, 119, 173]. Dopasowanie krzywych teoretycznych do zależności $A(T)$ pozwoliło na oszacowanie T_N poszczególnych warstw CoO. Dla tlenku o grubości 3 nm oraz 6 nm wyznaczono zbliżoną temperaturę uporządkowania, równą (320 ± 1) K. Dla warstwy o $d_{CoO} = 12$ nm T_N była wyższa i wynosiła (350 ± 1) K. Obie z wyznaczonych wartości są znacznie większe od wartości temperatury Néela litego CoO (293 K), co może wynikać z ograniczenia wymiarowości cienkich warstw. Autorzy artykułu [167] wskazują, że T_N warstwy tlenku o grubości 6.6 nm, wyznaczona za pomocą efektu magneto-optycznej dwójłomności, wyniosła 330 K. Jest to wynik bardzo zbliżony do otrzymanego w trakcie realizacji niniejszej pracy.

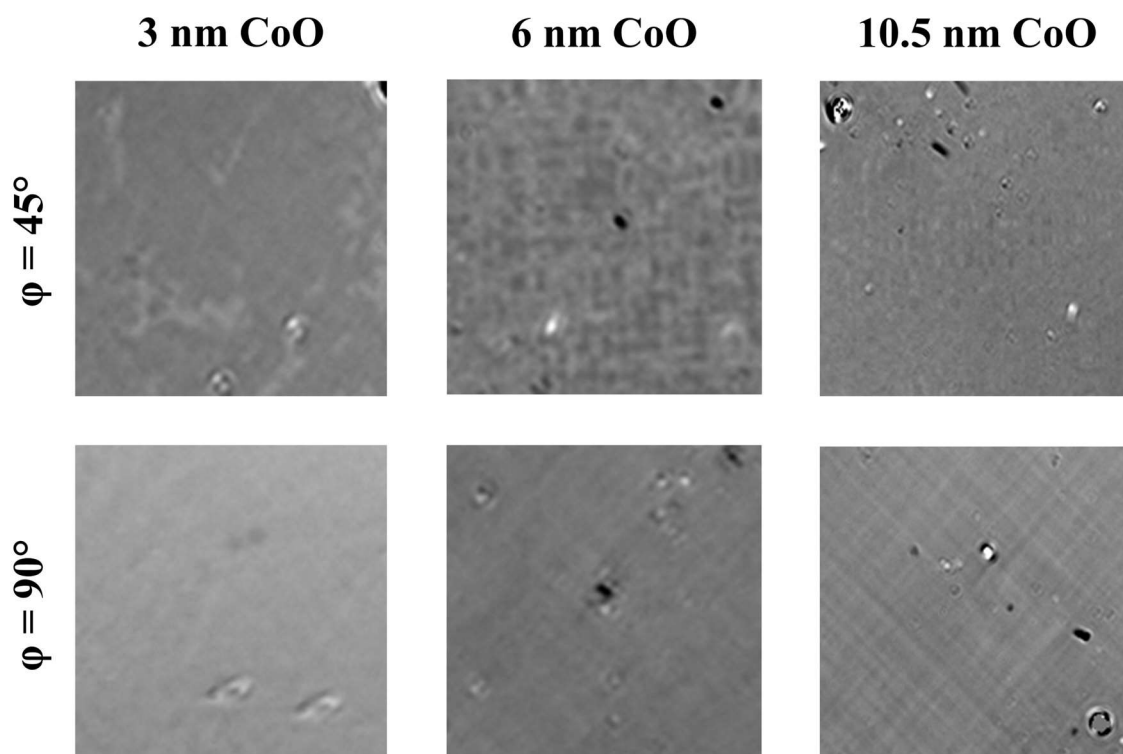


Rysunek 57. Temperaturowa ewolucja asymetrii wraz z dopasowanymi krzywymi dla wybranych grubości warstwy tlenku.

7.3. Spektroskopia XAS cienkich warstw CoO

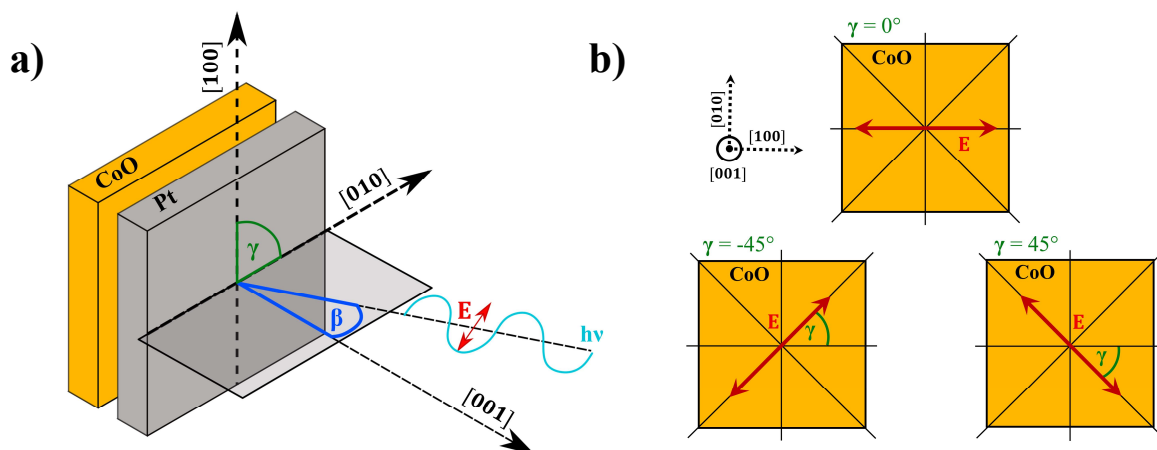
Równolegle do badań mikroskopowych, właściwości magnetyczne epitaksjalnych warstw CoO(001) zostały scharakteryzowane metodą spektroskopii absorpcyjnej promieniowania X na linii PIRX w synchrotronie SOLARIS w Krakowie. Próbkę przygotowaną do pomiarów XAS była preparowana analogicznie do tej opisaną w Rozdziale 7.1. Aby umożliwić pomiary XAS przy użyciu metody detekcji TEY, paski CoO zostały pokryte 2 nm warstwą Pt. Dodatkowa metaliczna warstwa na powierzchni próbki zapobiegła efektowi ładowania, który mógłby uniemożliwić przeprowadzenie eksperymentu. W celu sprawdzenia, czy dodatkowa warstwa Pt nie wpływa na magnetyczną strukturę domenową CoO, przed przeprowadzeniem pomiarów XAS zobrazowano strukturę Pt/CoO, wykorzystując mikroskopię magneto-optyczną. Przykładowe obrazy różnicowe, uzyskane dla efektu Voigta na wybranych grubościach tlenku kobaltu, przedstawiono na Rysunku 58. Obrazy zostały zarejestrowane dla kątów $\varphi = 45^\circ$ oraz $\varphi = 90^\circ$ (zgodnie z definicją φ przedstawioną w poprzednich sekcjach rozprawy) w temperaturze $T = 295$ K. Porównanie struktury domenowej CoO zaobserwowanej pod cienką warstwą Pt, ze strukturą domenową zobrazowaną na warstwie tlenku (Rysunek 51) pozwoliło stwierdzić, że wierzchnia warstwa Pt nie wpływa na strukturę domenową warstw CoO. Domeny AFM zachowują podobny kształt, rozmiar oraz kierunek. Wraz ze wzrostem grubości AFM, podobnie jak w przypadku warstwy niepokrytej, zaobserwowano reorientację spinową w tlenku. Dla $d_{\text{CoO}} > 7.5$ nm kontrast zanotowano dla

$\varphi = 90^\circ$, podczas gdy dla cieńszych warstw wyraźny kontrast był widoczny dla kąta φ równego 45° .



Rysunek 58. Obrazy struktury domenowej wybranych grubości tlenku kobaltu przykrytego cienką warstwą Pt (2 nm) zarejestrowane dla dwóch kątów, $\varphi = 45^\circ$ oraz $\varphi = 90^\circ$. Obrazy zarejestrowano w temperaturze 295 K. Pole widzenia to $(55 \times 55) \mu\text{m}^2$, odchylenie osi analizatora względem polaryzatora, $\theta_A = \pm 6^\circ$.

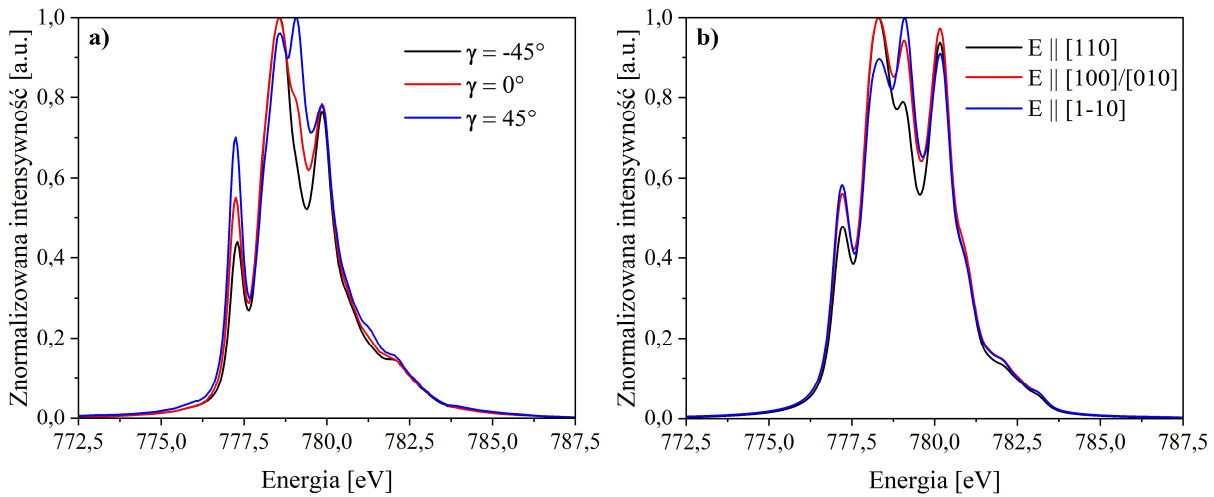
Podobnie jak w Rozdziale 5, właściwości magnetyczne AFM tlenku kobaltu zostały scharakteryzowane z wykorzystaniem efektu XMLD. Schemat układu pomiarowego przedstawia Rysunek 59(a).



Rysunek 59. a) Schemat układu pomiarowego spektroskopii XAS. Kąt γ definiuje zależność kątową wektora polaryzacji liniowej względem określonego kierunku krystalograficznego (kąt azymutalny). Kąt β definiuje odchylenie wiązki promieniowania padającego względem osi normalnej do powierzchni próbki (kąt polarny). b) Schemat położenia wektora polaryzacji liniowej E względem kierunku $[100]$ dla prostopadłego padania promieniowania X: $\gamma = 0^\circ$ - $E \parallel [100]$, $\gamma = 45^\circ$ i $\gamma = -45^\circ$ - $E \parallel$ przekątnej $[110]$ oraz $[1-10]$.

Na przedstawionym schemacie, zaznaczone zostały kąty β oraz γ , które kolejno definiują kąt pomiędzy padającą wiązką promieniowania X a kierunkiem $[001]$ (normalną do

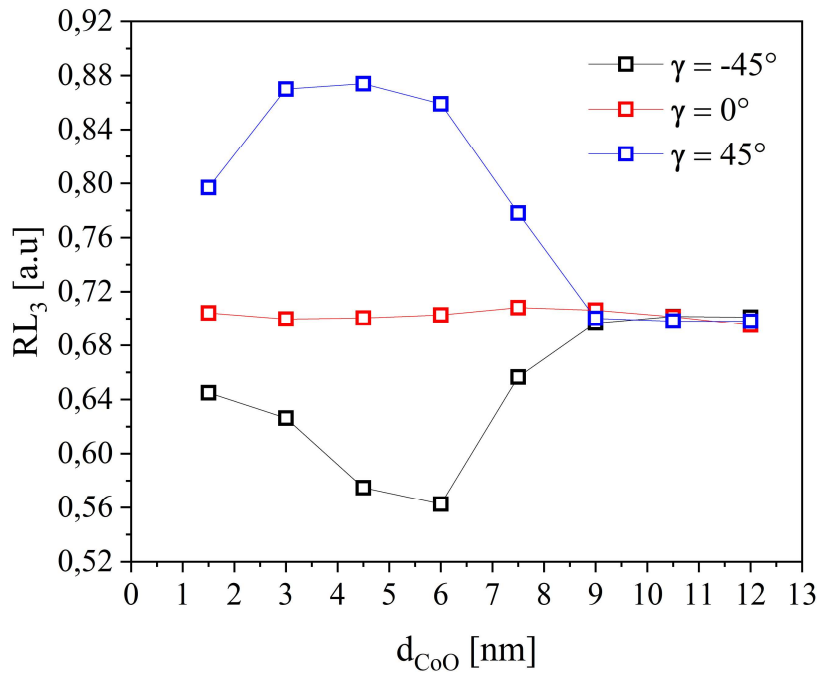
powierzchni próbki) oraz kąt pomiędzy płaszczyzną polaryzacji a płaszczyznowym kierunkiem [100] równoległym do boku podłoża. Zgodnie z literaturą [57, 174], zależność efektu XMLD od kąta azymutalnego ma szczególne znaczenie w wyznaczaniu płaszczyznowej łatwej osi anizotropii magnetycznej cienkich warstw antyferromagnetycznych. Wyniki pomiarów mikroskopii magneto-optycznej zasugerowały, że spiny antyferromagnetycznych domen tlenku kobaltu o grubości $d_{\text{CoO}} < 7.5$ nm układają się wzdłuż osi równoległych do kierunków [110] lub $[1\bar{1}0]$ (przekątne podłoża), a w przypadku $d_{\text{CoO}} > 7.5$ nm wzdłuż [100] lub [010] (boki podłoża). W celu wyznaczenia kierunku spinów w CoO widma XAS na krawędzi absorpcji L_3 Co zostały zarejestrowane dla trzech kątów γ : 45° , -45° oraz 0° . Geometria pomiarów dla której $\gamma = 45^\circ$ oraz $\gamma = -45^\circ$ oznaczała, że wektor $\mathbf{E}$ był równoległy do kierunku [110] oraz $[1\bar{1}0]$. Z kolei dla $\gamma = 0^\circ$ wektor $\mathbf{E}$ był równoległy do kierunku [100], tak jak schematycznie przedstawiono na Rysunku 59(b).



Rysunek 60. Widma XAS CoO zarejestrowane na krawędzi absorpcji Co - L_3 w temperaturze 80 K: a) widma zebrane na obszarze próbki z 3 nm CoO dla trzech różnych kątów azymutalnych, b) symulowane widma CoO dla różnych polaryzacji promieniowania padającego, których ułożenie odpowiada kątom γ widm zmierzonych.

Na Rysunku 60(a) przedstawiono przykładowe widma XAS zarejestrowane dla $\gamma = 0^\circ$ (kolor czerwony), $\gamma = 45^\circ$ (kolor niebieski) oraz $\gamma = -45^\circ$ (kolor czarny). Widma zostały zarejestrowane w temperaturze 80 K w zakresie energii odpowiadającym krawędzi absorpcji Co - L_3 dla części próbki z CoO o grubości 3 nm. Zauważono, że kształt widm zmienia się wraz ze zmianą kąta γ . Zmierzone widma zostały porównane z widmami wysymulowanymi, które przedstawia Rysunek 60(b). Do symulacji widm teoretycznych użyto oprogramowania Crispy [175]. Symulacje widm przeprowadzono przy założeniu jednodomenowego magnetycznego stanu CoO, ze spinami uporządkowanymi wzdłuż kierunku [110] i polem wymiany $H_{\text{ex}} = 12.6$ meV [130]. W symulacjach założono istnienie pola krystalicznego o symetrii oktaedrycznej (Oh) i rozszczepieniu 1.5 eV. Widma zostały numerycznie wyliczone dla promieniowania padającego prostopadłe do próbki, dla $\mathbf{E} \parallel [110]$ (kolor czarny), $\mathbf{E} \parallel [100]$ (kolor czerwony),

$E \parallel [1\bar{1}0]$ (kolor niebieski). Zarówno w przypadku widm zmierzonych, jak i wysymulowanych zaobserwowano wzrost stosunku RL_3 (zdefiniowanego, podobnie jak w Rozdziale 5 jako stosunek intensywności sygnału XAS dla energii $E_1 = 777.4$ eV do piku o energii $E_2 = 780$ eV) wraz ze zmianą kąta γ od 0° do 45° oraz spadek wartości RL_3 dla $\gamma = -45^\circ$ w stosunku do tej zarejestrowanej dla $\gamma = 0^\circ$. Pomimo iż widma teoretyczne uzyskane dla różnych kątów γ jakościowo odzwierciedlają te zmierzone w eksperymencie, wartości stosunków RL_3 wyznaczone dla widm wysymulowanych i eksperymentalnych różnią się. Różnica wartości stosunków RL_3 może wynikać z faktu, że widma teoretyczne zostały obliczone dla literaturowych parametrów CoO. Dodatkowo, podczas symulacji widm założono jednodomenowy stan magnetyczny AFM. Zgodnie z wynikami badań uzyskanych za pomocą mikroskopu magneto-optycznego w obrębie obszaru próbkowania XAS mogą znajdować się dwa rodzaje ortogonalnych domen, co może wpływać na wartość stosunku RL_3 . Porównanie widm eksperymentalnych i teoretycznych potwierdza istnienie domen AFM o kierunku $[110]$ w warstwie CoO o grubości 3 nm. Na Rysunku 61 przedstawiono zależność stosunku RL_3 od grubości warstwy AFM dla trzech kątów γ .

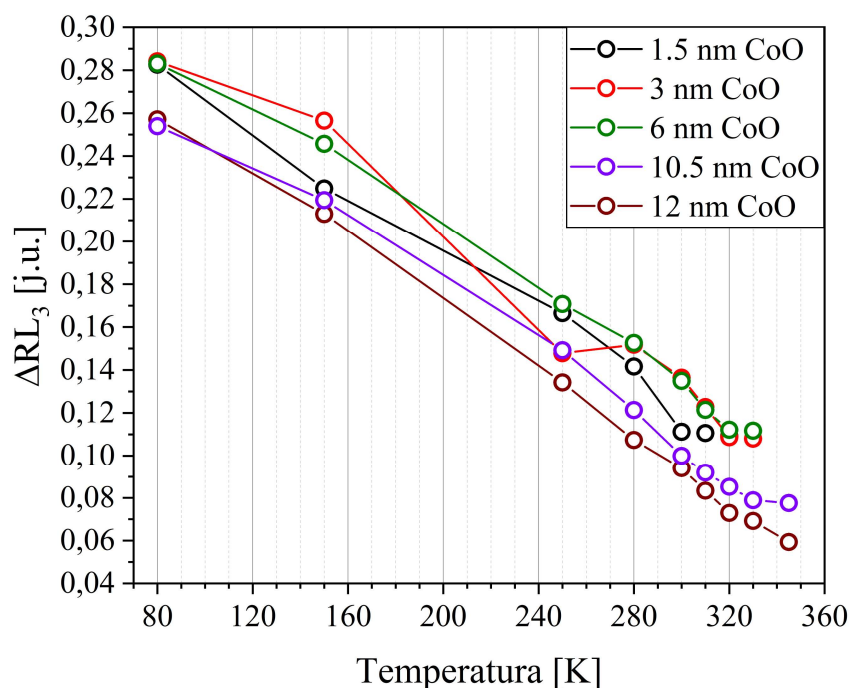


Rysunek 61. Zależność RL_3 od grubości warstwy tlenku kobaltu, wyznaczona dla widm XAS CoO zmierzonych na krawędzi absorpcji Co - L_3 dla trzech różnych kątów azymutalnych γ .

W przypadku wektora polaryzacji liniowej równoległego do kierunku $[100]$ ($\gamma = 0^\circ$) wartość RL_3 jest równa 0.71 i nie zależy od grubości warstwy CoO. Dla $d_{CoO} > 7.5$ nm wartość RL_2 jest zbliżona do tych wyznaczonych dla $\gamma = -45^\circ$ oraz $\gamma = 45^\circ$. Zależność RL_3 od grubości tlenku kobaltu jest wyraźna dla $\gamma = -45^\circ$ oraz $\gamma = 45^\circ$. Dla $d_{CoO} < 9$ nm, wartość współczynnika RL_3 dla $\gamma = -45^\circ$ jest mniejsza niż ta zanotowana dla $E \parallel [100]$. Z kolei analiza pomiarów

wykonanych dla $\gamma = 45^\circ$ pokazuje że stosunek RL_3 przyjmuje wartości większe niż współczynnik wyznaczony dla $\gamma = 0^\circ$. Wynik ten potwierdza, że cienkie warstwy CoO posiadają strukturę domenową o kierunku wektora Néela równoległym do kierunku $[110]$.

Różne wartości bezwzględne współczynników RL_3 dla $\gamma = -45^\circ$ oraz $\gamma = 45^\circ$, mogą być konsekwencją próbkowania różnych obszarów na próbce dla dwóch kątów γ , co może być związane ze zmianą populacją domen o wektorze Néela równoległym do kierunku $[110]$ i $[1\bar{1}0]$. Potwierdzeniem tej hipotezy jest nierówna populacja antyferromagnetycznych domen widoczna na obrazach mikroskopowych (Rysunek 58). Dla $d_{CoO} > 7.5$ nm wartości RL_3 są takie same dla trzech kątów γ a zwiększania grubości CoO nie wpływa na ich wartość. Biorąc pod uwagę wyniki pomiarów mikroskopowych zmiana charakteru zależności RL_3 dla grubszych warstw CoO mogłaby tłumaczyć spodziewaną reorientację spinową w układzie. Jednak, dla domen AFM o strukturze spinowej równoległej do kierunku $[100]$ można spodziewać się zmiany stosunku RL_3 dla $\gamma = 0^\circ$. Dlatego, brak różnic pomiędzy współczynnikami RL_3 wyznaczonymi dla widm zmierzonych dla trzech kątów azymutalnych nie potwierdza zmiany kierunku osi łatwej anizotropii postulowanej w pomiarach magnetoptycznych. Brak zależności RL_3 od d_{CoO} dla grubszych warstw tlenku może być konsekwencją istnienia struktury domenowej o niezerowej składowej momentów magnetycznych prostopadłej do płaszczyzny warstwy. Struktura domenowa której rzut na płaszczyznę próbki jest równoległy do kierunków $[100]$ oraz $[010]$ może przyczyniać się do powstania kontrastu w mikroskopii Voigta. Innym wytłumaczeniem braku zmian w charakterze zależności $RL_3(d_{CoO})$ jest występowanie równej populacji domen AFM równoległych do kierunków, lub dających rzut na kierunki płaszczyznowe $[100]$ i $[010]$ w obszarze próbkowania XAS. Przeprowadzone pomiary XAS nie pozwoliły na uzyskanie jednoznacznego potwierdzenia hipotezy występowania przejścia SRT w warstwach CoO.



Rysunek 62. Temperaturowa zależność ΔRL_3 wyznaczona z widm zmierzonych na obszarach o różnych grubościach tlenku kobaltu.

Charakterystyka temperaturowa magneto-optycznego sygnału asymetrii intensywności sugerowała, że temperatura uporządkowania cienkich warstw CoO jest wyższa niż T_N litego AFM. (Rysunek 57). W celu potwierdzenia tego wyniku, wykonano pomiary widm XAS CoO w funkcji temperatury. Podobnie jak w przypadku badań opisanych w Rozdziale 5, pomiary XAS wykonane dla dwóch kątów padania wiązki promieniowania umożliwiały wyznaczenie parametru ΔRL_3 , zdefiniowanego zgodnie z Równaniem 5.1, który jest miarą liniowego dichroizmu w układzie. Temperaturowa ewolucja ΔRL_3 może dostarczyć informacji o zmianie dalekozasięgowego uporządkowania momentów magnetycznych w antyferromagnetyku i pozwala na wyznaczenie T_N warstwy AFM. Rysunek 62 przedstawia zależność $\Delta RL_3(T)$ wyznaczoną z pomiarów XAS dla grubości CoO z zakresu od 1.5 nm do 12 nm. Dla $d_{CoO} = 1.5$ nm wraz ze wzrostem temperatury od 80 K do 300 K zauważono spadek wartości ΔRL_3 . Dalsze zwiększanie temperatury nie wpływało na wartość parametru, co oznacza że temperatura uporządkowania magnetycznego warstwy o grubości 1.5 nm jest zbliżona do temperatury uporządkowania litego CoO. Dla grubości tlenku równej 3 nm oraz 6 nm wykres $\Delta RL_3(T)$ nasycy się w temperaturze około 320 K, wskazując na wzrost T_N AFM. Z kolei zależność $\Delta RL_3(T)$ dla $d_{CoO} = 10.5$ nm stabilizuje się w pobliżu 330 K. Dla najgrubszej warstwy ($d_{CoO} = 12$ nm) nie zaobserwowano wypłaszczenia zależności $\Delta RL_3(T)$, co może sugerować, że T_N dla takiej grubości jest równa lub wyższa niż 345 K. Temperaturowe zależności ΔRL_3 potwierdzają, że temperatura uporządkowania cienkich warstw CoO jest wyższa niż T_N litego tlenku kobaltu. Wyznaczone z pomiarów XAS wartości T_N dla

$d_{\text{CoO}} = 3\text{nm}$, $d_{\text{CoO}} = 6\text{nm}$ oraz $d_{\text{CoO}} = 12\text{nm}$ są równe tym wyznaczonym w pomiarach magnetoptycznych.

7.3.1. Obrazowanie struktury domenowej CoO za pomocą mikroskopii XMLD – PEEM

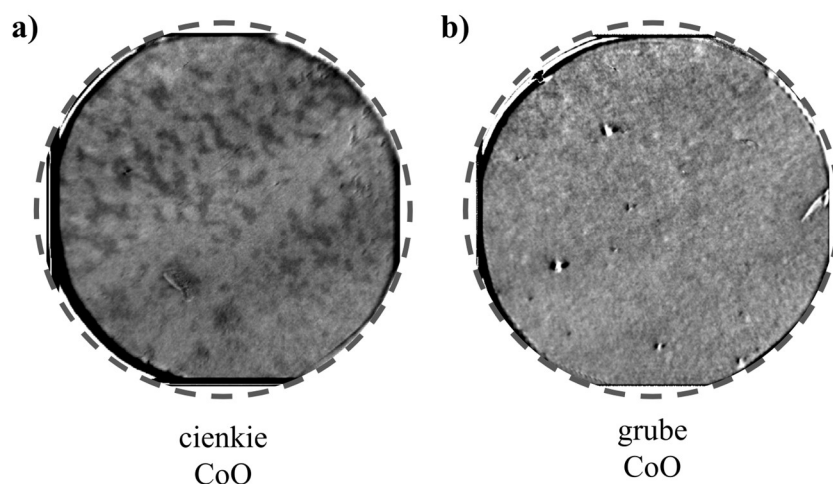
Strukturę domenową AFM CoO zwizualizowano przy użyciu mikroskopii XMLD - PEEM. Obrazy domenowe wykonane zostały na linii Nanospectroscopy w synchrotronie Elettra Trieste. Geometria układu pomiarowego była analogiczna do tej, użytej podczas obrazowania domen NiO, przedstawionej na Rysunku 45(b). Pomiary XMLD - PEEM zostały wykonane dla polaryzacji liniowej promieniowania $\mathbf{E} \parallel [110]$ oraz $\mathbf{E} \parallel [100]$. Pomiary PEEM były wykonane na dedykowanej próbce o zmiennej grubości CoO (od 2 nm do 10 nm). Sposób preparatyki próbki był identyczny do przedstawionego w Rozdziale 7.1.

Obrazy X - PEEM wykonano przy wykorzystaniu wertykalnej polaryzacji liniowej padającego promieniowania X (VPOL), która zapewnia czułość na domeny AFM w płaszczyźnie warstwy. Obrazy X - PEEM były rejestrowane dla energii promieniowania padającego równej $E_1 = 776.5 \text{ eV}$ oraz $E_2 = 777.8 \text{ eV}$. Dodatkowo, zapisywane były referencyjne obrazy tła dla $E_{\text{bg}} = 774 \text{ eV}$. Wymienione wartości energii były dobrane w oparciu o zmierzone wcześniej widmo XAS CoO na krawędzi absorpcji $L_3 \text{ Co}$. Obraz różnicowy uzyskano wykorzystując wzór:

$$I_{\text{XMLD}} = \frac{I(h\nu_1) - I(h\nu_{\text{bg}})}{I(h\nu_2) - I(h\nu_{\text{bg}})}, \quad (7.2)$$

gdzie $I(h\nu_{\text{bg}})$, $I(h\nu_1)$, $I(h\nu_2)$ odpowiadają kolejno obrazom zarejestrowanym dla energii 774 eV, 776.5 eV, 777.8 eV.

Dla warstw CoO o grubości $d_{\text{CoO}} < 7.5 \text{ nm}$ zaobserwowano kontrast magnetyczny w geometrii dla której wektor polaryzacji $\mathbf{E}$ był równoległy do kierunku $[110]$. Wynik ten potwierdza istnienie struktury domenowej AFM, o kierunku wektora Néela równoległym do kierunków $[110]$ oraz $[1\bar{1}0]$ dla cienkich warstw CoO. Obraz struktury domenowej uzyskany dla części próbki z ciekim CoO ($d_{\text{CoO}} = 4 \text{ nm}$) został pokazany na Rysunku 63(a). Rysunek 63(b) przedstawia obraz XMLD - PEEM zarejestrowany na obszarze z grubszym tlenkiem, $d_{\text{CoO}} = 10 \text{ nm}$. W tym przypadku, próbka została obrócona tak, aby wektor polaryzacji liniowej $\mathbf{E}$ był równoległy do kierunku $[100]$, zapewniając czułość na domeny AFM równoległe do kierunku $[100]$. Obrazy były rejestrowane w temperaturze pokojowej.



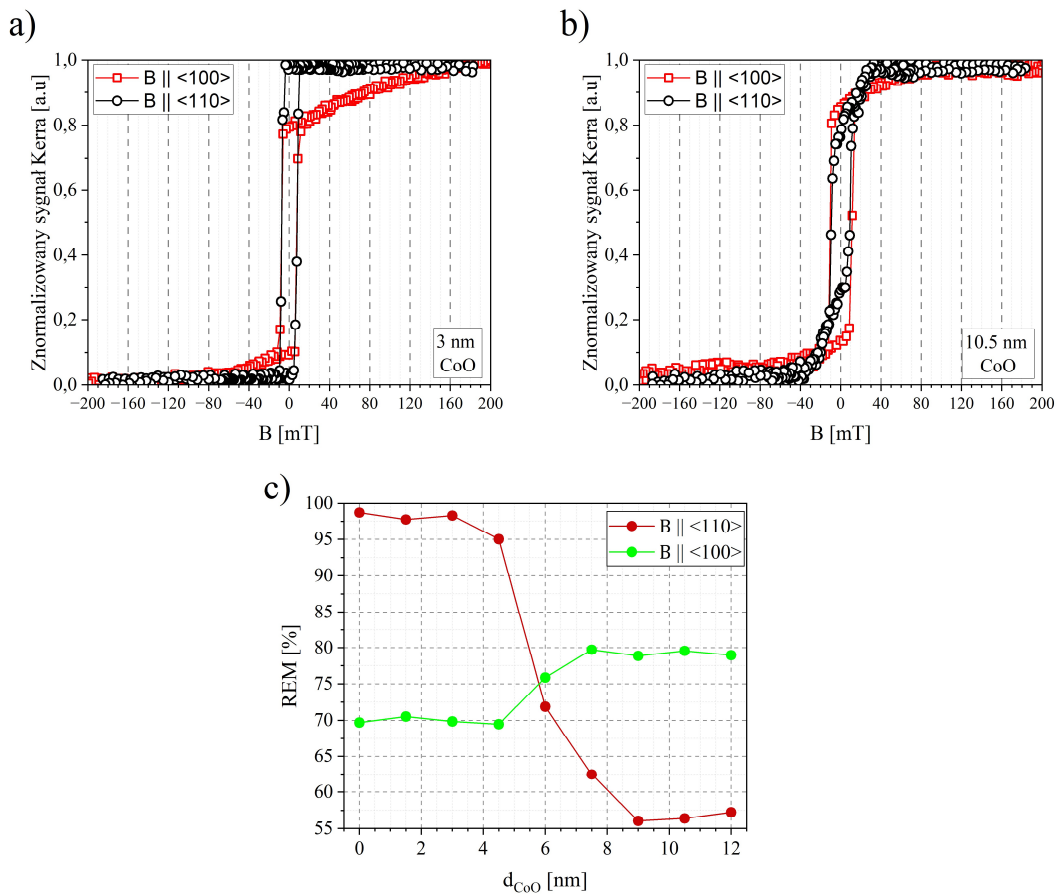
Rysunek 63. Obrazy struktury domenowej CoO wykonane metodą XMLD-PEEM z polaryzacją czułą na domeny w płaszczyźnie próbki: a) na obszarze próbki z ciekim CoO (~ 4 nm), wektor $\mathbf{E} \parallel [110]$, b) na obszarze z grubym CoO (10 nm), wektor $\mathbf{E} \parallel [001]$. Pole widzenia na obrazach to $10 \times 10 \mu\text{m}^2$. Obrazy były rejestrowane w temperaturze pokojowej.

Na obrazie zarejestrowanym na obszarze próbki z ciekim CoO zaobserwowano wyraźną strukturę domenową tlenku. Kształt i wielkość domen są bardzo podobne do tych zaobserwowanych z wykorzystaniem mikroskopii magneto-optycznej dla warstw CoO o podobnej grubości. Dodatkowo, kontrast magnetyczny w mikroskopie XMLD - PEEM jest widoczny dla $\mathbf{E} \parallel [110]$, co potwierdza obecność domen o wektorze Néela równoległym do kierunku $[110]$ i $[1\bar{1}0]$. Na części próbki z warstwą CoO o grubości 10 nm dla $\mathbf{E} \parallel [100]$ można zauważyć pewne formy „paskowych” domen, podobnych co do wielkości do tych zobrazonych za pomocą efektu Voigta. Jednakże, kontrast na Rysunku 63(b) jest niewielki w porównaniu z kontrastem zarejestrowanym na części próbki z ciekim CoO. Dla obu obszarów przeprowadzono obrazowanie z wykorzystaniem polaryzacji horyzontalnej (HPOL), użycie której zapewnia czułość na prostopadłą do powierzchni warstwy składową momentów magnetycznych. Jednakże, w przypadku obu zobrazonych obszarów próbki, nie zauważono żadnego kontrastu magnetycznego dla tej konfiguracji pomiaru.

7.4. Efekt bliskości magnetycznej w dwuwarstwie Fe/CoO

Zauważone w poprzednich badaniach zmiany anizotropii magnetycznej CoO mogą wpłynąć na oddziaływanie z pobliskim ferromagnetykiem. W celu zbadania wpływu grubości CoO na właściwości magnetyczne dwuwarstwy Fe/CoO wytworzono próbkę, w której warstwa CoO o grubościach z zakresu (1.5 - 12) nm została pokryta 2 nm Fe. Pomiaru efektu Voigta potwierdziły obecność domen AFM w warstwach CoO o kształcie i rozmiarach podobnych do tych obserwowanych dla próbek bez FM. Zmiana kierunku i kształtu domen występowała,

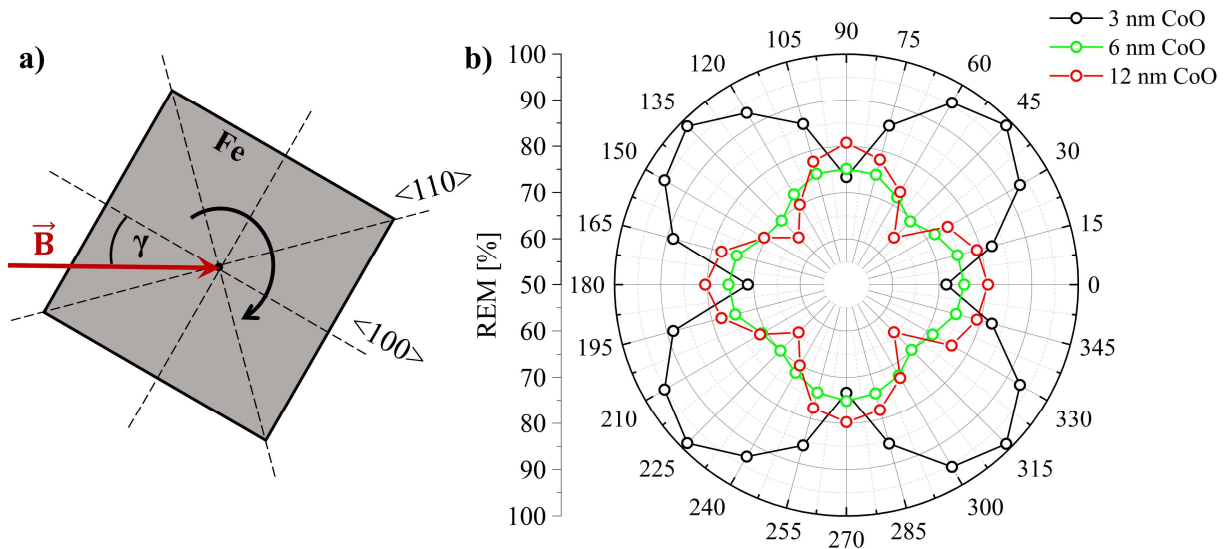
podobnie jak we wcześniej opisanym eksperymencie dla $d_{\text{CoO}} = 6\text{ nm}$. W celu sprawdzenia jak zmiana grubości CoO wpływa na właściwości magnetyczne warstwy żelaza, przeprowadzone zostały pomiary MOKE w konfiguracji podłużnej. W pierwszej kolejności pętle LMOKE zostały zarejestrowane dla różnych grubości tlenku w zewnętrznym polu magnetycznym przyłożonym wzdłuż dwóch kierunków krystalograficznych CoO(001): $\mathbf{B} \parallel [110]$ oraz $\mathbf{B} \parallel [100]$. Rysunek 64(a, b) przedstawia przykładowe pętle histerezy Fe zmierzone w temperaturze pokojowej na obszarach próbki z $d_{\text{CoO}} = 3\text{ nm}$ oraz $d_{\text{CoO}} = 10.5\text{ nm}$ dla dwóch prostopadłych kierunków pola magnetycznego. Na obszarze z 3 nm CoO dla $\mathbf{B} \parallel [110]$ zmierzono pętlę o kształcie charakterystycznym dla kierunku łatwego Fe, o blisko stuprocentowej remanencji (REM). W pomiarze z zewnętrznym polem przyłożonym wzdłuż kierunku $[100]$ zarejestrowano utrudnioną pętlę o obniżonej remanencji. W przypadku żelaza na 10.5 nm CoO, żadna ze zmierzonych pętli nie posiada prostokątnego kształtu typowego dla pętli łatwej, choć pętla zarejestrowana dla $\mathbf{B} \parallel [110]$ posiada mniejszą remanencję. Wynik ten sugeruje zmianę właściwości magnetycznych warstwy Fe towarzyszącą zmianie grubości warstwy tlenku. Pomiary pętli histerezy w funkcji grubości CoO pozwoliły na wyznaczenie zależności sygnału remanencji od d_{CoO} , którą przedstawiono na Rysunku 64(c).



Rysunek 64. Pętle histerezy LMOKE zmierzone dla dwuwarstwy Fe/CoO na obszarach próbki o grubości CoO: a) 3 nm i b) 10.5 nm. Pętle zostały zarejestrowane dla dwóch prostopadłych kierunków zewnętrznego pola magnetycznego: $\mathbf{B} \parallel [110]$ oraz $\mathbf{B} \parallel [100]$. C) Zależność remanencji (wyrażona w procentach) od grubości podwarstwy CoO wyznaczona na podstawie pomiarów wykonanych dla dwóch kierunków zewnętrznego pola magnetycznego.

Wyznaczona charakterystyka pokazuje wyraźną zależność remanencji od grubości CoO. Dla pomiarów wykonanych w zewnętrznym polu magnetycznym przyłożonym wzdłuż osi $\langle 110 \rangle$, gwałtowny spadek remanencji obserwowany jest dla $d_{\text{CoO}} > 4.5$ nm. Dla $d_{\text{CoO}} = 6$ nm, wyliczona wartość remanencji jest wartością średnią z REM wyznaczonej dla cienkiego i grubego tlenku. Wynik ten pokazuje, że zmiana struktury domenowej w warstwie AFM wymusza zmianę anizotropii w warstwie Fe. Jak pokazano we wcześniejszych pracach [176, 177] osie łatwe anizotropii cienkich warstw Fe przygotowanych na MgO(001), które jest izostrukturnalne z CoO, są równoległe do kierunków $[110]$ i $[1\bar{1}0]$ MgO. Podobnie jak w przypadku cienkich warstw CoO, co potwierdzają wyniki przedstawione na $d_{\text{CoO}} \leq 6$ nm w niniejszej pracy. Zmiana anizotropii Fe wraz z rosnącą grubością tlenku może być konsekwencją zmiany kierunku oddziaływania na międzywierzchni FM/AFM.

W celu dokładniejszej charakteryzacji właściwości magnetycznych warstwy Fe przeprowadzono pomiary pętli histerezy w funkcji azymutalnego kąta γ , zdefiniowanego jako kąt pomiędzy kierunkiem pola magnetycznego a kierunkiem $[100]$ CoO. (Rysunek 65(a)). Na podstawie zarejestrowanych pętli histerezy wyznaczona została zależność remanencji od kąta γ . Rysunek 65(b) przedstawia zależność $\text{REM}(\gamma)$ wyznaczoną dla dwuwarstwy Fe/CoO o grubościach warstw AFM równych 3 nm (kolor czarny), 6 nm (kolor zielony) oraz 12 nm (kolor czerwony).

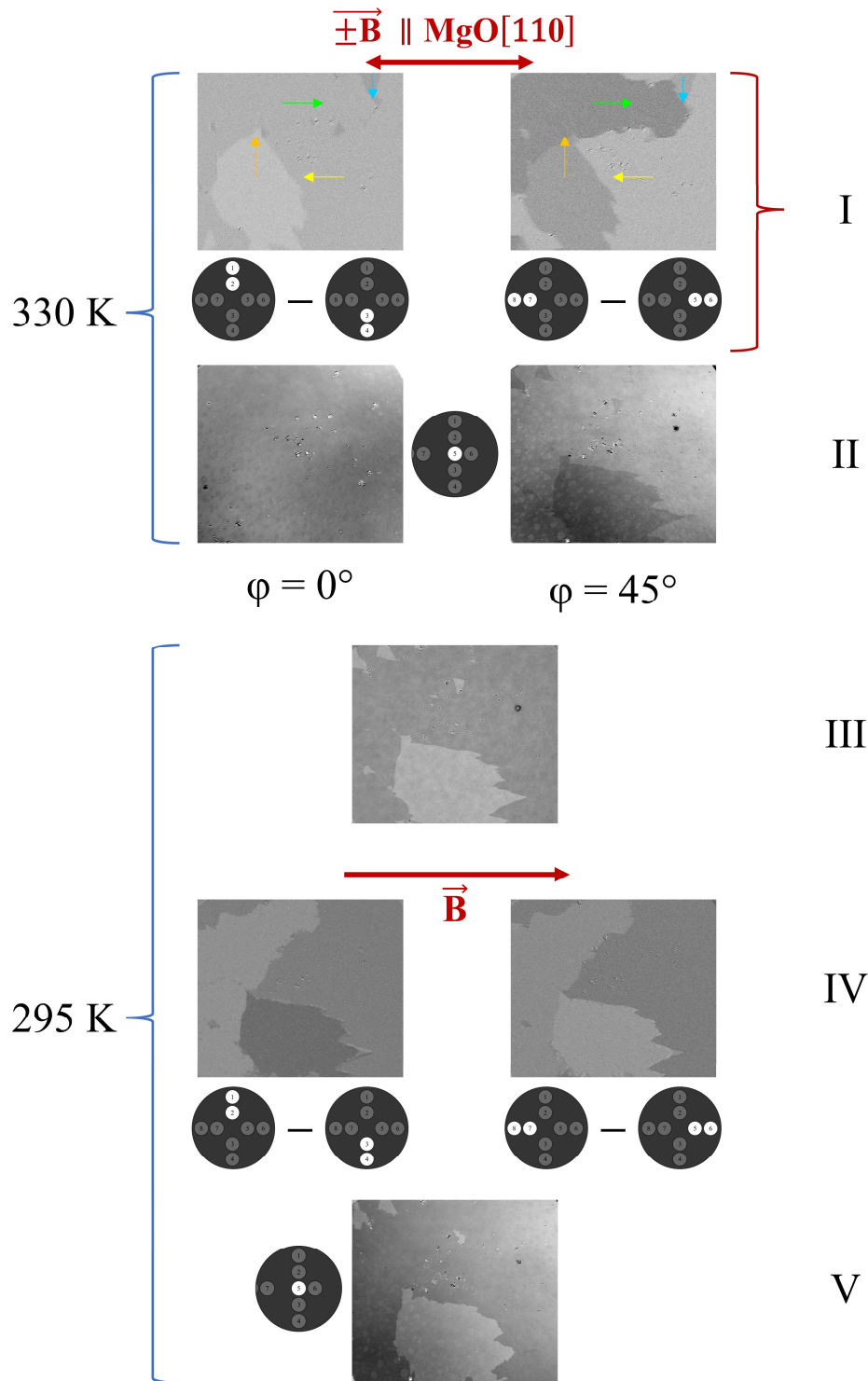


Rysunek 65. a) Schematyczne przedstawienie definicji azymutalnego kąta γ dla pomiarów pętli histerezy magnetycznej Fe/CoO b) Zależność remanencji wyznaczona dla pętli histerezy uzyskanych na obszarach próbki o grubościach CoO równych 3 nm (kolor czarny), 6 nm (kolor zielony), 12 nm (kolor czerwony).

Wyraźne maksima remanencji obserwowane dla części próbki o grubości CoO równej 3 nm zanotowano dla $\mathbf{B} \parallel [110]$, $\mathbf{B} \parallel [\bar{1}\bar{1}0]$, $\mathbf{B} \parallel [1\bar{1}0]$, $\mathbf{B} \parallel [\bar{1}10]$ MgO. Wymienione kierunki krystalograficzne MgO odpowiadają kierunkom $[100]$, $[\bar{1}00]$, $[0\bar{1}0]$ oraz $[010]$ Fe, ponieważ komórka elementarna cienkich epitaksjalnych warstw Fe jest obrócona o 45° względem komórki podłoża MgO(001) [176, 177]. Wynik ten oznacza, że dla Fe/CoO(3 nm) osie łatwe anizotropii Fe są równoległe do łatwych osi anizotropii warstwy AFM. Zależność $REM(\gamma)$ wykazuje wyraźnie minima w których wartość remanencji wynosi około 70%. W przypadku $d_{CoO} = 6$ nm minima są mniej wyraźne, a maksima remanencji występują dla pętli zmierzonych w zewnętrznym polu magnetycznym przyłożonym wzdłuż osi $\langle 100 \rangle$ oraz $\langle 010 \rangle$ MgO. Znacznie mniejsza w tym przypadku jest różnica pomiędzy minimalną i maksymalną wartością remanencji, która wynosi około 4.5 %. Słaba zależność remanencji od kąta γ może być konsekwencją współlistnienia domen magnetycznych równoległych do kierunków $[110]$ ($[\bar{1}\bar{1}0]$) oraz $[100]$ ($[010]$) obserwowanych w mikroskopie magneto-optycznym. Ponieważ plamka lasera, wykorzystywanego w laboratoryjnym zestawie pomiarowym MOKE, który został użyty do pomiarów pętli histerezy ma średnicę równą około 0.5 mm, w pomiarze sygnał uśredniany jest z powierzchni równej około 0.78mm^2 . Bardziej wyraźna różnica w sygnale remanencji dla $\mathbf{B} \parallel [110]$ i $\mathbf{B} \parallel [100]$ MgO obserwowana jest dla najgrubszej warstwy CoO 12 nm. Efekt ten może być związany z ujednoliceniem struktury domenowej w sprzężonej warstwie AFM, co potwierdzają wyniki badań efektu Voigta. Wyróżnione kierunki w zależności $REM(\gamma)$ wskazują na kierunek osi łatwych Fe równoległy do kierunku $[100]$ oraz $[010]$ MgO.

Opisane wyżej wyniki pomiarów MOKE dla dwuwarstwy Fe/CoO pokazują, iż stan magnetyczny dolnej warstwy CoO, który zmienia się wraz ze zmianą grubości tlenku, wpływa na anizotropię magnetyczną górnej warstwy FM. Niżej opisany eksperyment miał na celu sprawdzenie, czy górna warstwa Fe może wpłynąć na właściwości magnetyczne CoO, modyfikując strukturę domenową lub wpływając na anizotropię magnetyczną AFM. Aby zrealizować ten cel wykorzystując mikroskopię magneto-optyczną, scharakteryzowane zostały właściwości dwuwarstwy Fe(2 nm)/CoO dla grubości tlenku równej 5 nm. Układ został zobrazony w Laboratorium Mikroskopii Kerrowskiej w IFW Dresden za pomocą mikroskopu identycznego jak ten używany w Laboratorium Nanostruktur Powierzchniowych AGH. Do obserwacji efektów występujących w dwuwarstwie FM/AFM, wykorzystane zostały dwa zjawiska magneto-optyczne, efekt Kerra oraz efekt Voigta. Używając mikroskopu MOKE z czułością płaszczyznową (przy ukośnym padaniu światła) zobrazone zostały domeny w warstwie Fe. Struktura magnetyczna AFM była badana przy użyciu oświetlenia padającego

prostopadle do powierzchni próbki. Ponieważ eksperymenty wymagały zmiany temperatury próbki, pomiary zostały wykonane w kriostacie.



Rysunek 66. Metodyka wizualizacji domen w układzie Fe/CoO(5 nm) przedstawiona w pięciu etapach wraz z odpowiadającymi im temperaturami obrazowania: I – 330 K; po lewej, obraz domen Fe, powstałych po rozmagnesowaniu próbki zmiennym polem magnetycznym wzdłuż kierunku [110] podłoża MgO, obraz został zarejestrowany z czułością na kierunek w płaszczyźnie, prostopadły do wektora pola magnetycznego; po prawej, analogiczny obraz domen Fe, zarejestrowany z czułością wzdłuż pola magnetycznego; poniżej, schemat układu oświetlenia LED mikroskopu. II – 330K; obrazy struktury domenowej uzyskane efektem Voigta (prostopadłe padanie światła), dla dwóch różnych kątów obrotu próbki: $\varphi = 0^\circ$, $E \parallel \langle 110 \rangle$; $\varphi = 45^\circ$, $E \parallel \langle 100 \rangle$. III – 295 K, $\varphi = 45^\circ$; kontrast pochodzący od efektu MLB, widoczny po schłodzeniu próbki. IV – 295 K; obrazy zebrane z czułością płaszczyznową (jak w etapie I) oraz z referencją obrazu w remanencji, podczas przykładania pola magnetycznego wzdłuż kierunku [100] MgO. V - 295 K, $\varphi = 45^\circ$; struktura domenowa CoO (efekt MLB) po nasyceniu górnej warstwy Fe; Obrazy zostały zebrane z dwudziestokrotnym powiększeniem, a pole widzenia każdego z nich to $325 \times 325 \mu\text{m}^2$.

Rysunek 66 przedstawia kolejne etapy eksperymentu (oznaczone numerami od I do V) wraz z uzyskanymi w każdym etapie obrazami struktury domenowej. W pierwszym etapie próbka została podgrzana do 330 K, czyli powyżej T_N 5 nm CoO, a następnie rozmagnesowana w zmiennym zewnętrznym polu magnetycznym o malejącej amplitudzie. Podczas procesu rozmagnesowania pole było przyłożone wzdłuż kierunku [100] Fe ([110] MgO), początkowa amplituda pola wynosiła 20 mT i malała do zera w czasie 10 s. Struktura domenowa w warstwie żelaza powstała w wyniku rozmagnesowania próbki została przedstawiona na Rysunku 66 (etap I). Przedstawione obrazy struktury domenowej powstały w wyniku odjęcia obrazu referencyjnego zarejestrowanego w polu magnetycznym o maksymalnej amplitudzie od obrazu uzyskanego po wykonaniu procedury rozmagnesowania. Domeny FM zostały zobrazowane z wykorzystaniem transversalnego (Rysunek 66 I, po lewej) oraz podłużnego (Rysunek 66 I, po prawej) efektu Kerra. Oprogramowanie sterujące oświetleniem mikroskopu w IFW Dresden było wyposażone w sekwencyjny moduł stroboskopowy, który pozwalał na jednoczesne obrazowanie domen magnetycznych w geometrii transversalnej i podłużnej. Na obu zarejestrowanych obrazach widoczne są trzy rodzaje domen, różniące się poziomem szarości. Równoczesna obserwacja kontrastu w dwóch geometriach pomiaru pozwoliła na identyfikację domen o $\mathbf{M} \parallel [110]$ MgO ([100] Fe) (Rysunek 66 I, zielona strzałka), $\mathbf{M} \parallel [1\bar{1}0]$ ([010] Fe) (Rysunek 66 I, niebieska strzałka), $\mathbf{M} \parallel [\bar{1}\bar{1}0]$ ($\bar{1}$ [00] Fe) (Rysunek 62 I, żółta strzałka) i $\mathbf{M} \parallel [\bar{1}10]$ ([0 $\bar{1}$ 0] Fe) (Rysunek 66 I, pomarańczowa strzałka). W kolejnym etapie eksperymentu (etap II) poprzez zmianę oświetlenia uzyskano czułość na efekt Voigta. Zarejestrowany w etapie II obraz różnicowy jest wynikiem odjęcia obrazu uzyskanego dla dodatniego kąta otwarcia analizatora względem polaryzatora $+\theta_A = 5^\circ$ od obrazu zapisanego dla $-\theta_A$. W przypadku gdy wektor polaryzacji liniowej światła padającego prostopadłe do powierzchni próbki $\mathbf{E}$ był równoległy do kierunku MgO[100] (Fe[110]) nie zanotowano kontrastu magnetycznego (Rysunek 66 II, po lewej). Kontrast magnetyczny pojawił się po obrocie próbki o 45° ($\varphi = 45^\circ$), dla $\mathbf{E} \parallel [110]$ MgO ([100] Fe) (Rysunek 66 II, po prawej). Ponieważ, jak pokazano w Rozdziale 7.2, temperatura 330 K jest wyższa niż temperatura uporządkowania CoO o grubości 5 nm, obserwowany kontrast jest wynikiem efektu Voigta pochodzącego od warstwy Fe. Kontrast ten zanikał przy przemagnesowaniu warstwy Fe w temperaturze 330 K, co potwierdza że nie pochodzi on od warstwy AFM. W etapie III próbka została schłodzona do 295 K, poniżej T_N 5 nm CoO. Struktura domenowa zarejestrowana po schłodzeniu próbki była identyczna jak ta zaobserwowana w 330 K, a kontrast był znacznie wzmocniony. Aby potwierdzić, że wzmocnienie kontrastu pochodzi od warstwy AFM w kolejnym kroku (etap IV) w obniżonej temperaturze nasycano warstwę Fe w zewnętrznym polu magnetycznym o amplitudzie 336 mT. Przed przyłożeniem pola mikroskop został ustawiony w

trybie pracy z wykorzystaniem transwersalnego oraz podłużnego efektu Kerra, podobnie jak w etapie I. Ponieważ obraz referencyjny w etapie IV został zarejestrowany przed przyłożeniem pola, obrazy różnicowe zanotowane po nasyceniu warstwy Fe (Rysunek 66, etap IV) przedstawiają strukturę domenową, która została „zniszczona” polem magnetycznym (stan jednodomenowy). Ostatecznie, w etapie V, dla konfiguracji z prostopadłym padaniem światła zapisany został obraz domenowy CoO, uzyskany jako obraz różnicowy, w sposób analogiczny do etapu II. Obecność kontrastu pomimo nasycenia FM dowodzi, że pochodzi on od efektu Voigta w warstwie CoO. Sprawdzono, że kolejne procesy przemagnesowania nie miały wpływu na zmiany AFM domen. Wynik ten oznacza, że struktura domenowa Fe jest zapisywana w warstwie AFM przy przejściu przez T_N . Przemagnesowanie warstwy FM poniżej T_N nie wpływa na strukturę magnetyczną CoO.

8. Podsumowanie

Celem niniejszej pracy doktorskiej było określenie zależności wpływu efektu bliskości magnetycznej na warstwy FM i AFM w epitaksjalnych układach cienkowarstwowych. Podczas realizacji pracy scharakteryzowane zostały struktury typu $\text{AFM}_2/\text{AFM}_1$, FM/AFM/FM oraz FM/AFM. Badania zostały zrealizowane w układach FeO/CoO, Co/NiO/Fe oraz Fe/CoO.

Eksperymenty przeprowadzone dla dwuwarstwy FeO/CoO potwierdziły, że bliskość magnetyczna CoO ma znaczący wpływ na właściwości magnetyczne warstwy FeO. Pomiar CEMS wykazały, że dla warstw wustytu przygotowanych na CoO o grubości 2 nm temperatura Néela jest zwiększona o 100 K w porównaniu do wartości T_N warstwy FeO w układzie MgO/FeO/MgO. Dodatkowo, modyfikacja właściwości FeO poprzez bliskość tlenku kobaltu znacząco wpłynęła na sprzężenie wymiany na górnym interfejsie Fe/FeO w heterostrukturze Fe/FeO/CoO. Efekt bliskości spowodował blisko 5-krotne zwiększenie pola *exchange bias* w porównaniu z dwuwarstwą Fe/FeO. W układzie Fe/FeO/CoO wzrosła również temperatura blokowania.

Dla trójwarstwy Co/NiO/Fe przygotowanej na podłożu W(110) udowodniono, że anizotropia magnetyczna warstwy Fe oraz sprzężenie wymienne na interfejsach NiO/Fe oraz Co/NiO wpływa na właściwości magnetyczne zarówno warstwy NiO, jak również Co. Pomiar XAS wykazały, że związana ze zmianą grubości Fe, zmiana kierunku anizotropii magnetycznej w podwarstwie Fe jest transferowana zarówno do NiO jak i górnej warstwy Co. Reorientacja spinowa w trójwarstwie była badana przy użyciu pierwiastkowo czułych pomiarów XMCD oraz XMLD, a odbicie struktury domenowej Fe w warstwach NiO i Co zostało potwierdzone za pomocą metody X - PEEM. Wyniki badań przedstawione w Rozdziale 6 pracy dowodzą, że zjawisko SRT w trójwarstwie może być precyzyjnie kontrolowane poprzez zmianę grubości Fe, a także zmianę temperatury.

W Rozdziale 7 rozprawy doktorskiej pokazano, że wykorzystując magneto-optyczną mikroskopię efektu Voigta możliwe jest uzyskanie obrazu struktury domenowej warstw CoO. W tym samym rozdziale przeprowadzono analizę ewolucji AFM struktury domenowej CoO w funkcji grubości tlenku. Zauważono, że kierunek anizotropii magnetycznej CoO zmienia się wraz ze zwiększaniem grubości CoO. Wpływ zmiany właściwości magnetycznych tlenku na anizotropię magnetyczną pobliskiej warstwy Fe został zbadany poprzez pomiary pętli histerezy LMOKE w Rozdziale 7.4. Udowodniono, że anizotropia 2 nm Fe podąża za uporządkowaniem spinów w CoO. Eksperymenty temperaturowe w dwuwarstwie Fe(2 nm)/CoO(5 nm) wskazały, że możliwe jest wytworzenie struktury domenowej w Fe powyżej T_N tlenku, która następnie replikowana jest w CoO podczas chłodzenia. Co ważne, AFM struktura domenowa poniżej

temperatury uporządkowania jest nieczuła na zmiany kierunku namagnesowania sąsiadującej warstwy Fe.

Lista referencji

- [1] M. N. Baibich *i in.*, „Giant Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices”, *Phys Rev Lett*, t. 61, nr 21, s. 2472–2475, lis. 1988, doi: 10.1103/PhysRevLett.61.2472.
- [2] G. Binasch, P. Grünberg, F. Saurenbach, i W. Zinn, „Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer exchange”, *Phys Rev B*, t. 39, nr 7, s. 4828–4830, mar. 1989, doi: 10.1103/PhysRevB.39.4828.
- [3] M. Julliere, „Tunneling between ferromagnetic films”, *Phys Lett A*, t. 54, nr 3, s. 225–226, wrz. 1975, doi: 10.1016/0375-9601(75)90174-7.
- [4] T. Miyazaki i N. Tezuka, „Giant magnetic tunneling effect in Fe/Al₂O₃/Fe junction”, *J Magn Magn Mater*, t. 139, nr 3, s. L231–L234, sty. 1995, doi: 10.1016/0304-8853(95)90001-2.
- [5] M. B. Jungfleisch, W. Zhang, i A. Hoffmann, „Perspectives of antiferromagnetic spintronics”, *Physics Letters, Section A: General, Atomic and Solid State Physics*, t. 382, nr 13, s. 865–871, 2018, doi: 10.1016/j.physleta.2018.01.008.
- [6] T. Jungwirth, X. Marti, P. Wadley, i J. Wunderlich, „Antiferromagnetic spintronics”, *Nat Nanotechnol*, t. 11, nr 3, s. 231–241, 2016, doi: 10.1038/nnano.2016.18.
- [7] M. Meinert, D. Graulich, i T. Matalla-Wagner, „Electrical Switching of Antiferromagnetic Mn₂Au and the Role of Thermal Activation”, *Phys Rev Appl*, t. 9, nr 6, s. 064040, cze. 2018, doi: 10.1103/PhysRevApplied.9.064040.
- [8] H. Meer *i in.*, „Direct Imaging of Current-Induced Antiferromagnetic Switching Revealing a Pure Thermomagnetoelastic Switching Mechanism in NiO”, *Nano Lett*, t. 21, nr 1, s. 114–119, sty. 2021, doi: 10.1021/acs.nanolett.0c03367.
- [9] H. Meer *i in.*, „Laser-Induced Creation of Antiferromagnetic 180-Degree Domains in NiO/Pt Bilayers”, *Adv Funct Mater*, t. 33, nr 21, maj 2023, doi: 10.1002/adfm.202213536.
- [10] T. Satoh *i in.*, „Spin Oscillations in Antiferromagnetic NiO Triggered by Circularly Polarized Light”, *Phys Rev Lett*, t. 105, nr 7, s. 077402, sie. 2010, doi: 10.1103/PhysRevLett.105.077402.
- [11] V. Baltz, A. Manchon, M. Tsoi, T. Moriyama, T. Ono, i Y. Tserkovnyak, „Antiferromagnetic spintronics”, *Rev Mod Phys*, t. 90, nr 1, s. 015005, luty 2018, doi: 10.1103/RevModPhys.90.015005.
- [12] P. J. Jensen, H. Dreyssé, i M. Kiwi, „Magnetic reordering in the vicinity of a ferromagnetic/antiferromagnetic interface”, *Eur Phys J B*, t. 46, nr 4, s. 541–551, sie. 2005, doi: 10.1140/epjb/e2005-00287-y.
- [13] K. Lenz, S. Zander, i W. Kuch, „Magnetic Proximity Effects in Antiferromagnet/Ferromagnet Bilayers: The Impact on the Néel Temperature”, *Phys Rev Lett*, t. 98, nr 23, s. 237201, cze. 2007, doi: 10.1103/PhysRevLett.98.237201.
- [14] B. Y. Wang, C. C. Chiu, W. C. Lin, i M. T. Lin, „Enhanced perpendicular magnetic anisotropy in Fe/Mn bilayers by incorporating ultrathin ferromagnetic underlayer through magnetic proximity effect”, *Appl Phys Lett*, t. 103, nr 4, lip. 2013, doi: 10.1063/1.4816478.
- [15] J. Sort, V. Baltz, F. Garcia, B. Rodmacq, i B. Dieny, „Tailoring perpendicular exchange bias in [Pt/Co]-IrMn multilayers”, *Phys Rev B*, t. 71, nr 5, s. 054411, luty 2005, doi: 10.1103/PhysRevB.71.054411.
- [16] M. Ali, C. H. Marrows, i B. J. Hickey, „Controlled enhancement or suppression of exchange biasing using impurity δ layers”, *Phys Rev B*, t. 77, nr 13, s. 134401, kwi. 2008, doi: 10.1103/PhysRevB.77.134401.
- [17] C. Clavero *i in.*, „Enhancement of induced V polarization due to rough interfaces in polycrystalline V/Fe/V trilayers”, *Phys Rev B*, t. 80, nr 2, s. 024418, lip. 2009, doi: 10.1103/PhysRevB.80.024418.
- [18] K. Wasa, M. Kitabatake, i H. Adachi, „Thin Film Materials and Devices”, *Thin Film Materials Technology*, Elsevier, 2004, s. 1–16. doi: 10.1016/B978-081551483-1.50002-2.

- [19] H. Adachi i K. Wasa, „Thin Films and Nanomaterials”, w *Handbook of Sputtering Technology*, Elsevier, 2012, s. 3–39. doi: 10.1016/B978-1-4377-3483-6.00001-2.
- [20] A. Hoffmann i W. Zhang, „Antiferromagnets for spintronics”, *J Magn Magn Mater*, t. 553, s. 169216, lip. 2022, doi: 10.1016/j.jmmm.2022.169216.
- [21] J. M. D. Coey, *Magnetism and Magnetic Materials*. Cambridge University Press, 2001. doi: 10.1017/CBO9780511845000.
- [22] B. Barbara, „Louis Néel: His multifaceted seminal work in magnetism”, *C R Phys*, t. 20, nr 7–8, s. 631–649, lis. 2019, doi: 10.1016/j.crhy.2019.07.003.
- [23] L. Néel, „Magnetism and the local molecular field”, *Nobel Lecture*. 11 grudzień 1970.
- [24] H. Ohldag, G. van der Laan, i E. Arenholz, „Correlation of crystallographic and magnetic domains at Co/NiO(001) interfaces”, *Phys Rev B*, t. 79, nr 5, s. 052403, luty 2009, doi: 10.1103/PhysRevB.79.052403.
- [25] C. Baldasseroni i in., „Temperature-driven growth of antiferromagnetic domains in thin-film FeRh”, *Journal of Physics: Condensed Matter*, t. 27, nr 25, s. 256001, cze. 2015, doi: 10.1088/0953-8984/27/25/256001.
- [26] H. Gomonay i V. M. Loktev, „Magnetostriction and magnetoelastic domains in antiferromagnets”, *Journal of Physics: Condensed Matter*, t. 14, nr 15, s. 3959–3971, kwi. 2002, doi: 10.1088/0953-8984/14/15/310.
- [27] H. Ibach i H. Lüth, *Solid-State Physics: An Introduction to Principles of Materials Science*. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2009. doi: 10.1007/978-3-540-93804-0.
- [28] C. Kittel, *Kittel's Introduction to Solid State Physics*, 8. wyd. Wiley, 2018.
- [29] D. C. Johnston, „Magnetic Susceptibility of Collinear and Noncollinear Heisenberg Antiferromagnets”, *Phys Rev Lett*, t. 109, nr 7, s. 077201, sie. 2012, doi: 10.1103/PhysRevLett.109.077201.
- [30] J. R. Singer, „Magnetic Susceptibility of NiO and CoO Single Crystals”, *Physical Review*, t. 104, nr 4, s. 929–932, lis. 1956, doi: 10.1103/PhysRev.104.929.
- [31] J. Stöhr i H. C. Siegmann, *Magnetism: From fundamentals to nanoscale dynamics*, 1. wyd. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2006. doi: 10.1007/978-3-540-30283-4.
- [32] J. Kanamori, „Superexchange interaction and symmetry properties of electron orbitals”, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, t. 10, nr 2–3, s. 87–98, lip. 1959, doi: 10.1016/0022-3697(59)90061-7.
- [33] J. B. Goodenough, *Magnetism and the Chemical Bond*, t. 1. New York-London: John Wiley & Sons, Inc., 1963. doi: 10.1002/bbpc.19640681015.
- [34] T. Jungwirth, J. Sinova, A. Manchon, X. Marti, J. Wunderlich, i C. Felser, „The multiple directions of antiferromagnetic spintronics”, *Nat Phys*, t. 14, nr 3, s. 200–203, 2018, doi: 10.1038/s41567-018-0063-6.
- [35] W. Zhang i in., „Spin Hall Effects in Metallic Antiferromagnets”, *Phys Rev Lett*, t. 113, nr 19, s. 196602, lis. 2014, doi: 10.1103/PhysRevLett.113.196602.
- [36] L. Baldrati i in., „Full angular dependence of the spin Hall and ordinary magnetoresistance in epitaxial antiferromagnetic NiO(001)/Pt thin films”, *Phys Rev B*, t. 98, nr 2, s. 024422, lip. 2018, doi: 10.1103/PhysRevB.98.024422.
- [37] B. G. Park i in., „A spin-valve-like magnetoresistance of an antiferromagnet-based tunnel junction”, *Nat Mater*, t. 10, nr 5, s. 347–351, maj 2011, doi: 10.1038/nmat2983.
- [38] X. Y. Lang, W. T. Zheng, i Q. Jiang, „Size and interface effects on ferromagnetic and antiferromagnetic transition temperatures”, *Phys Rev B*, t. 73, nr 22, s. 224444, cze. 2006, doi: 10.1103/PhysRevB.73.224444.
- [39] L. Duo, M. Finazzi, i F. Ciccacci, *Magnetic Properties of Antiferromagnetic Oxide Materials: Surfaces, Interfaces, and Thin Films*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2010.

- [40] P. J. Jensen, H. Dreyssé, i K. H. Bennemann, „Thickness dependence of the magnetization and the Curie temperature of ferromagnetic thin films”, *Surf Sci*, t. 269–270, s. 627–631, maj 1992, doi: 10.1016/0039-6028(92)91322-3.
- [41] C. M. Schneider, P. Bressler, P. Schuster, J. Kirschner, J. J. de Miguel, i R. Miranda, „Curie temperature of ultrathin films of fcc-cobalt epitaxially grown on atomically flat Cu(100) surfaces”, *Phys Rev Lett*, t. 64, nr 9, s. 1059–1062, luty 1990, doi: 10.1103/PhysRevLett.64.1059.
- [42] Y. Li i K. Baberschke, „Dimensional crossover in ultrathin Ni(111) films on W(110)”, *Phys Rev Lett*, t. 68, nr 8, s. 1208–1211, luty 1992, doi: 10.1103/PhysRevLett.68.1208.
- [43] T. Ambrose i C. L. Chien, „Finite-Size Effects and Uncompensated Magnetization in Thin Antiferromagnetic CoO Layers”, *Phys Rev Lett*, t. 76, nr 10, s. 1743–1746, mar. 1996, doi: 10.1103/PhysRevLett.76.1743.
- [44] M. Molina-Ruiz, A. F. Lopeandía, F. Pi, D. Givord, O. Bourgeois, i J. Rodríguez-Viejo, „Evidence of finite-size effect on the Néel temperature in ultrathin layers of CoO nanograins”, *Phys Rev B*, t. 83, nr 14, s. 140407, kwi. 2011, doi: 10.1103/PhysRevB.83.140407.
- [45] P. JENSEN i K. BENNEMANN, „Magnetic structure of films: Dependence on anisotropy and atomic morphology”, *Surf Sci Rep*, t. 61, nr 3, s. 129–199, maj 2006, doi: 10.1016/j.surfrep.2006.02.001.
- [46] A. Schrön, C. Rödl, i F. Bechstedt, „Crystalline and magnetic anisotropy of the 3d-transition metal monoxides MnO, FeO, CoO, and NiO”, *Phys Rev B*, t. 86, nr 11, s. 115134, wrz. 2012, doi: 10.1103/PhysRevB.86.115134.
- [47] K. Koike i T. Furukawa, „Evidence for Ferromagnetic Order at the FeO(111) Surface”, *Phys Rev Lett*, t. 77, nr 18, s. 3921–3924, paź. 1996, doi: 10.1103/PhysRevLett.77.3921.
- [48] W. L. Roth, „Magnetic Structures of MnO, FeO, CoO, and NiO”, *Physical Review*, t. 110, nr 6, s. 1333–1341, cze. 1958, doi: 10.1103/PhysRev.110.1333.
- [49] C. Wilkinson, A. K. Cheetham, G. J. Long, P. D. Battle, i D. A. O. Hope, „Polarized neutron diffraction and Moessbauer effect study of the magnetic ordering in wustite, FeO”, *Inorg Chem*, t. 23, nr 20, s. 3136–3141, wrz. 1984, doi: 10.1021/ic00188a023.
- [50] G. Fahsold, G. König, W. Theis, A. Lehmann, i K.-H. Rieder, „Epitaxial FeO films from ultrathin Fe on MgO(001) studied by He-atom scattering”, *Appl Surf Sci*, t. 137, nr 1–4, s. 224–235, sty. 1999, doi: 10.1016/S0169-4332(98)00533-9.
- [51] G. J. P. Abreu, R. Paniago, i H.-D. Pfannes, „Growth of ultra-thin FeO(100) films on Ag(100): A combined XPS, LEED and CEMS study”, *J Magn Mater*, t. 349, s. 235–239, sty. 2014, doi: 10.1016/j.jmmm.2013.08.059.
- [52] A. Kozioł-Rachwał, T. Ślęzak, T. Nozaki, S. Yuasa, i J. Korecki, „Growth and magnetic properties of ultrathin epitaxial FeO films and Fe/FeO bilayers on MgO(001)”, *Appl Phys Lett*, t. 108, nr 4, sty. 2016, doi: 10.1063/1.4940890.
- [53] N. Rinaldi-Montes i in., „Size effects on the Néel temperature of antiferromagnetic NiO nanoparticles”, *AIP Adv*, t. 6, nr 5, maj 2016, doi: 10.1063/1.4943062.
- [54] W. L. Roth, „Neutron and Optical Studies of Domains in NiO”, *J Appl Phys*, t. 31, nr 11, s. 2000–2011, lis. 1960, doi: 10.1063/1.1735486.
- [55] D. Herrmann-Ronzaud, P. Burlet, i J. Rossat-Mignod, „Equivalent type-II magnetic structures: CoO, a collinear antiferromagnet”, *Journal of Physics C: Solid State Physics*, t. 11, nr 10, s. 2123–2137, maj 1978, doi: 10.1088/0022-3719/11/10/023.
- [56] J. H. Greiner, A. E. Berkowitz, i J. E. Weidenborner, „Properties of Single-Crystal CoO Films on MgO”, *J Appl Phys*, t. 37, nr 5, s. 2149–2155, kwi. 1966, doi: 10.1063/1.1708750.
- [57] R. Abrudan i in., „Structural and magnetic properties of epitaxial Fe/CoO bilayers on Ag(001)”, *Phys Rev B*, t. 77, nr 1, s. 014411, sty. 2008, doi: 10.1103/PhysRevB.77.014411.

- [58] E. Młyńczak, B. Matlak, A. Koziół-Rachwał, J. Gurgul, N. Spiridis, i J. Korecki, „Fe/CoO(001) and Fe/CoO(111) bilayers: Effect of crystal orientation on the exchange bias”, *Phys Rev B*, t. 88, nr 8, s. 085442, sie. 2013, doi: 10.1103/PhysRevB.88.085442.
- [59] S. M. Suturin i in., „Proximity effects and exchange bias in Co/MnF₂ (111) heterostructures studied by x-ray magnetic circular dichroism”, *Journal of Physics: Condensed Matter*, t. 25, nr 4, s. 046002, sty. 2013, doi: 10.1088/0953-8984/25/4/046002.
- [60] P. K. Manna, S. M. Yusuf, M. Basu, i T. Pal, „The magnetic proximity effect in a ferrimagnetic Fe₃O₄ core/ferrimagnetic γ -Mn₂O₃ shell nanoparticle system”, *Journal of Physics: Condensed Matter*, t. 23, nr 50, s. 506004, grudz. 2011, doi: 10.1088/0953-8984/23/50/506004.
- [61] P. K. Manna i S. M. Yusuf, „Two interface effects: Exchange bias and magnetic proximity”, *Phys Rep*, t. 535, nr 2, s. 61–99, luty 2014, doi: 10.1016/j.physrep.2013.10.002.
- [62] P. K. Manna i S. M. Yusuf, „Two interface effects: Exchange bias and magnetic proximity”, *Phys Rep*, t. 535, nr 2, s. 61–99, luty 2014, doi: 10.1016/j.physrep.2013.10.002.
- [63] M. J. Zuckermann, „The proximity effect for weak itinerant ferromagnets”, *Solid State Commun*, t. 12, nr 7, s. 745–747, kwi. 1973, doi: 10.1016/0038-1098(73)90327-X.
- [64] M. M. Schwickert i in., „Magnetic moments, coupling, and interface interdiffusion in Fe/V(001) superlattices”, *Phys Rev B*, t. 57, nr 21, s. 13681–13691, cze. 1998, doi: 10.1103/PhysRevB.57.13681.
- [65] T. Yang, B. X. Liu, F. Pan, J. Luo, i K. Tao, „Polarization of Pd atoms in Ni/Pd magnetic multilayers”, *Journal of Physics: Condensed Matter*, t. 7, nr 6, s. 1121–1128, luty 1995, doi: 10.1088/0953-8984/7/6/013.
- [66] J. van Lierop, K.-W. Lin, J.-Y. Guo, H. Ouyang, i B. W. Southern, „Proximity effects in an exchange-biased Ni₈₀Fe₂₀/Co₃O₄ thin film”, *Phys Rev B*, t. 75, nr 13, s. 134409, kwi. 2007, doi: 10.1103/PhysRevB.75.134409.
- [67] H. Ohldag, H. Shi, E. Arenholz, J. Stöhr, i D. Lederman, „Parallel versus Antiparallel Interfacial Coupling in Exchange Biased Co/FeF₂”, *Phys Rev Lett*, t. 96, nr 2, s. 027203, sty. 2006, doi: 10.1103/PhysRevLett.96.027203.
- [68] J. Sort i in., „Using exchange bias to extend the temperature range of square loop behavior in [Pt/Co] multilayers with perpendicular anisotropy”, *Appl Phys Lett*, t. 87, nr 24, grudz. 2005, doi: 10.1063/1.2139840.
- [69] C. A. Ramos, D. Lederman, A. R. King, i V. Jaccarino, „New antiferromagnetic insulator superlattices: Structural and magnetic characterization of (FeF₂)_m(CoF₂)_n”, *Phys Rev Lett*, t. 65, nr 23, s. 2913–2915, grudz. 1990, doi: 10.1103/PhysRevLett.65.2913.
- [70] M. Takano, T. Terashima, Y. Bando, i H. Ikeda, „Neutron diffraction study of artificial CoO-NiO superlattices”, *Appl Phys Lett*, t. 51, nr 3, s. 205–206, lip. 1987, doi: 10.1063/1.98924.
- [71] M. J. Carey, A. E. Berkowitz, J. A. Borchers, i R. W. Erwin, „Strong interlayer coupling in CoO/NiO antiferromagnetic superlattices”, *Phys Rev B*, t. 47, nr 15, s. 9952–9955, kwi. 1993, doi: 10.1103/PhysRevB.47.9952.
- [72] J. Zhu i in., „Antiferromagnetic spin reorientation transition in epitaxial NiO/CoO/MgO(001) systems”, *Phys Rev B*, t. 90, nr 5, s. 054403, sie. 2014, doi: 10.1103/PhysRevB.90.054403.
- [73] Q. Li i in., „Antiferromagnetic proximity effect in epitaxial CoO/NiO/MgO(001) systems”, *Sci Rep*, t. 6, nr 1, s. 22355, mar. 2016, doi: 10.1038/srep22355.
- [74] M. Yang i in., „The effect of spin reorientation transition of antiferromagnetic NiO on the Py magnetic anisotropy in Py/NiO/CoO/MgO(0 0 1)”, *J Magn Magn Mater*, t. 460, s. 6–11, sie. 2018, doi: 10.1016/j.jmmm.2018.03.055.
- [75] W. H. Meiklejohn i C. P. Bean, „New Magnetic Anisotropy”, *Physical Review*, t. 102, nr 5, s. 1413–1414, cze. 1956, doi: 10.1103/PhysRev.102.1413.
- [76] R. Hempstead, S. Krongelb, i D. Thompson, „Unidirectional anisotropy in nickel-iron films by exchange coupling with antiferromagnetic films”, *IEEE Trans Magn*, t. 14, nr 5, s. 521–523, wrz. 1978, doi: 10.1109/TMAG.1978.1059838.

- [77] A. E. Berkowitz i R. H. Kodama, „Exchange Anisotropy”, w *Nanomagnetism: Ultrathin Films, Multilayers and Nanostructures*, D. L. Mills i J. A. C. Bland, Red., Elsevier, 2006, s. 115–152. doi: 10.1016/S1572-0934(05)01005-X.
- [78] M. Kiwi, „Exchange bias theory”, *J Magn Magn Mater*, t. 234, nr 3, s. 584–595, wrz. 2001, doi: 10.1016/S0304-8853(01)00421-8.
- [79] M. Tang, Z. Zhang, i Q. Jin, „Manipulation of perpendicular exchange bias effect in [Co/Ni]N/(Cu, Ta)/TbCo multilayer structures”, *AIP Adv*, t. 5, nr 8, sie. 2015, doi: 10.1063/1.4929474.
- [80] L. G. Wang, C. M. Zhu, D. L. G. C. Bao, Z. M. Tian, i S. L. Yuan, „Giant exchange bias behavior and training effect in spin-glass-like NiCr₂O₄/NiO ceramics”, *J Mater Sci*, t. 50, nr 17, s. 5904–5911, wrz. 2015, doi: 10.1007/s10853-015-9141-7.
- [81] K. Takano, R. H. Kodama, A. E. Berkowitz, W. Cao, i G. Thomas, „Interfacial Uncompensated Antiferromagnetic Spins: Role in Unidirectional Anisotropy in Polycrystalline Ni₈₁Fe₁₉/CoO Bilayers”, *Phys Rev Lett*, t. 79, nr 6, s. 1130–1133, sie. 1997, doi: 10.1103/PhysRevLett.79.1130.
- [82] S. K. Mishra i in., „Dual behavior of antiferromagnetic uncompensated spins in NiFe/IrMn exchange biased bilayers”, *Phys Rev B*, t. 81, nr 21, s. 212404, cze. 2010, doi: 10.1103/PhysRevB.81.212404.
- [83] A. Migliorini i in., „Spontaneous exchange bias formation driven by a structural phase transition in the antiferromagnetic material”, *Nat Mater*, t. 17, nr 1, s. 28–35, sty. 2018, doi: 10.1038/nmat5030.
- [84] S. K. Sharma, Red., *Exchange Bias From Thin Film to Nanogranular and Bulk Systems*. Boca Raton, London: CRC Press, 2018. doi: 10.1201/9781351228459.
- [85] W. H. Meiklejohn, „Exchange Anisotropy—A Review”, *J Appl Phys*, t. 33, nr 3, s. 1328–1335, mar. 1962, doi: 10.1063/1.1728716.
- [86] W. H. Meiklejohn i C. P. Bean, „New Magnetic Anisotropy”, *Physical Review*, t. 105, nr 3, s. 904–913, 1957.
- [87] A. P. Malozemoff, „Random-field model of exchange anisotropy at rough ferromagnetic-antiferromagnetic interfaces”, *Phys Rev B*, t. 35, nr 7, s. 3679–3682, mar. 1987, doi: 10.1103/PhysRevB.35.3679.
- [88] N. C. Koon, „Calculations of Exchange Bias in Thin Films with Ferromagnetic/Antiferromagnetic Interfaces”, *Phys Rev Lett*, t. 78, nr 25, s. 4865–4868, cze. 1997, doi: 10.1103/PhysRevLett.78.4865.
- [89] D. Mauri, H. C. Siegmann, P. S. Bagus, i E. Kay, „Simple model for thin ferromagnetic films exchange coupled to an antiferromagnetic substrate”, *J Appl Phys*, t. 62, nr 7, s. 3047–3049, paź. 1987, doi: 10.1063/1.339367.
- [90] K. Dumesnil i S. Andrieu, „Epitaxial magnetic layers grown by MBE: model systems to study the physics in nanomagnetism and spintronic”, w *Molecular Beam Epitaxy*, Elsevier, 2013, s. 487–507. doi: 10.1016/B978-0-12-387839-7.00020-8.
- [91] J. H. van der Merwe, „Interplay of surface misfit and monatomic steps on crystal surfaces. I. Basic theory”, *Phys Rev B*, t. 37, nr 6, s. 2892–2901, luty 1988, doi: 10.1103/PhysRevB.37.2892.
- [92] A. Y. Cho i J. R. Arthur, „Molecular beam epitaxy”, *Progress in Solid State Chemistry*, t. 10, s. 157–191, sty. 1975, doi: 10.1016/0079-6786(75)90005-9.
- [93] M. A. Herman i H. Sitter, *Molecular Beam Epitaxy*, t. 7. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1996. doi: 10.1007/978-3-642-80060-3.
- [94] G. Sauerbrey, „Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung”, *Zeitschrift für Physik*, t. 155, nr 2, s. 206–222, kwi. 1959, doi: 10.1007/BF01337937.

- [95] K. S. Sree Harsha, *Principles of Vapor Deposition of Thin Films*. Elsevier, 2006. doi: 10.1016/B978-0-08-044699-8.X5000-1.
- [96] D. P. Woodruff, „Low Energy Electron Diffraction”, w *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*, Elsevier, 2016. doi: 10.1016/B978-0-12-803581-8.03400-7.
- [97] K. Oura, M. Katayama, A. V. Zotov, V. G. Lifshits, i A. A. Saranin, *Surface Science*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2003. doi: 10.1007/978-3-662-05179-5.
- [98] D. P. Woodruff i T. A. Delchar, „Surface crystallography and diffraction”, w *Modern Techniques of Surface Science*, Cambridge University Press, 1994, s. 15–104. doi: 10.1017/CBO9780511623172.004.
- [99] R. L. Mössbauer, „Kernresonanzfluoreszenz von Gammastrahlung in Ir₁₉₁”, *Zeitschrift für Physik*, t. 151, nr 2, s. 124–143, kwi. 1958, doi: 10.1007/BF01344210.
- [100] R. Mössbauer, „Recoilless Nuclear Resonance Absorption of Gamma Radiation”, *Recoilless Nuclear Resonance Absorption of Gamma Radiation*, 11 grudzień 1961.
- [101] U. Gonser, „From a strange effect to Mössbauer spectroscopy”, 1975, s. 1–51. doi: 10.1007/3540071202_13.
- [102] P. Gütllich, E. Bill, i A. X. Trautwein, „Basic Physical Concepts”, w *Mössbauer Spectroscopy and Transition Metal Chemistry*, Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2011, s. 7–24. doi: 10.1007/978-3-540-88428-6_2.
- [103] M. Faraday, „On the magnetization of light and the illumination of magnetic lines of force.”, *Philos Trans R Soc Lond*, t. 136, s. 1–20, grudz. 1846, doi: 10.1098/rstl.1846.0001.
- [104] J. Kerr, „On the rotation of the plane of polarization of light by reflection from the pole of a magnet”, *Proceedings of the Royal Society of London*, t. 25, nr 171–178, s. 447–450, grudz. 1877, doi: 10.1098/rspl.1876.0065.
- [105] J. Kerr, „On reflection of polarized light from the equatorial surface of a magnet”, *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, t. 5, nr 30, s. 161–177, mar. 1878, doi: 10.1080/14786447808639407.
- [106] W. Kuch, R. Schäfer, P. Fischer, i F. U. Hillebrecht, *Magnetic Microscopy of Layered Structures*, t. 57. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2015. doi: 10.1007/978-3-662-44532-7.
- [107] A. K. Zvezdin i V. A. Kotov, *Modern Magneto-optics and Magneto-optical Materials*. CRC Press, 1997. doi: 10.1201/9780367802608.
- [108] H. J. Williams, F. G. Foster, i E. A. Wood, „Observation of Magnetic Domains by the Kerr Effect”, *Physical Review*, t. 82, nr 1, s. 119–120, kwi. 1951, doi: 10.1103/PhysRev.82.119.
- [109] C. A. Fowler i E. M. Fryer, „Magnetic Domains on Silicon Iron by the Longitudinal Kerr Effect”, *Physical Review*, t. 86, nr 3, s. 426–426, maj 1952, doi: 10.1103/PhysRev.86.426.
- [110] R. Schäfer i A. Hubert, „A new magneto-optic effect related to non-uniform magnetization on the surface of a ferromagnet”, *physica status solidi (a)*, t. 118, nr 1, s. 271–288, mar. 1990, doi: 10.1002/pssa.2211180131.
- [111] P. N. Argires, „Theory of the Faraday and Kerr Effects in Ferromagnetics”, *Physical Review*, t. 97, nr 2, s. 334–345, sty. 1955, doi: 10.1103/PhysRev.97.334.
- [112] N. Miura, „Magneto-Spectroscopy of Semiconductors”, w *Comprehensive Semiconductor Science and Technology*, Elsevier, 2011, s. 256–342. doi: 10.1016/B978-0-44-453153-7.00085-7.
- [113] A. Hubert i R. Schäfer, *Magnetic Domains*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1998. doi: 10.1007/978-3-540-85054-0.
- [114] J. Xu i in., „Imaging antiferromagnetic domains in nickel oxide thin films by optical birefringence effect”, *Phys Rev B*, t. 100, nr 13, s. 134413, paź. 2019, doi: 10.1103/PhysRevB.100.134413.
- [115] I. V. Soldatov i R. Schäfer, „Selective sensitivity in Kerr microscopy”, *Review of Scientific Instruments*, t. 88, nr 7, lip. 2017, doi: 10.1063/1.4991820.

- [116] R. Schäfer, P. M. Oppeneer, A. V. Ognev, A. S. Samardak, i I. V. Soldatov, „Analyzer-free, intensity-based, wide-field magneto-optical microscopy”, *Appl Phys Rev*, t. 8, nr 3, wrz. 2021, doi: 10.1063/5.0051599.
- [117] D. Kim i in., „Extreme anti-reflection enhanced magneto-optic Kerr effect microscopy”, *Nat Commun*, t. 11, nr 1, s. 5937, lis. 2020, doi: 10.1038/s41467-020-19724-7.
- [118] Z. Zheng i in., „Magneto-optical probe of ultrafast spin dynamics in antiferromagnetic CoO thin films”, *Phys Rev B*, t. 98, nr 13, s. 134409, paź. 2018, doi: 10.1103/PhysRevB.98.134409.
- [119] V. Saidl i in., „Optical determination of the Néel vector in a CuMnAs thin-film antiferromagnet”, *Nat Photonics*, t. 11, nr 2, s. 91–96, luty 2017, doi: 10.1038/nphoton.2016.255.
- [120] L. Baumgarten, „X-ray Absorption Spectroscopy”, w *Scattering Methods for Condensed Matter Research: Towards Novel Applications at Future Sources*, M. Angst, T. Brückel, D. Richter, i R. Zorn, Red., Forschungszentrum Jülich GmbH, 2012.
- [121] H. G. J. Moseley, „The High-Frequency Spectra of the elements. Part II.”, *The London, Edinburgh and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, t. 27, s. 703–713, 1840.
- [122] T. Brückel, D. Richter, i R. Zorn, „Scattering methods for condensed matter research: towards novel applications at future sources”, *Forschungszentrum Jülich GmbH Zentralbibliothek*. Verlag Jülich, Jülich, s. 1054–1090, 2012.
- [123] S. P. Cramer, *X-Ray Spectroscopy with Synchrotron Radiation*. Cham: Springer International Publishing, 2020. doi: 10.1007/978-3-030-28551-7.
- [124] P. Zimmermann i in., „Modern X-ray spectroscopy: XAS and XES in the laboratory”, *Coord Chem Rev*, t. 423, s. 213466, lis. 2020, doi: 10.1016/j.ccr.2020.213466.
- [125] A. Ide-Ektessabi, *Applications of Synchrotron Radiation*, 1. wyd. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2007. doi: 10.1007/978-3-540-46427-3.
- [126] M. Zając i in., „The first experimental results from the 04BM (PEEM/XAS) beamline at Solaris”, *Nucl Instrum Methods Phys Res B*, t. 492, s. 43–48, kwi. 2021, doi: 10.1016/j.nimb.2020.12.024.
- [127] J. Szlachetko i in., „SOLARIS National Synchrotron Radiation Centre in Krakow, Poland”, *The European Physical Journal Plus*, t. 138, nr 1, s. 10, sty. 2023, doi: 10.1140/epjp/s13360-022-03592-9.
- [128] G. Schütz i in., „Absorption of circularly polarized x rays in iron”, *Phys Rev Lett*, t. 58, nr 7, s. 737–740, luty 1987, doi: 10.1103/PhysRevLett.58.737.
- [129] E. Arenholz, G. van der Laan, R. V. Chopdekar, i Y. Suzuki, „Angle-Dependent Ni²⁺ X-Ray Magnetic Linear Dichroism: Interfacial Coupling Revisited”, *Phys Rev Lett*, t. 98, nr 19, s. 197201, maj 2007, doi: 10.1103/PhysRevLett.98.197201.
- [130] G. van der Laan, E. Arenholz, R. V. Chopdekar, i Y. Suzuki, „Influence of crystal field on anisotropic x-ray magnetic linear dichroism at the Co²⁺ L_{2,3} edges”, *Phys Rev B*, t. 77, nr 6, s. 064407, luty 2008, doi: 10.1103/PhysRevB.77.064407.
- [131] E. Bauer, „Photoelectron microscopy”, *Journal of Physics: Condensed Matter*, t. 13, nr 49, s. 11391–11404, grudz. 2001, doi: 10.1088/0953-8984/13/49/316.
- [132] C. M. Schneider, „Soft X-Ray Photoelectron Emission-Microscopy (X-PEEM)”, w *Neutron and X-ray Spectroscopy*, Berlin/Heidelberg: Springer-Verlag, s. 271–295. doi: 10.1007/1-4020-3337-0_8.
- [133] W. Kuch i in., „Element-selective mapping of magnetic moments in ultrathin magnetic films using a photoemission microscope”, *Surf Sci*, t. 480, nr 3, s. 153–162, cze. 2001, doi: 10.1016/S0039-6028(01)00830-5.
- [134] J. Stöhr i in., „Images of the Antiferromagnetic Structure of a NiO(100) Surface by Means of X-Ray Magnetic Linear Dichroism Spectromicroscopy”, *Phys Rev Lett*, t. 83, nr 9, s. 1862–1865, sie. 1999, doi: 10.1103/PhysRevLett.83.1862.

- [135] A. Kozioł-Rachwał *i in.*, „Beating the limitation of the Néel temperature of FeO with antiferromagnetic proximity in FeO/CoO”, *Appl Phys Lett*, t. 120, nr 7, luty 2022, doi: 10.1063/5.0082729.
- [136] A. Kozioł-Rachwał, T. Ślęzak, T. Nozaki, S. Yuasa, i J. Korecki, „Growth and magnetic properties of ultrathin epitaxial FeO films and Fe/FeO bilayers on MgO(001)”, *Appl Phys Lett*, t. 108, nr 4, sty. 2016, doi: 10.1063/1.4940890.
- [137] D. G. Rancourt i J. Y. Ping, „Voigt-based methods for arbitrary-shape static hyperfine parameter distributions in Mössbauer spectroscopy”, *Nucl Instrum Methods Phys Res B*, t. 58, nr 1, s. 85–97, maj 1991, doi: 10.1016/0168-583X(91)95681-3.
- [138] C. Wilkinson, A. K. Cheetham, G. J. Long, P. D. Battle, i D. A. O. Hope, „Polarized neutron diffraction and Moessbauer effect study of the magnetic ordering in wustite, FeO”, *Inorg Chem*, t. 23, nr 20, s. 3136–3141, wrz. 1984, doi: 10.1021/ic00188a023.
- [139] A. P. Malozemoff, „Mechanisms of exchange anisotropy (invited)”, *J Appl Phys*, t. 63, nr 8, s. 3874–3879, kwi. 1988, doi: 10.1063/1.340591.
- [140] P. J. van der Zaag *i in.*, „Difference between Blocking and Néel Temperatures in the Exchange Biased Fe₃O₄/CoO System”, *Phys Rev Lett*, t. 84, nr 26, s. 6102–6105, cze. 2000, doi: 10.1103/PhysRevLett.84.6102.
- [141] M. Ślęzak *i in.*, „Magnetic Anisotropy and Temperature Dependence of Exchange Bias in Epitaxial CoO(111)/Fe(110) Bilayers”, *Acta Phys Pol A*, t. 137, nr 1, s. 44–47, sty. 2020, doi: 10.12693/APhysPolA.137.44.
- [142] J. Gurgul *i in.*, „Magnetic properties of epitaxial CoO/Fe(001) bilayers: The onset of exchange bias as a function of sublayer thickness and temperature”, *Phys Rev B*, t. 96, nr 10, s. 104421, wrz. 2017, doi: 10.1103/PhysRevB.96.104421.
- [143] A. P. Malozemoff, „Heisenberg-to-Ising crossover in a random-field model with uniaxial anisotropy”, *Phys Rev B*, t. 37, nr 13, s. 7673–7679, maj 1988, doi: 10.1103/PhysRevB.37.7673.
- [144] Ch. Binek, A. Hochstrat, i W. Kleemann, „Exchange bias in a generalized Meiklejohn–Bean approach”, *J Magn Magn Mater*, t. 234, nr 2, s. 353–358, wrz. 2001, doi: 10.1016/S0304-8853(01)00390-0.
- [145] U. Gradmann, J. Korecki, i G. Waller, „In-plane magnetic surface anisotropies in Fe(110)”, *Applied Physics A Solids and Surfaces*, t. 39, nr 2, s. 101–108, luty 1986, doi: 10.1007/BF00616826.
- [146] T. Ślęzak *i in.*, „Noncollinear Magnetization Structure at the Thickness-Driven Spin-Reorientation Transition in Epitaxial Fe Films on W(110)”, *Phys Rev Lett*, t. 105, nr 2, s. 027206, lip. 2010, doi: 10.1103/PhysRevLett.105.027206.
- [147] M. Ślęzak *i in.*, „Fine tuning of ferromagnet/antiferromagnet interface magnetic anisotropy for field-free switching of antiferromagnetic spins”, *Nanoscale*, t. 12, nr 35, s. 18091–18095, 2020, doi: 10.1039/D0NR04193A.
- [148] M. Ślęzak *i in.*, „Controllable magnetic anisotropy and spin orientation of a prototypical easy-plane antiferromagnet on a ferromagnetic support”, *Phys Rev B*, t. 104, nr 13, s. 134434, paź. 2021, doi: 10.1103/PhysRevB.104.134434.
- [149] M. Ślęzak *i in.*, „Memory of frozen and rotatable antiferromagnetic spins in epitaxial CoO(1 1 1)/Fe and NiO(1 1 1)/Fe bilayers”, *Nucl Instrum Methods Phys Res B*, t. 539, s. 148–151, cze. 2023, doi: 10.1016/j.nimb.2023.03.038.
- [150] M. Szpytma *i in.*, „Transfer of magnetic anisotropy in epitaxial Co/NiO/Fe trilayers”, *Sci Rep*, t. 14, nr 1, s. 1680, sty. 2024, doi: 10.1038/s41598-024-51896-w.
- [151] Kh. Zakeri, T. R. F. Peixoto, Y. Zhang, J. Prokop, i J. Kirschner, „On the preparation of clean tungsten single crystals”, *Surf Sci*, t. 604, nr 2, s. L1–L3, sty. 2010, doi: 10.1016/j.susc.2009.10.020.

- [152] Y. Z. Wu *i in.*, „Analysis of x-ray linear dichroism spectra for NiO thin films grown on vicinal Ag(001)”, *Phys Rev B*, t. 78, nr 6, s. 064413, sie. 2008, doi: 10.1103/PhysRevB.78.064413.
- [153] B. D. Schrag *i in.*, „Néel “orange-peel” coupling in magnetic tunneling junction devices”, *Appl Phys Lett*, t. 77, nr 15, s. 2373–2375, paź. 2000, doi: 10.1063/1.1315633.
- [154] M. A. Kuznetsov, O. G. Udalov, i A. A. Fraerman, „Anisotropy of Neel “orange-peel” coupling in magnetic multilayers”, *J Magn Magn Mater*, t. 474, s. 104–106, mar. 2019, doi: 10.1016/j.jmmm.2018.10.115.
- [155] F. Gerhardtter, Y. Li, i K. Baberschke, „Temperature-dependent ferromagnetic-resonance study in ultrahigh vacuum: Magnetic anisotropies of thin iron films”, *Phys Rev B*, t. 47, nr 17, s. 11204–11210, maj 1993, doi: 10.1103/PhysRevB.47.11204.
- [156] L. Aballe, M. Foerster, E. Pellegrin, J. Nicolas, i S. Ferrer, „The ALBA spectroscopic LEEM-PEEM experimental station: layout and performance”, *J Synchrotron Radiat*, t. 22, nr 3, s. 745–752, maj 2015, doi: 10.1107/S1600577515003537.
- [157] T. O. Menteş, G. Zamborlini, A. Sala, i A. Locatelli, „Cathode lens spectromicroscopy: methodology and applications”, *Beilstein Journal of Nanotechnology*, t. 5, s. 1873–1886, paź. 2014, doi: 10.3762/bjnano.5.198.
- [158] E. Vescovo, T. O. Menteş, J. T. Sadowski, J. M. Ablett, M. A. Niño, i A. Locatelli, „Domain faceting in an in-plane magnetic reorientation transition”, *Phys Rev B*, t. 82, nr 18, s. 184405, lis. 2010, doi: 10.1103/PhysRevB.82.184405.
- [159] Y. Millev i J. Kirschner, „Reorientation transitions in ultrathin ferromagnetic films by thickness- and temperature-driven anisotropy flows”, *Phys Rev B*, t. 54, nr 6, s. 4137–4145, sie. 1996, doi: 10.1103/PhysRevB.54.4137.
- [160] C. S. Arnold, D. P. Pappas, i A. P. Popov, „Second- and First-Order Phase Transitions in the Magnetic Reorientation of Ultrathin Fe on Gd”, *Phys Rev Lett*, t. 83, nr 16, s. 3305–3308, paź. 1999, doi: 10.1103/PhysRevLett.83.3305.
- [161] M. J. Grzybowski *i in.*, „Electrical switching of antiferromagnetic CoO | Pt across the Néel temperature”, *Appl Phys Lett*, t. 120, nr 12, mar. 2022, doi: 10.1063/5.0090484.
- [162] L. Baldrati *i in.*, „Efficient Spin Torques in Antiferromagnetic CoO/Pt Quantified by Comparing Field- and Current-Induced Switching”, *Phys Rev Lett*, t. 125, nr 7, s. 077201, sie. 2020, doi: 10.1103/PhysRevLett.125.077201.
- [163] P. Wadley *i in.*, „Current polarity-dependent manipulation of antiferromagnetic domains”, *Nat Nanotechnol*, t. 13, nr 5, s. 362–365, maj 2018, doi: 10.1038/s41565-018-0079-1.
- [164] H. Ohldag, A. Scholl, F. Nolting, S. Anders, F. U. Hillebrecht, i J. Stöhr, „Spin Reorientation at the Antiferromagnetic NiO(001) Surface in Response to an Adjacent Ferromagnet”, *Phys Rev Lett*, t. 86, nr 13, s. 2878–2881, mar. 2001, doi: 10.1103/PhysRevLett.86.2878.
- [165] J. Stöhr *i in.*, „Images of the Antiferromagnetic Structure of a NiO(100) Surface by Means of X-Ray Magnetic Linear Dichroism Spectromicroscopy”, *Phys Rev Lett*, t. 83, nr 9, s. 1862–1865, sie. 1999, doi: 10.1103/PhysRevLett.83.1862.
- [166] T. Higo *i in.*, „Large magneto-optical Kerr effect and imaging of magnetic octupole domains in an antiferromagnetic metal”, *Nat Photonics*, t. 12, nr 2, s. 73–78, luty 2018, doi: 10.1038/s41566-017-0086-z.
- [167] J. Xu, H. Chen, C. Zhou, D. Shi, G. Chen, i Y. Wu, „Optical imaging of antiferromagnetic domains in ultrathin CoO(001) films”, *New J Phys*, t. 22, nr 8, s. 083033, sie. 2020, doi: 10.1088/1367-2630/aba1b4.
- [168] S. I. Csiszar *i in.*, „Controlling Orbital Moment and Spin Orientation in CoO Layers by Strain”, *Phys Rev Lett*, t. 95, nr 18, s. 187205, paź. 2005, doi: 10.1103/PhysRevLett.95.187205.
- [169] J. Wu *i in.*, „Direct Measurement of Rotatable and Frozen CoO Spins in Exchange Bias System of CoO/Fe/Ag(001)”, *Phys Rev Lett*, t. 104, nr 21, s. 217204, maj 2010, doi: 10.1103/PhysRevLett.104.217204.

- [170] V. S. Mandel, „Twin domains in nickel-oxide type crystals”, *J Cryst Growth*, t. 174, nr 1–4, s. 346–353, kwi. 1997, doi: 10.1016/S0022-0248(96)01146-3.
- [171] Z. Q. Qiu, J. Pearson, i S. D. Bader, „Magneto-optic Kerr ellipticity of epitaxial Co/Cu overlayers and superlattices”, *Phys Rev B*, t. 46, nr 13, s. 8195–8200, paź. 1992, doi: 10.1103/PhysRevB.46.8195.
- [172] H.-Ch. Mertins, P. M. Oppeneer, J. Kuneš, A. Gaupp, D. Abramssohn, i F. Schäfers, „Observation of the X-Ray Magneto-Optical Voigt Effect”, *Phys Rev Lett*, t. 87, nr 4, s. 047401, lip. 2001, doi: 10.1103/PhysRevLett.87.047401.
- [173] K. Mikhalev *i in.*, „Temperature dependence of the sublattice magnetization of the infinite-layer antiferromagnet SrCuO₂”, *Phys Rev B*, t. 69, nr 13, s. 132415, kwi. 2004, doi: 10.1103/PhysRevB.69.132415.
- [174] W. Kim *i in.*, „Effect of NiO spin orientation on the magnetic anisotropy of the Fe film in epitaxially grown Fe/NiO/Ag(001) and Fe/NiO/MgO(001)”, *Phys Rev B*, t. 81, nr 17, s. 174416, maj 2010, doi: 10.1103/PhysRevB.81.174416.
- [175] M. Retegan i S. Kuschel, „mretegan/crispy: v0.7.4”, mar. 2023, doi: 10.5281/ZENODO.7784033.
- [176] T. Urano i T. Kanaji, „Atomic and Electronic Structure of Ultrathin Iron Film on MgO(001)Surface”, *J Physical Soc Japan*, t. 57, nr 10, s. 3403–3410, paź. 1988, doi: 10.1143/JPSJ.57.3403.
- [177] H. Fuke, A. S. Atsuhito Sawabe, i T. M. Tetsuhiko Mizoguchi, „Structural and Magnetic Properties of (001) Fe Films”, *Jpn J Appl Phys*, t. 32, nr 8B, s. L1137, sie. 1993, doi: 10.1143/JJAP.32.L1137.