

Instytut Fizyki Molekularnej Polskiej Akademii Nauk

Rozprawa doktorska

## Dynamika namagnesowania warstwowych struktur magnetycznych i nanostruktur.

## mgr inż. Hubert Głowiński

Promotor: prof. dr hab. Janusz Dubowik

Poznań, 2015

## Podziękowania

Bardzo dziękuje mojemu promotorowi Panu prof. dr hab. Januszowi Dubowikowi za pomoc przy realizacji rozprawy doktorskiej, wiele cennych dyskusji, a przede wszystkim za wprowadzenie w bardzo ciekawe zagadnienie dynamiki namagnesowania.

Chciałbym również serdecznie podziękować :

dr Bogdanowi Szymańskiemu za wykonanie pomiarów rentgenowskich,

dr Markowi Schmidtowi i Jackowi Aleksiejewowi za pomoc w przygotowaniu warstw, dr Piotru Kuświkowi, Michałowi Matczakowi, Adamowi Krysztofikowi za pomoc w pomiarach.

Chciałbym także podziękować Panu prof. dr hab. Tomaszowi Stobieckiemu i jego grupie za udostępnienie i wspólne pomiary ciekawych próbek.

Dziękuję również Koleżankom i Kolegom z Instytutu Fizyki Molekularnej za miłą i serdeczną atmosferę.

Praca była częściowo finansowana z grantu Polsko-Szwajcarskiego "Nanospin"

Poznań, 4 września 2015

#### **SPROSTOWANIE**

W podziękowaniach zawartych w rozprawie doktorskiej mgr. inż. Huberta Głowińskiego w niekompletny sposób podano informację o finansowaniu badań. Prawidłowy tekst podziękowania powinien brzmieć:

Praca była finansowana ze środków projektu PSPB-045/2010 "Nanoscale spin torque devices for spin electronics" (NANOSPIN) współfinansowanego przez Szwajcarię w ramach szwajcarskiego programu współpracy z nowymi krajami członkowskimi Unii Europejskiej.

Sprostowanie zostanie załączone do wszystkich opublikowanych egzemplarzy pracy doktorskiej oraz przekazane do wiadomości członkom komisji doktorskiej.

Hubert Glosinski

Do wiadomości:

1. Komisja do przyjęcia i przeprowadzenia obrony rozprawy doktorskiej

2. Koordynator projektu PSPB-045/2010 prof. Tomasz Stobiecki

## Streszczenie

Cienkie warstwy magnetyczne oraz nanostruktury warstwowe stanowią bazę szybko rozwijającej się magnetoelektroniki (spintroniki), która wykorzystuje, oprócz ładunku elektronu, także jego spin. Aplikacyjne znaczenie spintroniki w zastosowaniu do technologii informatycznej (MRAM – magnetic random access memory, GMR – giant magnetoresistance) związane jest z burzliwym rozwojem technologii cienkowarstwowej mającej na celu wykorzystanie zależnych od spinu procesów transportu elektronów w powiązaniu z konwencjonalną elektroniką. Aplikacje te prowadzą do urządzeń pracujących w coraz wyższych częstotliwościach i miniaturyzacji osiągającej skalę submikronową. w związku z tym istotne jest zbadanie i określenie właściwości magnetycznych tych struktur w zakresie wysokich częstotliwości. w tym aspekcie od ponad pięćdziesięciu lat uznaną techniką eksperymentalną jest rezonans ferromagnetyczny (FMR) stanowiący cenne narzędzie do dokładnej charakteryzacji właściwości materiałów ferromagnetycznych, a w szczególności struktur cienkowarstwowych [1].

Niniejsza rozprawa poświęcona jest badaniom dynamiki namagnesowania przy pomocy szerokopasmowego FMR z wykorzystaniem wektorowego analizatora obwodów (VNA) szeregu wybranych struktur warstwowych w celu ich pełniejszej charakteryzacji, niż jest to możliwe przy stosowaniu klasycznej metody FMR. Szerokopasmowy spektrometr VNA-FMR jest przyrządem umożliwiającym indukcyjny pomiar przenikalności magnetycznej w szerokim zakresie częstotliwości (do kilkudziesięciu GHz) i określenia szeregu aspektów dynamiki namagnesowania niedostępnych przy użyciu klasycznego FMR. Zamiast wykonywać przy pomocy wnęki rezonansowej pomiary ograniczone do jednej częstotliwości rezonansowej, paskowy falowód koplanarny (CPW) umożliwia wytworzenie zmiennego pola mikrofalowego wzbudzającego oscylacje namagnesowania w szerokim pasmie częstotliwości: od MHz do kilkudziesięciu GHz. Dzięki temu można uzyskać dane pomiarowe w trybie "przemiatania" częstotliwością bez zmiany konfiguracji magnetycznej próbki, np. przy pomiarach w małych polach bez zmiany struktury domenowej. Inna ważna zaleta VNA-FMR jest możliwość uzyskania globalnych zależności dyspersyjnych  $\omega(H)$  opisanych relacjami Kittla odpowiednimi dla danej nanostruktury (np. kryształy magnoniczne). Ważną cechą VNA-FMR jest także możliwość precyzyjnego określenia tłumienia wzbudzeń spinowych. Mając do dyspozycji możliwość niezależnej zmiany pola magnetycznego i częstotliwości, można przy pomocy VNA-FMR ilościowo zbadać parametr tłumienia i precyzyjnie rozdzielić przyczynek "wewnętrzny" związany z tłumieniem Gilberta oraz "zewnętrzny", związany z defektami strukturalnymi [2].

W rozprawie doktorskiej przedstawiono rezultaty badań VNA-FMR szeregu warstwowych układów magnetycznych o zróżnicowanej strukturze i o zróżnicowanej grubości: od ultracienkich warstw magnetycznych ( $\approx 1$  nm) do "grubych" taśm amorficznych ( $\approx 20$  mikronów). W ultracienkich warstwach kluczowa rolę odgrywają anizotropie związane z powierzchnią warstw: anizotropia prostopadła oraz jednozwrotowa. Na przykładzie warstw Co/IrMn, NiFe/NiMn oraz Co<sub>2</sub>FeSi/IrMn opisano dynamikę namagnesowania w układach z anizotropia jednozwrotową. Pokazano również, jak wyznaczyć stała anizotropii rotacyjnej występującej w układach FM/AFM, której obecność zwiększa częstotliwość rezonansu. W układach Co/Au oraz CoFeB/MgO określono na podstawie pomiarów próbek z liniową zmianą grubości (warstwy klinowe) parametry anizotropii prostopadłej powierzchniowej i objętościowej. Pomiar na falowodzie koplanarnym umożliwił lokalne pomiary rezonansu na próbce klinowej i wyznaczenie zależności namagnesowania efektywnego od grubości ferromagnetyka, a z niej parametrów anizotropii powierzchniowej i objętościowej. Przygotowano również i scharakteryzowano magnetycznie podwójne zawory spinowe, składające się z prostopadle namagnesowanego polaryzatora (warstwa wielokrotna Co/Au), warstwy swobodnej (złożonej z warstw NiFe oraz Co) oraz analizatora (warstwy Co sprzężonej wymiennie z warstwą IrMn). Każdy z podsystemów różnił się anizotropią, więc wykonując pomiar VNA-FMR piki rezonansowe występowały przy innych polach i można opisać ich dynamikę osobno. Ponadto poszczególne podsystemy zostały rozdzielone na tyle grubą niemagnetyczną przekładką, że nie występowały pomiędzy nimi silne oddziaływania, co umożliwiało analizę wyników na bazie rezultatów pomiarów układów opisanych w poprzednich rozdziałach.

Próbka umieszczona na falowodzie koplanarnym zostaje poddana działaniu pola mikrofalowego magnetycznego i elektrycznego w odróżnieniu od pomiarów we wnęce mikrofalowej, gdzie próbka jest umieszczona w miejscu, gdzie występuje jedynie mikrofalowe pole magnetyczne. Nie wszystkie konsekwencje tej sytuacji są znane. Podczas realizacji pracy doktorskiej zaobserwowano, że intensywność sygnału VNA-FMR wzrastała wraz ze zmniejszanie się oporu warstwy buforowej. Efekt ten wytłumaczono poprzez ekranowanie pól mikrofalowych i pułapkowanie ich w przestrzeni pomiędzy falowodem koplanarnym a przewodzącą warstwą buforową.

Dodatkowo w pracy przedstawiono pomiary VNA-FMR taśm amorficznych o grubości rzędu dziesiątek  $\mu$ m. W tak grubych warstwach występuje zjawisko antyrezonansu ferromagnetycznego, związane z głębokością wnikania fali elektromagnetycznej do ferromagnetyka. Dla taśmy amorficznej zaobserwowano występowanie maksimum (rezonans ferromagnetyczny) i minimum (antyrezonans ferromagnetyczny) absorpcji. Na podstawie przeprowadzonych pomiarów w szerokim zakresie częstotliwości, wyznaczono zależności dyspersyjne rezonansu i antyrezonansu ferromagnetycznego.

Niniejszą rozprawę charakteryzują trzy aspekty związaną z szeroko pojętą fizyką doświadczalną w dziedzinie magnetyzmu cienkich warstw: zbudowanie pierwszego w Polsce stanowiska do pomiaru szerokopasmowego rezonansu ferromagnetycznego VNA-FMR, wytworzenie szeregu struktur cienkowarstwowych przy pomocy technologii wysoko próżniowej oraz charakteryzacja dynamiki namagnesowania w tych strukturach.

## Abstract

Thin magnetic films and layered nanostructures are basic elements in fast growing magnetoelectronic (spintronic), which uses spin of electron in addition to its charge. Spintronic applications in information technology (MRAM – magnetic random access memory, GMR – giant magnetoresistance) rely on developement of thin film technology, which uses the spin-dependent electron transport with conventional electronics. These applications lead to devices operating at increasingly higher frequencies and miniaturization reaching submicron scale. Therefore, it is important to investigate and determine the magnetic properties of these structures in a high frequency range. In that aspect, for over fifty years, a recognized experimental technique is ferromagnetic resonance (FMR) which is a valuable tool for accurate characterization of properties of ferromagnetic materials, in particular thin film structures [1].

This thesis is devoted to research on the magnetization dynamics in series of layer structures using broadband FMR with Vector Network Analyzer (VNA). Broadband VNA-FMR spectrometer is a device that allows inductive measurement of magnetic permeability over a wide frequency range (up to several tens of GHz) and identify a number of aspects of the magnetization dynamics that are not available by using classical FMR. Coplanar waveguide (CPW) enables generation of microwave magnetic field in a wide frequency band from tens of MHz to GHz, in comparison to resonant cavity which is limited to one resonant frequency. It allows to perform measurements in frequency sweep mode without changing the magnetic configuration of the sample, eg. for measurements in small fields without changing the domain structure. Another important advantage of the VNA-FMR is possibility to obtain the dispersion relation  $\omega(H)$  described by Kittel equations suitable for the nanostructures (eg. magnonic crystals). An important feature of the VNA-FMR is also possibility to precisely determine the damping parameter of spin excitations. With a possibility of independent setting of the magnetic field and the frequency, damping parameter can be quantitatively investigate by VNA-FMR and the "internal" contribution (associated with the Gilbert damping) and "external" (associated with structural defects) can be separated [2].

This doctoral thesis presents the results of VNA-FMR measurements of series of layered magnetic systems with different structures and varying thicknesses from ultrathin magnetic layers ( $\approx 1$  nm) to "thick" amorphous ribbons ( $\approx 20$  microns). Anisotropies associated with the surface of layers (unidirectional and perpendicular anisotropy) play a key role in ultrathin layers. Magnetization dynamics in systems with unidirectional anisotropy was described with the help of exemplary magnetic systems of Co/IrMn, NiFe/NiMn and Co<sub>2</sub>FeSi/IrMn. It was also shown how to determine the rotatable anisotropy constant occurring in FM/AFM systems, whose presence increases the resonance frequency. Surface and volume perpendicular anisotropy parameters were determined by measurement of Co/Au, and CoFeB/MgO samples with a linear change in thickness of the FM layer (wedge). Coplanar waveguide measurements allow for local resonance measurements on the wedge sample and the determination of the effective magnetization dependence on the thickness of ferromagnetic material. Dual spin valves, consisting of a perpendicularly magnetized polarizer (Co/Au multilayer), the free layer (consisting of layers of NiFe and Co) and analyzer (Co layer coupled with a IrMn layer) were also prepared and characterized magnetically. Each of the subsystems differ in anisotropy, so FMR peaks are observed at other fields for each subsystem and their dynamics can be described separately. Furthermore, the individual subsystems have been separated by a nonmagnetic spacer so thick that there was no strong interactions between them, which allowed the analysis of the results on the basis of the results described in previous chapters.

The sample on the coplanar waveguide is exposed both to the magnetic and electric microwave field in contrary to the measurements in the microwave cavity, in which the sample is placed in a position where there is only a microwave magnetic field. Not all the consequences of this situation are known. It was observed for the first time that the VNA-FMR signal intensity increases with the decrease in resistance of buffer layer. This effect is explained by shielding of the magnetic and electric microwave field and trapping them in the space between coplanar waveguide and the conductive buffer layer.

In addition, this dissertation presents the first known VNA-FMR measurements of thick (tens of  $\mu$ m) amorphous ribbon. In such thick layers the phenomenon of ferromagnetic antiresonance occurs, due to increasing penetration depth of the electromagnetic wave in the ferromagnetic material. Maximum (ferromagnetic resonance) and minimum (ferromagnetic antiresonance) in absorption spectrum was observed for amorphous ribbon. Broadband VNA-FMR measurements allow to obtain dispersion relations of ferromagnetic resonance and antiresonance. The spectroscopic splitting factor g and the effective magnetization can be evaluated with a high accuracy using these relations. This thesis is characterized by three main aspects related to the experimental physics of magnetism in thin layers: building the first broadband ferromagnetic resonance VNA-FMR setup in Poland, preparing a range of thin film structures using high vacuum technology and characterization of magnetization dynamics in these structures.

## Publikacje

- A. J. Dubowik, H. Głowiński; "Broad-band ferromagnetic resonance in thin magnetic films and nanostructures"; Current Topics in Biophysics 33 (suppl A), 43-45 (2010)
- B. J. Dubowik, K. Załęski, H. Głowiński, I. Gościańska; "Temperature Dependence of Magnetization Damping in Heusler Alloy Films"; Acta Physica Polonica a 118, 848 (2010)
- C. J. Dubowik, K. Załęski, H. Głowiński, I. Gościańska; "Angular dependence of ferromagnetic resonance linewidth in thin films"; Physical Review B 84, 184438 (2011)
- D. I. Gościańska , K. Załęski , H. Głowiński , Yu.V. Kudryavtsev , J. Dubowik; "Exchange Bias in Ni-Mn-Sn Heusler Alloy Films"; Acta Physica Polonica a 121 , 1179 (2012)
- E. H. Głowiński, J. Dubowik; "Surface anisotropy in thin films studied by broadband ferromagnetic resonance", Acta Physicae Superficierum XII, 62 (2012)
- F. J. Dubowik, K. Załęski, I. Gościańska, H. Głowiński, A. Ehresmann; "Magnetoresistance and its relation to magnetization in Ni50Mn35Sn15 shape-memory epitaxial films"; Applied Physics Letters 100, 162403 (2012)
- G. J. Dubowik, I. Gościańska, K. Załęski, H. Głowiński, A. Ehresmann, G. Kakazei, S. A. Bunyaev; "Epitaxial Growths and Magnetization Dynamics of Ni2MnSn Heusler Alloy Films"; Acta Physica Polonica a 121, 1121 (2012)
- H. H. Głowiński, K. Załęski, J. Sprada, J. Dubowik; "Exchange Coupled Ni-Fe/NiMn Bilayer Studied by a Vector Network Analyzer Ferromagnetic Resonance"; Acta Physica Polonica a 121, 1145 (2012)
- I. J. Dubowik, I. Gościańska, K. Załęski, H. Głowiński, Y. Kudryavtsev, A. Ehresmann; "Exchange bias in thin Heusler alloy films in contact with antiferromagnet"; Journal of Applied Physics 113, 193907 (2013)

- J. M. Matczak, B. Szymański, M. Urbaniak, M. Nowicki, H. Głowiński, P. Kuświk, M. Schmidt, J. Aleksiejew, J. Dubowik, F. Stobiecki; "Antiferromagnetic magnetostatic coupling in Co/Au/Co films with perpendicular anisotropy"; Journal of Applied Physics 114, 093911 (2013)
- K. H. Głowiński, M. Schmidt, I. Gościańska, J-Ph. Ansermet, J. Dubowik; "Coplanar waveguide based ferromagnetic resonance in ultrathin film magnetic nanostructures: Impact of conducting layers"; Journal of Applied Physics 116, 053901 (2014)
- L. H. Głowiński, M. Schmidt, A. Krysztofik, I. Gościańska, J. Dubowik; "Determination of Exchange and Rotatable Anisotropies in Co<sub>2</sub>FeSi/IrMn Exchange Coupled Structures using Broadband Ferromagnetic Resonance"; Acta Physica Polonica a 127, 531 (2015)

Suma cytowań: 21 Hirsh index: 3

## Spis treści

Podziękowania						
Streszczenie						
Abstract						
Publikacje						
Spis treści xv						
1 Wstęp 1						
<b>2</b>	Wp	rowadzenie do magnetyzmu w układach cienkowarstwowych	<b>5</b>			
	2.1	Energia w magnetycznych układach cienkowarstwowych	6			
		2.1.1 Energia Zeemana	6			
		2.1.2 Energia anizotropii magnetokrystalicznej	6			
		2.1.3 Energia magnetostatyczna – anizotropia kształtu	7			
		2.1.4 Energia wymiany	8			
		2.1.5 Inne przyczynki anizotropowe	9			
	2.2	Model Stonera-Wohlfartha	12			
	2.3	Dynamika namagnesowania	12			
		2.3.1 Równanie Landaua–Lifszyca–Gilberta	12			
		2.3.2 Równanie Smita-Beljersa	14			
		2.3.3 Tłumienie precesji namagnesowania	18			
	2.4	Efekt gigantycznego magnetooporu	20			
3	Met	tody eksperymentalne	<b>25</b>			
	3.1	Rezonans ferromagnetyczny we wnęce mikrofalowej	25			
	3.2	Szerokopasmowy rezonans ferromagnetyczny	27			
	3.3	Magnetometr z wibrującą próbką	32			
	3.4	Reflektometria i dyfrakcja rentgenowska	33			
	3.5	Pomiary magnetooptyczne	34			

	3.6	Magnetoopór	. 36		
	3.7	Otrzymywanie warstw przy pomocy rozpylania jonowego $\ . \ . \ .$	. 36		
4	Wyniki pomiarów dynamiki namagnesowania w układach z ani-				
	zoti	copią jednozwrotową	39		
	4.1	Wprowadzenie	. 39		
	4.2	Właściwości warstw Co/IrMn	. 41		
	4.3	Właściwości warstw NiFe/NiMn	. 43		
	4.4	Właściwości warstw Co <sub>2</sub> FeSi/IrMn	. 50		
	4.5	Podsumowanie	. 54		
<b>5</b>	Wy	niki pomiarów dynamiki namagnesowania w strukturach war-			
	$\mathbf{stw}$	owych z anizotropią powierzchniową	<b>57</b>		
	5.1	Wprowadzenie	. 57		
	5.2	Właściwości warstw Co/Au	. 59		
	5.3	Właściwości warstw CoFeB/MgO	. 64		
	5.4	Podsumowanie	. 69		
6	Dyı	namika namagnesowania w podwójnych zaworach spinowych	71		
	6.1	Wprowadzenie	. 71		
	6.2	Wyniki pomiarów podwójnych zaworów spinowych $\hfill \ldots \hfill \ldots$	. 73		
	6.3	Wpływ wygrzewania na podwójne zawory spinowe	. 87		
	6.4	Podsumowanie	. 91		
7	Wp	ływ grubości bufora na intensywność sygnału VNA-FMR	93		
8	Ant	zyrezonans ferromagnetyczny	107		
	8.1	Wprowadzenie	. 107		
	8.2	Wyniki pomiarów antyrezonansu ferromagnetycznego w taśmach			
		amorficznych	. 109		
9	Poc	lsumowanie	115		
Bibliografia			117		
A	Opi	s budowy spektrometru VNA-FMR – sterowanie, akwizycia			
	dan	ych i ich wstępna analiza.	125		
Sr	Spis rysunków 1				
C	Spis tabol				
SI	spis tabel				

### Rozdział 1

## Wstęp

Dynamika namagnesowania w materiałach magnetycznych, opisywana równaniem Landaua-Lifszyca-Gilberta (LLG) oraz równaniami Maxwella z odpowiednimi warunkami brzegowymi, jest zespołem zjawisk polegających na sprzężeniu wzbudzeń namagnesowania (magnonów) z falą elektromagnetyczną (fotonami) wnikającą do materiału ferromagnetycznego. Badania dynamiki namagnesowania w warstwowych strukturach ferromagnetycznych, szczególnie w cienkich warstwach (nanostrukturach magnetycznych) dostarczaja szeregu informacji o anizotropowych wkładach do energii swobodnej (anizotropia magnetokrystaliczna, anizotropia powierzchniowa, anizotropia wymienna typu "exchange-bias"), oddziaływaniach dipolowych, oddziaływaniach wymiennych oraz o mechanizmach relaksacyjnych związanych z tłumieniem wzbudzeń. W przypadku struktur wielowarstwowych lub nanostruktur, ich specyficzne właściwości (np. gigantyczny magnetoopór lub szczególne widmo energetyczne fal spinowych w kryształach magnonicznych) wynikają również ze szczególnej geometrii tych struktur. Aby określić rolę poszczególnych anizotropowych wkładów energii swobodnej, należy użyć metody pomiarowej, która jest dostatecznie czuła na ich symetrie. Rezonans ferromagnetyczny – FMR – jest jedną z metod, które są szczególnie użyteczne do tego typu badań.

W ferromagnetyku umieszczonym w statycznym polu magnetycznym momenty magnetyczne w materiale wytrącone z ich równowagowej orientacji będą precesować z pewną naturalną częstotliwością kątową  $\omega_0$ , przy czym ruch precesyjny będzie tłumiony, tak że po pewnym czasie precesja zaniknie. Wartość częstotliwości precesji będzie zależeć od szeregu parametrów związanych z oddziaływaniem momentów magnetycznych oraz ich symetrią, jak również od wielkości zewnętrznego pola magnetycznego. Silne oddziaływania wymienne pomiędzy momentami magnetycznymi sprawiają, że wzbudzenia momentów mają charakter kolektywny i w obrazie klasycznym możemy je traktować jako precesję namagnesowania (sumy momentów w jednostce objętości) ferromagnetyka w całości. W praktyce laboratoryjnej z wykorzystaniem klasycznego spektrometru FMR z wnęką rezonansową, oprócz zewnętrznego statycznego pola magnetycznego, na próbkę ferromagnetyka działa również dodatkowe małe pole magnetyczne o częstotliwości mikrofalowej  $\omega$  w kierunku prostopadłym do pola statycznego. Gdy częstotliwość  $\omega$  albo wielkość pola magnetycznego H zmienia się w pewnym zakresie, warunek rezonansowy zostanie spełniony przy  $\omega_0 = \omega$  albo alternatywnie  $H_r = H$  i energia emitowana ze źródła mikrofal będzie ulegała rezonansowej absorpcji. w ferromagnetyku warunki spełniające rezonansową absorpcję mikrofal (przy ich stałej częstotliwości) zależą od orientacji pola magnetycznego względem wybranego kierunku określonego przez zewnętrzną symetrię danej próbki lub przez symetrię struktury krystalicznej. Taka zależność pola rezonansowego od orientacji jest nazywana kątową zależnością pola rezonansowego.

Dynamikę namagnesowania w strukturach cienkowarstwowych lub nanostrukturach magnetycznych można obecnie badać, oprócz rezonansu ferromagnetycznego, przy pomocy innych zaawansowanych technik pomiarowych, takich jak spektroskopia rozpraszania Brillouina (BLS) lub czasoworozdzielcza mikroskopia magnetooptycznego efektu Kerra (TR-MOKE). Mimo to, FMR w materiałach ferromagnetycznych, a przede wszystkim w strukturach cienkowarstwowych i nanostrukturach magnetycznych [3] jest wypróbowaną metodą do badań dynamiki namagnesowania. Na podstawie katowych zależności widma rezonansowego można wyznaczyć symetrie i wielkość przyczynków do energii swobodnej, które mają jednoosiową, kubiczną lub inne symetrie określone przez wewnętrzną strukturę materiału, wartości czynnika Lande g, stałe wymiany i parametry określające tłumienie. Zasady rządzące rezonansem ferromagnetycznym umożliwiają ponadto badanie takich efektów, jak rezonans fal spinowych, efekty związane z obecnością anizotropii powierzchniowej, charakterystykę wzbudzeń magnetostatycznych, sprzężenie magnetoakustyczne, rezonans ścian domenowych i efekty nieliniowe przy dużych mocach, które często prowadza do chaotycznych wzbudzeń spinowych.

Jak juz wspomniano, pomiary rezonansu ferromagnetycznego przeprowadza się najczęściej we wnęce rezonansowej używając standardowego spektrometru EPR. Używając wektorowego analizatora obwodów (VNA), który generuje prąd o częstotliwości mikrofalowej w szerokim pasmie częstotliwości (od 10 MHz do 40 GHz) i jednocześnie umożliwia detekcję zmian impedancji w obwodzie pomiarowym (tzw. DUT – device under test), można badać zjawisko FMR przy różnych częstotliwościach, bądź nawet przy stałym polu magnetycznym i zmiennej częstotliwości. Ta stosunkowo nowa metoda pomiarowa pojawiła się na końcu XX wieku i staje się coraz bardziej popularna ze względu na prostotę i możliwość gromadzenia znacznej liczby danych pomiarowych w stosunkowo krótkim czasie. Badany układ umieszcza się na falowodzie koplanarnym (CPW) nad tzw. linią sygnałową. W odróżnieniu do wnęki rezonansowej, w której próbka jest umieszczona w miejscu, gdzie nie ma mikrofalowego pola elektrycznego, a mikrofalowe pole magnetyczne jest jednorodne, próbka położona na CPW jest poddana działaniu mikrofalowego pola magnetycznego i również elektrycznego. Dodatkowo pola te nie są jednorodne. Nie wszystkie konsekwencje pomiaru w tych warunkach są zbadane i dlatego kontynuowane są dalsze prace nad określeniem nowych możliwości tej techniki pomiarowej [4].

Zagadnienia zawarte w niniejszej rozprawie obejmują cały szereg istotnych problemów związanych z dynamiką namagnesowania w strukturach cienkowarstwowych o zróżnicowanych strukturach i z tego względu zdominowanych przez efekty charakterystyczne dla rozwiniętych międzywierzchni (interfejsów), oddziaływaniach, lub też określonych przez geometrię pomiaru VNA-FMR z użyciem CPW. w rozprawie tej pokazano, iż nowe możliwości jakie oferuje technika VNA-FMR, mogą dostarczyć istotnych informacji o oddziaływaniach w strukturach cienkowarstwowych, ich anizotropii oraz relaksacji ferromagnetycznej. Dodatkowymi zagadnieniami zawartymi w rozprawie są: obserwacje zwiększenia sygnału absorpcji mikrofalowej w CPW w wyniku naniesienia dodatkowej przewodzącej warstwy buforowej w nanostrukturach wielowarstwowych oraz możliwość precyzyjnych pomiarów antyrezonansu ferromagnetycznego przy pomocy VNA-FMR z falowodem CPW.

Te zagadnienia zostały omówione w kolejnych rozdziałach. i tak, w rozdziale drugim przedstawiano teoretyczne podstawy dynamiki namagnesowania w cienkich warstwach. w trzecim rozdziale opisano metody eksperymentalne stosowane w czasie wykonywania pracy doktorskiej. Czwarty rozdział zawiera opis dynamiki namagnesowania w układach z anizotropią jednozwrotową typu "exchange-bias" ze szczególnym uwzględnieniem możliwości określenia udziału anizotropii rotacyjnej. W piątym rozdziale przedstawiono wyniki pomiarów dynamiki namagnesowania struktur z anizotropią prostopadłą. Dla dwóch układów Co/Au i CoFeB/MgO zbadano przejście od efektywnej anizotropii w płaszczyźnie do anizotropii prostopadłej. Rozdział szósty poświecony jest badaniom rezonansu ferromagnetycznego podwójnych zaworów spinowych, które składają się z 3 podsystemów magnetycznych: polaryzatora o prostopadłej anizotropii, warstwy swobodnej oraz analizatora – warstwy przyszpilonej dzięki zjawisku "exchange-bias". Poszczególne podsystemy oddzielone były stosunkowo gruby przekładkami niemagnetycznymi, aby zminimalizować międzywarstwowe oddziaływania wymienne. Pozwala to na wykonanie analizy rezonansu ferromagnetycznego podwójnych zaworów spinowych w oparciu o wyniki pomiarów opisanych w poprzednich rozdziałach, ponieważ poszczególne podukłady magnetyczne mogą być rozpatrywane oddzielnie. w rozdziale siódmym opisano wpływ przewodzacej warstwy buforowej na pomiary rezonansu ferromagnetycznego. Pokazano, że bufor o znacznym przewodnictwie elektrycznym ekranuje i pułapkuje mikrofalowe pole magnetyczne, co w efekcie powoduje kilkukrotny wzrost intensywności sygnału

w pomiarach VNA-FMR. Ósmy rozdział prezentuje pierwsze pomiary VNA-FMR antyrezonansu ferromagnetycznego w taśmach amorficznych. Pokazano, ze wykorzystując falowód koplanarny zaprojektowany dla pomiarów FMR w nanostrukturach magnetycznych, można obserwować zjawisko rezonansu i antyrezonansu ferromagnetycznego w amorficznych taśmach magnetycznych o grubości rzędu kilkudziesięciu mikronów. Dzięki temu można z dużą dokładnością wyznaczać magnetyczne parametry materiałów, z których wytworzono te taśmy. Ostatni rozdział podsumowuje zagadnienia opisane w tej rozprawie doktorskiej. Ponieważ znaczna część wysiłku poświęcono budowie i przystosowaniu szerokopasmowego spektrometru VNA-FMR do omówionych w rozprawie eksperymentów, w dodatku a opisano bardziej szczegółowo jego budowę, przedstawiono procedury umożliwiające automatyzację pomiarów oraz zbieranie danych pomiarowych i ich wstępną analizę.

## Rozdział 2

# Wprowadzenie do magnetyzmu w układach cienkowarstwowych

Magnetyczne układy cienkowarstwowe są obecnie przedmiotem badań ze względu na ich zastosowanie w spintronice, mimo iż zainteresowanie układami magnetycznymi o ograniczonej wymiarowości zostały zapoczątkowane już w połowie ubiegłego wieku [5]. Właściwości warstw określa zarówno krystaliczna struktura wewnetrzna o symetrii translacyjnej w płaszczyźnie powierzchni, jak i złamanie tej symetrii w kierunku grubości. Ze względu na ograniczony wymiar, w cienkich warstwach ważną rolę odgrywają powierzchnie i międzywierzchnie. Ponadto ultracienkie warstwy (o grubości porównywalnej do długości wymiany) zachowują się jak gigantyczne magnetyczne molekuły (o momencie magnetycznym równym sumie momentów spinowych) mające własności określone zarówno przez powierzchnie, jak i własności charakterystyczne dla objętości [1]. Takie przybliżenie umożliwia analizę własności magnetycznych cienkich warstw w ramach rozszerzonego modelu Stonera-Wohlfarta [6], w którym stan podstawowy jest stanem o jednorodnym namagnesowaniu ze względu na znaczne oddziaływania wymienne. w efekcie dynamika namagnesowania w strukturach cienkowarstwowych jest opisana równaniem Landaua-Lifszyca, w którym najistotniejszą rolę odgrywają pola efektywne działające na jednorodny moment magnetyczny. Pola efektywne wynikają z anizotropii magnetokrystalicznej, anizotropii kształtu, anizotropii powierzchniowej oraz anizotropii magnetoelastycznej. Powyższe anizotropowe przyczynki do pełnej energii magnetycznej cienkiej warstwy w zewnętrznym polu magnetycznym określają z dobrym przybliżeniem ich charakterystyki statyczne (mierzone przy pomocy magnetometrii) oraz dynamiczne, które są badane przy pomocy rezonansu ferromagnetycznego.

## 2.1 Energia w magnetycznych układach cienkowarstwowych

Pełne fenomenologiczne wyrażenie na energię magnetyczną F cienkiej warstwy zawiera cztery główne składniki:  $f_{Zee}$  – energia Zeemana,  $f_{ani}$  – energia anizotropii,  $f_{odm}$  – energia magnetostatyczna (odmagnesowania),  $f_{wym}$  – energia wymiany

$$F = f_{Zee} + f_{ani} + f_{odm} + f_{wym}.$$
(2.1)

Poszczególne wkłady zostaną pokrótce opisane poniżej.

#### 2.1.1 Energia Zeemana

Oddziaływanie zewnętrznego, jednorodnego pola magnetycznego H z namagnesowaniem M w materiale ferromagnetycznym opisane jest przez energię Zeemana

$$f_{Zee} = -\vec{H} \cdot \vec{M}. \tag{2.2}$$

Oddziaływanie to preferuje równoległe ustawienie namagnesowania M do pola H.

#### 2.1.2 Energia anizotropii magnetokrystalicznej

Zależność energii F od orientacji wektora namagnesowania w stosunku do wybranego, charakterystycznego kierunku nazywamy anizotropią magnetyczną. Gdy tym charakterystycznym kierunkiem jest kierunek krystalograficzny mówimy o anizotropii magnetokrystalicznej. Oznacza to, że bez zewnętrznego pola magnetycznego w monokrysztale materiału ferromagnetycznego w obszarze jednej domeny magnetycznej namagnesowanie ma kierunek zgodny z określonymi kierunkami krystalograficznymi. Za sprzężenie pomiędzy siecią krystaliczną, a wektorem namagnesowania odpowiada oddziaływanie spin-orbita. Orbitalny moment pędu, związany ze strukturą krystalograficzną jest równocześnie sprzężony z momentami spinowymi, które określają namagnesowanie [7].

Sprzężenie spin-orbita odpowiedzialne za anizotropię magnetokrystaliczną można wyjaśnić półklasycznie. Ruch elektronu w atomie można rozpatrywać w układzie odniesienia, w którym elektron jest nieruchomy, a wokół niego porusza się jądro atomowe. Jądro atomowe posiada ładunek dodatni równy liczbie atomowej. Poruszający się ładunek jądra można rozpatrywać jako prąd elektryczny. Prąd elektryczny indukuje pole magnetyczne  $\vec{H_{orb}} \propto \vec{L}$ , które oddziałuje ze spinem elektronu.  $\vec{L}$  jest orbitalną liczbą kwantową. Spin, aby zmniejszyć swoją energię, ustawia się w kierunku pola magnetycznego  $\vec{H_{orb}}$ , co odpowiada energii spinowo-orbitalnej  $E = -\vec{m_s} \cdot \vec{H_{orb}} = \xi \vec{L} \cdot \vec{S}$ .  $\xi$  jest stałą sprzężenia, która jest proporcjonalna do pochodnej radialnej potencjału atomowego zależnej od liczby atomowej Z, więc wartość sprzężenia zwiększa się wraz z liczbą atomową. Oddziaływanie spin-orbita zależy od orientacji spinu względem momentu orbitalnego, który określony jest strukturą powłok elektronowych jonu (atomu). W krysztale, ze względu na pole krystaliczne powłoki te są zorientowane zgodnie z jego symetrią, ta z kolei, ze względu na sprzężenie spin-orbita, prowadzi do określonej orientacji momentów spinowych zgodnej z symetrią kryształu.

Symetria anizotropii magnetokrystalicznej odwzorowuje, więc symetrię krystalograficzną materiału. Na przykład, w przypadku struktury heksagonalnej kobaltu wyróżnionym kierunkiem jest oś heksagonalna, a w przypadku struktury regularnej żelaza istnieją, zgodnie z symetrią krystaliczną, trzy równoważne, prostopadłe do siebie kierunki wyróżnione ([100], [010], [001]).

Gdy rozważamy cienkie warstwy, często zdarza się, że przez kontakt z podłożem oś prostopadła do powierzchni nie jest równoważna osiom w płaszczyźnie z powodu zdeformowania komórki krystalograficznej. Cienkie warstwy materiałów o symetrii kubicznej rosnące wzdłuż kierunku krystalograficznego [001] ma przeważnie symetrię tetragonalną [1,8]. Określenie wartości sprzężenia spin-orbita z pierwszych zasad jest możliwe, ale przeważnie mało dokładne, więc energię anizotropii przedstawia się za pomocą wzoru fenomenologicznego energii swobodnej, która jest rozwinięciem w sze-reg względem kierunków krystalograficznych [7]. Właściwości magnetyczne kryształu są takie same dla przeciwległych kierunków w krysztale (z wyjątkiem efektu "exchange-bias", por. podrozdział 2.1.5.2), dlatego w rozwinięciu energii swobodnej używa się tylko parzystych potęg kosinusów kierunkowych [9]. Dla materiałów o sy-metrii tetragonalnej energię anizotropii magnetokrystalicznej można zapisać jako [1]

$$f_{ani} = -\frac{K_u}{2}\alpha_z^2 - \frac{K_{1\parallel}}{2}\left(\alpha_x^4 + \alpha_y^4\right) - \frac{K_{1\perp}}{2}\alpha_z^4,$$
(2.3)

gdzie  $\alpha_x$ ,  $\alpha_y$ ,  $\alpha_z$  są odpowiednio kosinusami kierunkowymi namagnesowania nasycenia względem kierunków krystalograficznych [100], [010] i [001],  $K_{1\parallel}$  jest współczynnikiem opisującym anizotropię w płaszczyźnie, a  $K_u$  oraz  $K_{1\perp}$  są odpowiednio współczynnikami opisującymi anizotropię prostopadłą do płaszczyzny próbki drugiego i czwartego rzędu.

#### 2.1.3 Energia magnetostatyczna – anizotropia kształtu

Przejawem oddziaływań magnetostatycznych (dipolowych) jest energia odmagnesowania

$$f_{odm} = -\frac{1}{2} \int \vec{M} \vec{H_d} dV, \qquad (2.4)$$

gdzie  $\vec{H_d}$  jest polem rozmagnesowania. Pole  $\vec{H_d}$  jest funkcją namagnesowania. w jednorodnie namagnesowanej próbce o kształcie elipsoidy pole  $\vec{H_d}$  jest jednorodne i wynosi

$$\vec{H_d} = -N\vec{M},\tag{2.5}$$

gdzie N jest tensorem rozmagnesowania. Jeżeli namagnesowanie leży w jednym z głównych kierunków elipsoidy, N składa się z liczb zwanych czynnikami odmagnesowania [7]( $N_x$  dla kierunku x,  $N_y$  dla kierunku y,  $N_z$  dla kierunku z). Dla elipsoidy suma czynników odmagnesowania wynosi  $4\pi$  w układzie CGS. Specjalnym przypadkiem elipsoidy jest kula, w której wszystkie kierunki są równoważne, więc czynniki rozmagnesowania są równe i wynoszą  $N_x = N_y = N_z = \frac{4\pi}{3}$ . Cienką warstwę można rozpatrywać jako graniczny przypadek elipsoidy z czynnikiem  $N_z = 4\pi$ , a  $N_x = N_y = 0$ . Energię odmagnesowania można w takim przypadku zapisać jako

$$f_{odm} = 2\pi M_s^2 \alpha_z^2, \tag{2.6}$$

gdzie  $M_s$  jest namagnesowaniem nasycenia. Postać tego wzoru jest analogiczna do wyrażenia na energię anizotropii jednoosiowej i nazywany jest anizotropią kształtu.

Do wyjaśnienia pola  $\vec{H}_d$  użyteczne jest używanie magnetycznych ładunków powierzchniowych. Pojawiają się one na powierzchni ciała ferromagnetycznego, gdy istnieje składowa namagnesowania prostopadła do powierzchni. Gdy namagnesowanie jest prostopadłe do powierzchni próbki na całej powierzchni warstwy pojawiają się ładunki magnetyczne. Gdy namagnesowanie jest równoległe do powierzchni próbki, ładunki magnetyczne pojawiają się na jej krawędziach w bardzo dużej odległości od siebie, co prowadzi do małego pola odmagnesowania, a więc małej energii odmagnesowania. w konsekwencji preferowanym kierunkiem namagnesowania jest kierunek leżący w płaszczyźnie warstwy.

#### 2.1.4 Energia wymiany

Podstawowym oddziaływaniem w ferromagnetyku, które prowadzi do jego uporządkowania, jest oddziaływanie wymienne. Oddziaływanie Coulombowskie razem z zasadą Pauliego prowadzi do energii wymiany. w ciele stałym energię tę można opisać modelem Heisenberga [7]

$$E_{wym} = -\sum_{i,j}^{N} J_{ij}(\vec{S}_i \cdot \vec{S}_j), \qquad (2.7)$$

gdzie  $J_{ij}$  jest całką wymiany pomiędzy spinami  $\vec{S}_i$  i  $\vec{S}_j$ . Całka wymiany  $J_{ij}$  przyjmuje wartości dodatnie dla ferromagnetycznego uporządkowania spinów. Jedynie funkcje

falowe najbliższych sąsiadów się mocno przekrywają, więc sumowanie we wzorze (2.7) można ograniczyć do najbliższych sąsiadów.

W skali mezoskopowej (dla której skala odległości jest dużo większa niż odległość międzyatomowa) energię wymiany można zapisać w postaci ciągłej

$$f_{wym} = \frac{A}{V} \int dV (\nabla \vec{m})^2, \qquad (2.8)$$

gdzie  $\vec{m} = \vec{M}/M_s$  jest znormalizowanym namagnesowaniem, A jest stałą sztywności, a V objętością próbki. Stała sztywności A (zdefiniowana jako  $A = nJS^2/a$ , gdzie ajest stałą sieci krystalograficznej, S jest wartością bezwzględną spinu, a n czynnikiem zależnym od struktury) jest związana z długością wymiany  $l_{ex} = \sqrt{A/2\pi M_s^2}$  [10]. Długość wymiany  $l_{ex}$  określa w jakiej skali długości namagnesowanie w próbce jest jednorodne. w typowych materiałach ferromagnetycznych  $l_{ex}$  jest rzędu kilku nm. Ponieważ grubość mierzonych próbek była porównywalna do długości wymiany, więc można traktować opisane później próbki w ramach przybliżenia makrospinowego. W przybliżeniu tym moment magnetyczny w całej objętości warstwy przybliżamy jednym wektorem momentu magnetycznego, przyjąwszy, że namagnesowanie jest jednorodne [1,2]. Gdy namagnesowanie jest jednorodne można zaniedbać w późniejszych rozważaniach energię wymiany, gdyż jej wkład do całkowitej energii wynosi zero. w grubszych próbkach mogą się pojawić fale spinowe, które opisują drgania wektora namagnesowania w obrębie grubości warstwy o energii proporcjonalnej do stałej sztywności i kwadratu wektora falowego fali spinowej o danej długości.

#### 2.1.5 Inne przyczynki anizotropowe

#### 2.1.5.1 Anizotropia powierzchniowa

W cienkich warstwach ważną rolę odgrywa dodatkowy człon anizotropowy związany ze znaczącym wpływem powierzchni. Tak zwana anizotropia powierzchniowa pojawia się z powodu brakujących wiązań, niezupełnego wygaszenia momentu orbitalnego i ograniczonej symetrii [11]. Néel [12] pierwszy przewidział , że anizotropia na powierzchni jest inna od anizotropii objętościowej ze względu na oddziaływanie materiału otaczającego ferromagnetyk z tym materiałem. Energię anizotropii powierzchniowej można opisać wzorem:

$$f_{pow} = \frac{1}{t_{FM}} \left( K_{p1} \alpha_z^2 + K_{p2} \alpha_z^4 \right).$$
 (2.9)

Stałe anizotropii pierwszego  $(K_{p1})$  i drugiego  $(K_{p2})$  rzędu skalują się z odwrotnością grubości warstwy ferromagnetycznej  $t_{FM}$ , więc wpływ powierzchni dla grubych warstw jest zaniedbywalnie mały. Stała  $K_{p2}$  jest przeważnie bardzo mała [3,13].

#### 2.1.5.2 Anizotropia jednozwrotowa

Anizotropię w materiale ferromagnetycznym opisuje się używając parzystych potęg rozwinięcia energii swobodnej F względem kosinusów kierunkowych (rozdział 2.1.2). Istnieje jednak układ, którego zachowanie należy opisać używając potęgi nieparzystej, która prowadzi do anizotropii jednozwrotowej. Anizotropia jednozwrotowa ma jeden wyróżniony kierunek łatwy, więc w stanie remanencji wektor namagnesowania może mieć ten sam kierunek, niezależnie od historii przemagnesowania. Zjawiska tego typu obserwujemy w układach, w których występuje efekt "exchangebias" (EB).

Efekt EB jest zjawiskiem zachodzącym na międzywierzchni ferromagnetyka (FM) i antyferromagnetyka (AFM). Typowym przejawem występowania efektu EB jest przesunięcie pętli histerezy (o wartośc pola  $H_{ex}$ ) oraz zwiększenie pola koercji. Przesunięcie pętli histerezy maleje wraz z temperaturą i ostatecznie zanika w temperaturze blokowania, która przeważnie jest niższa od temperatury Néela antyferromagnetyka.

Aby "przygotować" układ FM/AFM, w którym występuje efekt EB należy go schłodzić, bądź nanosić w polu magnetycznym. Przygotowanie układu przez chłodzenie w polu magnetycznym polega na wygrzaniu próbki w temperaturze wyższej od temperatury Néela, ale niższej od temperatury Curie ferromagnetyka, a następnie chłodzeniu w polu magnetycznym. Przyłożone pole magnetyczne musi być wystarczające do nasycenia ferromagnetyka, tak by namagnesowanie przy międzywierzchni było jednorodne. Powyżej temperatury Néela ferromagnetyk jest ciągle uporządkowany wzdłuż kierunku przyłożonego pola, natomiast spiny w antyferromagnetyku sa swobodne. w miarę obniża temperatury antyferromagnetyk porządkuje się zgodnie z kierunkiem namagnesowania FM, z powodu oddziaływań wymiennych występujących pomiędzy spinami antyferromagnetyka i ferromagnetyka. Najpierw pierwsza warstwa spinów AFM ustawi się równolegle, bądź antyrównolegle do spinów w FM. Potem kolejna warstwa AFM ustawi się antyrównolegle do poprzedniej. Ostatecznie cały antyferromagnetyk uporządkuje się zgodnie z kierunkiem wyznaczonym przez namagnesowanie w FM [14]. W rzeczywistości sytuacja na granicy FM i AFM jest bardzo skomplikowana i ostateczny stan magnetyczny układu FM/AFM jest trudny do opisu w ramach jednego, spójnego modelu [15]. W rezultacie, istnieje kilka modeli, które w sposób przybliżony opisują efekt exchange-bias w układach FM/AFM.

Najprostszym modelem, który tłumaczy efekt EB jest model Meiklejohn-Bean [16]. Model zakłada, że przemagnesowanie odbywa się poprzez koherentną rotację FM (model Stonera-Wohlfartha 2.2). w przypadku warstwy swobodnej pole magnetyczne oddziałuje na FM wywołując moment siły, który stara się obrócić warstwę FM. Gdy FM jest w kontakcie z AFM i występuje pomiędzy nimi oddziaływanie wymienne istnieje dodatkowy moment siły, który zawsze ma ten sam kierunek ustalony podczas procedury chłodzenia. Przykładając pole do układu FM/AFM musimy pokonać moment siły na międzywierzchni FM/AFM, by przemagnesować próbkę. W rezultacie potrzeba większych pól magnetycznych do przemagnesowania próbki. Gdy następnie zmniejszamy pole magnetyczne spiny FM potrzebują mniejszego zewnętrznego oddziaływania, żeby obrócić się do pierwotnej orientacji. Przemagnesowanie może nawet wystąpić przed przejściem pola magnetycznego przez zero, jeżeli moment siły wywołany przez oddziaływanie wymienne na międzywierzchni FM/AFM jest wystarczająco duży. w rezultacie pętla histerezy układu FM/AFM jest przesunięta względem zera w stronę ujemnego pola magnetycznego (pole  $H_{ex}$ ) [14]. w tym prostym obrazie spiny AFM są sztywne podczas całego procesu przemagnesowania.

Pole przesunięcia pętli histerezy  $H_{ex}$  oszacowane z modelu Meiklejohna-Beana przyjmuje wartość o wiele większą, niż mierzone w rzeczywistości wartości. Powstało wiele modeli próbujących poprawnie przewidzieć pole  $H_{ex}$ . Jednym z nich jest model Malozemoffa [17], który zakłada chropowatość międzywierzchni FM/AFM. Prowadzi to do losowego rozkładu oddziaływań wymiennych pomiędzy FM, a AFM na interfejsie, co skutkuje powstaniem domen magnetycznych w warstwie AFM ze ścianami domenowymi prostopadłymi do międzywierzchni. Pole  $H_{ex}$  w tym modelu jest proporcjonalne do energii ściany domenowej i odwrotnie proporcjonalnie do całkowitego momentu magnetycznego warstwy FM.

Inne podejście do wyjaśnienia wartości pola  $H_{ex}$  zaproponowano w modelu Mauri [18]. Model Mauri zakłada, że FM i AFM są w stanie jednodomenowym, namagnesowanie FM przemagnesowuje się przez koherentną rotację, a w AFM tworzy się ściana domenowa równoległa do międzywierzchni FM/AFM. Podczas przemagnesowania cała warstwa FM obraca się koherentnie. Kierunek spinów w pierwszej monowarstwie AFM tworzą mały kąt z kierunkiem spinów FM. Spin w kolejnej warstwie AFM znów są obrócone o mały kąt względem spinów w pierwszej monowarstwie przy interfejsie. Tworzy się w ten sposób ściana domena w AFM równoległa do interfejsu FM/AFM, która działa jak naciągana sprężyna. Wartość pola  $H_{ex}$  zależy od sztywności AFM, zdefiniowanej jako stosunek energii ściany domenowej do stałej wymiany. Gdy sztywność dąży do nieskończoności model Mauri upraszcza się do modelu Meiklejohna-Beana.

Anizotropię jednozwrotową można fenomenologicznie zapisać jako [16, 19]

$$f_{EB} = -K_{EB}\sin\left(\phi - \phi_{EB}\right),\tag{2.10}$$

gdzie  $K_{EB}$  jest stałą anizotropii jednozwrotowej, a  $\phi_{EB}$  jest kątem przyłożenia pola magnetycznego podczas przygotowywania układu FM/AFM.

## 2.2 Model Stonera-Wohlfartha



Rysunek 2.1: Orientacja wektora namagnesowania  $\vec{M}$  w cienkiej warstwie ferromagnetycznej w zewnętrznym polu magnetycznym  $\vec{H}$ . Próbka jest w płaszczyźnie xy.

Próbki magnetyczne, które są za małe by stworzyła się w nich ściana domenowa zachowują się jak pojedyncza domena magnetyczna i opisywane są w ramach przybliżenia makrospinu [11]. W tym modelu przemagnesowanie próbki zachodzi tylko poprzez koherentną rotację wektora namagnesowania  $\vec{M}$ . Proces ten opisany jest przez model Stonera-Wohlfartha [6].

Aby określić orientację wektora namagnesowania (kąty  $\phi$  oraz  $\theta$ , por. rysunek 2.1) w zależności od przyłożonego pola magnetycznego należy szukać minimum energii F:

$$\frac{\partial F}{\partial \phi} = \frac{\partial F}{\partial \theta} = 0. \tag{2.11}$$

Aby otrzymać pętlę histerezy rozwiązuje się powyższe równanie otrzymując kąty  $\phi$  oraz  $\theta$  dla różnych wartości pola magnetycznego.

## 2.3 Dynamika namagnesowania

#### 2.3.1 Równanie Landaua–Lifszyca–Gilberta

Ewolucja w czasie wektora namagnesowania w ciele ferromagnetycznym opisana została po raz pierwszy przez Landaua i Lifszyca w 1935 roku [20]. w roku 1955 Gilbert przedstawił zmodyfikowaną formułę Landaua-Lifszyca, w której zaproponował nowy człon opisujący tłumienie precesji namagnesowania. Zaproponowane przez niego równanie (zwane równaniem Landaua-Lifszyca-Gilberta – LLG) jest powszechnie stosowane do opisu dynamiki namagnesowania

$$\frac{\partial \vec{M}}{\partial t} = -\gamma \vec{M} \times \vec{H_{eff}} + \frac{\alpha}{M_s} \vec{M} \times \frac{\partial \vec{M}}{\partial t}, \qquad (2.12)$$

gdzie  $\gamma = ge/(2m_ec)$  jest współczynnikiem żyromagnetycznym,  $\alpha$  jest współczynnikiem tłumienia Gilberta. Wpływ anizotropii, energii wymiany i Zeemana na dynamikę namagnesowania jest wprowadzony do tego równania poprzez pole efektywne  $\vec{H_{eff}}$  jako

$$\vec{H_{eff}} = -\frac{\partial F}{\partial \vec{M}}.$$
(2.13)

Pierwszy człon równania (2.12) jest momentem siły wywołującym precesję namagnesowania. Drugi człon opisuje tłumienie precesji namagnesowania (podrozdział 2.3.3), czyli powrót wektora namagnesowania do kierunku równowagowego po ustaniu zaburzenia wymuszającego precesję. Tłumienie precesji namagnesowania oznacza, że układ spinowy traci moment pędu. Równanie LLG (2.12) zachowuje długość wektora namagnesowania.

Aby rozwiązać równanie LLG i wyznaczyć przenikalność magnetyczną  $\mu$ , zewnętrzne pole magnetyczne można przedstawić jako sumę dwóch składników:  $\vec{H_0}$  – pole stałe w czasie i  $\vec{h(t)}$  – pole magnetyczne o częstotliwości mikrofalowej. Zakłada się, że pola  $\vec{h(t)}$  i  $\vec{H}$  są jednorodne. Ponadto, zakładając, że odchylenia namagnesowania  $\vec{M}$  od kierunku równowagi leżącego wzdłuż kierunku x są niewielkie można zapisać

$$\dot{M} = M_s \hat{x} + m_y(t)\hat{y} + m_z(t)\hat{z}.$$
(2.14)

Można także założyć, że pole anizotropii magnetokrystalicznej  $\vec{H_a}$  leży wzdłuż kierunku x. Zakładając również, że pole  $\vec{h}$  leży wzdłuż kierunku y, zewnętrzne pole stałe  $\vec{H_0}$  leży wzdłuż kierunku x, a pole odmagnesowania  $4\pi m_z$  wzdłuż kierunku z otrzymujemy

$$H_{eff} = (H_0 + H_a)\hat{x} + h\hat{y} - 4\pi m_z \hat{z}.$$
(2.15)

Równania (2.14) oraz (2.15) wstawiamy do równania LLG (2.12) i otrzymujemy

$$0 = -\gamma \left(-hm_z - 4\pi m_y m_z\right) + \frac{\alpha}{M_s} \left(m_y \frac{\partial m_z}{\partial t} - m_z \frac{\partial m_y}{\partial t}\right), \qquad (2.16)$$

$$\frac{\partial m_y}{\partial t} = -\gamma \left( H_0 m_z + H_a m_z + 4\pi M_s m_z \right) - \alpha \frac{\partial m_z}{\partial t}, \qquad (2.17)$$

$$\frac{\partial m_z}{\partial t} = -\gamma \left( M_s h - H_0 m_y - H_a m_y \right) + \alpha \frac{\partial m_y}{\partial t}.$$
(2.18)

Uwzględniając jedynie liniowe wyrazy względem małych wielkości h(t),  $m_y(t)$ oraz  $m_z(t)$  i zależność czasową postaci  $e^{i\omega t}$  otrzymujemy

$$0 = -i\frac{\omega}{\gamma}am_y - m_z \left(H_0 + H_a + 4\pi M_s + i\alpha\frac{\omega}{\gamma}\right), \qquad (2.19)$$

$$hM_s = m_y \left( H_0 + H_a + i\alpha \frac{\omega}{\gamma} \right) - i\frac{\omega}{\gamma}m_z$$
(2.20)

Podatność magnetyczną można zapisać jako

$$\chi_y = \frac{m_y}{h} = \frac{M_s \left(H_0 + H_a + 4\pi M_s + i\alpha \frac{\omega}{\gamma}\right)}{\left(H_0 + H_a + i\alpha \frac{\omega}{\gamma}\right) \left(H_0 + H_a + 4\pi M_s + i\alpha \frac{\omega}{\gamma}\right) - \left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2}.$$
 (2.21)

Natomiast przenikalność magnetyczną  $\mu = 1 + 4\pi\chi$ ma postać

$$\mu = \frac{\left(H_0 + H_a + 4\pi M_s + i\alpha\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 - \left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2}{\left(H_0 + H_a + i\alpha\frac{\omega}{\gamma}\right)\left(H_0 + H_a + 4\pi M_s + i\alpha\frac{\omega}{\gamma}\right) - \left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2}.$$
(2.22)

Rezonans ferromagnetyczny występuje, gdy mianownik wyrażenia na przenikalność magnetyczną (2.22) osiąga minimalną wartość, wówczas przenikalność osiąga wartość maksymalną [21]. Zaniedbując mały człon opisujący tłumienie otrzymujemy warunek równowagi

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \left(H_0 + H_a\right)\left(H_0 + H_a + 4\pi M_s\right).$$
(2.23)

Gdy przenikalność (2.22) przyjmuje wartości minimalne, czyli gdy licznik jest bliski zeru, występuje efekt antyrezonansu ferromagnetycznego (FMAR – rozdział 8)

$$\frac{\omega}{\gamma} = H_0 + H_a + 4\pi M_s. \tag{2.24}$$

Tłumienie powoduje, że wartość przenikalności (2.22) nie osiąga nieskończoności w rezonansie FMR i zera w antyrezonansie FMAR, a linia rezonansowa ma skończoną szerokość. Można wykazać, że część urojona podatności (2.21) określa kształt linii rezonansowej w postaci funkcji Lorentza [22].

#### 2.3.2 Równanie Smita-Beljersa

Poniższy podrozdział opiera się na książce napisanej przez C. Vittoria [23]. Energię F można wyrazić jako funkcję kątów  $\theta$  i  $\phi$  (rysunek 2.1)

$$F = F(\theta, \phi). \tag{2.25}$$

Zakładając, że wychylenia wektora magnetyzacji z położenia równowagi są małe, kąty  $\theta$  i  $\phi$  można zapisać jako część równowagową  $\theta_0$  i  $\phi_0$  oraz zmienną w czasie

 $\Delta\theta\ll \theta_0$ i $\Delta\phi\ll \phi_0.$  EnergięFmożna rozwinąć w szereg w otoczeniu punktu $(\theta_0,\phi_0)$ 

$$F = F_0 + \frac{\partial F}{\partial \phi} \Delta \phi + \frac{\partial F}{\partial \theta} \Delta \theta + \frac{1}{2} \frac{\partial^2 F}{\partial \phi^2} (\Delta \phi)^2 + \frac{1}{2} \frac{\partial^2 F}{\partial \theta^2} (\Delta \theta)^2 + \frac{\partial^2 F}{\partial \phi \partial \theta} \Delta \phi \Delta \theta + \dots \quad (2.26)$$

Ponieważ w punkcie  $(\theta_0, \phi_0)$  układ znajduje się w równowadze, więc

$$\frac{\partial F}{\partial \phi} = \frac{\partial F}{\partial \theta} = 0. \tag{2.27}$$

Równanie ruchu we współrzędnych sferycznych przyjmuje postać

$$\frac{dm_{\phi}}{dt} = \gamma M_s h_{\theta}, \qquad (2.28)$$

$$\frac{dm_{\theta}}{dt} = -\gamma M_s h_{\phi}, \qquad (2.29)$$

gdzie

$$h_{\theta} = -\frac{1}{M_s} \frac{\partial F}{\partial(\Delta\theta)} = -\frac{1}{M_s} \left( \frac{\partial^2 F}{\partial\phi\partial\theta} \Delta\phi + \frac{\partial^2 F}{\partial\theta^2} \Delta\theta \right), \qquad (2.30)$$

$$h_{\phi} = -\frac{1}{M_s \sin \theta_0} \frac{\partial F}{\partial (\Delta \phi)} = -\frac{1}{M_s} \left( \frac{\partial^2 F}{\partial \phi^2} \Delta \phi + \frac{\partial^2 F}{\partial \phi \partial \theta} \Delta \theta \right), \quad (2.31)$$

a  $m_{\theta}$  i  $m_{\phi}$  są składowymi wektora namagnesowania zmiennymi w czasie, prostopadłymi do namagnesowania nasycenia  $M_s$  i wynoszą

$$m_{\theta} = M_s \Delta \theta, \qquad (2.32)$$

$$m_{\phi} = M_s \sin \theta_0 \Delta \phi. \tag{2.33}$$

Małe litery  $(m_{\theta}, m_{\phi}, h_{\theta} i h_{\phi})$  oznaczają wielkości zmienne w czasie o niewielkiej wartości. Przyjmując rozwiązanie w postaci  $e^{i\omega t}$  otrzyma się układ równań, który ma nietrywialne rozwiązania gdy

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \frac{1}{M_s^2 \sin^2 \theta} \left[\frac{\partial^2 F}{\partial \phi^2} \frac{\partial^2 F}{\partial \theta^2} + \left(\frac{\partial^2 F}{\partial \phi \partial \theta}\right)^2\right].$$
 (2.34)

Powyższy wzór, zaproponowany przez Smita i Beljersa [24] w 1955 roku, jest warunkiem rezonansu ferromagnetycznego. Relacja Smita-Beljersa stała się standardowym narzędziem do wyznaczenia częstotliwości precesji w rezonansie ferromagnetycznym [25]. Równanie Smita-Beljersa jest wyprowadzone w oparciu o równanie LLG z pominięciem fenomenologicznego składnika odpowiedzialnego za dysypację energii, ale przyczynek do częstotliwości rezonansowej od tego składnika jest zaniedbywalny. Używając wzoru Smitha-Beljersa (2.34) nie można wyprowadzić warunku rezonansu dla konfiguracji z namagnesowaniem prostopadłym do warstwy, gdyż w tym punkcie równanie to ma osobliwość. Ta niedogodność, wynika z faktu, że w podejściu Smitha-Beljersa wykorzystano współrzędne sferyczne. Stosując prostokątny układ współrzędnych autorzy artykułów [26, 27] wyprowadzili równania, z których można wyznaczyć warunek rezonansu dla konfiguracji z namagnesowaniem prostopadłym do warstwy. Pomimo tej zalety podejście to nie jest często wykorzystywane, gdyż inną możliwością jest zmiana "ułożenia" próbki cienkowarstwowej w układzie współrzędnych (podrozdział 2.3.2.2).

#### 2.3.2.1 Warunek rezonansu dla pola magnetycznego przyłożonego w płaszczyźnie próbki

Zakładamy, że w próbce występuje anizotropia jednoosiowa w płaszczyźnie, anizotropia kształtu (odmagnesowanie) oraz anizotropia prostopadła do płaszczyzny. Model fizyczny zawiera jeszcze energię Zeemana i opisujemy go za pomocą wzoru na gęstość energii swobodnej:

$$F = -\vec{H} \cdot \vec{M} + 2\pi M_s^2 \alpha_z^2 - K_p \alpha_z^2 - K_u \alpha_y^2, \qquad (2.35)$$

gdzie  $K_p$  jest stałą anizotropii prostopadłej,  $K_u$  jest stałą anizotropii jednoosiowej z kierunkiem łatwym wzdłuż osi y. Kosinusy kierunkowe są zdefiniowane następująco:

$$\alpha_x = \sin(\theta) \cos(\phi),$$
  

$$\alpha_y = \sin(\theta) \sin(\phi),$$
  

$$\alpha_z = \cos(\theta).$$
(2.36)

gdzie kąty  $\theta$  i  $\phi$  są przedstawione na rysunku 2.1. Po wstawieniu kosinusów kierunkowych (2.36) do (2.35) otrzymujemy wzór:

$$F = -HM_s \left(\sin(\theta)\sin(\theta_H)\cos(\phi - \phi_H) + \cos(\theta)\cos(\theta_H)\right) + -K_u \sin^2(\phi)\sin^2(\theta) - K_p \cos^2(\theta) + 2\pi M_s^2 \cos^2(\theta).$$
(2.37)

Dla konfiguracji z namagnesowaniem leżącym w płaszczyźnie próbki kąt  $\theta_H = 90^{\circ}$ . Zakładając, że  $H \gg 2K_u/M_s$  wektory namagnesowania  $\vec{M}$  i pola zewnętrznego  $\vec{H}$  są do siebie równoległe ( $\theta = \theta_H$  oraz  $\phi = \phi_H$ ). Uwzględniając powyższe założenia i korzystając z wzoru (2.34) otrzymujemy

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \left(H - \frac{2K_u}{M_s}\cos(2\phi_H)\right) \left(\frac{2K_u}{M_s}\sin^2(2\phi_H) + H - \frac{2K_p}{M_s} + 4\pi M_s\right).$$
(2.38)

Parametry, które można wyznaczyć z eksperymentu FMR to namagnesowanie efektywne

$$4\pi M_{eff} = 4\pi M_s - \frac{2K_p}{M_s}$$
(2.39)



Rysunek 2.2: Orientacja wektora namagnesowania  $\vec{M}$  w cienkiej warstwie ferromagnetycznej w zewnętrznym polu magnetycznym  $\vec{H}$ . Próbka jest w płaszczyźnie xz.

oraz pole anizotropii jednoosiowej w płaszczyźnie

$$H_u = \frac{2K_u}{M_s}.$$
(2.40)

Znając namagnesowanie nasycenia  $M_s$ , można z powyższych wartości wyznaczyć stałe anizotropii jednoosiowej  $K_u$  z osią łatwą leżącą w płaszczyźnie oraz anizotropii prostopadłej  $K_p$  z osią łatwą prostopadłą do płaszczyzny.

#### 2.3.2.2 Warunek rezonansu dla pola magnetycznego przyłożonego prostopadle do płaszczyzny próbki

Pod koniec podrozdziału 2.3.2 stwierdzono, że równanie Smita-Beljersa (2.34) ma osobliwość, gdy pole magnetyczne jest przyłożone prostopadle do płaszczyzny próbki cienkowarstwowej. Jednakże jest to matematyczna osobliwość, a nie fizyczna [28]. Aby znaleźć warunek rezonansu dla konfiguracji z polem w kierunku prostopadłym do płaszczyzny próbki, należy rozważać układ, w którym próbka znajduje się w płaszczyźnie xz (rysunek 2.2).

Energia swobodna w tej nowej konfiguracji wyraża się przez:

$$F = -\vec{H} \cdot \vec{M} + 2\pi M_s^2 \alpha_y^2 - K_p \alpha_y^2.$$
(2.41)

W tej nowej konfiguracji energia anizotropii prostopadłej, zawierająca składową objętościową i powierzchniową (por. rozdział 5), oraz energia anizotropii kształtu mają zmienione kosinusy kierunkowe na  $\alpha_y$ , gdyż to jest teraz kierunek prostopadły do warstwy. Po wstawieniu kosinusów kierunkowych (2.36) do (2.41) otrzymujemy wzór:

$$F = -HM_s \left(\sin(\theta)\sin(\theta_H)\cos(\phi - \phi_H) + \cos(\theta)\cos(\theta_H)\right) + -K_p \sin^2(\phi)\sin^2(\theta) + 2\pi M_s^2 \sin^2(\phi)\sin^2(\theta).$$
(2.42)

Dla kątów  $\theta_H = \pi/2$  oraz  $\phi_H = \pi/2$  wektor pola magnetycznego jest prostopadły do płaszczyzny próbki. Ponownie przyjęto założenie, że wektory namagnesowania  $\vec{M}$  i pola zewnętrznego  $\vec{H}$  są do siebie równoległe ( $\theta = \theta_H$  oraz  $\phi = \phi_H$ ). Sytuacja ta występuje, gdy  $H \gg 4\pi M_{eff}$ . Uwzględniając powyższe założenia i korzystając z wzoru (2.34) otrzymujemy wyrażenie

$$\frac{\omega}{\gamma} = H + \frac{2K_p}{M_s} - 4\pi M_s, \qquad (2.43)$$

które stanowi warunek rezonansu dla konfiguracji z polem magnetycznym skierowanym prostopadle do warstwy.

#### 2.3.3 Tłumienie precesji namagnesowania

Szerokość linii rezonansowej w eksperymencie FMR zawiera informację o tłumieniu precesji namagnesowania oraz jednorodności próbki. W fenomenologicznym wzorze (2.12) wprowadzony przez Gilberta składnik tłumienia opisuje zanikającą precesję namagnesowania. W eksperymencie FMR mierzy się szerokość linii rezonansowej, która określa efektywny współczynnik tłumienia  $\alpha_{eff}$  ( $\Delta H = 2\alpha_{eff}\omega/\gamma$ ).

Procesy, które prowadzą do dyssypacji energii z układu magnetycznego do sieci krystalicznej można ogólnie podzielić na wewnętrzne (intrinsic), związane z właściwościami danego materiału oraz zewnętrzne (extrinsic), związane np. z defektami w próbce. Precyzyjne określenie, co jest rozumiane przez tłumienie wewnętrzne jest trudne. Można je rozpatrywać, jako najmniejszą mierzalną szerokość linii rezonansowej w dobrze określonych warunkach termodynamicznych [2]. Do procesów wewnętrznych zalicza się tłumienie związane z prądami wirowymi oraz rozpraszaniem wędrownych elektronów i rozpraszaniem magnonów na domieszkach z dużym sprzężeniem spin-orbita. Za proces zewnętrzny uznaje się rozpraszanie dwumagnonowe, którego intensywność zależy od ilości defektów w próbce, więc zależy od próbki, a nie tylko od zastosowanego materiału. Innym przykładem procesu zewnętrznego jest pompowanie spinów [29]. Efekt ten zakłada, że precesujący moment magnetyczny jest źródłem prądu spinowego, który wypływa z warstwy ferromagnetycznej do sąsiednich warstw metalicznych. Warstwa ferromagnetyczna traci w ten sposób moment pędu, co obserwowane jest jako poszerzenie linii rezonansowej.



Rysunek 2.3: Kanały przepływu energii fal spinowych w ferromagnetyku [30].

Szerokość linii rezonansowej  $\Delta H$  jest wielkością, która służy do scharakteryzowania wewnętrznego wkładu tłumienia (tłumienie Gilberta) oraz określenia roli niejednorodności magnetycznych w mechanizmie tłumienia. Badania szerokości linii FMR w materiałach amorficznych pokazały, że zależność  $\Delta H$  od częstotliwości mikrofalowej jest liniowa

$$\Delta H = 2\alpha \frac{\omega}{\gamma} + \Delta H_0, \qquad (2.44)$$

gdzie  $\Delta H$  jest szerokością połówkową linii absorpcyjnej (Full Width at Half Maximum – FWHM), a  $\Delta H_0$  jest szerokością linii rezonansowej niezależną od częstotliwości, która wynika z obecności niejednorodności magnetycznych [1]. Takie samo zachowanie stwierdzono również w ultracienkich warstwach magnetycznych [2]. Przyczynek  $\Delta H_0$  do szerokości linii rezonansowej związany jest z niejednorodnościami, których rozmiary są większe od długości wymiany  $l_{ex}$ , gdyż wpływ mniejszych niejednorodności jest efektywnie uśredniany przez silne wymienne oddziaływania. Ten zewnętrzny (extrinsic) mechanizm poszerzenia linii FMR związany jest z tzw. dwumagnonowym procesem rozpraszania. Jak to pokazano na rysunku 2.3, niejednorodności powodują, że jednorodna precesja namagnesowania (magnon k = 0) rozprasza się na magnony z  $k \neq 0$ , których energia jest efektywnie przekazywana do sieci krystalicznej.

Tak więc na tłumienie opisane pojedynczym parametrem  $\alpha_{eff}$  składa się szereg różnych procesów, które prowadzą do dyssypacji energii z układu spinów w ferromagnetyku do sieci krystalograficznej. Końcowym efektem tych procesów jest transfer energii ze wzbudzeń spinowych do drgań sieci (fononów) [30]. Rysunek 2.3 przedstawia w schematyczny sposób procesy prowadzące do relaksacji namagnesowania w próbce ferromagnetycznej. Energię i moment pędu do układu magnetycznego wprowadza pole elektromagnetyczne o częstotliwości mikrofalowej, które wzbudza precesję namagnesowania. Precesję namagnesowania można rozpatrywać jako magnon (kwant fali spinowej) o liczbie falowej k = 0. Magnon k = 0 może przekształcić się w magnon o liczbie falowej  $k \neq 0$  rozpraszając się na niejednorodnościach w procesie dwumagnonowym. Magnony uczestniczą w procesach rozpraszania elektronów wędrownych, które równocześnie rozpraszają się na fononach. w ten sposób energia z układu magnetycznego jest przekazywana poprzez elektrony wędrowne do sieci krystalograficznej. Bezpośrednie rozproszenie magnonów k = 0 do fononów (phonon drag) daje zaniedbywalny wkład do tłumienia [2]. Kolejnym procesem, który prowadzi do dyssypacji energii z podukładu magnetycznego jest rozproszenie magnonów na domieszkach z dużym sprzężeniem spin-orbita.

## 2.4 Efekt gigantycznego magnetooporu

Odkrycie zjawiska gigantycznego magnetooporu (GMR) w latach osiemdziesiątych XX wieku rozpoczął rozwój dziedziny, którą współcześnie nazywamy spintroniką. Efekt ten, odkryty przez P. Grünberga [31] oraz przez A. Ferta [32], polega na obserwacji dużej zmiany oporu elektrycznego układu składającego się z warstw ferromagnetycznych rozdzielonych warstwami niemagnetycznymi pod wpływem pola magnetycznego. Nazwa gigantyczny magnetoopór podkreśla zdecydowanie większą zmianę oporu w porównaniu do znanych już wcześniej efektów magnetooporowych (zwyczajny oraz anizotropowy).

Wartość GMR, charakterystyczna dla danego układu, zdefiniowana jest jako

$$GMR = \frac{R_{AR} - R_R}{R_R} \cdot 100\%,$$
 (2.45)

gdzie  $R_{AR}$  jest oporem dla ustawienia antyrównoległego,  $R_R$  jest oporem dla ustawienia równoległego. Wartość GMR jest maksymalną zmianą oporu w danym układzie pod wpływem pola magnetycznego wyrażoną w procentach. Wartość GMR zależy od kąta pomiędzy wektorami namagnesowania poszczególnych warstw. Dla równoległego ustawienia opór jest najmniejszy, dla antyrównoległego opór jest największy, a dla konfiguracji pośrednich opór przyjmuje wartości pośrednie. Wartość oporu w zależności od kąta  $\phi$  pomiędzy namagnesowaniami opisana jest wzorem

$$\frac{\Delta R(\phi)}{R_R} = \frac{R_{AR} - R_R}{R_R} \cdot \frac{1 - \cos\phi}{2}.$$
(2.46)

Według modelu Motta [33] transport elektronowy w metalach przejściowych odbywa się w dwóch niezależnych kanałach ze spinami w górę i w dół. Przyjmuje się przy tym, że elektrony z różnymi spinami nie mieszają się. Spowodowane jest


Rysunek 2.4: a) Gęstość stanów elektronowych ferromagnetyka. b) Wyjaśnienie efektu GMR za pomocą modelu dwukanałowego Motta.

to rzadkimi rozproszeniami elektronów ze zmianą spinu w stosunku do rozproszenia bez zmiany spinu. w metalach niemagnetycznych gęstość stanów i powierzchnia Fermiego dla obu kanałów jest taka sama, więc nie ma to żadnego wpływu na przewodnictwo poza dwukrotnym jego zwiększeniem. Sytuacja inaczej wygląda w przypadku metali ferromagnetycznych. Ich gęstość stanów dla spinów w górę i w dół wygląda inaczej (Rys 2.4 a)). Powierzchnia Fermiego przecina w różnych miejscach strukturę elektronową i gęstość stanów w pobliżu energii Fermiego jest inna. w metalach przejściowych za przewodzenie odpowiedzialne są głównie elektrony s, a opór elektryczny wynika z ich rozproszeń np. do pasma d. Ponieważ w ferromagnetykach gęstość stanów pasma d jest różna dla różnych kanałów spinowych, również prawdopodobieństwo rozpraszania jest różne. Kanał, który ma więcej wolnych stanów w paśmie d, charakteryzuje się większym oporem elektrycznym.

Kiedy rozpatrujemy układ warstw ferromagnetycznych rozdzielonych niemagnetyczną przekładką z równolegle ustawionymi namagnesowaniami elektrony ze spinem "w górę" w obu warstwach doznają znacznie mniejszej liczby rozproszeń niż elektrony ze spinem "w dół" (rysunek 2.4 b)). w jednym kanale spinowym przewodność jest zdecydowanie większa i cały układ jest "zwarty" przez ten właśnie kanał. Drugi kanał charakteryzuje się małą przewodnością. Gdy namagnesowania są ustawione antyrównolegle, elektrony ze spinem "w górę" doznają słabego rozpraszania w warstwie ze zgodnym ustawieniem spinów, a silnego w warstwie, w której spiny są ustawione przeciwnie. Dla elektronów o spinie "w dół" sytuacja wygląda odwrotnie. w rezultacie oba kanały spinowe przewodzą tak samo. Sytuację tę można opisać używając układ rezystorów połączonych szeregowo-równolegle. Szeregowo połączone rezystory odpowiadają poszczególnym warstwą ferromagnetycznym w jednym kanale spinowym. Oba kanały spinowe przewodzą równolegle, nie miesza-



Rysunek 2.5: Schematycznie układy, w których obserwowany jest efekt GMR: a) struktura antyferromagnetycznie sprzężonych warstw ferromagnetycznych, b) pseudo zawór spinowy, c) zawór spinowy, d) materiał z ziarnami ferromagnetyka w matrycy niemagnetycznej [8]. Kolorem czerwonym oznaczono materiał ferromagnetyczny, pomarańczowym – niemagnetyczny, a niebieskim – antyferromagnetyczny.

jąc się, co jest przedstawione, jako równoległe połączenie gałęzi. Rozważając układ z namagnesowaniami ustawionymi równolegle otrzymuje się mniejszą wartość oporu wypadkowego.

Eksperymentalnie efekt GMR obserwuje się w różnych warstwowych i granularnych układach [8]. Pierwsze eksperymenty przeprowadzono w wielowarstwach ferromagnetycznych sprzężonych antyferromagnetycznie (rysunek 2.5 a)). Przykładowym układem może być Fe/Cr/Fe, w którym dla odpowiedniej grubości przekładki chromowej występuje sprzężenie antyferromagnetyczne pomiędzy warstwami żelaza. w niskich polach magnetycznych obserwujemy dużą wartość oporu i w miarę zwiększania pola magnetycznego opór spada, gdyż namagnesowania ustawiają się ferromagnetycznie. Innym układem, w którym obserwowany jest efekt GMR jest pseudo zawór spinowy (rys 2.5 b)). Złożony jest z dwóch warstw ferromagnetycznych o różnych polach koercji i przekładki niemagnetycznej. Różne pola koercji można uzyskać poprzez zastosowanie różnych materiałów, bądź różnych grubości warstw. Również warstwy z tego samego materiału i o tej samej grubości mogą mieć różne pola koercji w zależności od struktury na której zostały osadzone [34]. w układzie pseudo zaworu spinowego warstwa z materiału o mniejszym polu koercji przemagnesowuję się najpierw, więc układ znajduje się w ułożeniu antyferromagnetycznym. w konsekwencji opór układu silnie wzrasta. Następnie przemagnesowuje się warstwa o większym polu koercji i układ powraca do konfiguracji ferromagnetycznej, a wartość oporu maleje. W roku 1990 Dieny i inni zaproponowali układ nazywany zaworem spinowym (spin valve na rysunku 2.5 c)) [35]. Układ ten składa się z warstwy ferromagnetycznej sprzężonej wymiennie z antyferromagnetykiem (warstwa przyszpilona), przekładki niemagnetycznej oraz drugiej warstwy ferromagnetycznej (zwana warstwą swobodną). Warstwa przyszpilona charakteryzuje się przesuniętą pętlą histerezy i najczęściej znacznymi polami koercji. Warstwa swobodna wykonana jest przeważnie z materiału miękkiego magnetycznie o bardzo małych polach koercji. w małych polach można przemagnesowywać układ od stanu ferromagnetycznego do antyferromagnetycznego obserwując zmianę wartości oporu. Ostatni opisywany układ to pojedyncze ziarna (granule) w osnowie z metalu niemagnetycznego (rysunek 2.5 d)). Rozmiar ziaren powoduje, że zazwyczaj są jednodomenowe. Gdy nie ma zewnętrznego pola namagnesowania w poszczególnych ziarnach ustawione są w przypadkowych kierunkach. Przykładając pole magnetycznego, co prowadzi do obniżenia oporu tego układu.

# Rozdział 3

### Metody eksperymentalne

Warstwy wielokrotne zostały wykonane metodą magnetronowego rozpylania jonowego w IFM PAN. Strukturę układów kontrolowano metodą reflektometrii (XRR) oraz dyfrakcji rentgenowskiej (XRD). Następnie próbki były badane metodami dynamicznymi (rezonans ferromagnetyczny – FMR oraz VNA-FMR) oraz statycznymi (magnetoopór, magnetometr z wibrującą próbką – VSM, magnetooptyczne pomiary pętli histerezy – MOKE).

Próbki przygotowali w Zakładzie Cienkich Warstw w IFM PAN dr Marek Schmidt i Jacek Aleksiejew przy aktywnym udziale autora rozprawy. Pomiary FMR, VNA-FMR, VSM, MOKE oraz magnetooporu zostały wykonane samodzielnie przez autora rozprawy doktorskiej. Pomiary XRR oraz XRD przeprowadził dr Bogdan Szymański. Analiza danych eksperymentalnych oraz ich interpretacja została przeprowadzona przez autora rozprawy doktorskiej.

# 3.1 Rezonans ferromagnetyczny we wnęce mikrofalowej

Rezonans ferromagnetyczny FMR jest użyteczną metodą pomiarową, która pozwala na równoczesne wyznaczenie parametru tłumienia precesji namagnesowania, spektroskopowego czynnika g, pól anizotropii oraz jednorodności magnetycznej próbki [3]. Aby określić stałe anizotropii należy znać namagnesowanie nasycenia. Eksperyment FMR jest tradycyjnie wykonywany w próbkach magnetycznych umieszczonych wewnątrz wnęki mikrofalowej o ustalonej częstotliwości w zakresie GHz [36].

Pomiary rezonansu ferromagnetycznego wykonuje się przy pomocy standardowego spektrometru EPR (rysunek 3.1). w spektrometrze promieniowanie mikrofalowe generowane jest przy użyciu klistronu, którego częstotliwość dostrajana jest do częstotliwości własnej wnęki rezonansowej przy pomocy pętli sprzężenia zwrotne-



Rysunek 3.1: Schemat stanowiska do pomiaru FMR.

go automatycznej regulacji częstotliwości (AFC). w celu zminimalizowania strat na prądy wirowe, próbkę umieszcza się we wnęce rezonansowej w miejscu, w którym mikrofalowe pole elektryczne jest minimalne, a mikrofalowe pole magnetyczne jest jednorodne.

Jak pokazano w podrozdziale 2.3, częstotliwość rezonansowa jest zależna od pola efektywnego zawierającego pola zewnętrzne i wewnętrzne. Pomiaru dokonujemy poprzez zmienianie zewnętrznego pola magnetycznego i rejestrację mocy mikrofal odbitych od wnęki rezonansowej. Zastosowanie modulacji zewnętrznego pola magnetycznego i detekcji lock-in pozwala zwiększyć znacząco czułość spektrometru i umożliwić pomiary obiektów o niewielkich wymiarach np. cienkich warstw magnetycznych. Otrzymany w ten sposób sygnał jest pochodną absorpcji, wartością proporcjonalną do pochodnej urojonej części przenikalności magnetycznej  $d\mu''/dH$ .

Próbka materiału ferromagnetycznego absorbuje pewną część energii mikrofalowej w warunkach rezonansu ferromagnetycznego. Ferromagnetyczna warstwa umieszczona we wnęce rezonansowej, będącej "zbiornikiem" energii pola elektromagnetycznego, pochłania więc część zgromadzonej energii. W wyniku, efektywna dobroć wnęki Q zmniejsza się, powodując zmianę mocy odbitej.

$$Q = 2\pi \frac{\text{energia zmagazynowana we wnęce}}{\text{energia tracona w jednym okresie drgania}} = \frac{f}{\Delta f}.$$
 (3.1)



Rysunek 3.2: Schemat falowodu koplanarnego CPW na podłożu dielektrycznym. Linie czerwone oznaczają rozkład mikrofalowego pola elektrycznego, natomiast niebieskie – magnetycznego.

Czułość spektrometru FMR jest duża i pozwala na pomiar sygnału ferromagnetycznego od  $10^{13}$  spinów, co odpowiada 1 monowarstwie atomowej materiału ferromagnetycznego na powierzchni 1 cm<sup>2</sup> [3]. Krytycznym parametrem dla detekcji pojedynczych monowarstw jest szerokość linii rezonansowej, która może zawierać się w zakresie od mOe aż do kilku kOe. Farle [3] podaje na przykład, że przy szerokości linii równej 1 kOe, przy pomocy FMR można zaobserwować absorpcję  $10^{15}$  spinów, co odpowiada 3 monowarstwom na cm<sup>2</sup>.

## 3.2 Szerokopasmowy rezonans ferromagnetyczny

Pomiary szerokopasmowego rezonansu ferromagnetycznego stosowane są od lat dziewięćdziesiątych XX wieku. Pomiary te można wykonywać wykorzystując np. falowód koplanarny (Coplanar Waveguide – CPW) oraz wektorowy analizator obwodów (Vector Network Analyzer – VNA).

Falowód koplanarny CPW na podłożu dielektrycznym został zaproponowany przez C. P. Wena [37] w 1969 roku. Konwencjonalny CPW składa się z centralnego przewodzącego paska i dwóch przewodzących półpłaszczyzn po jego obu stronach (rysunek 3.2). Środkowy przewodnik jest linią sygnałową, natomiast boczne przewodniki stanowią uziemienie. Fala elektromagnetyczna w CPW rozchodzi się w modzie quasi-TEM (Transverse ElectroMagnetic), w którym wektory składowych elektrycznej i magnetycznej fali elektromagnetycznej, prostopadłe do kierunku jej propagacji, są znacznie większe niż składowe podłużne. Gdy zaniedba się grubość linii sygnałowej, charakterystyczna impedancja  $Z_C$  CPW jest określona przez sto-



Rysunek 3.3: Parametry S – wielkości określające transmisję i odbicie mikrofal przez badany układ (DUT).

sunek rozmiarów w/b (rysunek 3.2) i wyraża się równaniem [38, 39]

$$Z_{C} = \begin{cases} \frac{\eta_{0}}{\pi\sqrt{\epsilon_{eff}}} \ln\left(2\sqrt{\frac{b}{w}}\right) & \text{gdy } 0 < w/b < 0.173\\ \frac{\pi\eta_{0}}{4\sqrt{\epsilon_{eff}}} \left[\ln\left(2\frac{1+\sqrt{w/b}}{1-\sqrt{w/b}}\right)\right]^{-1} & \text{gdy } 0.173 < w/b < 1 \end{cases},$$
(3.2)

gdzie  $\eta_0$  jest impedancją falową pustej przestrzeni, a  $\epsilon_{eff} = (\epsilon_r + 1)/2$  jest efektywną przenikalnością elektryczną.  $\epsilon_r$  jest względną przenikalnością elektryczną (stałą dielektryczną) podłoża. Zgodnie z relacją (3.2) można łatwo skalować rozmiary CPW aż do rozmiarów w zakresie mikronów, uwzględniając zwiększające się w nim straty [39,40]. Na rysunku 3.2 pokazano rozkład mikrofalowych pól elektrycznych i magnetycznych podczas przechodzenia fali elektromagnetycznej przez falowód CPW. Liniami niebieskimi oznaczono mikrofalowe pole magnetyczne, które indukuje się wokół linii sygnałowej. Mikrofalowe pole elektryczne (linie czerwone) skierowane jest od linii sygnałowej do linii uziemiających.

Wektorowy analizator obwodów jest urządzeniem, które służy do analizy ich własności elektrycznych przy wysokich częstotliwościach. VNA generuje prąd mikrofalowy i jednocześnie pozwala zmierzyć amplitudę oraz fazę prądu przepływającego przez badane urządzenie (DUT – device under test). Podobnie do transmisji i odbicia światła, w obwodach mikrofalowych obserwuje się transmisję i odbicie sygnału wysokiej częstotliwości przez badany układ. Wielkości te mierzy się używając macierzy parametrów S (rysunek 3.3). w naszym przypadku badanym obiektem jest próbka na falowodzie koplanarnym. VNA umożliwia na generację sinusoidalnego prądu mikrofalowego o dowolnej częstotliwości z rozdzielczością 1 Hz. Model E8363C firmy Agilent pracuje w zakresie częstotliwości od 10 MHz do 40 GHz.

Parametry S określone są przez stosunki sygnałów mierzonych na portach VNA. Parametr odbicia  $S_{11}$  określony jest przez stosunek sygnału powracającego do portu



Rysunek 3.4: Schemat stanowiska pomiarowego VNA-FMR

1 do sygnału wychodzącego z portu 1. Parametr  $S_{21}$  opisuje stosunek sygnału mierzonego na porcie 2 do sygnału wychodzącego z portu 1. Ponieważ układ złożony z próbki leżącej na falowodzie koplanarnym jest symetryczny, parametry  $S_{11}$  i  $S_{22}$ oraz  $S_{12}$  i  $S_{21}$  powinny być równe.

Układ pomiarowy VNA-FMR składa się z VNA i falowodu koplanarnego połączonego kablami koncentrycznymi [41] (rysunek 3.4). Prąd mikrofalowy wypływa z jednego portu przepływa przez falowód koplanarny i jest mierzony w drugim porcie ( $S_{21}$ ). Część sygnału odbija się i jest mierzona na porcie pierwszym  $S_{11}$ . Prąd mikrofalowy przepływający przez centralną linię CPW indukuje pole magnetyczne wokół niej o częstotliwości mikrofalowej. Falowód umieszcza się w zewnętrznym polu magnetycznym, które jest skierowane prostopadle do indukowanego pola mikrofalowego, a więc kierunek zewnętrznego pola jest równoległy do linii centralnej CPW. Próbka położona jest na falowodzie koplanarnym warstwą do dołu, czyli warstwa ferromagnetyczna jest najbliżej falowodu, a podłoże najdalej.

W odróżnieniu od konwencjonalnego spektrometru, VNA umożliwia pomiar FMR poprzez przemiatanie częstotliwości przy stałym zewnętrznym polu magnetycznym (rysunek 3.5). Pomiary VNA-FMR w trybie z przemiataniem częstotliwością wykonuje się w dwóch krokach. Pierwszy przebieg wykonuje się w polu referencyjnym dostatecznie odległym od zadanego pola, aby zarejestrować widmo odniesienia zawierające nieuniknione zakłócenia. Natomiast drugi przebieg wykonany



Rysunek 3.5: Absorpcja rezonansowa obserwowana w warstwie NiFe(30 nm) w stałym polu magnetycznym w trybie z przemiataniem częstotliwością.

w zadanym polu zawiera sygnał absorpcji rezonansowej wraz z zakłóceniami. Końcowy rezultat, to znaczy widmo absorpcji rezonansowej w trybie z przemiataniem częstotliwością, uzyskuje się poprzez odjęcie obu przebiegów. W praktyce sygnał absorpcji w polu referencyjnym ignorujemy. Na rysunku 3.5 przedstawiono sygnał absorpcji rezonansowej od warstwy NiFe o grubości 30 nm uzyskany w trybie z przemiataniem częstotliwością w stałym zewnętrznym polu magnetycznym 838 Oe. Linia rezonansowa jest asymetryczna, gdyż zarejestrowany sygnał zawiera pewien wkład dyspersyjny.

Drugi sposób pomiaru FMR z użyciem VNA polega na ustaleniu wybranej stałej częstotliwości mikrofalowej i przemiataniu polem. Można wtedy wykonać pomiar bez pomiaru referencyjnego, gdyż jedyny parametr, który się zmienia to zewnętrzne pole magnetyczne. Jest to tryb podobny do stosowanego w konwencjonalnym pomiarze FMR. W praktyce pomiar VNA-FMR polega na wyznaczeniu zmian transmisji określonych przez zespolony parametr  $S_{21}$ . W warunkach rezonansu próbka absorbuje pewną część energii fali elektromagnetycznej, propagującej w CPW, co prowadzi do zmniejszonej transmisji. W odróżnieniu od konwencjonalnego FMR, gdzie mierzony jest sygnał pochodnej absorpcji, w VNA-FMR rejestrowany jest sygnał absorpcji.

Właściwym wydaje się porównanie metody klasycznego FMR z VNA-FMR. W tym celu wykonano pomiary próbki wzorcowej (warstwa NiFe o grubości 30 nm) przy pomocy obu metod przy identycznej częstotliwości. Kalibracji częstotliwości klasycznego FMR dokonano przy pomocy wzorca DPPH o znanym g=2.0036. Ry-



Rysunek 3.6: Porównanie sygnału absorpcji FMR (po numerycznym scałkowaniu) z sygnałem absorpcji VNA-FMR. Pomiary wykonano dla tej samej warstwy NiFe(30 nm) przy tej samej częstotliwości 9.18 GHz.

sunek 3.6 przedstawia porównanie wyniku pomiaru wykonanego metodą FMR oraz VNA-FMR z przemiataniem polem. Ponieważ VNA-FMR mierzy absorpcję materiału ferromagnetycznego, a FMR pochodną absorpcji, sygnał FMR został numerycznie scałkowany tak by móc porównać wyniki. Jak widać, oba wykresy są niemal identyczne. Nie zaobserwowano również znaczącego poszerzenia linii rezonansowej w pomiarze VNA-FMR, które mogłoby występować na skutek niejednorodnego pola mikrofalowego generowanego przez falowód koplanarny.

W literaturze przedstawiono kilka schematów analizy danych bezpośrednio zebranych w pomiarach VNA (parametrów macierzy S). Bilzer i inni [42] zaproponowali analizę danych opartą na pomiarach całej macierzy parametrów S w trybie z przemiataniem częstotliwością. Przed pomiarem należy wykonać dokładną kalibrację układu. Autorzy [42] porównali różne metody ewaluacji danych pomiarowych. Nie stwierdzili istotnych różnic w określeniu pola rezonansowego (różnice w zakresie 1%) i szerokości linii (różnice w zakresie 10%).

Nembach i inni [43] używają metody VNA-FMR w trybie przemiatania polem do badania warstwy stopu Heuslera  $(Co_2Mn)_{1-x}Ge_x$ . W swojej pracy pokazują, że gdy zaniedba się odbicie od badanej próbki (a więc gdy jest idealna zgodność impedancji pomiędzy falowodem, a badanym obiektem) parametr  $S_{21}$  jest proporcjonalny do podatności magnetycznej. Bezpośrednio dopasowując się krzywą Lorentza do zależności  $S_{21}$  od zewnętrznego pola magnetycznego można uzyskać wartość pola rezonansowego oraz szerokości linii rezonansowej. Dane otrzymane bezpośrednio z VNA-FMR można rozdzielić na część związaną z rezonansową absorpcją oraz część nierezonansową. Nembach i inni [43] zaproponowali, że przy zaniedbaniu odbicia fali elektromagnetycznej od próbki, zespolony parametr  $S_{21}$  może zostać przedstawiony jako

$$S_{21}(H,t) \approx S_{21}^0(H,t) + \frac{\chi(H)}{\chi_0},$$
(3.3)

gdzie  $\chi(H)$  jest zespoloną mikrofalową podatnością magnetyczną,  $\chi_0$  jest zespoloną funkcją parametrów eksperymentalnych, takich jak częstotliwość czy grubość próbki [44]. Parametr  $S_{21}^0(H,t)$  zawiera w sobie dryft zależny od czasu oraz zależy od pola magnetycznego w sposób nierezonansowy. Po odpowiednio długim czasie, gdy dryft temperaturowy jest mały,  $S_{21}^0(H,t)$  może zostać zapisany jako  $S_{21}^0(H,t) = AH + BH^2$ , więc podatność  $\chi$  jest opisana wzorem

$$\chi(H) \approx \chi_0 \Delta S_{21}(H), \tag{3.4}$$

gdzie  $\Delta S_{21} = S_{21} - S_{21}^0$ .

Z wzoru (3.4) wynika, że dynamiczna podatność magnetyczna jest proporcjonalna do  $S_{21}$ . Część urojona parametru  $S_{21}$  powinna opisywać absorpcję opisaną wzorem Lorentza, lecz najczęściej zawiera przyczynki pochodzące zarówno od absorpcji, jak i dyspersji. Aby otrzymać tylko informację o absorpcji należy zmodyfikować fazę parametru  $S_{21}$ , poprzez przemnożenie go przez odpowiedni czynnik fazowy.

W niniejszej pracy analiza danych w pomiarach z przemiataniem częstotliwością przeprowadzona była w oparciu o wartość bezwzględną parametru  $|S_{21}|$  po odjęciu pomiaru referencyjnego. Natomiast podczas pomiaru przez przemiatanie polem magnetycznym używany jest zespolony parametr  $S_{21}$ .

## 3.3 Magnetometr z wibrującą próbką

Do pomiarów zależności momentu magnetycznego od zewnętrznego pola magnetycznego wykorzystuje się magnetometr z wibrującą próbką (Vibrating Sample Magnetometer – VSM). Próbka umieszczona jest pomiędzy nabiegunnikami elektromagnesu i wprowadzona w drgania za pomocą głośnika niskotonowego. Drgająca próbka wytwarza zmienne pole magnetyczne, które indukuje zmienną siłę elektromotoryczną w cewkach odbiorczych urządzenia zgodnie z prawem Faradaya. Wielkość sygnału jest proporcjonalna do momentu magnetycznego, kształtu próbki, amplitudy oraz częstotliwości drgań. Wzmacniacz lock-in pozwala na odfiltrowanie słabego sygnału o znanej częstotliwości od szumu obecnego podczas pomiaru [45].

Pomiary pętli histerezy zostały wykonane przy użyciu aparatury VSM dostępnej w IFM PAN. Pole magnetyczne (maksymalne pole wynosi 16 kOe) wytwarzane jest przez elektromagnes chłodzony wodą. Cewki odbiorcze założone są na nabiegunniki pomiędzy którymi drga próbka. Drgania próbki o częstotliwości 35 Hz i amplitudzie



Rysunek 3.7: Geometria pomiaru w konfiguracji Bragg-Brentano $\theta-2\theta$ dla: <br/>a) XRD, b) XRR.

około 5 mm wytwarzane są przez głośnik niskotonowy. Wielkość siły elektromotorycznej jest mierzona przy użyciu detektora fazoczułego. Pole magnetyczne mierzone jest przy użyciu hallotronu. Całe urządzenie jest sterowane przez komputer, który rejestruje również dane eksperymentalne (natężenie pola magnetycznego oraz sygnał z cewek odbiorczych).

Pomiary VSM (pętle histerezy) w temperaturach zostały wykonane w aparaturze PPMS (Physical Properties Measurement System). Aparatura ta umożliwia pomiary w polu magnetycznym do 90 kOe oraz w zakresie temperatur od 2 - 400 K.

### 3.4 Reflektometria i dyfrakcja rentgenowska

Aby określić strukturę krystalograficzną próbek, grubość, chropowatość oraz teksturę warstw wykorzystano pomiary rentgenowskie. Reflektometria rentgenowska (XRR) jest używana do określenia grubości, szorstkości oraz gęstości cienkich warstw oraz szorstkości międzywierzchni warstw wielokrotnych. Pomiar XRR wykonuje się w konfiguracji  $\theta - 2\theta$  (rysunek 3.7) w zakresie małych kątów od 0.1° do 10°. Dla najmniejszych kątów (poniżej kąta krytycznego  $\alpha_c$ ) występuje zjawisko całkowitego odbicia promieniowania rentgenowskiego. Dla kątów większych od kąta krytycznego  $\alpha_c$  promieniowanie wnika w badaną próbkę cienkowarstwową, a natężenie odbitej wiązki zmniejsza się wraz z kątem  $\theta$ . Promieniowanie, które wniknęło, ulega częściowemu odbiciu i załamaniu na granicy ośrodków o różnej gęstości, a następnie interferencji. Obserwowane jest to jako oscylacje mierzonego natężenia wiązki odbitej, zwane prążkami Kiessiga [46]. Na podstawie tych oscylacji można wyznaczyć grubość warstwy, korzystając z równania [47]

$$\theta_m^2 - \alpha_c^2 = m^2 \left(\frac{\lambda}{2d}\right),\tag{3.5}$$

gdzie  $\theta_m$  jest kątem, przy którym występuje maksimum intensywności,  $\alpha_c$  jest kątem krytycznym, m jest liczbą naturalną oznaczającą rząd prążka Kiessiga,  $\lambda$  jest długością fali promieniowania rentgenowskiego, a d jest grubością mierzonej warstwy. Współcześnie równanie (3.5) jest rzadko stosowane, gdyż dzięki wykorzystaniu symulacji komputerowych dla danych eksperymentalnych można uzyskać grubość, szorstkość oraz gęstość warstw pojedynczych i wielokrotnych. W pracy korzystano z ogólnie dostępnego oprogramowania Simulreflec [48]. Metoda XRR jest jednym z najdokładniejszych pomiarów grubości. Często jest wykorzystywana do kalibracji innych metod.

Pomiary dyfrakcji rentgenowskiej (XRD) przeprowadzono również w konfiguracji  $\theta - 2\theta$  (rysunek 3.7). Z równania Bragga

$$n\lambda = 2d\sin\theta,\tag{3.6}$$

można wyznaczyć odległości międzypłaszczyznowe d dla danej struktury krystalograficznej. Parametr n jest to rząd refleksu,  $\theta$  to kąt, przy którym występuje refleks, a  $\lambda$  jest długością fali promieniowania rentgenowskiego. Gdy w widmie XRD próbki występują jedynie refleksy pochodzące od jednej rodziny płaszczyzn krystalograficznych można mówić, że ta próbka charakteryzuje się teksturą. Miarą jakości tekstury jest szerokość refleksu uzyskanego w pomiarze "rocking curve". W pomiarze "rocking curve" detektor jest ustawiony w konkretnym kącie Bragga, a następnie zmieniany jest kąt  $\omega$ . Jeżeli wszystkie ziarna monokrystaliczne w próbce polikrystalicznej mają tą samą płaszczyznę krystalograficzną równoległą do powierzchni próbki uzyskuje się bardzo wąski refleks. Jeżeli poszczególne ziarna będą odchylone uzyska się poszerzenie refleksu. Środek krzywej "rocking curve" określony jest przez odległość międzypłaszczyznową d.

Pomiary XRR, XRD oraz "rocking curve" zostały wykonane na urządzeniu firmy Seifert, model XRD 3003 z lampą rentgenowską Cu-K<sub> $\alpha$ </sub> (długość fali  $\lambda = 1,54$  Å)

### 3.5 Pomiary magnetooptyczne

W pomiarach magnetooptycznych (MOKE – Magneto-optic Kerr effect) wykorzystuje się efekt Kerra, który polega na skręceniu płaszczyzny polaryzacji światła



Rysunek 3.8: Schemat pomiaru metodą MOKE w konfiguracji podłużnej.

po odbiciu od magnetycznego materiału. Pole elektryczne liniowo spolaryzowanego światła oddziałuje z elektronami z materiału i powoduje ich ruch oscylacyjny. Płaszczyzna polaryzacji światła odbitego od tego materiału nie zmienia się. W materiale ferromagnetycznym, w którym występuje wewnętrzne pole magnetyczne, poruszające się elektrony ulegają działaniu siły Lorentza i uzyskują dodatkową składową ruchu oscylacyjnego prostopadłą do namagnesowania i wektora elektrycznego światła. Światło odbite od materiału ferromagnetycznego uzyskuje więc dodatkową składową polaryzacji światła, która jest prostopadła do pierwotnej. Obserwowane jest to jako skręcenie polaryzacji światła, bądź dla materiałów z zespoloną przenikalnością jako polaryzacja eliptyczna.

Istnieją trzy podstawowe konfiguracje pomiaru MOKE w zależności od względnej orientacji płaszczyzny polaryzacji względem namagnesowania i powierzchni próbki: polarna, podłużna i poprzeczna [45]. W konfiguracji polarnej namagnesowanie jest skierowane prostopadle do powierzchni. Rotacja polaryzacji jest największa, gdy promień lasera jest prawie prostopadły do powierzchni. W konfiguracji podłużnej namagnesowanie leży w płaszczyźnie wyznaczonej przez wiązkę padającą i odbitą oraz równolegle do płaszczyzny próbki. W konfiguracji poprzecznej namagnesowanie jest równoległe do powierzchni próbki i prostopadłe do płaszczyzny wyznaczonej przez promień padający i odbity. W pomiarach warstw z anizotropią prostopadłą używano metody MOKE w konfiguracji polarnej. Przy pomiarach warstw z anizotropią jednozwrotową i namagnesowaniem w płaszczyźnie wykorzystano konfigurację podłużną.



Rysunek 3.9: Schemat pomiaru magnetooporu przy użyciu sondy czteropunktowej.

Światło wnika jedynie na głębokość kilkudziesięciu nm w głąb próbki metalicznej, a więc sygnał od warstw głęboko położonych jest mniejszy od sygnału od warstw na powierzchni, co pozwala rozróżnić warstwy położone na różnej głębokości [45]. Ważną zaletą metody MOKE jest możliwość skupienia wiązki laserowej i pomiary lokalne pętli histerezy, np. w próbkach cienkowarstwowych w postaci klina [45].

### 3.6 Magnetoopór

Pomiary magnetooporu w konfiguracji CIP (Current-In-Plane – prąd płynący równolegle do płaszczyzny warstw) wykonano używając sondy czteropunktowej. Sonda składa się z czterech elektrod ułożonych w równych odstępach w jednej linii (rysunek 3.9). Zewnętrzne elektrody są prądowe, natomiast wewnętrzne mierzą spadek napięcia. Liniowe ułożenie elektrod pozwala na wyeliminowaniu napięcia wynikającego z efektu Halla. Sonda jest umieszczona pomiędzy nabiegunnikami elektromagnesu. Prąd płynący przez próbkę wynosił 10 mA.

# 3.7 Otrzymywanie warstw przy pomocy rozpylania jonowego

Warstwy zostały przygotowane metodą magnetronowego rozpylania jonowego w warunkach ultra wysokiej próżni (ciśnienie poniżej  $2 \times 10^{-8}$  mbar). Podczas procesu osadzania do komory aparatury dostarczany jest argon, który ulega jonizacji.

Jony Ar<sup>+</sup> przyspieszane są następnie w kierunku tarczy z danego materiału, uderzają w nią i wybijają atomy. Część rozpylanego materiału osadza się na podłożu. Wybite atomy z tarczy posiadają przeważnie energię rzędu 2 do 30 eV [49]. Cały proces odbywa się w polu magnetycznym z magnesów stałych, które utrzymuje plazmę w pobliżu tarczy i z dala od podłoża. Zastosowanie magnesów pozwala prowadzić proces osadzania z relatywnie wysokimi prędkościami nanoszenia przy stosowaniu niskiego ciśnienia Ar. Umożliwia to uzyskanie znacznie niższych koncentracji zanieczyszczeń gazami resztkowymi w próbce. Otrzymywane warstwy są przeważnie polikrystaliczne z preferowanym kierunkiem krystalograficznym (tekstura). Na przykład dla metali o strukturze krystalicznej fcc, warstwy mają najczęściej teksturę (111) [49].

Prędkości osadzania warstw zostały określone na podstawie pomiarów XRR lub profilometrem warstw wzorcowych. Aby otrzymać warstwę o określonej grubości należy na podstawie prędkości nanoszenie określić czas nanoszenia. Podczas procesu ciśnienie argonu wynosi około  $10^{-3}$  mbar. Próżnia utrzymywana jest przez zestaw pomp próżniowych: pompy do próżni wstępnej oraz pompa turbomolekularna. Aparatura posiada 6 magnetronów, co umożliwia rozpylanie 6 różnych materiałów. Warstwy osadzane były na naturalnie utleniony monokryształ krzemu Si(100) o bardzo dużej czystości.

#### Rozdział 4

# Wyniki pomiarów dynamiki namagnesowania w układach z anizotropią jednozwrotową

### 4.1 Wprowadzenie

Aby opisać wyniki pomiarów rezonansu ferromagnetycznego układu, w którym występuje efekt "exchange-bias" (EB), należy w modelu uwzględnić dodatkowy człon energetyczny – anizotropię rotacyjną. Oś łatwa anizotropii rotacyjnej przyjmuje zawsze kierunek namagnesowania w stanie równowagi. Anizotropię rotacyjną obserwuje się głównie w warunkach, w których wektor namagnesowania jest nieznacznie wychylony z położenia równowagi [50]. w pomiarach rezonansu ferromagnetycznego występowanie anizotropii rotacyjnej przejawia się jako izotropowe przesunięcie pola rezonansowego [50]. Innym przejawem anizotropii rotacyjnej jest zwiększenie pola koercji w układach FM/AFM [51].

Mechanizm, który pozwala wytłumaczyć ten efekt zakłada, że FM jest sprzężony z ziarnami AFM o różnej anizotropii oraz różnym sprzężeniu z FM [50, 51]. Podczas przemagnesowania FM namagnesowanie w niektórych ziarnach AFM również ulega rotacji. Proces przemagnesowania jest quasistatycznym procesem i namagnesowanie w ziarnach AFM zdąża za zmianą namagnesowania w FM. W pomiarach dynamicznych takich jak FMR, BLS namagnesowanie w ziarnach AFM nie nadąża za zmianami kierunku namagnesowania FM. Pomiędzy kierunkami namagnesowania FM i AFM pojawia się mały kąt, a więc zwiększa się energia układu związana ze sprzężeniem wymiennym. w pomiarach FMR obserwujemy to jako przesunięcie linii rezonansowej. Gdy nasycimy próbkę w jakimś innym kierunku namagnesowania ziaren AFM podążą za namagnesowaniem FM. i ponownie w tym nowym kierunku ziarna nie będą nadążały za precesującym namagnesowaniem, co będziemy obserwować jako przesunięcie linii rezonansowej, ponieważ energia układu się zwiększyła. w ten sposób w układach FM/AFM obserwujemy dodatkowy człon anizotropii, który w izotropowy sposób zwiększa energię układu. Rozdział 4. Wyniki pomiarów dynamiki namagnesowania w układach z anizotropią jednozwrotową

Całkowitą energię układu FM/AFM można opisać wzorem [50]

$$F = -\vec{H} \cdot \vec{M} + 2\pi M_s^2 \alpha_z^2 - K_p \alpha_z^2 - K_u \alpha_y^2 - \vec{H_{ex}} \cdot \vec{M} - \vec{H_{rot}} \cdot \vec{M}, \qquad (4.1)$$

gdzie pierwsze cztery wyrazy po prawej stronie opisują FM zgodnie z wzorem (2.35), pole  $\vec{H_{ex}}$  opisuje anizotropię jednozwrotową, natomiast pole  $\vec{H_{rot}}$  opisuje anizotropię rotacyjną. Kierunek pola  $\vec{H_{ex}}$  jest stały i jest wymuszony np. poprzez procedurę chłodzenia w polu magnetycznym. Kierunek pola  $\vec{H_{rot}}$  podąża za kierunkiem namagnesowania  $\vec{M}$  w FM. Ponieważ dla odpowiednio dużego pola zewnętrznego  $\vec{H}$  kierunek namagnesowania jest równoległy do pola  $\vec{H}$ , pole  $\vec{H_{rot}}$  jest również równoległe do pola  $\vec{H}$ , więc ostatni wyraz równania (4.1) przyjmuje postać energii Zeemana.

Zależności dyspersyjne można wyprowadzić korzystając z równania Smita-Beljersa (2.34) i wzoru na energię układu, w którym występuje efekt "exchange-bias" opisaną wzorem (4.1). Zależność dyspersyjna opisująca częstotliwość rezonansową od zewnętrznego pola magnetycznego dla kierunku zgodnego z polem podczas procedury chłodzenia (kierunek łatwy) opisana jest wzorem [52, 53]

$$f_r = \frac{\gamma}{2\pi} \left[ (H_u + H_{rot} + |H - H_{ex}|) (H_u + H_{rot} + |H - H_{ex}| + 4\pi M_{eff}) \right]^{1/2}.$$
 (4.2)

Zależność dyspersyjna dla kierunku trudnego opisana jest wzorem

$$f_r = \frac{\gamma}{2\pi} \left[ \left( -H_u + H_{rot} + |H| \right) \left( H_{rot} + |H| + 4\pi M_{eff} \right) \right]^{1/2}.$$
(4.3)

Rubinstein i inni [54] zaproponowali uproszczoną formułę opisującą zależność pola rezonansowego od kąta w płaszczyźnie próbki. w przyjętym modelu na energię swobodną F uwzględnili oni energię magnetostatyczną, energię Zeemana, energię anizotropii jednozwrotowej i energię anizotropii jednoosiowej. Wkłady anizotropowe zostały wyrażone przez pola anizotropii  $H_{ex}$  oraz  $H_u = 2K_u/M$ . Korzystając z równania Smita-Beljersa (2.34) i zakładając, że

$$4\pi M_s \gg H \gg H_{ex}, H_u \tag{4.4}$$

oraz, że namagnesowanie jest równoległe do pola zewnętrznego autorzy otrzymali wzór na pole rezonansowe

$$H_r = H_{\parallel} - H_{ex} \cos(\alpha) - H_u \cos(2\alpha), \qquad (4.5)$$

gdzie  $H_{\parallel}$  oznacza pole rezonansowe w płaszczyźnie, w przypadku braku sprzężenia między FM i AFM. Założenie (4.4) jest spełnione w wielu przypadkach. Na przykład, dla warstw permaloju  $4\pi M_s$  jest rzędu 10000 Oe, H w okolicach rezonansu dla 10 GHz jest około 1000 Oe, a pola anizotropii są rzędu 100 Oe. Rubinstein i inni [54] zaznaczają, że równanie (4.5) jest pierwszym przybliżeniem, które nie uwzględnia wielu zjawisk fizycznych: występowania wyższych rzędów anizotropii, "efekt treningu" odpowiedzialnego za zmniejszenie przesunięcia pętli histerezy w kolejnych pomiarach, przesunięcia rezonansu nawet dla warstwy ferromagnetycznej bez kontaktu z antyferromagnetykiem. Autorzy nie uwzględnili również w swoim modelu anizotropii rotacyjnej, ale wyraz opisujący ją zawiera się w polu  $H_{\parallel}$  razem np. z anizotropią kształtu. Zależność typu (4.5) zaproponował również Scott [55] badając rezonansem ferromagnetycznym próbki NiFe/MnFe.

# 4.2 Właściwości warstw Co/IrMn

Część poniższych wyników zostało opublikowanych w pracy E.

Układem, w którym badano efekt exchange-bias były struktury Co/IrMn. Struktury te naniesiono metodą magnetronowego rozpylania jonowego. Aby wywołać efekt EB, w czasie nanoszenia zostało przyłożone pole magnetyczne, które ustaliło kierunek pola  $H_{ex}$ . Dwie badane próbki miały tą samą grubość antyferromagnetyka IrMn wynoszącą 30 nm i różniły się grubością warstwy ferromagnetycznej Co 5 i oraz 10 nm.

Górny wykres na rysunku 4.1 przedstawia zależność częstotliwości rezonansowej od zewnętrznego pola magnetycznego. Linią ciągłą oznaczono dopasowania równaniem (4.2), a wartości parametrów umieszczono w tabeli 4.1. Jak widać relacje dyspersji nie są symetryczne względem zwrotu pola. Są one przesunięte w stronę ujemnych pól zgodnie z przesunięciem pętli histerezy. Pionowe linie na rysunku 4.1 wskazują wartość pola  $H_{ex}$  dla obu próbek. Linie te przecinają w środku pętle histerezy umieszczone na dolnym wykresie rysunku 4.1, więc obie metody pomiarowe wyznaczają takie same wartości pola  $H_{ex}$ . Dla cieńszej warstwy Co  $H_{ex}$  jest większe niż dla grubszej warstwy, co wynika z faktu, że efekt EB jest efektem powierzchniowym [15].

Relacja dyspersji (4.2) jest również przesunięta w stronę wyższych częstotliwości w wyniku występowania anizotropii rotacyjnej. Efekt ten spowodowany jest rotacją namagnesowania w ziarnach AFM [50]. Na podstawie wykonanych pomiarów można jedynie uzyskać sumę pól anizotropii jednoosiowej i rotacyjnej  $H_u + H_{rot}$ . Aby

Tabela 4.1: Wartości parametrów dopasowania równaniem (4.2) dla próbek Co/IrMn. Założono  $M = 1400 \text{ emu/cm}^3$  and g = 2.18.

Grubość Co	$H_u + H_{rot}$	$H_{ex}$	$K_p$	
nm	Oe	Oe	$10^6 \mathrm{~erg/cm^3}$	
10	105	-72	2	
5	154	-174	3.25	



Rysunek 4.1: Górny wykres: Zależność częstotliwości rezonansowej od zewnętrznego pola magnetycznego dla próbek Co/IrMn. Dolny wykres: Pętle histerezy próbek Co/IrMn. Liczby oznaczają grubości warstw w nm.

rozdzielić wkłady poszczególnych anizotropii należy wykonać dodatkowo kątowe pomiary rezonansowe.

Podczas dopasowania założono stałą wartość namagnesowania nasycenia  $M_s$  dla kobaltu wynoszącą 1400 emu/cm<sup>3</sup> oraz czynnika żyromagnetycznego g, który wynosił 2.18. Ciekawe jest również, że w układzie Co/IrMn występuje anizotropia prostopadła  $K_p$ , która powoduje, że namagnesowanie efektywne  $4\pi M_{eff}$  przyjmuje wartości mniejsze (odpowiednio 14.7 kG i 13 kG dla warstw Co o grubości 10 nm i 5 nm), niż wynikałoby z anizotropii kształtu warstwy Co ( dla Co  $4\pi M_s = 17.6$  kG).

### 4.3 Właściwości warstw NiFe/NiMn

Część poniższych wyników zostało opublikowanych w pracy H.

W poprzednim podrozdziale pokazano, że można wyznaczyć sumę pól  $H_u + H_{rot}$  z wyników pomiarów VNA-FMR. Aby wyznaczyć pole  $H_{rot}$  należy dodatkowo przeprowadzić pomiary kątowe, na podstawie których można rozdzielić oba powyższe przyczynki. Z kolei pomiary temperaturowe pól  $H_{ex}$  i  $H_c$  mogą dostarczyć interesujących informacji o roli ziaren AFM w strukturach z EB.

Próbkę składającą się z warstwy permaloju (stop Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> – NiFe) o grubości 30 nm w kontakcie z warstwą stopu IrMn o grubości 56 nm naniesiono przy pomocy magnetronowego rozpylania jonowego. Ciśnienie bazowe przed procesem wynosiło  $2 \times 10^{-7}$  mbar, natomiast ciśnienie argonu Ar podczas procesu wynosiło 0.01 mbar. Wykonano również warstwę referencyjną NiFe o grubości 30 nm. Warstwę NiFe/NiMn oraz NiFe przygotowano na podłożu krzemowym Si (100).

Próbka NiFe/NiMn została wygrzana w polu magnetycznym w temperaturze 300 °C przez 10 godzin. Próbka przed i po procesie wygrzewania została została scharakteryzowana przy pomocy dyfrakcji rentgenowskiej. Wygrzewanie przeprowadzono w celu uzyskania warstwy NiMn o strukturze tetragonalnej centrowanej powierzchniowo (FCT), która warunkuje występowanie sprzężenia wymiennego w strukturze NiFe/NiMn. Warstwa NiMn zaraz po naniesieniu zawiera nierównowagową fazę paramagnetyczną FCC oraz fazę równowagową antyferromagnetyczną



Rysunek 4.2: Widmo XRD warstwy NiFe/NiMn przed procesem wygrzewania oraz po wygrzaniu w polu magnetycznym w temperaturze 300 °C przez 10 godzin.

Rozdział 4. Wyniki pomiarów dynamiki namagnesowania w układach z anizotropią jednozwrotową



Rysunek 4.3: Zależność kątowa pola rezonansowego w płaszczyźnie warstwy permaloj(30 nm)/NiMn(56 nm) wyznaczona metodą FMR. Linią ciągłą oznaczono dopasowania teoretyczne. Linią przerywaną przedstawiono kątową zależność  $H_r$  związaną jedynie z anizotropią jednoosiową. Linią dwukropkową oznaczono przebieg kątowy  $H_r$  z uwzględnieniem jedynie anizotropii jednozwrotowej.

FCT( [56,57] oraz odnośniki zawarte w tych pracach). Pomiary XRD (rysunek 4.2) wykazały, że warstwy miały teksturę (111), gdyż stwierdzono jedynie obecność refleksów (111) od warstw NiMn oraz NiFe. Refleksy od struktury FCC i FCT warstwy NiMn są położone bardzo blisko siebie: faza FCC ma refleks (111) przy kącie  $2\theta$  50.1°, natomiast faza FCT ma refleks (111) przy kącie  $2\theta$  50.6° [57]. Utrudnia to bardzo poprawną identyfikację faz. Dodatkowym efektem wygrzewania jest przesunięcie wszystkich refleksów (111) w stronę niższych kątów.

Rysunek 4.3 przedstawia doświadczalną zależność kątową pola rezonansowego dla próbki NiFe/NiMn (otwarte kółka). Pomiar wykonano wykorzystując konwencjonalny FMR we wnęce mikrofalowej. Częstotliwość wynosiła 9.18 GHz. Zgodnie z równaniem (4.5) pole przesunięcia pętli histerezy  $H_{ex} = (H_r(180^\circ) - H_r(0^\circ))/2$  i wynosi 5.4 Oe. Dane eksperymentalne dopasowano zależnością (4.5) (niebieska ciągła linia). Pola anizotropii uzyskane z dopasowania relacją (4.5) wynoszą:  $H_{ex} = 5.4$  Oe oraz  $H_u = 9.1$  Oe. Jedynie te składowe anizotropii można jednoznacznie uzyskać z pomiarów kątowych w konwencjonalnym spektrometrze FMR. Pozostałe parametry modelu (namagnesowanie, anizotropia prostopadła, anizotropia rotacyjna) są izotropowe i zawierają się w wyrazie  $H_{\parallel}$ .



Rysunek 4.4: Zależność częstotliwości rezonansowej od pola magnetycznego dla próbki NiFe(30 nm)/IrMn(56 nm) uzyskana metodą VNA-FMR. Kółka oznaczają dane eksperymentalne otrzymane metodą VNA-FMR, kwadraty dane eksperymentalne otrzymane metodą FMR oraz linia ciągła oznacza dopasowanie teoretyczne przy pomocy relacji Kittla (4.2).

Zależność częstotliwości rezonansowej od zewnętrznego pola magnetycznego została przedstawiona na rysunku 4.4. Pomiary wykonano używając VNA-FMR w trybie z przemiataniem częstotliwością (do 15 GHz). Pomiar został wykonany w kierunku łatwym, ustalonym podczas wygrzewania w polu magnetycznym. Dane eksperymentalne zostały dopasowane zależnością (4.2). z dopasowania można wyznaczyć parametry  $H_{ex}$  i  $M_{eff}$  oraz sumę  $H_u + H_{rot}$ . w celu określenia wartości pola anizotropii rotacyjnej  $H_{rot}$  przyjęto wartość  $H_u$  wyznaczoną z pomiaru kątowego w konwencjonalnym spektrometrze FMR. Metodą VNA-FMR zmierzono również warstwę referencyjną NiFe i wyznaczono  $M_{eff}$  oraz  $H_u$ , które nie odbiegają znacznie od wartości wyznaczonych dla NiFe/NiMn. Dla obu warstw namagnesowanie efektywne jest bardzo bliskie namagnesowaniu nasycenia, więc można przyjąć, że w tym układzie anizotropia prostopadła jest zaniedbywalna. Dla porównania na rysunku 4.4 umieszczono również wyniki pomiarów FMR (niebieskie kwadraty) dla kierunku zgodnego i przeciwnego do EB.

Rysunek 4.5 w sposób szczegółowy porównuje wyniki pomiarów VNA-FMR próbek NiFe/NiMn i referencyjnej warstwy NiFe. Zależność częstotliwości rezonansowej od pola magnetycznego dla warstwy sprzężonej wymiennie z antyferromagnetykiem



Rysunek 4.5: Porównanie rezultatów pomiarów VNA-FMR próbki NiFe/NiMn z próbką NiFe o tej samej grubości. Linia przerywana przedstawia pętli histerezy dla próbki NiFe/NiMn.

jest wyraźnie przesunięta w stronę wyższych częstotliwości w porównaniu do warstwy referencyjnej zgodnie z relacją (4.2). Pole anizotropii rotacyjnej powoduje przesunięcie częstotliwości rezonansowej o około 0.5 GHz. Działa ona jak dodatkowe pole (wynoszące 58.3 Oe), które zawsze dodaje się do zewnętrznego pola, niezależnie od kierunku, pod którym jest ono przyłożone.

Pomiar VNA-FMR próbki NiFe/NiMn z rysunku 4.5 został wykonany w obrębie pętli histerezy w opisany poniżej sposób. Najpierw próbka została nasycona w polu dodatnim. Następnie pole było ustalane w kolejnych, coraz to niższych wartościach i wykonywano pomiar w trybie z przemiataniem częstotliwością (dane oznaczone kolorem czerwonym). Następnie próbka została namagnesowana w polu ujemnym, po czym pole było stopniowo zwiększane (dane oznaczone kolorem niebieskim). Jak widać na rysunku 4.5 w polach większych od 50 Oe oba przebiegi się nakładają

Tabela 4.2: Porównanie parametrów magnetycznych wyznaczonych metodą FMR oraz VNA-FMR warstwy NiFe/NiMn i warstwy referencyjnej NiFe.

Próbka	$M_{eff}$	$H_u$	$H_{rot}$	$H_{ex}$
nm	Oe	Oe	Oe	Oe
NiFe(30)	792.3	7.2	0	0
NiFe(30)/NiMn(56)	800.8	9.1	58.3	4.4

niezależnie od kierunku zmiany pola zewnętrznego. Natomiast w małych polach rezonans występuje dla różnych częstotliwości zależnie od kierunku przemagnesowania próbki. Efekt ten można wytłumaczyć reorganizacją namagnesowania ziaren antyferromagnetyka na interfejsie FM/AFM. Bilzer i inni [53] stwierdzili, że pole  $H_{ex}$  zmienia się w trakcie przemagnesowania. Te różnice w przebiegach dyspersji w zależności od kierunku przemagnesowania są ograniczone polami koercji (linią przerywaną oznaczono pętle histerezy). W okolicach pól koercji występują lokalne maksima częstotliwości rezonansowej w przebiegach dyspersji. W tych obszarach próbka ulega przemagnesowaniu, więc namagnesowanie jest silnie niejednorodne. Linie rezonansowe ulegają silnemu poszerzeniu, więc również dopasowania mogą być niedokładne.

Z tabeli 4.2 wynika, że w próbce która wykazuje niewielkie przesunięcie pętli histerezy rzędu 4 Oe występuje znaczna anizotropia rotacyjna z polem  $H_{rot}$  około 60 Oe. Przyjmuje się, że warstwa AFM składa się z ziaren o różnej energii anizotropii  $K_{AFM}V$  sprzężonych wymiennie z warstwą FM [50], gdzie  $K_{AFM}$  jest stałą anizotropii antyferromagnetyka, a V jest objętością ziarna antyferromagnetyka. Można rozróżnić stabilne i niestabilne ziarna AFM określone przez odpowiednie skale czasowe: fluktuacji termicznych namagnesowania ziaren antyferromagnetyka  $\tau$ , skalą czasową eksperymentu związaną z wolno zmieniającym się polem zewnętrznym  $\tau_{exp}$ oraz okresem precesji  $\tau_{res}$  [58].

Dla niektórych ziaren AFM  $K_{AFM}V$  jest większe od energii wzbudzeń termicznych  $k_BT$ , więc nie ulegają one przemagnesowaniu wraz z przemagnesowaniem warstwy FM i w rezultacie wnoszą wkład do pola anizotropii jednozwrotowej  $H_{ex}$ . Znaczna większość ziaren o  $K_{AFM}V$  porównywalnym lub mniejszym od  $k_BT$  może ulegać przemagnesowaniu wraz z przemagnesowaniem FM w wolno zmieniającym się polu magnetycznym, gdyż ich czas fluktuacji  $\tau$  jest mniejszy od czasu  $\tau_{exp}$ . Ziarna z czasem  $\tau$  pośrednim pomiędzy czasem eksperymentu  $\tau_{exp}$ , a czasem precesji namagnesowania FM  $\tau_{res}$  dają natomiast wkład do anizotropii rotacyjnej. Kierunki namagnesowania ziaren AFM przyjmują ten sam kierunek, co namagnesowanie warstwy FM podczas przemagnesowania, lecz są nieruchome podczas pomiarów w częstotliwościach mikrofalowych. W ten sposób niestabilne ziarna AFM, oddziałujące wymiennie z warstwą FM, są mikroskopowym źródłem anizotropii rotacyjnej, której łatwy kierunek jest zawsze równoległy do kierunku namagnesowania FM.

Aby sprawdzić czy w próbce NiFe/NiMn występuje ziarna AFM, których namagnesowanie może ulegać rotacji podczas przemagnesowania wykonano pomiary pętli histerezy w niskich temperaturach po różnych procesach chłodzenia w polu magnetycznym. Pomiary wykonano przy użyciu aparatury PPMS. Próbkę chłodzono od temperatury pokojowej do 5 K, najpierw w polu -1250 Oe, następnie w dodatnim polu 1250 Oe lub bez zewnętrznego pola magnetycznego. Podczas zwiększania temRozdział 4. Wyniki pomiarów dynamiki namagnesowania w układach z anizotropią jednozwrotową



Rysunek 4.6: (a) Pętle histerezy dla próbki NiFe/NiMn mierzone po procedurze chłodzenia w ujemnym polu. (b) Zależność pola przesunięcia pętli  $H_{ex}$  i pola koercji  $H_c$  od temperatury.

peratury mierzono pętli histerezy. W najniższej temperaturze 5 K zmierzono 3 pętle histerezy, w celu obserwowania efektu treningu, polegającego na zmniejszaniu się przesunięcia pętli histerezy podczas kolejnych pomiarów. Rysunek 4.6 (a) przedstawia pętle histerezy w temperaturze 5 K oraz w temperaturze pokojowej 300 K. W niskich temperaturach można zaobserwować silnie zwiększone pola koercji oraz pole  $H_{ex}$  wynoszące 60 Oe. Kolejne pętle mierzone w 5 K pokazują, że pole koercji  $H_c$  mierzone w ujemnych polach w pierwszej pętli jest zdecydowanie większe niż w kolejnych. Tak więc w badanych układach jednoznacznie stwierdzono występowanie efektu treningu.

Rysunek 4.6 (b) przedstawia zależność pola przesunięcia pętli  $H_{ex}$  oraz pola koercji  $H_c$  od temperatury, po procesie chłodzenia w polu ujemnym. Z rysunku widać, że pole koercji w całym zakresie temperatur wzrasta wraz z obniżaniem temperatury. Natomiast pole  $H_{ex}$  zaczyna wzrastać dopiero poniżej około 100 K. W najniższej temperaturze (5 K) wynosi około 60 Oe i jest około 3 razy większe niż w temperaturze pokojowej. Zwiększenie pola  $H_{ex}$  można wytłumaczyć "zamarzaniem" kolejnych ziaren antyferromagnetyka. Część ziaren AFM, w których namagnesowanie doznaje fluktuacji w temperaturze pokojowej staje się stabilna wraz z obniżaniem temperatury.

Próbkę NiFe/NiMn następnie schłodzono od temperatury pokojowej w polu dodatnim 1250 Oe. Rysunek 4.7 (a) pokazuje pętle histerezy dla temperatury pokojowej oraz 5 K. Również w tym przypadku obserwujemy zwiększenie pola koercji oraz efekt treningu.

Zależność pola koercji od temperatury dla próbki chłodzonej w polu dodatnim wygląda podobnie jak dla próbki chłodzonej w polu ujemnym (rysunek 4.7 (b)). Na-



Rysunek 4.7: (a) Pętle histerezy dla próbki NiFe/NiMn mierzone po procedurze chłodzenia w dodatnim polu. (b) Zależność pola przesunięcia pętli  $H_{ex}$  i pola koercji  $H_c$  od temperatury.

tomiast pole  $H_{ex}$  najpierw zmniejsza swą wartość, a następnie zmienia znak. Zmiany zaczynają się również poniżej 100 K. Bezwzględna zmiana pola  $H_{ex}$  wynosi około 40 Oe, podobnie jak w poprzednim przypadku. Pole przyłożone w kierunku przeciwnym podczas chłodzenia spowodowało, że ziarna AFM niestabilne w temperaturze pokojowej "zamarzły" w odwrotnym kierunku do ziaren sztywnych, powodując zmianę znaku przesunięcia pętli histerezy w niskich temperaturach.

W ostatnim procesie (rysunek 4.8) próbkę schłodzono bez zewnętrznego pola magnetycznego, jedynie w polu wewnętrznym próbki. Ponieważ w temperaturze pokojowej próbka charakteryzowała się polem koercji większym od pola przesunięcia pętli histerezy, pole wewnętrzne było za słabe by próbka była w stanie nasyconym



Rysunek 4.8: (a) Pętle histerezy dla próbki NiFe/NiMn mierzone po procedurze chłodzenia bez zewnętrznego pola magnetycznego. (b) Zależność pola przesunięcia pętli  $H_{ex}$  i pola koercji  $H_c$  od temperatury.

w zerowym polu zewnętrznym. Wartość namagnesowania remanencji była mniejsza od wartości namagnesowania nasycenia. Pierwsza pętla histerezy mierzona w 5 K (rysunek 4.8 (a)) wykazuje ciekawy efekt treningu. w dodatnich polach widać przebieg analogiczny do uzyskanego dla pomiarów przy chłodzeniu w polu ujemnym. Natomiast w ujemnych polach widoczna jest również część pętli, która w pierwszym przebiegu przemagnesowuje się przy dużo większym polu. W kolejnych pętlach histerezy nie widać już zmian w polach dodatnich, natomiast w ujemnych w dalszym ciągu widać, że fragment próbki przemagnesowuje się w większym polu. Ponieważ próbka nie była nasycona, większość ziaren AFM "zamarzła" w kierunku określonym przesunięciem pętli histerezy. Natomiast istnieje pewna część ziaren, które podczas ochładzania miały kierunek namagnesowania przeciwny, co wpłynęło na kształt pętli w trzecim kwadrancie.

Przebieg zależności pola koercji  $H_c$  i pola przesunięcia pętli  $H_{ex}$  jest podobny do przebiegów uzyskanych po procesie chłodzenia w ujemnym polu magnetycznym, aczkolwiek wartości obu tych pól są mniejsze w najniższej temperaturze. Jest to spowodowane ustaleniem niejednorodnej konfiguracji namagnesowania w czasie chłodzenia w stanie remanencji.

# 4.4 Właściwości warstw Co<sub>2</sub>FeSi/IrMn

Część poniższych wyników zostało opublikowanych w pracy L.

Stopy Heuslera cieszą się dużym zainteresowaniem ze względu na swoje półmetaliczne właściwości. W teorii stop Co<sub>2</sub>FeSi (CFS) o dobrze uporządkowanej strukturze L2<sub>1</sub> wykazuje własności półmetaliczne [59]. Stop ten charakteryzuje się dużym namagnesowaniem (6  $\mu_{\beta}$  na jednostkę strukturalną) oraz wysoką temperaturą Curie (1100 K) [59]. Zawory spinowe zbudowane z takich stopów mogą osiągać bardzo duże wartości GMR, bądź TMR [60]. W zaworach spinowych jedna z warstw ferromagnetycznych jest "przyszpilona" za pomocą antyferromagnetyka i z tego względu badanie właściwości magnetycznych stopu CFS sprzężonego z IrMn wydaje się być ważne.

Próbka Ti(5 nm)/IrMn/bottom(b)-CFS/IrMn/middle(m)-CFS/IrMn/top(t)-CFS/IrMn/Ti(5 nm) (struktura pokazana na wstawce rysunku 4.9) została przygotowana metodą magnetronowego rozpylania jonowego na podłożu Si (100). Wszystkie warstwy antyferromagnetyczne IrMn miały grubość 20 nm, a warstwy ferromagnetyczne CFS 10 nm. Proces nanoszenia odbywał się w polu magnetycznym w celu wywołania sprzężenia pomiędzy CFS a IrMn. Następnie próbka została podgrzana do temperatury 230 °C oraz schłodzona w polu magnetycznym 1000 Oe w celu zwiększenia pola exchange-bias.



Rysunek 4.9: Pętla histerezy warstwy wielokrotnej [CFS/IrMn] (linia ciągła) oraz warstwy swobodnej CFS (linia przerywana). Wstawka przedstawia strukturę próbki.

Rysunek 4.9 przedstawia pętle histerezy dla badanego układu zmierzone przy pomocy VSM (linia ciągła). Dla porównania linią przerywaną oznaczono pętle histerezy dla warstwy CFS niesprzężonej z IrMn. W układzie z trzema warstwami CFS widać wyraźnie pętle histerezy dla poszczególnych warstw. Przeprowadzono również pomiary pętli histerezy tej warstwy z wykorzystaniem MOKE (nie pokazano). Czułość metody MOKE maleje wraz z głębokością wnikania promieniowania laserowego w warstwę, więc można stwierdzić, że warstwa (t)-CFS ma największe przesunięcie. Momenty magnetyczne poszczególnych warstw są sobie równe, co można zaobserwować na podstawie kształtu pętli histerezy. Warstwa dolna (b) charakteryzuje się przesunięciem pętli o około 30 Oe, natomiast warstwa górna (t) wykazuje przesunięcie pętli o 214 Oe. Różnice te wynikają z rosnącej jakości interfejsów kolejnych warstw. Pole koercji warstwy swobodnej wynosi 12 Oe, natomiast warstw sprzężonych z IrMn 30, 30 i 37 Oe odpowiednio dla (b)-, (m)- oraz (t)-CFS.

Anizotropia jednozwrotowa powoduje, że widmo absorpcji FMR (rysunek 4.10) nie jest symetryczne względem zerowego pola. Ponieważ pętle histerezy (rysunek 4.9) sugerują, że poszczególne warstwy mają różne przesunięcie, więc można by się spodziewać, że sygnał FMR powinien składać się z trzech linii rezonansowych. Linie w polach ujemnych i dodatnich powinny odpowiadać poszczególnym warstwom i być przesunięte względem się o wartość przesunięcia pętli histerezy. W polach dodatnich (które odpowiadają kątowi 0°) widać natomiast tylko dwa piki, a w polach ujemnych (które odpowiadają kątowi 180°) tylko jeden pik. Linie rezonansowe w polach Rozdział 4. Wyniki pomiarów dynamiki namagnesowania w układach z anizotropią jednozwrotową



Rysunek 4.10: Widmo FMR warstwy wielokrotnej [CFS/IrMn]. Dodatnie pola odpowiadają kątowi 0°, natomiast ujemne 180°. Położenia pików nie są symetryczne względem zerowego pola z powodu występowania anizotropii jednozwrotowej oraz rotacyjnej. Rezonans dla wszystkich trzech warstw pokrywają się dla pól ujemnych, natomiast w polach dodatnich rezonanse są częściowo rozdzielone.

dodatnich pochodzą od warstwy (t)-CFS oraz od warstw (b+m)-CFS. Linie rezonansowe od podwarstw (b+m)-CFS są nierozróżnialne, ponieważ mają one szerokość 200-300 Oe (dla 12 GHz), natomiast przesunięcia pomiędzy nimi są rząd wielkości mniejsze. W najwyższych częstotliwościach linie rezonansowe są szerokie, a przesunięcia między nimi pozostają takie same jak w niskich częstotliwościach. Obserwujemy więc ich całkowite przekrywanie dla obu kierunków (dodatnie i ujemne pola). W ujemnym polu linie rezonansowe od wszystkich warstw nakładają się w całym zakresie mierzonych częstotliwości. Na rysunku 4.10 widać również niewielki pik w polu +0.25 kOe, który pochodzi od przemagnesowania próbki i nie będzie dalej omawiany.

Rysunek 4.11 prezentuje zależność pola rezonansowego od kąta pomiędzy polem magnetycznym a wybranym kierunkiem w płaszczyźnie próbki dla warstw (b+m)-CFS oraz (t)-CFS. Piki rezonansowe od warstw (b) oraz (m) są nierozróżnialne i są oznaczone czerwonym trójkątem. Piki od warstwy (t)-CFS są rozróżnialne tylko w pewnym zakresie kątów w pobliżu kąta 0°, gdyż w tym kierunku przesunięcie pomiędzy poszczególnym pikami jest największe. Dane eksperymentalne zostały dopasowane równaniem (4.5) (linia przerywana). z zależności kątowych można wyznaczyć jedynie pole anizotropii jednozwrotowej  $H_{ex}$  i jednoosiowej  $H_u$ . Dla warstwy



Rysunek 4.11: Zależność częstotliwości rezonansowej od kąta w płaszczyźnie próbki dla warstwy wielokrotnej [CFS/IrMn]. Pomiar wykonano metodą VNA-FMR. Linie przerywane pokazują dopasowania zgodnie z relacją (4.5).

Tabela 4.3: Namagnesowanie i pola anizotropii warstw (b), (m) oraz (t)-CFS w warstwie wielokrotnej [CFS/IrMn].

Warstwa	M	$H_{ex}^{VSM}$	$H_c^{VSM}$	$H_{ex}^{FMR}$	$H_u^{FMR}$	$H_{rot}^{FMR}$
	G	Oe	Oe	Oe	Oe	Oe
(b)-CFS	970	30	30	79	94	80
(m)-CFS	970	140	30	12	24	80
(t)-CFS	960	214	37	190	39	148

(t)-CFS pola te wynoszą  $H_{ex} = 222$  Oe oraz  $H_u = 43$  Oe, natomiast dla warstw (b+m)-CFS wynoszą  $H_{ex} = 76$  Oe oraz  $H_u = -11$  Oe.

Rysunek 4.12 przedstawia zależność częstotliwości rezonansowej od pola magnetycznego dla warstwy (t)-CFS w kierunku łatwym (0° i 180°) oraz trudnym 90° i 270°). Korzystając z oprogramowania Mathematica dane eksperymentalne dopasowano równaniami (4.2) oraz (4.3) równocześnie z tym samym zestawem parametrów (tabela 4.3). Taką samą analizę przeprowadzono dla dla warstwy (b+m)-CFS. Różnice w dopasowaniach uproszczoną formułą (4.5) dla całego zakresu kątów w jednej częstotliwości i pomiarów zależności dyspersji w dwóch kierunkach (łatwym i trudnym) są niewielkie.

W badanej próbce obserwujemy pokrywanie się pików rezonansowych w kierunku 180° (w zakresie ujemnych pól na rysunku 4.10), które wynika z dużych różnic anizotropii rotacyjnej w poszczególnych warstwach. Co ciekawe,  $H_{rot}$  rośnie wraz z polem  $H_{ex}$ . Zgodnie z modelem dla układów polikrystalicznych z EB [51] ziarna



Rysunek 4.12: Relacja dyspersji górnej warstwy (t)-CFS (por. rysunek 4.9) zmierzona dla kątów  $0^{\circ}$ ,  $90^{\circ}$ ,  $180^{\circ}$  oraz  $270^{\circ}$ . Linie ciągłe oznaczają dopasowanie teoretyczne.

AFM można klasyfikować jako stabilne (dają wkład do przesunięcia pętli) i niestabilne (dają wkład do poszerzenia pętli histerezy). Ponieważ w próbce [CFS/IrMn] rośnie pole  $H_{ex}$  ilość stabilnych ziaren powinna rosnąć, więc ilość niestabilnych powinna maleć. Niestabilne ziarna są przyczyną występowania anizotropii rotacyjnej, więc pole  $H_{rot}$  powinno maleć wraz ze wzrostem pola  $H_{ex}$ . Powinna maleć też szerokość pętli histerezy. W odróżnieniu od rysunku 1 w referencji [51], obserwowany trend jest przeciwny. Wytłumaczyć ten efekt można zakładając, że w kolejnych warstwach coraz większa ilość ziaren AFM zostaje sprzężona z warstwą FM, natomiast nie zmienia się ich procentowy udział.

### 4.5 Podsumowanie

W rozdziale przedstawiono pomiary układów typu ferromagnetyk/antyferromagnetyk. Wyniki pomiarów wykonanych metodą VNA-FMR porównano z pomiarami statycznymi VSM oraz pomiarami konwencjonalnego FMR. Wszystkie trzy metody pozwalają na uzyskanie zgodnych wartości pola  $H_{ex}$ . Jednakże tylko użycie szerokopasmowego rezonansu ferromagnetycznego pozwala na dokładne wyznaczenie pola anizotropii rotacyjnej bez odnoszenia się do wyników dla warstwy referencyjnej nie sprzężonej z AFM. Pomiar VNA-FMR wykonany w różnych kierunkach, bądź uzupełniony o zależność kątową pola rezonansowego od kąta w płaszczyźnie, pozwala na jednoznaczne wyznaczenie wartości anizotropii rotacyjnej.

Anizotropię rotacyjną można wyjaśnić zakładając występowanie ziaren AFM o różnej energii anizotropii sprzężonych z FM. Momenty magnetyczne podsieci w ziarnach AFM o dużej energii anizotropii nie ulegają rotacji wraz z polem magnetycznym i dają wkład do przesunięcia pętli. Natomiast momenty magnetyczne podsieci w ziarnach AFM o małej energii anizotropii sprzężone z FM ulegają rotacji podczas przemagnesowania próbki, lecz nie nadążają za zmianami orientacji precesujących momentów FM. Dla pola o częstotliwości mikrofalowej ziarna te są stabilne i ze względu na oddziaływania wymienne FM/AFM ziarna te są źródłem anizotropii rotacyjnej. W pomiarach VNA-FMR anizotropia rotacyjna przejawia się więc jako dodatkowa anizotropia jednoosiowa, której oś łatwa jest zawsze równoległa do namagnesowania ferromagnetyka.

Aby potwierdzić obecność ziaren o małej anizotropii w porównaniu do energii termicznej przeprowadzono serie pomiarów w niskich temperaturach (podrozdział 4.3). Wykazano, że można rotujące ziarna zamrozić w różnych kierunkach w zależności od przyłożonego zewnętrznego pola. W ten sposób można zwiększyć, bądź zmniejszyć wartość przesunięcia pętli, a po ogrzaniu próbki do temperatury pokojowej wartość przesunięcia pętli powraca do poprzedniej wartości.
## Rozdział 5

# Wyniki pomiarów dynamiki namagnesowania w strukturach warstwowych z anizotropią powierzchniową

## 5.1 Wprowadzenie

Złamanie symetrii na powierzchni lub międzywierzchni, które naturalnie pojawiają się w strukturach cienkowarstwowych jest jednym z powodów, dla których kierunek i wielkość anizotropii magnetycznej warstw mogą być inne niż w materiałach litych. Poprzez odpowiedni dobór materiałów poszczególnych warstw oraz ich grubości można w znaczący sposób modyfikować anizotropię magnetyczną struktur warstwowych [61,62]. Najbardziej spektakularnym efektem w cienkich warstwach związanym z anizotropią powierzchniową jest tzw. transformacja orientacji spinów (spin reorientation transition) polegająca na przeorientowaniu namagnesowania z kierunku w płaszczyźnie do kierunku prostopadłego [63].

Anizotropia powierzchniowa z osią łatwą prostopadłą do powierzchni jest jedną z najważniejszych właściwości cienkich warstw. Prostopadła anizotropia magnetyczna odgrywa kluczową rolę we współczesnych urządzeniach spintronicznych. Zastosowanie materiałów z łatwym kierunkiem namagnesowania prostopadłym do powierzchni w pamięciach MRAM (Magnetic Random Access Memory) umożliwia zwiększenie gęstości zapisu i ograniczenie prądów krytycznych [64]. Zawory spinowe służące jako jednostki pamięci, można przełączyć (przemagnesować) stałym prądem elektrycznym w wyniku transferu momentu pędu (efekt STT – Spin Transfer Torque). Zastosowanie w takich urządzeniach polaryzatora z prostopadłą anizotropią pozwala skrócić czas przełączania [65–67].

Przy transformacji orientacji namagnesowania z płaszczyzny do kierunku prostopadłego do płaszczyzny anizotropia kształtu (rozdział 2.1.3) jest dokładnie kompensowana przez anizotropię powierzchniową (rozdział 2.1.5.1). W równaniu (2.39) Rozdział 5. Wyniki pomiarów dynamiki namagnesowania w strukturach warstwowych 58 z anizotropią powierzchniową



Rysunek 5.1: Schematyczna zależność  $4\pi M_{eff}t$  od grubości t warstwy ferromagnetycznej z anizotropią powierzchniową.

występuje stała anizotropii prostopad<br/>łej $K_p,\, \rm która może być fenomenologicznie zapisana jako$ 

$$K_p = K_V + \frac{2K_S}{t},\tag{5.1}$$

gdzie  $K_V$  jest stałą anizotropii objętościowej,  $K_S$  stałą anizotropii powierzchniowej, a t jest grubością warstwy ferromagnetycznej. W tej definicji wyraz  $K_V$  nie zawiera anizotropii kształtu. Gdy oba interfejsy warstwy ferromagnetycznej mają to samo sąsiedztwo w równaniu (5.1) występuje liczba 2. Równanie (5.1) przedstawia średnią ważoną energii anizotropii magnetycznej atomów na interfejsie i atomów wewnętrznych [61]. Dla wielu układów cienkowarstwowych stała anizotropii prostopadłej może być rozłożona zgodnie z równaniem (5.1)(Tabele 3-5 w [61]).

Aby doświadczalnie wyznaczyć stałe  $K_S$  i  $K_V$ , należy wykonać pomiary namagnesowania efektywnego przy pomocy FMR (wzór (2.39)) w funkcji grubości warstwy ferromagnetycznej t. Wstawiając równanie (5.1) do równania (2.39) i mnożąc przez grubość t otrzymuje się zależność liniową (rysunek 5.1). Dodatnia wartość  $4\pi M_{eff}$  oznacza anizotropię typu łatwa płaszczyzna, ujemna – oznacza anizotropię prostopadłą. Warstwy o grubości mniejszej niż krytyczna mają więc łatwy kierunek namagnesowania prostopadły do powierzchni warstw. Grubość krytyczna zależy od zastosowanych materiałów oraz jakości interfejsu (np. szorstkości).

## 5.2 Właściwości warstw Co/Au

Pierwszych obserwacji anizotropii prostopadłej w układzie Co/Au dokonali Chappert i inni [13]. Anizotropię zbadano przy pomocy FMR w paśmie X (9.23 GHz) w temperaturze 291 K i 10 K. Dla najcieńszej warstwy Co o gubości około 1 nm naniesionej na polikrystaliczne Au  $4\pi M_{eff}$  było ujemne, co świadczy o występowaniu anizotropii prostopadłej. Określono wartość stałej  $K_S = 0.5$  erg/cm<sup>2</sup> w temperaturze 291 K. Występowanie prostopadłej anizotropii w układzie Co/Au zostało również potwierdzone przez den Broedera i innych [68] po ich wygrzaniu w temperaturze 250°C lub 300°C. Wygrzewanie spowodowało wygładzenie interfejsów, co zwiększyło powierzchniowy przyczynek do anizotropii prostopadłej. Uzyskano przejście od anizotropii w płaszczyźnie do prostopadłej dla grubości Co mniejszych niż 1.4 nm.

Jak wspomniano wyżej, grubość krytyczna poniżej której następuje przejście do anizotropii prostopadłej zależy od szorstkości interfejsów. Np. układ Co/Au/Co wykonany metodą MBE (epitaksji z wiązki molekularnej) charakteryzuje się przejściem od anizotropii w płaszczyźnie do prostopadłej dla grubości mniejszych od 1.8 nm [69]. Grubość krytyczna jest w tym przypadku znaczna, gdyż warstwy wykonane metodą MBE charakteryzują się bardzo dobrą jakością interfejsów.

Badania wpływu szorstkości na właściwości magnetyczne w układach Co/Ni [70] z anizotropią prostopadłą również wykazały, że wraz ze wzrostem szorstkości maleje anizotropia prostopadła. Pomiary wykonano dla próbek naniesionych na bufor Cu o różnej grubości. Wraz ze wzrostem grubości warstwy buforowej rosła szorstkość warstw na nim osadzanych.

Podobnym pomysłem posłużono się w celu zbadania struktur typu Co/Au. Część przedstawionych wyników została opublikowana w publikacji E oraz J.

Aby określić wpływ grubości bufora Au na anizotropię warstwy Co pomiędzy warstwami Au wykonano pomiary VNA-FMR warstw Co w postaci klinów. Lokalne pomiary VNA-FMR dla danej grubości Co t (która odpowiada pozycji na klinie) pozwalają wyznaczyć namagnesowanie efektywne  $4\pi M_{eff}$  dla tej konkretnej grubości. Następnie, z uzyskanych danych zebranych i przedstawionych w postaci zależności  $4\pi M_{eff}t$  od t można określić stałą anizotropii objętościowej oraz stałą anizotropii powierzchniowej.

W naszych eksperymentach pomiary anizotropii zostały wykonane metodą VNA-FMR na trzech próbkach z warstwami buforowymi Au o trzech różnych grubościach: Ti(4)/Au(x)/Co(klin 0-3)/Au(2) (liczby w nawiasach oznaczają grubości w nanometrach), gdzie grubość warstwy buforowej x = 8, 23 oraz 46 nm. Warstwy naniesiono metodą magnetronowego rozpylania jonowego (ciśnienie bazowe było niższe niż  $10^{-8}$  mbar, ciśnienie Ar wynosiło  $10^{-4}$  mbar). Podłożem był naturalnie utleniony monokryształ Si(100). Analiza dyfraktogramów XRD pokazuje, że warstwy złota

Rozdział 5. Wyniki pomiarów dynamiki namagnesowania w strukturach warstwowych 60 z anizotropią powierzchniową



Rysunek 5.2: Lewy wykres: Zależność częstotliwości rezonansowej od pola magnetycznego dla różnych grubości warstwy naniesionej na bufor Au o grubości 23 nm. Prawy wykres: Zależność  $4\pi M_{eff}t$  od grubości t.

charakteryzują się silną teksturą (111), gdyż jedynie refleksy (111) oraz (222) są widoczne. Intensywność refleksów Au(111) oraz (222) wzrasta z grubością warstwy buforowej Au, natomiast ich pozycja nie zmienia się. Pomiar dyfrakcji XRD typu "rocking curve" dla piku Au(111) prowadzi do wniosku, że tekstura poprawia się wraz ze wzrostem grubości bufora. Szerokość piku zmniejsza się od 8° dla najcień-szego bufora 8 nm do 3° dla najgrubszego o grubości 46 nm. Pomiary XRR wraz ich symulacjami pozwalają określić szorstkość warstw, która wynosi odpowiednio 0.4, 0.5, 0.8 nm dla buforów o grubości 8, 23, 46 nm, .

Metoda VNA-FMR z wykorzystaniem falowodu CPW umożliwia wykonanie lokalnych pomiarów rezonansu ferromagnetycznego w obrębie całego klina. W eksperymencie mierzony jest tylko fragment próbki, który jest bezpośrednio nad linią centralną CPW. Linia centralna falowodu CPW ma 450  $\mu$ m szerokości. Próbka z klinem Co od 0 do 3 nm ma 19 mm długości. Sygnał rezonansu jest więc zbierany z obszaru, w którym grubości warstwy różnią się o około 0.07 nm. Można więc przyjąć, że wykonujemy pomiar jednorodnej warstwy Co o grubości zależnej od położenia próbki nad falowodem CPW.

Pomiary VNA-FMR zostały wykonane w trybie z przemiataniem polem magnetycznym. Rejestrowany był zespolony parametr  $S_{21}$  w funkcji pola, który miał postać profilu Lorentzowskiego po odpowiednim doborze fazy. Dla danej grubości warstwy wykonano pomiary FMR w kilku częstotliwościach. Z zebranych danych przygotowano wykres zależności częstotliwości rezonansowej od pola magnetycznego, do którego wykonano dopasowanie relacją typu (2.38) nie uwzględniając małej anizotropii jednoosiowej występującej w płaszczyźnie próbki (rysunek 5.2 a)). Dla każdej grubości wyznaczono namagnesowanie efektywne  $4\pi M_{eff}$ . Aby określić wielkość ani-

Grubość bufora Au	$K_V$	$K_S$	
nm	$\rm erg/cm^3$	$\mathrm{erg}/\mathrm{cm}^2$	
8	$5.4 \times 10^{6}$	0.53	
23	$6.5 \times 10^{6}$	0.45	
46	$6.6 \times 10^{6}$	0.44	

Tabela 5.1: Parametry anizotropii powierzchniowej oraz objętościowej w zależności od grubości bufora Au.

zotropii powierzchniowej  $K_S$  oraz objętościowej  $K_V$  wykreślono zależność  $4\pi M_{eff}t$ w funkcji grubości warstwy t (prawy wykres na rysunku 5.2). Parametry anizotropii uzyskano na podstawie dopasowania przebiegu danych eksperymentalnych (prawy wykres rysunek 5.2) relacją

$$4\pi M_{eff}t = (4\pi M_s - \frac{2K_V}{M_s})t - 2\frac{2K_S}{M_s},$$
(5.2)

zakładając że namagnesowanie warstwy kobaltu jest równe namagnesowaniu nasycenie  $M_s$  kobaltu (1420 G). Przyczynek od anizotropii powierzchniowej  $K_S$  został pomnożony przez 2, gdyż w układzie występują dwa interfejsy Co/Au.

Parametry  $K_S$  oraz  $K_V$  dla buforów 46 oraz 23 nm różnią się one bardzo nieznacznie. Natomiast parametry dla próbki osadzonej na najcieńszym buforze różnią się wyraźnie od pozostałych próbek. Wartość anizotropii powierzchniowej jest większa dla próbki naniesionej na bufor 8 nm, co zgodne jest z pomiarami strukturalnymi. Szorstkość buforu 8 nm była najmniejsza. Wartość anizotropii objętościowej jest natomiast najmniejsza dla buforu 8 nm, co jest zgodne z pomiarami strukturalnymi. Pomimo różnic wartości anizotropii  $K_S$  oraz  $K_V$ , przejście od anizotropii w płaszczyźnie do anizotropii prostopadłej obserwowane jest dla wszystkich próbek dla jednakowej grubości 1.5 nm.

Obecnie technologia nanoszenia warstw metodą rozpylania jonowego, którą dysponuje Zakład Cienkich Warstw IFM PAN umożliwia wytwarzanie struktur wielowarstwowych o skomplikowanej konfiguracji namagnesowania. i w tym przypadku, zastosowana przez nas metoda VNA-FMR pozwala na charakteryzację właściwości magnetycznych takich struktur. Poniższy przykład pokazuje, w jaki sposób można określić parametry magnetyczne struktury składającej się z polaryzatora o prostopadłym kierunku namagnesowania, analizatora o strukturze magnetycznej w pobliżu punktu reorientacji, oraz analizatora o namagnesowaniu leżącym w płaszczyźnie.

Jeżeli struktura wielowarstwowa zawiera niesprzężone wymiennie warstwy o różnej anizotropii, VNA-FMR umożliwia pomiary każdej warstwy z osobna. Strukturę  $Ti(4)/Au(60)/(Co(0.8)/Au(1))_3/Au(2)/Co(1.5)/Au(2)/Co(3)/Au(5)$  (grubości podane w nanometrach) wytworzono metodą magnetronowego rozpylania jonowego w warunkach ultrawysokiej próżni. Używając przesłony na jednym podłożu uzyRozdział 5. Wyniki pomiarów dynamiki namagnesowania w strukturach warstwowych 62 z anizotropią powierzchniową



Rysunek 5.3: Zależność częstotliwości rezonansowej od pola magnetycznego dla próbki z trzema warstwami kobaltu o różnych grubościach (kwadraty – 3 nm kobaltu, puste kółka – 1.5 nm kobaltu, pełne kółka – 0.8 nm kobaltu). Linia ciągła przedstawia dopasowanie przy użyciu parametrów  $K_V = 6 \times 10^6 \text{ erg/cm}^3$ ,  $K_S = 0.4 \text{ erg/cm}^2$ ,  $M = 1400 \text{ emu/cm}^3$  oraz g = 2.18. W efekcie warstwa polaryzatora (0.8 nm Co), warstwa swobodna (1.5 nm Co) i warstwa analizatora (3 nm Co), mają odpowiednio  $4\pi M_{eff} = -4.6 \text{ kG}$ , 1.4 kG i 5.9 kG.

skano trzy obszary (wstawka na rysunku 5.4): pierwszy zawierał tylko najcieńsze warstwy –  $Ti(4)/Au(60)/(Co(0.8)/Au(1))_3/Au(2)$  w postaci polaryzatora, drugi zawiera również warstwę swobodną Co 1.5 nm, natomiast trzeci obszar zawiera całą strukturę wraz z analizatorem. Najcieńsze warstwy Co powtórzone są trzykrotnie, aby moment magnetyczny polaryzatora był porównywalny z momentami pozostałych warstw. W polaryzatorze warstwy Co są przedzielone przekładkami złota o grubości 1 nm, która zapewnia uzyskanie znacznego międzywarstwowego sprzężenia ferromagnetycznego. Dzięki temu, polaryzator stanowi pojedynczą "warstwę" z anizotropią prostopadłą.

Rysunek 5.3 przedstawia zależności częstotliwości rezonansowej od pola magnetycznego dla polaryzatora, warstwy swobodnej oraz analizatora z odpowiednimi wartościami  $4\pi M_{eff} = -4.6$ , 1.4, 5.9 kOe. Liniami ciągłymi oznaczone są symulacje zależności dyspersji opisane równaniem (2.38) wraz z jednakowym zestawem parametrów ( $K_V = 6 \times 10^6 \text{ erg/cm}^3$ ,  $K_S = 0.4 \text{ erg/cm}^2$ ,  $M = 1400 \text{ emu/cm}^3$ ,  $K_u = 0 \text{ erg/cm}^3$  i g = 2.18) z uwzględnieniem geometrii struktury. Wartości parametrów są podobne, jak dla warstw klinowych. Najcieńsze warstwy mają grubość mniejszą od grubości, dla której występuje reorientacja spinów, i mają łatwy



Rysunek 5.4: Pętle histerezy zmierzone przy użyciu polarnego MOKE dla próbki z trzema podsystemami: polaryzator, warstwa swobodna, analizator. Wstawka pokazuje strukturę próbki.

kierunek namagnesowania prostopadły do powierzchni, natomiast warstwy grubsze charakteryzują się anizotropią typu płaszczyzna łatwa. Jak widać na rysunku 5.3, eksperymentalna zależność dyspersyjna dla polaryzatora znacznie odbiega od wyników symulacji. Najprawdopodobniej, anizotropia powierzchniowa polaryzatora jest nieco mniejsza aniżeli pojedynczej warstwy Co o tej samej grubości 0.8 nm.

Na rysunku 5.4 zebrano pomiary przemagnesowania w postaci szeregu pętli histerezy metoda MOKE w konfiguracji polarnej dla wymienionych trzech obszarów próbki. Górna pętla opisuje proces przemagnesowania samego polaryzatora. Prostokątny kształt tej pętli wskazuje, że polaryzator charakteryzuje się kierunkiem łatwym prostopadłym do powierzchni (anizotropią prostopadłą). Druga pętla została zmierzona w obszarze próbki, gdzie dodatkowo znajdowała się jeszcze warstwa swobodna o grubości Co 1.5 nm. W efekcie pętla ta jest sumą dwóch pętli: typowej dla kierunku łatwego pochodzącej od polaryzatora oraz pętli typowej dla kierunku trudnego pochodzącej od warstwy swobodnej. Pole nasycające próbkę w kierunku trudnym, równe polu anizotropii, wynosi 1.4 kOe i jest zgodne z wartością  $4\pi M_{eff} = 1.4$ kG, wyznaczoną przy pomocy VNA-FMR. Pętla mierzona w trzecim obszarze dla pełnej struktury jest sumą trzech pętli. Pętla od warstwy 3 nm Co jest również pętlą typową dla kierunku trudnego z większym pole nasycającym wynoszącym 6 kG. Parametr $4\pi M_{eff}$ dla tej warstwy wynosi 5.9 kG. Wartość  $4\pi M_{eff}$ dla polaryzatora, który charakteryzuje się anizotropią prostopadłą, jest ujemna i wynosi -4.6 kG. Zmieniając grubość warstw Co można wytworzyć strukturę, która

Rozdział 5. Wyniki pomiarów dynamiki namagnesowania w strukturach warstwowych 64 z anizotropią powierzchniową

zawiera warstwy z kierunkiem łatwym prostopadłym do płaszczyzny i równocześnie z warstwami z anizotropią typu łatwa płaszczyzna.

Opisane wyniki eksperymentalne pokazują więc jednoznacznie, że używając VNA-FMR można precyzyjnie wyznaczyć wpływ szorstkości na przyczynki określające anizotropię prostopadłą. Pokazano również, że obserwacja absorpcji rezonansowych skomplikowanej struktury wielowarstwowej składającej się z polaryzatora, warstwy swobodnej i analizatora pozwala określić własności magnetycznej poszczególnych podsystemów osobno.

## 5.3 Właściwości warstw CoFeB/MgO

Kolejnym układem, w którym badano anizotropię powierzchniową były warstwy amorficzne CoFeB w kontakcie z dielektrykiem MgO. Próbki Ta(5)/Ru(20)/Ta(3)/CoFeB(klin 0.82-1.46)/MgO(1)/Ta(5)/Ru(5) zostały przygotowane przez firmę Singulus we współpracy z grupą prof. Tomasza Stobieckiego z Akademii Górniczo Hutniczej w Krakowie. Struktury tego typu stanowią "bazę" do wytwarzania magnetycznych złączy tunelowych do zastosowań w urządzeniach spintronicznych [71]. Istotnym parametrem w tego typu strukturach jest anizotropia powierzchniowa warstwy CoFeB związana z interfejsem [71] i z tego powodu podjęto badania FMR w tych strukturach przy realizacji zadań związanych z Polsko-Szwajcarskim Programem Współpracy "Nanospin". Do badań VNA-FMR próbka została podzielona na szereg równych częsci, tak aby zapewnić w przybliżeniu okre-



Rysunek 5.5: Zależność częstotliwości rezonansowej od pola magnetycznego dla próbki CoFeB(1.43 nm)/MgO

śloną grubość warstwy CoFeB w poszczególnych częściach. Pomiary VNA-FMR wykonano w trybach z przemiataniem polem lub częstotliwością.

Rysunek 5.5 przedstawia zależność częstotliwości rezonansowej od zewnętrznego pola magnetycznego próbki CoFeB o grubości 1.43 nm w kontakcie z MgO. Punktami czarnymi oznaczone są rezultaty pomiarów wykonanych w cewkach Helmholtza. Niebieskimi punktami oznaczone są dane uzyskane w trybie z przemiataniem polem magnetycznym w elektromagnesie, natomiast punktem czerwonym oznaczono dodatkowo jeden rezultat uzyskany w trybie z przemiataniem częstotliwością. Punkty eksperymentalne dopasowano posługując się równaniem (2.38) dla kierunku trudnego, czyli kąta  $\phi_H = 0^\circ$  określonym relacją

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \left(H - H_u\right)\left(H + 4\pi M_{eff}\right).$$
(5.3)

W podrozdziale 2.3.2.1 wprowadzono i skomentowano założenie  $H \gg 2K_u/M_s$ dla którego wzór (5.3) jest spełniony. Założenie to jest dobrze spełnione dla punktów eksperymentalnych w wysokich polach magnetycznych. W zależności (5.3) dla kierunku trudnego obserwowane jest charakterystyczne minimum w polu równym polu anizotropii  $2K_u/M_s$ .

Na rysunku 5.6 przedstawiono rezultaty pomiarów VNA-FMR w kierunku trudnym w zakresie małych pól magnetycznych. Rysunek ten przedstawia wykres konturowy, który powstał na bazie pomiarów VNA-FMR w trybie z przemiataniem częstotliwością. Rysunek jest więc złożeniem wielu przebiegów zmierzonych w kolejnych ustalonych wartościach zewnętrznego stałego pola magnetycznego. Na wykresie konturowym kolorami oznaczona jest wartość parametru  $S_{21}$  po odjęciu pomiaru referencyjnego. Amplituda parametru  $S_{21}$  jest proporcionalna do urojonej podatności magnetycznej. Pomiar referencyjny wykonany został w polu, dla którego rezonans ferromagnetyczny występuje przy częstotliwości około 7 GHZ. w efekcie na wykresie 5.6 widoczny jest sygnał absorpcji mikrofalowej w polu referencyjnym jako kolor czerwony (tzn. o dodatniej amplitudzie). Kolorem fioletowym oznaczono trend minimalnych wartości parametru  $S_{21}$  odpowiadający zwiększonej absorpcji rezonansowej. Na rysunku umieszczono również dane eksperymentalne wyznaczone z pomiarów VNA-FMR w trybie z przemiataniem polem. Punkty nie leżą dokładnie w minimum absorpcji (wartości minimalnej parametru  $S_{21}$ ), gdyż linia rezonansowa wykazywała asymetrię. Linią żółtą oznaczono dopasowanie do danych eksperymentalnych zmierzonych w wysokim polu magnetycznym zgodnie z relacją (5.3). Dla pól wyższych od około 150 Oe punkty leżą idealnie na teoretycznej krzywej. W niższych polach wektor namagnesowania nie jest kolinearny z kierunkiem zewnętrznego pola magnetycznego, co sprawia że model teoretyczny nie jest zgodny z przebiegiem eksperymentalnym. w tym obszarze wartość zewnętrznego pola magnetycznego H jest

Rozdział 5. Wyniki pomiarów dynamiki namagnesowania w strukturach warstwowych 66 z anizotropią powierzchniową



Rysunek 5.6: Zależność częstotliwości rezonansowej od zewnętrznego pola magnetycznego dla CoFeB(1.43 nm)/MgO. Pole magnetyczne było przyłożone w płaszczyźnie warstwy w kierunku trudnym. Pomiary VNA-FMR wykonano w trybie z przemiataniem częstotliwością (wykres konturowy plus pojedynczy punkt czerwony) oraz w trybie z przemiataniem polem magnetycznym (punkty czarne i niebieskie). Linią żółtą oznaczono dopasowanie do danych eksperymentalnych zmierzonych w dużym polu magnetycznym.

porównywalna z wartością pola anizotropii  $2K_u/M_s$ , więc równanie (5.3) nie jest dokładnie spełnione.

Rysunek 5.7 przedstawia wyniki pomiarów tej samej próbki w kierunku łatwym (kąt  $\phi_H = 90^\circ$ ), które opisuje relacja:

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \left(H + H_u\right)\left(H + H_u + 4\pi M_{eff}\right).$$
(5.4)

Na wykresie konturowym sygnał od pomiaru referencyjnego jest widoczny jako obszar o kolorze żółtym o częstotliwości około 8 GHz. Zależność częstotliwości rezonansowej od pola przedstawiono przy pomocy koloru niebieskiego (a więc obniżone wartości parametru S21). Linią czerwoną oznaczony jest wynik symulacji dla parametrów ( $H_u = 95$  Oe, g = 2.1,  $4\pi M_{eff} = 10.6$  kG) wziętych z dopasowania dla kierunku trudnego. Wyraźnie widać, że w tym przypadku nawet do najmniejszych mierzonych pól teoretyczna krzywa dobrze odwzorowuje dane eksperymentalne. W kierunku łatwym w całym zakresie pola wektor namagnesowania jest kolinearny do kierunku zewnętrznego pola magnetycznego oraz do kierunku łatwego. Dzięki temu równanie (5.4) jest spełnione w całym zakresie pola magnetycznego.



Rysunek 5.7: Zależność częstotliwości rezonansowej od zewnętrznego pola magnetycznego dla CoFeB(1.43 nm)/MgO. Pomiar wykonano w kierunku łatwym w płaszczyźnie przy pomocy VNA-FMR w trybie z przemiataniem częstotliwością. Czerwona linia oznacza wynik symulacji z parametrami wyznaczonymi na podstawie danych przedstawionych na rysunku 5.6.

Rysunek 5.8 przedstawia pętle histerezy zmierzone przy pomocy MOKE oraz VSM próbki CoFeB/MgO w kierunku trudnym. Oba pomiary wskazują, że pole anizotropii tej warstwy wynosi około 100 Oe. Wartość ta jest zgodna z wartością wyznaczoną z pomiaru VNA-FMR.



Rysunek 5.8: Pętle histerezy próbki CoFeB/MgO zmierzone przy pomocy MOKE (lewy wykres) oraz VSM (prawy wykres) w płaszczyźnie w kierunku trudnym. Czerwoną strzałką oznaczono pole anizotropii.

Rozdział 5. Wyniki pomiarów dynamiki namagnesowania w strukturach warstwowych 68 z anizotropią powierzchniową



Rysunek 5.9: Zależność  $4\pi M_{eff}t$  od grubości t dla serii próbek CoFeB/MgO

Wykonano szereg pomiarów VNA-FMR warstw CoFeB/MgO o różnych grubościach stopu CoFeB. Z każdego pomiaru wyznaczono  $4\pi M_{eff}$ , a następnie wykreślono zależność  $4\pi M_{eff}t$  od grubości t (rysunek 5.9). Z dopasowania uzyskano parametry anizotropii objętościowej  $K_V = 1.37 \times 10^7$  erg/cm<sup>3</sup> i powierzchniowej  $K_S = 2.4$  erg/cm<sup>3</sup> zakładając że namagnesowanie nasycenia wynosi 1200 emu/cm<sup>3</sup>. Punkty nie leżą dokładnie na teoretycznej prostej. Prawdopodobnie przyczyną rozbieżności jest niedokładne oszacowanie grubości poszczególnych części próbki Co-FeB/MgO.

Magnetyczne złącza tunelowe (MTJ) mogą zostać zastosowane jako jednostki pamięci (MRAM). Dzięki wykorzystaniu efektu spinowego transferu momentu pędu (spin-transfer torque – STT) możliwe jest przełączenie takiej jednostki pamięci przy użyciu prądu elektrycznego. Wielkość prądu krytycznego, czyli wartość prądu powyżej której występuje przemagnesowanie warstwy swobodnej w MTJ (przełączenie jednostki pamięci), zależy od anizotropii magnetycznej oraz tłumienia precesji namagnesowania warstw MTJ [71]. Pomiary VNA-FMR przeprowadzone w trybie z przemiataniem pola wykonane w funkcji częstotliwości pozwalają wyznaczyć parametr tłumienia Gilberta  $\alpha$ .

Wykonano pomiary parametru tłumienia  $\alpha$  dwóch struktur naniesionych typu podłoże Si/bufor/MgO 1.28/CoFeB 1.5/Ta 5/Ru 5 (liczby oznaczają grubości w nm) dla dwóch różnych warstw buforowych: (a) – Ta 5/Ru 10/Ta 3 oraz (c) – Ta 5/Ru 20/Ta 5. Próbki zostały następnie wygrzane przez jedną godzinę w temperaturze 330° C w polu magnetycznym 4.2 kOe, przyłożonym prostopadle do warstw. Rysunek 5.10 przedstawia zależność szerokości linii rezonansowych od częstotliwości.



Rysunek 5.10: Zależność szerokości linii rezonansowej od częstotliwości dla układów MgO/CoFeB. Pomiary wykonano na próbkach naniesionych na różne warstwy buforowe: (a) – Ta 5/Ru 10/Ta 3 oraz (c) – Ta 5/Ru 20/Ta 5 (liczby oznaczają grubości w nm).

Dane pomiarowe zostały dopasowane równaniem (2.44), które pozwala wyznaczyć parametr  $\alpha$ . Stwierdzono, że parametr tłumienia  $\alpha$  warstwy CoFeB istotnie zależy od zastosowanego buforu. W przypadku buforu (a) parametr  $\alpha$  wyniósł 0.018, a dla bufora (c) był o 44% większy i wyniósł 0.026. Tak duża różnica wpływa istotnie na wartości prądu krytycznego.

#### 5.4 Podsumowanie

Przy pomocy szeregu pomiarów VNA-FMR wyznaczono przyczynki  $K_V$  i  $K_S$ do anizotropii powierzchniowej w strukturach wielowarstwowych typu Co/Au oraz strukturach CoFeB/MgO stosowanych w magnetycznych złączach tunelowych. W obu przypadkach pomiary rezonansowe pozwoliły z dużą dokładnością scharakteryzować podstawowe parametry określające właściwości magnetyczne tych struktur. W próbce Co/Au wyznaczono wartości anizotropii prostopadłej powierzchniowej  $K_S$  i objętościowej  $K_V$  w zależności od grubości bufora Au. Wraz z grubości bufora zwiększała się szorstkość warstw, co potwierdzono przy pomocy pomiarów metodą AFM. Z widm XRD, potwierdzono wzrost warstw Au z teksturą (111). Pomiary te znalazły odwzorowanie w parametrach anizotropii. Parametr anizotropii powierzchniowej zmniejszał się ze wzrostem grubości złota, a więc wraz ze wzrostem szorstkości. Natomiast parametr objętościowy anizotropii prostopadłej wzrastał ze Rozdział 5. Wyniki pomiarów dynamiki namagnesowania w strukturach warstwowych 70 z anizotropią powierzchniową

wzrostem grubości Au, a więc wraz z polepszającą się teksturą.

Przeprowadzono również pomiary na układach warstw wielokrotnych z trzema podsystemami magnetycznymi z różnymi łatwymi kierunkami namagnesowania. Poprzez odpowiedni dobór grubości warstw Co pomiędzy warstwami Au wytworzono układ z prostopadle namagnesowanym polaryzatorem, i z warstwą swobodną i analizatorem z kierunkiem łatwym namagnesowania w płaszczyźnie. Warstwy te scharakteryzowano używając VNA-FMR oraz MOKE.

Określono parametry anizotropii i tłumienia struktur typu CoFeB/MgO. Aby dokładnie dopasować się zależnościami Kittla należało uwzględnić anizotropię jednoosiową w płaszczyźnie. Dopasowania wykonano stosując założenie, że wektor namagnesowania jest równoległy do wektora pola magnetycznego. To założenie jest spełnione, gdy zewnętrzne pole jest dużo większe od pól anizotropii. Pomiary VNA-FMR w trybie z przemiataniem częstotliwością można wykonać, gdy badana próbka nie jest nasycona, ponieważ podczas pomiaru nie zmienia się jej konfiguracja magnetyczna. Dzięki temu możliwe jest obserwowanie rezonansu w pobliżu pola anizotropii, bądź w polach mniejszych od pola koercji. Zaobserwowano, że w polach porównywalnych do pola anizotropii model teoretyczny zakładający równoległość wektorów namagnesowania i zewnętrznego pola magnetycznego przestaje dokładnie opisywać dane eksperymentalne. Oznacza to że opisane powyżej założenie przestaje być dokładnie spełnione. Pokazano w ten sposób ograniczony zakres stosowalności równań Kittla zakładających równoległość wektorów namagnesowania i pola magnetycznego.

## Rozdział 6

## Dynamika namagnesowania w podwójnych zaworach spinowych

### 6.1 Wprowadzenie

Zawory spinowe (SV),zaproponowane przez Dieny'ego w 1990 roku [35], znalazły szerokie zastosowanie w wielu obszarach spintroniki. Powszechnie wykorzystywane są w czujnikach pola magnetycznego w głowicach odczytu w twardych dyskach zawory w konfiguracji CIP (prąd płynie równolegle do warstw). Zawory spinowe zostały wyparte na krótki okres przez złącza tunelowe (MTJ). Współcześnie rozwój technologii pozwolił na ponowne stosowanie SV, gdyż możliwe jest wykonywanie małych czujników w konfiguracji CPP, czyli takiej w których prąd płynie prostopadle do warstw [43]. Wraz z odkryciem efektu spinowego transferu momentu pędu (STT – spin transfer torque) pojawiły się nowe zastosowania SV. Jednym z przykładów może być nanooscylator oparty o zjawisko STT (STO – spin transfer oscillator).

Zjawisko STT [72, 73] polega na przekazywaniu momentu pędu z jednej warstwy magnetycznej do drugiej w wyniku przepływu spinowo spolaryzowanego prądu elektrycznego. Prąd elektryczny w materiale niemagnetycznym płynie dwoma kanałami spinowymi, ze spinami w górę oraz w dół (por. rozdział 2.4). Przepływając przez warstwę ferromagnetyczną prąd elektryczny ulega częściowej polaryzacji, co oznacza, że prąd wypływający z warstwy ferromagnetycznej ma przewagę spinów z kierunkiem zgodnym z kierunkiem namagnesowania tej warstwy i posiada wypadkowy moment pędu. W drugiej warstwie składowa prądu spinowego prostopadła do kierunku namagnesowania tej warstwy zostaje zaabsorbowana. Dzieje się tak gdyż każdy spin, który ma kierunek nierównoległy do namagnesowania drugiej warstwy może z pewnym prawdopodobieństwem ulec odbiciu, bądź transmisji. Jeżeli się odbije ma kierunek spinu przeciwny do namagnesowania w drugiej warstwie, a jeżeli przejdzie ma kierunek zgodny z kierunkiem namagnesowania. W wyniku na każdy spin musi działać moment pędu, aby jego kierunek był równoległy, bądź antyrównoległy do namagnesowania w drugiej warstwie. Taka sama wartość momentu pędu o odwrotnym zwrocie działa na namagnesowanie w drugiej warstwie. Wypadkowo na namagnesowanie w drugiej warstwie działa moment siły wywołany transferem momentu pędu z warstwy pierwszej. Może to prowadzić do przełączenia namagnesowania bądź wywołać oscylacje namagnesowania.

W rozdziale przedstawione zostaną rezultaty pomiarów struktury i własności magnetycznych podwójnych zaworów spinowych składających się z 3 warstw magnetycznych o różnej anizotropii: z prostopadle namagnesowanym polaryzatorem, warstwą swobodną oraz analizatorem przyszpilonym do antyferromagnetyka dzięki efektowi "exchange-bias". Konfigurację taką zaproponował Kent i inni [65] w 2004 roku. Konfiguracja z niekolinearnym ustawieniem namagnesowania jest korzystna w urządzeniach wykorzystujących STT. W efekcie STT, gdy wektory namagnesowania są do siebie równoległe nie występuje moment siły. W zwykłych zaworach spinowych dopiero nieznaczne odchylenie od kolinearności namagnesowań powoduje wystąpienie efektu STT, co ostatecznie prowadzi do przemagnesowania, bądź powstania oscylacji. Zastosowanie prostopadłego polaryzatora powoduje, że moment działający na warstwę swobodną jest maksymalny podczas włączania prądu elektrycznego. Dzięki temu można osiągnąć przełączanie namagnesowania w czasie krótszym niż 50 ps [65].

Zastosowanie prostopadłego polaryzatora ułatwia przełączanie namagnesowania w warstwie swobodnej, ale kąt pomiędzy ich namagnesowaniami wynosi 90° przed i po przełączeniu. Uniemożliwia to wykorzystanie efektu GMR, do odczytu stanu (kierunku namagnesowania) zaworu spinowego. Aby umożliwić odczyt zastosowano dodatkową warstwę magnetyczną (analizator) z anizotropią w płaszczyźnie przyszpiloną poprzez efekt "exchange-bias", dzięki czemu warstwa ta nie zmienia swojego stanu podczas przełączania. Analizator odgrywa również ważną rolę podczas przełączania, gdyż prąd od niego odbity, bądź przepływający przez niego również ulega polaryzacji. Wykazano, że polaryzator złożony z cienkich warstw magnetycznych o prostopadłej anizotropii prowadzi do przełączania namagnesowania w podwójnym zaworze spinowym i pozwala uzyskać czasy krótsze niż 50 ps [74].

Nanooscylator jest urządzeniem, które generuje prąd mikrofalowy w wyniku przepływu prądu stałego: gdy przez zawór spinowy przepływa stały prąd elektryczny o dostatecznej gęstości może on zaburzyć równowagową konfigurację namagnesowania. W wyniku tego może dojść do destabilizacji wektora namagnesowania warstwy swobodnej, prowadzącej do jej przemagnesowania, bądź precesji namagnesowania. Precesja namagnesowania prowadzi do oscylacyjnej zmiany kąta pomiędzy wektorami namagnesowania warstw składających się na zawór spinowy. Z kolei opór zaworu spinowego zależy od kąta pomiędzy namagnesowaniami warstw ferromagnetycznych (efekt GMR). W rezultacie, w zaworze spinowym zmienia się opór z częstotliwością precesji namagnesowania warstwy swobodnej, a więc również pojawia się składowa zmienna prądu elektrycznego o częstotliwości mikrofalowej. Otrzymujemy, więc nanogenerator mikrofal – nanooscylator. Nanooscylator może być wykorzystywany do przesyłu sygnałów np. w obrębie układu scalonego. Pojedynczy nanooscylator ma bardzo małą moc, ale można synchronizować układ nanooscylatorów i wykorzystać je jako generatory mikrofalowe we współczesnej elektronice. Nanooscylatory mogą być zrealizowane w strukturach podwójnych zaworów spinowych [75]. Dzięki zastosowaniu w nich prostopadłego polaryzatora można uzyskać oscylacje w zerowym zewnętrznym polu magnetycznym. Nanooscylatory mogą być wykorzystywane także jako czujniki pola magnetycznego [76]. Ich częstotliwość rezonansowa zależy od przyłożonego pola magnetycznego, a więc mierząc częstotliwość precesji warstwy swobodnej można wyznaczyć pole magnetyczne z dużą dokładnością. Nanooscylator może mieć rozmiar mniejszy niż 30 nm, co jest potrzebne do pomiaru pola magnetycznego w warunkach wysokiej rozdzielczości, np. w dyskach twardych.

W niniejszym rozdziale zostaną przedstawione rezultaty pomiarów własności magnetycznych podwójnych zaworów spinowych. Określona zostanie anizotropia każdego z podukładów magnetycznych (polaryzator, warstwa swobodna i analizator). Wskażemy, że można poszczególne warstwy traktować jako osobne układy, które słabo oddziałują ze sobą. Wyznaczone zostaną parametry tłumienia warstwy swobodnej, które odgrywają kluczową rolę w przełączaniu prądem spinowym oraz w nanooscylatorach. Zostanie pokazany wpływ wygrzewania na anizotropię podsystemów podwójnych zaworów spinowych.

## 6.2 Wyniki pomiarów podwójnych zaworów spinowych

Podwójne zawory spinowe składają się z polaryzatora – P, warstwy swobodnej – F oraz analizatora – a (rysunek 6.1). Polaryzator jest złożony z 4 warstw Co o grubości 0.7 nm rozdzielonych przekładkami Au o grubości 1 nm. Taka grubość przekładki zapewnia silne sprzężenie ferromagnetyczne warstw [34], więc cała struktura polaryzatora zachowuje się jak pojedyncza warstwa magnetyczna. Warstwa swobodna składa się albo z 3 nm warstwy NiFe, albo z warstwy NiFe z warstwą Co o grubości 0.5 nm. Analizatorem jest 3 nm warstwa Co sprzężona z antyferromagnetykiem IrMn. Przygotowano 2 typy próbek. Podwójne zawory spinowe proste – SVP mają konfigurację P-F-A, tzn. polaryzator jest umieszczony na buforze, a ostatnią warstwą jest analizator. Podwójne zawory spinowe inwersyjne – SVI mają odwrotną konfigurację A-F-P, gdzie warstwa IrMn jest położona na buforze, a polaryzator jest ostatnim podukładem względem podłoża.



Rysunek 6.1: Struktura badanych zaworów spinowych zawierających polaryzator, warstwę swobodną oraz analizator. Po lewej przestawiona jest struktura prostego podwójnego zaworu spinowego, po prawej – inwersyjnego podwójnego zaworu spinowego.

Na rysunku 6.2 przedstawiono widmo XRD próbki inwersyjnego zaworu spinowego. Pomiary wykonano w konfiguracji  $\theta - 2\theta$  (podrozdział 3.4). Na wykresie widać jedynie refleksy (111) oraz (222) od warstw Au, IrMn oraz Cu/NiFe/Co charakterystyczne dla warstw o silnej teksturze (111). Wyznaczone odległości międzypłaszczyznowe  $d_{111}$ , i odpowiednie stałe sieci a są zgodne z danymi literaturowymi. Dla złota a = 0.408 nm, co zgadza się z wartościami literaturowymi [9]. Dla warstwy IrMn a = 0.377 nm, co zgadza się z pomiarami neutronowymi [77] oraz pomiarów XRD [78], ale nie można na tej podstawie określić czy mamy strukturę L2<sub>1</sub> czy  $\gamma$ -IrMn<sub>3</sub> [78], gdyż różnica w stałej sieci dla tych faz jest minimalna. Refleksy od płaszczyzn (111) dla Cu, NiFe i Co występują dla bardzo bliskich kątów, gdyż odległości międzypłaszczyznowe dla tych warstw są bardzo zbliżone do siebie. Stałe sieci dla Cu, NiFe i Co w fazie fcc wynoszą odpowiednio 0.361 nm [9], 0.3548 nm [79] i 0.3548 nm [80]. Uzyskana wartość stałej sieci 0.359 nm mieści się więc w zakresie danych literaturowych.

Na rysunku 6.3 przedstawiono widmo dyfrakcji niskokątowej XRR próbki SVI. Kółkami oznaczono dane eksperymentalne, a linią ciągłą symulację. Symulację wykonano przy pomocy programu SimulReflec [48], zakładając grubości technologiczne (założone podczas nanoszenia), tablicowe gęstości każdej z warstw, a szorstkość w zakresie 0.2-0.7 nm (1-3 monowarstw atomowych). Dość dobra jakościowa zgodność symulacji zakładającej szorstkość interfejsów w zakresie 1-2 monowarstwy atomowej



Rysunek 6.2: Widmo XRD podwójnego zaworu spinowego inwersyjnego o sekwencji: analizator – warstwa swobodna – polaryzator.

oraz wyznaczone, na podstawie parametrów technologicznych, grubości poszczególnych warstw potwierdza właściwą (zakładaną) strukturę podwójnych zaworów spinowych o względnie gładkich interfejsach.

Wykonano również pomiary XRD próbek SVP oraz zaworu spinowego bez polaryzatora – SV (rysunek 6.4). Próbka SVP została naniesiona na bufor Au o grubości 40 nm, a próbka SV na bufor o grubości 10 nm. Na dyfraktogramie (rysunek 6.4) widać, że refleksu (111) złota ma większą intensywność dla próbki SVP niż SV. Szerokość refleksu jest mniejsza dla próbki SVP niż SV, co sugeruje większe ziarno (wyznaczone z formuły Scherrera wynosi około 25 nm) dla buforu o grubości 40 nm w porównaniu z rozmiarem ziaren  $\approx$ 9 nm dla buforu Au o grubości 10 nm. Wykonano również pomiary "rocking curve" dla próbki SV i SVP. Tekstura próbki SVP jest lepsza gdyż szerokość piku wynosi 2.6° w porównaniu do szerokości dla próbki SV wynoszącej 4°. Reasumując, warstwy SVP nanoszone na bufory Au o grubości 40 nm charakteryzują się większymi ziarnami o teksturze (111) aniżeli struktury nanoszone na cieńsze bufory.

Pomiary VNA-FMR z polem magnetycznym przyłożonym w płaszczyźnie podwójnych zaworów spinowych zostały przeprowadzone przy ustalonej częstotliwości w trybie z przemiataniem polem magnetycznym. Próbka została początkowo nasycona w kierunku dodatnim, następnie pole magnetyczne było obniżane, a po przejściu przez zero podwyższane w przeciwnym kierunku. Dzięki temu można było dobrze scharakteryzować sygnał absorpcji rezonansowej dla analizatora, który jest sprzę-



Rysunek 6.3: Widmo dyfrakcji niskokątowej XRR próbki zaworu spinowego inwersyjnego. Kółkami oznaczone są dane eksperymentalne, a linią ciągłą wynik symulacji uzyskany przy pomocy oprogramowania Simulreflec [48].



Rysunek 6.4: Porównanie dyfraktogramów XRD próbek zaworów spinowych: prostej (linia czarna) i bez polaryzatora (linia czerwona).



Rysunek 6.5: Widmo VNA-FMR próbki SVP uzyskane w trybie z przemiataniem polem magnetycznym przy częstotliwości 20 GHz. Asymetria piku związanego z analizatorem (A+, A-) wskazuje, że warstwa ta charakteryzuje się anizotropią jedno-zwrotową.

żony z antyferromagnetykiem i wykazuje anizotropię jednozwrotową ("exchangebias"). Poszczególne podukłady (P, F, A) zaworu spinowego mają bardzo różne anizotropie, co pozwala na obserwację piku rezonansowego dla każdego z nich oddzielnie, jak to pokazuje rysunek 6.5. Rysunek 6.5 przedstawia widmo VNA-FMR próbki prostego zaworu spinowego wykonany w 20 GHz. Położenie poszczególnych pików (linii rezonansowych) można w prosty sposób opisać przy pomocy odpowiednich relacji Kittla (równanie (4.2)) i wyznaczyć na tej podstawie wartości  $4\pi M_{eff}$ , więc pole rezonansowe jest większe niż wartość  $\omega/\gamma = 6.7$  kOe. Pik związany z absorpcją rezonansową w warstwie polaryzatora obserwowany jest przy polu -8.8 oraz 8.8 kOe. Taka wartość pola rezonansowego oznacza, że w polaryzatorze występuje znaczna prostopadła anizotropia powierzchniowa o wartości pola anizotropii większej o około 2 kOe od wartości pola odmagnesowania  $4\pi M_s = 17.6$  kG.

Szerokość linii rezonansowej polaryzatora wynosi 830 Oe. Wydaje się, że nie jest to duża wartość dla typowych struktur z anizotropią prostopadłą [81]. Po pierwsze, polaryzator składa się z czterech warstw Co o grubości 0.7 nm. Drobne fluktuacje grubości (nieuniknione w praktyce technologii cienkich warstw) powodowałyby dużą zmianę anizotropii prostopadłej (rozdział 5), a więc rezonans dla każdej z podwarstw występowałby w nieco innym polu rezonansowym. Po drugie, linia rezonansowa dla układów z anizotropią prostopadłą jest przeważnie silnie poszerzona w stosunku do typowych linii rezonansowych dla warstw z anizotropią w płaszczyźnie. Duży wpływ ma na to rozrzut anizotropii prostopadłej, jak również związek tłumienia z wielkością anizotropii [82], gdyż oba zjawiska są związane z sprzężeniem spin-orbita. Reasumując, obserwowane poszerzenie linii FMR warstwy polaryzatora ( $\Delta H = 880$  Oe w porównaniu z  $\Delta H = 300$  Oe dla warstwy swobodnej) jest wynikiem konkurencyjnego działania nieuniknionych fluktuacji anizotropii prostopadłej oraz znacznego wymiennego sprzężenia międzywarstwowego.

Ponieważ wartości  $4\pi M_{eff}$  dla warstw F oraz a są dodatnie (stała anizotropii prostopadłej jest mała), piki rezonansowe F i A obserwujemy w polu o wartości mniejszej niż  $\omega/\gamma$ . Pole magnetyczne podczas pomiaru zostało przyłożone w tym samym kierunku, co podczas nanoszenia. Pomiar wykonano więc w kierunku anizotropii jednozwrotowej warstwy A. Jak przedstawiono w rozdziale 4, pik rezonansowy dla warstw ferromagnetycznych sprzężonych z antyferromagnetykiem jest przesunięty o wartość  $\pm H_{ex}$  w zależności od tego, czy pole jest przyłożone zgodnie, czy też przeciwnie do pola przyłożonego podczas nanoszenia. Zgodnie z relacją (4.5) różnica między polami rezonansowymi mierzonymi w kierunku dodatnim i ujemnym wynosi  $2H_{ex}$ . Pik rezonansowy pochodzący od analizatora występuje w polu około 3 kOe, a wyznaczone pole  $H_{ex}$  wynosi około 100 Oe. Szerokość linii FMR mierzonej dla analizatora wynosi około 680 Oe. Jest ona tylko nieznacznie mniejsza od szerokości linii rezonansowej dla polaryzatora, pomimo że warstwa a ma anizotropię w płaszczyźnie. Decydujący wpływ na poszerzenie linii rezonansowej w strukturach FM/AFM ma znaczne sprzężenie wymienne typu "exchange-bias" [50]. Mechanizm prowadzący do tego efektu jest jeszcze nie do końca zrozumiany. Dotychczasowe pomiary temperaturowe FMR w strukturach FM/AFM sugerują, że za poszerzenie linii FMR może być odpowiedzialny mechanizm tzw. powolnej relaksacji [83,84].

Przy wyższym polu magnetycznym (3.6 kOe) występuje rezonans dla warstwy swobodnej F, która złożona jest z warstwy NiFe o grubości 3 nm oraz warstwy Co o grubości 0.5 nm. Zastosowanie cienkiej warstwy Co zwiększa sygnał GMR w porównaniu do zaworu spinowego NiFe/Cu/Co. Obie warstwy są silnie sprzężone ze sobą ferromagnetycznie, więc obserwowany jest tylko jeden pik rezonansowy. NiFe charakteryzuje się niewielkim tłumieniem Gilberta [85], więc warstwa swobodna F wykazuje linię rezonansową o najmniejszej szerokości. Niewielka ilość Co sprzężona z NiFe nie wpływa znacząco na pola rezonansowe i szerokość linii (250 Oe).

Na rysunku 6.5 widać, że w okolicach pola równego zero obserwowany jest dodatkowy pik. Nie został on uwzględniony w dopasowaniach i analizach. Związany jest ze zmianą podatności magnetycznej podczas przemagnesowania próbki w okolicach pola koercji.

Rysunek 6.6 przedstawia pętlę histerezy zmierzoną przy pomocy MOKE w konfiguracji polarnej próbki podwójnego zaworu spinowego SVP. Prostokątny kształt



Rysunek 6.6: Pętla histerezy zmierzona przy pomocy polarnego MOKE dla podwójnego zaworu spinowego SVP.

pętli sugeruje, że warstwa polaryzatora jest namagnesowana prostopadle. Znaczne pochylenie pętli jest spowodowane obecnością w próbce warstw F i A z anizotropią w płaszczyźnie. Mierzony sygnał jest słaby, gdyż polaryzator jest przykryty kolejnymi warstwami metalicznymi o sumarycznej grubości 33.5 nm, a jest to grubość porównywalna z głębokością wnikania światła w metal.

Rysunek 6.7 przedstawia pętle histerezy próbki zaworu SVP, wykonane przy pomocy VSM w polu przyłożonym w płaszczyźnie próbki. Na lewym wykresie rysunku 6.7 przedstawiono pętle histerezy mierzoną w zakresie pól od -6 do 6 kOe. Kształt tej pętli sugeruje, że składa się ona z wkładów pochodzących od P, F i A. Pierwsza cząstkowa pętla i jest typowa dla warstwy z anizotropią prostopadłą przy pomiarze w kierunku trudnym, czyli w płaszczyźnie i pochodzi od polaryzatora. Namagnesowanie osiąga nasycenie w polu około 3.5 kOe, które jest w przybliżeniu miarą pola anizotropii prostopadłej.

Rysunek 6.7 b) przedstawia w powiększeniu proces przemagnesowania analizatora i warstwy swobodnej w obszarze II. Obie pętle cząstkowe mają podobne pola koercji (warstwa swobodna F – 54 Oe, analizator – 63 Oe), ale pętla pochodząca od a jest wyraźnie przesunięta o pole  $H_{ex}$  w kierunku pola dodatniego. Wartość przesunięcia pętli A, czyli pole  $H_{ex} = 100$  Oe, zgodna jest z wartością pola "exchange-bias" wyznaczoną przy pomocy VNA-FMR. Warto zwrócić uwagę, że wszystkie trzy układy magnetyczne P, F oraz a mają podobny moment magnetyczny, gdyż warstwy są podobnej grubości. Odzwierciedla to kształt sumarycznej pętli histerezy pokazany na rysunku 6.7 a). Każda z opisanych pętli cząstkowych ma wartość  $M/M_s$  wynoszącą około 1/3.

Rysunek 6.8 przedstawia pętle magnetooporu R(H) typowego podwójnego zaworu spinowego SVP, wyznaczoną przy pomocy pola magnetycznego w płaszczyźnie próbki w kierunku pola  $H_{ex}$ . W dużym polu (nie pokazano na rysunku), gdy wszystkie 3 podsystemy magnetyczne P, F i A mają równoległe namagnesowania, wartość oporu jest najmniejsza. W miarę zmniejszania pola magnetycznego namagnesowanie w polaryzatorze powraca do swojego łatwego kierunku i obserwowany jest liniowy wzrost oporu [86]. W niskich polach występuje przemagnesowanie warstw F i A. Gdy wektory namagnesowania warstw F i A są do siebie antyrównoległe, opór zaworu spinowego jest największy. Ponieważ pętle histerezy dla F i A są szerokie i przesunięcie pętli histerezy warstwy a jest małe, zakresy pól dla których namagnesowania w nich są antyrównoległe są wąskie. Asymetria pętli GMR jest konsekwencją sprzężenia wymiennego "exchange-bias" warstwy analizatora.

Dla porównania na rysunku 6.9 przedstawiono widmo VNA-FMR próbki zaworu spinowego bez polaryzatora (SV). Piki rezonansowe pochodzące od warstwy swobodnej (3.6 kOe) i analizatora (około 3 kOe) występują przy tym samych polach, co w podwójnym zaworze spinowym SVP. Pole  $H_{ex}$  wynosi około 100 Oe i również jest prawie takie same jak w próbce SVP.

Dla struktur SV linie rezonansowe są węższe aniżeli dla struktury SVP. Szerokość linii rezonansowej warstwy swobodnej wynosi około 200 Oe, natomiast analizatora wynosi około 650 Oe. Dość znaczny spadek szerokości linii FMR warstwy swobod-



#### Ti 4/Au 40/(Au1/Co0.7)x4/Cu4/Py3/Co0.5/Cu3/Co3/IrMn15/Au5

Rysunek 6.7: Pętle histerezy wyznaczone przy pomocy VSM w dużym (a) i małym (b) zakresie pól magnetycznych dla podwójnego zaworu spinowego SVP. Pomiar wykonano w polu przyłożonym w płaszczyźnie. i oznacza wkład pochodzący od polaryzatora. II oznacza wkład pochodzący od analizatora i warstwy swobodnej.



Rysunek 6.8: Pętla GMR próbki podwójnego zaworu spinowego SVP. Pole magnetyczne zostało przyłożone wzdłuż kierunku pola  $H_{ex}$ 



Rysunek 6.9: Widmo VNA-FMR próbki SV uzyskane w trybie z przemiataniem polem magnetycznym (+10, 0, -10 kOe) przyłożonym w płaszczyźnie i stałej częstotliwości 20 GHz.



Rysunek 6.10: Pętla histerezy próbki SV bez polaryzatora zmierzona przy użyciu VSM z polem magnetycznym w płaszczyźnie próbki w kierunku pola  $H_{ex}$ .

nej F w SV (200 Oe) w porównaniu do obserwowanej w SVP (330 Oe) wynika, najprawdopodobniej z niezaniedbywalnego dynamicznego oddziaływania warstwy polaryzatora na warstwę swobodna poprzez przekładkę Cu o grubości 4 nm. Efekt poszerzenia może być związany z tzw. pompowaniem spinów (spin pumping), które jest zjawiskiem odwrotnym do transferu spinowego momentu pędu (STT).

Typowa pętla histerezy pojedynczego zaworu spinowego SV została przedstawiona na rysunku 6.10. Pomiar wykonano przy pomocy VSM z polem w płaszczyźnie próbki. Z kształtu pętli wynika, że brak polaryzatora powoduje silne zwężenie pętli (pole koercji warstwy swobodnej F wynosi 16 Oe, a analizatora a – 37 Oe), w porównaniu do pętli podwójnego zaworu SVP (rysunek 6.7). Na rysunku 6.10 można łatwo rozróżnić pętle pochodzące od warstwy swobodnej i analizatora, co w przypadku pętli SVP pokazanej na rysunku 6.7 było utrudnione. Pętla związana z analizatorem jest szersza od pętli od warstwy swobodnej i wyraźnie przesunięta o około 100 Oe, co jest spowodowane efektem "exchange-bias". Prostopadle namagnesowany polaryzator (rysunek 6.7) wpływa więc na proces przemagnesowania warstwy swobodnej i analizatora powodując wzrost pola koercji.

Zależność oporu elektrycznego od pola magnetycznego (rysunek 6.11) dla próbki zaworu spinowego SV bez polaryzatora ma kształt typowy dla zaworu spinowego [35]. Wartość oporu ma stałą niską wartość, gdy namagnesowania analizatora i warstwy swobodnej są równoległe w polu większym od 400 Oe. Warstwa swobod-



Rysunek 6.11: Zależność oporu elektrycznego od pola magnetycznego dla próbki zaworu spinowego SV.

na przemagnesowuje się w małym i charakteryzuje się bardzo wąską pętle histerezy z polem koercji rzędu 16 Oe. Analizator charakteryzuje się pętlą histerezy przesuniętą o około 100 Oe. Ze względu na niewielkie przesunięcie pętli analizatora konfiguracja antyrównoległa namagnesowania występuje w bardzo wąskim zakresie pól rzędu 20 Oe. Wartość efektu GMR (równanie (2.45)) wynosi 1.25%, czyli jest większa niż dla zaworu prezentowanego na rysunku 6.8, gdzie GMR wynosi jedynie 0.46%. Mniejsza wartość GMR dla struktury SVP wynika głównie z efektu bocznikowania poprzez znacznie grubszy (40 nm) bufor Au, aniżeli bufor (10 nm) zastosowany przy nanoszeniu struktury SV.

Wykonano także serię pomiarów VNA-FMR zaworów spinowych SVP oraz SV w różnych częstotliwościach. Uzyskane dane eksperymentalne dopasowano zestawem funkcji Lorentza, aby dokładnie określić pola rezonansowe oraz szerokości linii. Tak zebrane dane przedstawione są w postaci wykresów na rysunkach 6.12 oraz 6.13. Lewy wykres na rysunkach 6.12 i 6.13 przedstawia zależność częstotliwości rezonansowej w funkcji pola magnetycznego. Punkty oznaczają dane eksperymentalne, natomiast linią ciągłą oznaczono dopasowania relacją (6.1). Oddziaływanie pomiędzy warstwami ferromagnetycznymi ma istotny wpływ na proces przemagnesowania oraz dynamikę namagnesowania poszczególnych warstw. Jednakże, już dla grubości przekładki miedzianej rzędu 2.5 nm pomiędzy warstwami tworzącymi zawór spinowy międzywarstwowe oddziaływanie wymienne nie występuje (Tabela i w artykule [87]). Ponieważ w naszych strukturach poszczególne podsystemy magnetyczne P, F, a są oddzielone od siebie przekładkami Cu o grubości co najmniej 3 nm założono, że nie oddziałują one ze sobą i każdą zależność dyspersyjną  $f_r(H)$  dopasowano oddzielnie posługując się relacją:

$$f_r = \frac{\gamma}{2\pi} \left[ \left( |H - H_{ex}| \right) \left( |H - H_{ex}| + 4\pi M_{eff} \right) \right]^{1/2}.$$
 (6.1)

gdzie  $H_{ex}$  jest polem "exchange-bias", a  $4\pi M_{eff}$  jest namagnesowaniem efektywnym(2.39).

Na prawych wykresach na rysunkach 6.12 i 6.13 przedstawiono zależność szerokości linii rezonansowej od częstotliwości. Dopasowania (posługując się wzorem (2.44)) można było wykonać jedynie dla warstwy swobodnej oraz analizatora. Z dopasowań wyznaczono parametry tłumienia  $\alpha$  oraz  $\Delta H_0$  i przedstawiono w tabeli 6.1. Zależność  $\Delta H(f)$  dla polaryzatora w próbce podwójnego zaworu spinowego SVP jest wyraźnie nieliniowa i z tego powodu wzór (2.44) w tym przypadku nie opisuje prawidłowo danych doświadczalnych. Wytłumaczyć to można występowaniem rozpraszania dwumagnonowego oraz dodatkowym tłumieniem w niskich polach [81,82].

W tabeli 6.1 zebrano wartości parametrów dopasowania pomiarów VNA-FMR próbki podwójnego zaworu spinowego SVP oraz zaworu spinowego SV. Pomimo, że warstwa swobodna F zaworu spinowego SV składa się z permaloju oraz z bardzo cienkiej warstwy Co, parametry ją opisujące mają wartości porównywalne do znanych już z literatury dla układu Cu/NiFe/Cu bez Co [85]. Czynnik rozszczepienia spektroskopowego g warstwy swobodnej F zaworu spinowego SV wynosi 2.11, a  $4\pi M_{eff} = 9.16$  kOe. Odpowiada to obserwowanym wcześniej wartościom dla Ni-Fe o grubości 3-4 nm pomiędzy warstwami Cu [85]. W warstwie F nie występuje anizotropia jednozwrotowa, więc pole  $H_{ex} = 0$  Oe. Parametr  $\alpha$  opisujący tłumie-



#### Ti 4/Au 40/(Au1/Co0.7)x4/Cu4/Py3/Co0.5/Cu3/Co3/IrMn15/Au5

Rysunek 6.12: Lewy wykres: Zależność częstotliwości rezonansowej od pola magnetycznego dla podwójnego zaworu spinowego SVP. Prawy wykres: Zależność szerokości linii rezonansowej od częstotliwości dla podwójnego zaworu spinowego SVP.



Rysunek 6.13: Lewy wykres: Zależność częstotliwości rezonansowej od pola magnetycznego dla zaworu spinowego SV. Prawy wykres: Zależność szerokości linii rezonansowej od częstotliwości dla zaworu spinowego SV.

Tabela 6.1: Parametry charakterystyczne dla poszczególnych podukładów: polaryzatora P, analizatora a i warstwy swobodnej F, wyznaczone na podstawie dopasowania do wyników pomiarów VNA-FMR próbek SVP oraz SV.

	SVP			SV	
	Р	F	А	F	А
g	2.12	2.13	2.2	2.11	2.2
$H_{ex}$ [Oe]	0	0	99	0	111
$4\pi M_{eff}$ [kOe]	-3.62	8.6	10.8	9.16	11.8
α		0.008	0.042	0.015	0.028
$\Delta H_0$ [Oe]		174	138	0	242

nie namagnesowania warstwy F w zaworze SV wynosi 0.015 i jest około dwa razy większy w porównaniu do układu Cu/NiFe/Cu dla podobnej grubości [85]. Prawdopodobnie wpływ na zwiększenie tłumienia ma obecność warstwy Co. Parametr  $\Delta H_0$  we wzorze (2.44) interpretuje się jako wynikający z niejednorodności warstwy magnetycznej [1]. Ponieważ dla warstwy swobodnej w SV  $\Delta H_0 = 0$ , przypuszczać należy że warstwa swobodna jest w tym przypadku pozbawiona tych niejednorodności.

Warstwa analizatora a zaworu spinowego SV jest "przyszpilona" dzięki efektowi "exchange-bias". Parametr g wynosi 2.2, co jest wartością typową dla warstw Co [88]. Pole  $H_{ex}$ , opisujące horyzontalne przesunięcie zależności dyspersyjnej, wynosi 111 Oe. Jest to wartość mniejsza, niż ta, której należałoby oczekiwać na podstawie wyników przedstawionych w rozdziale 4.2. W rozdziale 4.2 przedstawiono wyniki badań warstw Co o grubości 5 i 10 nm w kontakcie z antyferromagnetykiem IrMn, dla których pola  $H_{ex}$  wynosiły odpowiednio 174 i 72 Oe. Ponieważ warstwa zastosowana w zaworze spinowym ma grubość 3 nm, należało spodziewać się wyższej wartości  $H_{ex}$ , gdyż pole  $H_{ex}$  skaluje się odwrotnie proporcjonalne do grubości warstwy ferromagnetycznej [15]. Próbki opisane w rozdziale 4.2 były przygotowane bez użycia bufora, natomiast analizator w zaworach spinowym SVP został naniesiony, jako końcowa struktura najbardziej oddalona od podłoża. Efekt ten można zinterpretować, jako wynikający z różnic wzrostu warstw Co/IrMn. Efektywne namagnesowanie nasycenia  $4\pi M_{eff}$  dla analizatora wynosi 11.8 kOe. Dla porównania  $4\pi M_{eff}$  wyznaczone w rozdziale 4.2 dla próbek o grubości 5 i 10 nm wynosi odpowiednio 13 i 14.7 kOe. Oznacza to, że w warstwie analizatora, która ma grubość 3 nm, wartość prostopadłej anizotropii powierzchniowej jest wyższa aniżeli w pojedynczych warstwach Co/IrMn (rozdział 4.2). Dla analizatora parametr tłumienia  $\alpha$ wynosi 0.028, natomiast  $\Delta H_0$  wynosi 242 Oe. Duża wartość  $\Delta H_0$  może świadczyć o niejednorodności magnetycznej, bądź rozpraszaniu dwumagnonowym na interfejsie Co/IrMn.

Polaryzator w podwójnym zaworze spinowym opisany jest parametrem g wynoszącym 2.12, co jest zaskakujące, gdyż g dla Co wynosi 2.2. Pole  $H_{ex}$  wynosi jedynie 11 Oe, więc można przyjąć, że zależność dyspersyjna jest określona wzorem (6.1) z  $H_{ex}=0$ . Namagnesowanie efektywne  $4\pi M_{eff}$  wynosi -3.6 kOe, co oznacza, że polaryzator ma kierunek łatwy namagnesowania prostopadły do płaszczyzny warstwy.

Warstwa swobodna F oraz analizator a podwójnego zaworu spinowego SVP mają wartości parametru g oraz pole  $H_{ex}$  porównywalne do wartości otrzymanych dla zaworu spinowego SV. Natomiast wartości namagnesowania efektywnego  $4\pi M_{eff}$ wynoszą odpowiednio 8.6 oraz 10.8 kOe dla F oraz A. Tak więc są one wyraźnie mniejsze niż w przypadku zaworu bez polaryzatora. Powyższe efekty można interpretować w następujący sposób. W polu, w którym występuje rezonans warstw z anizotropią w płaszczyźnie polaryzator nie jest już nasycony. Jego namagnesowanie nie jest więc równoległe do przyłożonego pola w płaszczyźnie próbki i odchyla się w kierunku swojego łatwego kierunku namagnesowania. Pojawia się składowa prostopadła pola rozproszonego od polaryzatora. Prawdopodobnie warstwa swobodna F oraz warstwa analizatora a oddziałują słabo z polem dipolowym pochodzącym od polaryzatora, które dodaje się do pola od anizotropii prostopadłej. Obserwujemy to jako obniżenie wartości  $4\pi M_{eff}$ .

Również parametry opisujące tłumienie w warstwie swobodnej F oraz w analizatorze a mają inne wartości w przypadku podwójnego zaworu spinowego SVP, niż w przypadku zaworu spinowego SV. Parametr  $\alpha$  warstwy swobodnej F jest dwa razy mniejszy i wynosi 0.008, natomiast  $\Delta H_0$  wynosi 174 Oe. Zmniejszenie parametru  $\alpha$  jest korzystne z punktu widzenia zastosowania opisywanych układów, jako nanooscylatorów. Podczas precesji namagnesowania występuje efekt pompowania spinów, czyli emisji prądu spinowego z warstwy ferromagnetycznej do sąsiednich niemagnetycznych warstw [29]. Podczas precesji na skutek zjawiska pompowania spinów moment pędu warstwy swobodnej zmniejsza się, ponieważ prąd spinowy jest pochłaniany przez bufor w zaworze spinowym SV. Natomiast w podwójnym zaworze spinowym SVP prąd spinowy odbija się od prostopadle namagnesowanego polaryzatora i powraca do warstwy swobodnej, co prowadzi do zmniejszenia parametru  $\alpha$ . Parametr tłumienia  $\alpha$  analizatora podwójnego zaworu spinowego SVP wynosi 0.042 i jest znacząco większy niż w przypadku zaworu spinowego SV.

Podsumowując, scharakteryzowano strukturalnie i magnetycznie podwójne zawory spinowe, składające się z prostopadle namagnesowanego polaryzatora, warstwy swobodnej i analizatora "przyszpilonego" poprzez efekt "exchange-bias". Widma XRD mierzonych struktur pokazały, że występuje w nich tekstura (111), a wielkość ziaren zależy od grubości warstwy buforowej. Rezultaty pomiarów XRR potwierdziły, że w strukturach podwójnych zaworów spinowych grubości warstw odpowiadają grubością technologicznym. Ponadto określono szorstkość warstw na 0.2-0.7 nm. Wykonano szereg pomiarów magnetycznych podwójnych zaworów spinowych: VNA-FMR, VSM, MOKE, magnetoopór. Widma VNA-FMR zostały zmierzone w konfiguracji z polem magnetycznym w płaszczyźnie próbki w kierunku pola przyszpilającego  $H_{ex}$  analizatora. Z położenia pików określono parametry anizotropii poszczególnych podsystemów magnetycznych. Określono wielkość anizotropii prostopadłej polaryzatora, namagnesowanie efektywne warstwy swobodnej oraz analizatora oraz pole "exchange-bias"  $H_{ex}$  analizatora. Pomiary pętli histerezy metodami MOKE oraz VSM potwierdziły rezultaty pomiarów VNA-FMR.

Dla porównania, zmierzono również strukturę zwykłego zaworu spinowego bez prostopadłego polaryzatora. Zaobserwowano w pomiarach VSM oraz magnetooporu, że struktura z polaryzatorem ma zdecydowanie szerszą pętlę histerezy. Polaryzator ma również niewielki wpływ (mniej niż 10%) na namagnesowanie efektywne warstw F i A, co można tłumaczyć oddziaływaniem dipolowym pomiędzy polaryzatorem, a resztą struktury. Wartość parametru Gilberta, który opisuje tłumienie namagnesowania w warstwie swobodnej, jest mniejszy dla próbki z polaryzatorem.

# 6.3 Wpływ wygrzewania na podwójne zawory spinowe.

Aby wyindukować efekt "exchange-bias" w warstwie a podwójnych zaworów spinowych o stosunkowo skomplikowanej strukturze (rysunek 6.1) przeprowadzono serię wygrzewań w polu magnetycznym. Jednocześnie starano się, aby charakterystyki



Rysunek 6.14: Lewy wykres: Pętle histerezy podwójnego zaworu spinowego typu SVI nanoszonego bez pola magnetycznego. Pętle mierzono w kierunku pola magnetycznego przyłożonego podczas wygrzewania . Kolorami oznaczono kolejne pętle dla próbek wygrzewanych w 250°C przez 15, 30 i 60 minut. Kolorem czarnym oznaczono pętle dla próbki niewygrzewanej. Prawy wykres: Widma VNA-FMR podwójnego zaworu spinowego typu SVI mierzone w kierunku pola magnetycznego przyłożonego podczas wygrzewania.

magnetyczne pozostałych układów nie zmieniły się. Na rysunku 6.14 prawy wykres przedstawia szereg pętli histerezy VSM inwersyjnego zaworu SVI nanoszonego bez pola magnetycznego oraz po wygrzaniu w temperaturze 250°C (i schłodzeniu) w polu magnetycznym 1 kOe w różnych interwałach czasowych od 15-tu do 60ciu minut. Pomiary VSM wykonano w kierunku przyłożonego pola magnetycznego podczas wygrzewania i szybkiego schłodzenia w tym polu. Górny wykres przedstawia pętlę histerezy po naniesieniu w zerowym polu magnetycznym, a więc po procesie nanoszenia, który zapewniał minimalne sprzężenie typu "exchange-bias". Pętla ta jest niemal symetryczna względem zerowego pola ze stosunkowo małym polem  $H_{ex}$ , wynikającym prawdopodobnie z małego pola rozproszonego pochodzącego od magnetronów w komorze do rozpylania jonowego. Kolejne pętle, zmierzone po procesie wygrzewania w 250°C przez 15, 30 i 60 minut, wykazują już wyraźną asymetrię z polem  $H_{ex}$  wynoszącym około 140 Oe, które nieznacznie się zmienia wraz ze zwiększeniem czasu wygrzewania. Charakterystyczne jest to, że kształt pętli histerezy przedstawionych w lewym panelu rysunku6.14jest "rozmyty". Mimo to, można jednak wyróżnić w tych pętlach składowe związane z warstwą swobodną (symetryczna część pętli) i analizatorem (składowa asymetryczna).

Widmo VNA-FMR zaworu SVI po różnych stadiach wygrzewania w polu magnetycznym (lewy wykres na rysunku 6.14) ujawniło, oprócz pojawienia się efektu "exchange-bias", zwiększenie anizotropii prostopadłej (PMA) warstwy polaryzatora. Pik rezonansowy od polaryzatora wyraźnie przesuwa się od wartości 7.2 kOe do



Rysunek 6.15: Lewy wykres: Pętle histerezy zaworu spinowego typu SV nanoszonego z polem magnetycznym. Pętle mierzono w kierunku pola magnetycznego przyłożonego podczas wygrzewania . Kolorami oznaczono kolejne pętle dla próbek wygrzewanych w 250°C przez 15, 30 i 60 minut. Kolorem czarnym oznaczono pętle dla próbki niewygrzewanej. Prawy wykres: Widma VNA-FMR zaworu spinowego typu SV mierzone w kierunku pola magnetycznego przyłożonego podczas wygrzewania.

wartości 9.5 kOe. Prawdopodobnym mechanizmem, który prowadzi do zwiększenia PMA, jest wygładzenie interfejsów Co/Au, gdyż Co i Au nie mieszają się. Podobny efekt zaobserwowano w warstwach wielokrotnych Co/Au [68].

Rysunek 6.15 przedstawia wyniki pomiarów VSM (lewy panel) oraz VNA-FMR (prawy panel) próbki zaworu spinowego SV bez polaryzatora przed i po wygrzewaniu w takich samych warunkach, jak dla struktury SVI. Próbka była naniesiona w polu magnetycznym, więc efekt "exchange-bias" był już w niej zaindukowany, co potwierdza asymetryczny kształt górnej pętli histerezy. Kolejne pętle zmierzone po wygrzaniu przez 15, 30 i 60 minut praktycznie nie różnią się od pierwszej. Nie zwiększyło się przesunięcie pętli histerezy  $H_{ex} = 110$  Oe, a jedynie widać nieznaczne zmniejszenie pół koercji z 37 Oe do 18 Oe odpowiednio dla próbki w stanie "po naniesieniu" i próbki wygrzanej przez 60 minut. Również widma rezonansowe VNA-FMR (prawy wykres na rysunku 6.15) nie pokazują żadnych znaczących zmian. Widma rezonansowe nieomal nakładają się, a więc pola rezonansowe i szerokości linii nie zmieniają się w wyniku wygrzewania.

Rysunek 6.16 przedstawia wpływ wygrzewania na charakterystyki magnetyczne prostego podwójnego zaworu spinowego SVP. Pomimo, że próbka została przygotowana bez zewnętrznego pola magnetycznego, pętla histerezy przed wygrzewaniem nie jest w pełni symetryczna. Wpływ pól rozproszonych obecnych podczas nanoszenia niewątpliwie wpłynął na pojawienie się sprzężenia wymiennego pomiędzy warstwą Co a IrMn. Pętle mierzone po wygrzaniu znacznie się różnią. Pętla o optymal-



Rysunek 6.16: Lewy wykres: Pętle histerezy podwójnego zaworu spinowego typu SVP nanoszonego z polem magnetycznym. Pętle mierzono w kierunku pola magnetycznego przyłożonego podczas wygrzewania . Kolorami oznaczono kolejne pętle dla próbek wygrzewanych w 250°C przez 15, 30 i 60 minut. Kolorem czarnym oznaczono pętle dla próbki niewygrzewanej. Prawy wykres: Widma VNA-FMR podwójnego zaworu spinowego typu SVP mierzone w kierunku pola magnetycznego przyłożonego podczas wygrzewania.

nych charakterystykach typowych dla zaworu spinowego została uzyskana podczas wygrzewania przez 30 minut. Wyraźnie można w niej odróżnić pętle pochodzącą od warstwy swobodnej i analizatora, dla którego pętla jest przesunięta względem zerowego pola o około 50 Oe. Próbka wygrzewana przez 15 minut charakteryzuje się szeroką pętlą histerezy, w której już nie można odróżnić wkładów od warstw F i A. Cała pętla jest przesunięta jedynie o około 15 Oe. Wygrzewanie przez 60 minut spowodowało natomiast modyfikację pętli histerezy o mniejszym polu koercji i mniejszym polu  $H_{ex}$ . Efekt ten spowodowany jest, najprawdopodobniej, istotnym wpływem interdyfuzji warstwy swobodnej i analizatora.

Co ciekawe, wszystkie widma rezonansowe VNA-FMR próbek wygrzanych i chłodzonych w polu nie różnią się znacznie. Położenia linii rezonansowych i ich szerokości dla poszczególnych układów są bardzo zbliżone. Z przesunięcie pików analizatora można wyznaczyć pole  $H_{ex}$ , który również wynosi około 50 Oe, jak w przypadku pętli histerezy. Podobnie jak w przypadku podwójnego zaworu spinowego SVI, wygrzewanie zwiększyło anizotropię powierzchniową polaryzatora, co uwidacznia się w widmach VNA-FMR jako przesunięcie piku rezonansowego o 2 kOe w stronę większego pola.

## 6.4 Podsumowanie

W odróżnieniu od zwykłych zaworów spinowych typu SV, gdzie nie występuje oddziaływanie pomiędzy warstwami [87] dla odpowiednio grubej przekładki niemagnetycznej, w podwójnym zaworze spinowym z prostopadłym polaryzatorem zaobserwowano wpływ jego obecności na proces przemagnesowania oraz dynamikę namagnesowania. Obecność prostopadle namagnesowanego polaryzatora powoduje poszerzenie pętli histerezy mierzonych w płaszczyźnie i pochodzących od warstwy swobodnej oraz analizatora. Z pomiarów VNA-FMR wynika, że namagnesowania efektywne są zmniejszone w porównaniu do  $4\pi M_{eff}$  zaworu spinowego bez polaryzatora. Może to świadczyć o wpływie pola rozproszonego pochodzącego od polaryzatora, które ma znaczny wpływ na położenie linii rezonansowej warstw F i A. Wartości parametrów opisujących tłumienie precesji namagnesowania również bardzo zależą od obecności polaryzatora w zaworze spinowym. Parametr  $\alpha$  w przypadku warstwy swobodnej ma mniejszą wartość, a w przypadku analizatora większą w porównaniu do zwykłego zaworu spinowego.

Wykonano również serię wygrzewania (i schładzania) w polu magnetycznym w celu poprawy charakterystyk analizatora, tzn. wyindukowania bądź zwiększenia przesunięcia pętli histerezy. Gdy struktury nie były nanoszone w polu magnetycznym, wygrzewanie indukuje efekt "exchange-bias", a wartość przesunięcia pętli histerezy jest tego samego rzędu, co w próbkach nanoszonych w polu magnetycznym. Dla próbek nanoszonych w polu magnetycznym nie zaobserwowano wpływu wygrzewania na przesunięcie pętli histerezy. Dodatkowo zaobserwowano, że wygrzewanie podwójnych zaworów spinowych prowadzi do zwiększenia anizotropii prostopadłej [68].
## Rozdział 7

# Wpływ grubości bufora na intensywność sygnału VNA-FMR

Wyniki przedstawione w tym rozdziale zostały opublikowane w pracy K.

Interpretacja danych eksperymentalnych uzyskanych metodą VNA-FMR jest już dobrze ugruntowana (podrozdział 3.2). Jednakże dla warstw magnetycznych w kontakcie z warstwą przewodzącą interpretacja wyników może być bardziej skomplikowana. W odróżnieniu do standardowego eksperymentu FMR, gdzie we wnęce mikrofalowej próbka jest umieszczona w jednorodnym mikrofalowym polu magnetycznym z minimalnym polem elektrycznym, w doświadczeniu z użyciem falowodu CPW pole mikrofalowe jest asymetryczne w stosunku do warstwy, a badana próbka jest równocześnie poddana działaniu mikrofalowego pola magnetycznego i elektrycznego. Dodatkowo w warstwach przewodzących indukowane są prądy wirowe, które wpływają na jednorodność pola [89, 90]. Prądy wirowe, indukowane w przewodniku umieszczonym nad CPW, zwiększają czterokrotnie pole magnetyczne w pobliżu falowodu, co prowadzi do zwiększenia sygnału mierzonego metodą PIMM (pulse inductive microwave magnetometer) [91].

Bailleul [92], stosując symulacje komputerowe, wykazał że umieszczenie nad falowodem CPW przewodzącej płaszczyzny zmienia w istotny sposób propagację pól mikrofalowych. Wraz ze zmianą oporu warstwy przewodzącej, zmienia się rozkład pól mikrofalowych w wyniku ich ekranowania. Ekranowanie prowadzi do ważnych konsekwencji dla eksperymentów VNA-FMR wykorzystujących falowód CPW [92]. Obserwowano, na przykład, że wzbudzenie stojących fal spinowych zależy od kolejności warstw ferromagnetycznych w stosunku do CPW o różnym oporze [89]. Maksymov i Kostylev [93] zaobserwowali, że kolejność warstw Pt i YIG wpływa na intensywność mierzonego sygnału. w poniższym rozdziale zostanie przedstawiony wpływ przewodzącej warstwy buforowej na intensywność sygnału VNA-FMR ultracienkich warstw o grubości mniejszej od zasięgu wymiany [2], dla których obserwowany jest jedynie mod jednorodny.

Tabela 7.1: Skład warstw wielokrotnych zwierających polaryzator – P, warstwę swobodną – F oraz analizator – A. Podsystemy rozdzielone są warstwami Cu. Wszystkie grubości podane są w nm, liczby w indeksie dolnym oznaczają ilość powtórzeń. Próbki SA, SA1 i SA2 mają tą samą strukturę z wyjątkiem warstwy buforowej.

próbka	bufor	kolejność warstw w próbce		warstwa przykrywająca	
		Р	F	a	
SA	${ m Ti}4/{ m Au}40$	$\widehat{(\operatorname{Au} 1/\operatorname{\mathbf{Co}} 0.7)_4}$	Cu 4 $\widetilde{\text{NiFe } 3/\text{Co } 0.5}$	Cu 3 $\overline{\mathbf{Co} 3/\mathrm{IrMn} 15}$	Au 5
		Р	F	a	
SA 1	$({\rm Ti}2/{\rm Au}2)_5$	$(Au 1/Co 0.7)_4$	Cu 4 <b>NiFe</b> 3/ <b>Co</b> 0.5	Cu 3 $\overline{\text{Co } 3/\text{IrMn } 15}$	Au 5
		Р	$\mathbf{F}$	a	
SA $2$	$({\rm Ti}2/{\rm Au}2)_{10}$	$(Au 1/Co 0.7)_4$	Cu 4 <b>NiFe</b> 3/Co 0.5	Cu 3 $\overline{\mathbf{Co} 3/\mathrm{IrMn} 15}$	Au 5
		a	$\mathbf{F}$	Р	
SB	${ m Ti}4/{ m Au}40$	$\widetilde{\mathrm{IrMn}10/\mathbf{Co}3}$	Cu 3 $\overline{\mathbf{Co}  0.5 / \mathbf{NiFe}  3}$	Cu 4 $(Au 1/Co 0.7)_4$	Au 5
			$\mathbf{F}$	а	
$\mathbf{SC}$	${ m Ti}4/{ m Au}10$	-	Cu 3 $\overline{\text{Co } 0.5/\text{NiFe } 3}$	Cu 4 $\overline{\mathbf{Co} 3/\mathrm{IrMn} 10}$	Au 5
		а	F	Р	
SD	${ m Ti}4/{ m Au}10$	$\widetilde{\mathrm{IrMn}10/\mathbf{Co}3}$	Cu 3 Co 0.5/NiFe 3	Cu 4 $(Au 1/Co 0.7)_4$	Au 5
			F		
Ref-1	${\rm Ti}4/{\rm Au}$ klin (10-40)	-	Co 2.5	-	Au 5
Ref-2	Ti 4/Au klin(30-60)	-	<b>Co</b> 2.5	-	Au 5

Próbki podwójnych zaworów spinowych zawierały polaryzator  $[Au/Co] \times 4$  o łatwym kierunku namagnesowania prostopadłym do powierzchni, warstwę swobodną [NiFe/Co] złożoną z warstwy permalojowej sprzężonej z warstwą Co oraz analizator [Co/IrMn], czyli warstwę Co sprzężoną z warstwą antyferromagnetyka IrMn. Skład poszczególnych próbek został przedstawiony w tabeli 7.1. Warstwy zostały przygotowane przy pomocy magnetronowego rozpylania jonowego na naturalnie utlenionym podłożu Si. Ciśnienie bazowe przed procesem wynosiło mniej niż 1 × 10<sup>-8</sup> mbar, a ciśnienie Ar podczas procesu około 10<sup>-4</sup> mbar. Wszystkie struktury zostały przykryte warstwą Au o grubości 5 nm. Próbki mierzone metodą VNA-FMR miały jednakowy rozmiar 10×15 mm. Całkowita grubość struktur zawiera się w zakresie od 30-100 nm, więc jest dużo mniejsza od grubości naskórkowej dla częstotliwości mikrofalowych. Zostały przygotowane także dwie próbki referencyjne złożone z jednej warstwy ferromagnetycznej Co 2.5 nm naniesionej na klinowym buforze złotym o grubości zawartej w przedziale 10-40 nm oraz w przedziale 30-40 nm.

Struktura krystalograficzna naniesionych struktur została scharakteryzowana przy pomocy dyfrakcji oraz reflektometrii rentgenowskiej w geometrii Bragg-Brentano. Analiza dyfraktogramów wykazała, że bufory złote charakteryzują się teksturą (111), gdyż widoczne są tylko piki rezonansowe (111) oraz (222). Dla buforów o grubości Au 10 i 40 nm, szerokość piku wynosi odpowiednio 1.1 i 0.4°. Przy pomocy formuły Scherrera oszacowano wielkość ziaren na 9 oraz 25 nm odpowiednio dla 10 oraz 40 nm bufora Au. Szerokość pików dyfrakcyjnych dla warstw NiFe/Co oraz IrMn wynosi odpowiednio 0.7 i 1°. Korzystając z oprogramowania SimulRe-



Rysunek 7.1: Widmo XRR warstwy wielokrotnej SC, która składa się z analizatora oraz warstwy swobodnej na cienkim buforze Au (niższa wstawka). w symulacji (linia niebieska) wykorzystano parametry technologiczne i założono szorstkość warstw 0.5-0.7 nm. Górna wstawka przedstawia profil gęstości całej struktury.

flec wykonano symulację eksperymentalnych widm dyfrakcji XRR kilku wybranych warstw (rysunek 7.1). Grubości poszczególnych warstw odpowiadają założonym parametrom technologicznym. Szorstkość międzywierzchni (interfejsów) została oszacowana na około 0.5-0.7 nm.

Pomiary pętli histerezy, wykonane przy pomocy magnetometru z wibrującą próbką, potwierdziły, że próbka składa się z polaryzatora z prostopadłą anizotropią, warstwy swobodnej oraz analizatora z przesuniętą pętlą histerezy. Namagnesowanie efektywne, odpowiadające polu nasycenia w kierunku trudnym, polaryzatora wynosi około -3 kG, warstwy swobodnej około 8 kG, a analizatora 12 kG. Przesunięcie pętli histerezy  $H_{ex}$  analizatora wynosi około 200 Oe. Wszystkie magnetyczne podsystemy P, F oraz a posiadają w przybliżeniu taki sam moment magnetyczny.

Pomiary VNA-FMR zostały wykonane w konfiguracji w płaszczyźnie, to znaczy w polu magnetycznym przyłożonym w płaszczyźnie próbki. Próbki położono na falowodzie CPW warstwą do dołu, a więc bufor był zawsze warstwą najbardziej oddaloną od CPW. Pomiary wykonano przy częstotliwości 20 lub 30 GHz w trybie przemiatania pola magnetycznego. Pole zewnętrzne zmieniało się w zakresie +10 do -10 kOe. Absorpcję FMR obserwowano zarówno w polach dodatnich, jak i ujemnych, więc liczba pików jest podwojona tak, jak to pokazuje rysunek 7.2. Rysunek



Rysunek 7.2: a) Typowe widmo VNA-FMR próbki SA zawiera cześć rzeczywistą i urojoną parametru  $S_{21}$  (po korekcji fazy). b) Widmo VNA-FMR po odjęciu tła (czerwona przerywana linia). Widmo zostało zmierzone w zakresie pól od +10 kOe do -10 kOe, więc piki absorpcji rezonansowej są podwójne dla każdej warstwy. Pik centralny w okolicy zera pola magnetycznego związany jest z absorpcją podczas przemagnesowania próbki. Kolorem niebieskim oznaczono dopasowania krzywymi Lorentza poszczególnych pików.

7.2 przedstawia typową zależność części rzeczywistej Re  $S_{21}$  oraz urojonej Im  $S_{21}$  od zewnętrznego pola magnetycznego po korekcji fazy zespolonego parametru  $S_{21}$ . Dwie najważniejsze cechy zależności Im  $S_{21}$  od H to quasi-paraboliczne tło Im  $S_{21}^{0}$  oraz sześć charakterystycznych pików rezonansowych (trzy dla pola dodatniego oraz trzy dla pola ujemnego). Piki P<sup>+</sup>, F<sup>+</sup>, A<sup>+</sup> (albo P<sup>-</sup>, F<sup>-</sup>, A<sup>-</sup> dla pola ujemnego) są związane z absorpcją FMR odpowiednich niesprzężonych warstw: polaryzatora, warstwy swobodnej oraz analizatora. Pik centralny w okolicach zerowego pola magnetycznego związany jest z absorpcją mikrofalową wynikającą z przemagnesowania struktur F oraz a i nie będzie dalej dyskutowany.

Rysunek 7.2 wyraźnie pokazuje, że widma FMR badanych struktur mogą być przedstawione jako złożenie szeregu krzywych Lorentza. Niewielkie różnice w polu powierzchni oraz szerokości linii rezonansowej  $\Delta H$  (FWHM) dla pików P<sup>+</sup>, P<sup>-</sup>, F<sup>+</sup> oraz F<sup>-</sup> służą jako zgrubne oszacowanie niepewności pomiarowych w eksperymencie VNA-FMR. Natomiast, znaczące różnice pomiędzy liniami absorpcji A<sup>+</sup> oraz A<sup>-</sup> wynikają z anizotropii jednozwrotowej (rozdział 4) analizatora.

Pole powierzchni pod absorpcją FMR (określone jako intensywność absorpcji I) jest związane z urojoną składową podatności magnetycznej  $\chi'' \approx \chi_0 \operatorname{Im} \Delta S_{21}(H)$ opisane jest równaniem

$$I \propto \int \chi'' dH. \tag{7.1}$$

Intensywność absorpcji mikrofalowej I we wnęce rezonansowej jest proporcjonalna do całkowitego momentu magnetycznego [30]. Jednakże aby wykorzystać intensywność I do określenia momentu magnetycznego próbki we wnęce, należy zachować stale takie same warunki pomiarowe w układzie mikrofalowym: wnęka – detektor. Aby to osiągnąć należy kontrolować szereg parametrów, w szczególności sprzężenie wnęki mikrofalowej z falowodem oraz dobroć wnęki rezonansowej [22]. W przeciwieństwie do dyskusji zawartej w referencji [41], w naszych badaniach VNA-FMR stwierdzono, że intensywność absorpcji FMR ( $\propto \text{Im } \Delta S_{21}$ ) jest porównywalna w różnych pomiarach dla podobnych próbek o podobnych rozmiarach. Spełnienie zależności (7.1) w metodzie VNA-FMR, daje więc możliwość porównywania intensywności absorpcji FMR różnych próbek, co w efekcie pozwala na porównywanie momentów magnetycznych badanych warstw, pod warunkiem że mają one jednakową geometrię (np. naniesione są na jednakowe podłoże i jednakową warstwę buforową).

Wykonano pomiary VNA-FMR (podrozdział 3.2) trzech próbek SA, SA1 oraz SA2, które zawierają identyczne warstwy P, F oraz A, lecz różnią się zastosowanym buforem. Jak pokazano na rysunku 7.3, pola rezonansowe sygnałów absorpcji FMR od warstw P, F oraz a dla wszystkich trzech próbek mają te same wartości, co dowodzi, że warstwy te mają te same właściwości magnetyczne (te same wielkości namagnesowania efektywnego oraz to samo pole EB dla analizatora). Jednakże, amplituda sygnału pochodzącego od próbki SA, która ma najgrubszy bufor Au jest 6-7 razy większa niż amplituda sygnału od próbek SA1 oraz SA2. Zwiększenie sygnału jest jeszcze lepiej widoczne dla polaryzatora P z prostopadłą anizotropią (wstawka na rysunku 7.3). Pik rezonansowy od polaryzatora jest ledwie widoczny dla próbek SA1 oraz SA2, natomiast absorpcja FMR warstwy P w próbce SA jest znaczna i porównywalna z wielkością sygnału od warstw F i A. Jak pokazano w pracy [34], sygnał od warstwy P jest prawdopodobnie dodatkowo wzmocniony, dzięki



Rysunek 7.3: a) Porównanie absorpcji FMR trzech próbek (SA, SA1 oraz SA2) o tej samej konfiguracji w kontakcie z buforami o różnej strukturze (różnym oporze "kwadratowym"). b) porównanie sygnału EPR od "warstwy" DPPH naniesionej na krzem oraz na bufor Au.

lepszej teksturze oraz większym ziarnom polaryzatora, który był nanoszony na gruby bufor Au. Podsumowując, dobrze przewodząca warstwa buforowa zwiększa przy pomiarach VNA-FMR sygnał absorpcji mikrofalowej w strukturach z ultracienkimi warstwami magnetycznymi. Przy użyciu sondy czteropunktowej sprawdzony został również opór "kwadratowy" próbek SA, SA2 i SA1 i wynosił odpowiednio 0.5, 15 oraz 30  $\Omega$ . Tak więc zwiększenie sygnału spowodowanie jest najprawdopodobniej ekranowaniem pól magnetycznych i elektrycznych przez dobrze przewodzący bufor. Ostatnio pokazano [92], że zmiany w oporze "kwadratowym" warstwy w znaczny sposób wpływają na ekranowanie pól mikrofalowych magnetycznych i elektrycznych

Aby sprawdzić czy mikrofalowe pole magnetyczne jest rzeczywiście zwiększone, zmierzono DPPH (związek używany jako wzorzec w eksperymentach EPR) na falowodzie CPW. DPPH zostało rozpuszczone w nieprzewodzącym kleju i naniesione



Rysunek 7.4: a) Wykres 3D absorpcji FMR 2.5 nm warstwy Co naniesionej na bufor Ti(4)/Au(10-40) (czerwone linie) oraz Ti(4)/Au(30-60) (niebieskie linie). b) Zależność logarytmiczna intensywności FMR od odwrotności grubości buforu Au.

na czysty krzem oraz na krzem pokryty warstwą buforową Ti(4 nm)/Au(40 nm). Jak widać na rysunku 7.3 b), nie ma dużej zmiany intensywności sygnału w próbce przygotowanej na buforze złotym. Wstępne wytłumaczenie zakłada, że brak wzmocnienia wynika z dużej grubości (około 100  $\mu$ m) "warstwy" DPPH. Możliwe, że prądy indukowane w warstwie buforowej zwiększają sygnał tylko w swoim bliskim sąsiedztwie.

Aby sprawdzić zależność intensywności sygnału od grubości warstwy buforowej Au, wykonano pomiary pojedynczej ultracienkiej warstwy Co o grubości 2.5 nm naniesionej na klinowy bufor Au. Przygotowano dwie próbki: pierwsza o klinie o grubości od 10 do 40 nm oraz druga o grubości od 30 do 60 nm. Wykonując pomiary widma FMR przy stopniowym przesuwaniu badanych próbek wzdłuż klina na



Rysunek 7.5: Absorpcje FMR serii próbek warstw wielokrotnych SA-SD zawierających polaryzator P z prostopadłą anizotropią, warstwę swobodną F oraz analizator a sprzężony wymiennie z warstwą IrMn. Niebieskie linie oznaczają dopasowania do pików krzywą Lorentza. Pik centralny celowo usunięto.

linii CPW, można scharakteryzować zmiany sygnału FMR w zależności od lokalnej grubości warstwy buforowej. Wyniki takich lokalnych pomiarów zaprezentowane są na rysunku 7.4 a) w postaci trójwymiarowego wykresu. Wyraźnie widać, że amplituda poszczególnych przebiegów absorpcji FMR silnie rośnie wraz z rosnącą grubością złotej warstwy buforowej. Gdy grubość warstwy Au osiąga około 40–60 nm, efekt ten nasyca się. Na rysunku 7.4 b) wykreślono zależność intensywności I (jako pole powierzchni pod krzywą absorpcji, wzór (7.1)) od odwrotności grubości warstwy złota  $1/d_{Au}$ . Ponieważ zależność ta jest liniowa w skali pół-logarytmicznej, można ją opisać wyrażeniem

$$I = I_0 \exp\left(-\frac{d_0}{d_{Au}}\right) = I_0 \exp\left(-\frac{R_{\Box}}{R_{\Box}^0}\right),\tag{7.2}$$

gdzie  $d_0$  wynoszące 38 nm oraz  $I_0$  około 1.7 są parametrami dopasowania. Jeśli opór "kwadratowy" warstwy Au jest zdefiniowany jako  $R_{\Box} = \rho/d_{Au}$ , równanie (7.2) może być przedstawione również używając oporu "kwadratowego". Przyjmując, że oporność złota wynosi 3  $\mu\Omega$ cm,  $R_{\Box}$  warstwy buforowej Au zmienia się, odpowiednio, od 2 do 0.33  $\Omega$  dla grubości od 10 do 60 nm. Dopasowanie do danych eksperymentalnych wyrażeniem (7.2) daje  $R_{\Box}^0 \approx 0.8\Omega$ .

W celu dalszego potwierdzenia źródła wzmocnienia, na rysunku 7.5 przedstawiono pomiary FMR serii próbek SA-SD, które zawierają struktury P,F i A w różnych

Próbka	$m_P$ :	$m_F$ :	$m_A$
SA,SB,SD	1	0.8	1.07
	$I_P$ :	$I_F$ :	$I_A$
SA - struktura prosta	1	0.84	0.97
SB - struktura inwersyjna	1	0.86	0.58
SD - struktura inwersyjna	1	0.64	0.40

Tabela 7.2: Stosunek momentów magnetycznych i intensywności FMR warstw P, F i A w strukturach SA, SB oraz SD.

pozycjach względem warstwy buforowej Au. Próbka SC nie zawiera polaryzatora ze względów, które nie są istotne dla tej analizy. Porównując wyniki pomiarów VNA-FMR próbek SA oraz SB, które zostały naniesione na bufor Au o grubości 40 nm, z wynikami dla próbek SC i SD naniesionymi na 10 nm bufor Au, można zauważyć prawie dziesięciokrotny wzrost intensywności dla grubszego bufora. Widoczne jest również wyraźnie zwiększenie stosunku sygnału do szumu dla próbek naniesionych na grubszym buforze.

Jak pokazano w tabeli 7.1 warstwy wielokrotne SA-SD różnią się kolejnością warstw magnetycznych. Struktury SA oraz SB i SD, różniące się kolejnością poszczególnych warstw (P-F-A i A-F-P), są nazwane odpowiednio strukturami prostymi i inwersyjnymi. Przy założeniu, że mikrofalowe pole magnetyczne jest jednorodne wewnątrz próbki, zgodnie z równaniem (7.1), stosunek intensywności FMR  $I_P : I_F : I_A$ powinien taki sam jak stosunek ich momentów magnetycznych  $m_P : m_F : m_A$  (tabela 7.2). Jednakże tabela 7.2 pokazuje, że stosunek  $I_P : I_F : I_A$  wyraźnie zależy od kolejności warstw magnetycznych. Dla struktur inwersyjnych SB i SD, stosunki intensywności są zdecydowanie inne niż stosunek momentów magnetycznych  $m_P : m_F : m_A$ . Co więcej, intensywność absorpcji FMR jest znacznie obniżona dla warstwy a sprzężonej z warstwą IrMn, która jest w bezpośrednim kontakcie z warstwą buforową Au. Natomiast stosunki intensywności linii rezonansowych od struktury prostej SA nie różnią się znacząco od stosunków momentów magnetycznych.

Wytłumaczenie opisanych zjawisk można oprzeć na kluczowych rezultatach artykułu [4]. (i) w przeciwieństwie do pomiaru FMR we wnęce, przewodząca cienkowarstwowa próbka w pomiarze CPW-FMR jest poddana działaniu mikrofal asymetrycznie (fala pada na lewą powierzchnię) jak pokazano na rysunku 7.6. (ii) Dla konfiguracji, w których cienkowarstwowa próbka ma grubość mniejszą niż grubość naskórkowa, mikrofalowe pole magnetyczne ulega osłabieniu w inny sposób, aniżeli zazwyczaj się przyjmuje – tzn. eksponencjalnie wraz z grubością. (iii) w przewodzącej warstwie mikrofalowe pole magnetyczne jest bardzo niejednorodne.



Rysunek 7.6: Schemat pokazujący strukturę składającą się z ultracienkiej warstwy Co i klinowej warstwy buforowej Au. Mikrofale częściowo odbijają się, a częściowo przechodzą przez próbkę. 1, 2 i 3 oznaczają poszczególne obszary, różniące się przenikalnościami dielektrycznymi i magnetycznymi, w których propaguje się fala elektromagnetyczna.

Parametr rozpraszania  $S_{21}$  może zostać zapisany jako zespolony współczynnik odbicia Γ oraz zespolony parametr propagacji  $\gamma_0 \gamma_f$  [42]

$$\frac{S_{21}}{S_{21}^0} = \frac{\Gamma^2 - 1}{\Gamma^2 \exp(-\gamma_0 \gamma_f \delta) - \exp(\gamma_0 \gamma_f \delta)},\tag{7.3}$$

gdzie  $\gamma_0 = i\omega/v_{ph}$  jest zespolonym parametrem propagacji CPW bez próbki,  $\omega$  jest częstością kołową pola mikrofalowego,  $v_{ph}$  jest prędkością fazową mikrofal w CPW,  $\gamma_f$  jest zespolonym parametrem propagacji CPW z próbką,  $\delta$  jest szerokością próbki,  $S_{21}^0$  jest parametrem rozpraszania pustego CPW. Zachowując jedynie liniowe składniki rozwinięcia równania (7.3) oraz zakładając, że  $\Gamma \ll 1$  [89] otrzymuje się

$$\frac{S_{21}}{S_{21}^0} = \exp(-\gamma_0 \gamma_f \delta).$$
(7.4)

Parametr propagacji  $\gamma_f$  można opisać używając charakterystycznych impedancji  $\gamma_f = \sqrt{\frac{Z_0 - Z_r}{Z_0}} \approx 1 + \frac{Z_r}{2Z_0}$ , (równanie (13) w referencji [4]), gdzie  $Z_0$  jest charakterystyczną impedancją CPW bez próbki,  $Z_r$  jest impedancją powierzchniową próbki położonej na CPW. Zgodnie z [92] impedancję powierzchniową można wyrazić jako

$$Z_r = R_{\Box} \frac{\delta}{w} = \frac{\rho}{d} \frac{\delta}{w},\tag{7.5}$$

gdzie  $R_{\Box}$  jest oporem "kwadratowym", a w jest szerokością linii centralnej CPW. Ostatecznie parametr  $S_{21}$  mierzony podczas eksperymentu można wyrazić przez parametry geometryczne falowodu CPW i umieszczonej na nim próbki jako

$$\frac{S_{21}}{S_{21}^0} \approx \exp\left(-\frac{\frac{\gamma_0 \rho \delta^2}{2Z_0 w}}{d}\right) \approx \exp\left(-\frac{d_0}{d}\right).$$
(7.6)

Wyrażenie (7.6) ma tę samą formę co wzór (7.2) użyty do opisu danych eksperymentalnych przedstawionych na rysunku 7.4. Aby oszacować wartość  $d_0$ , przyjęto  $Z_0 = 25 - 50 \ \Omega$  (typowa wartość impedancji falowodu CPW),  $|\gamma_0| = \omega/v_{ph} = 7$ cm<sup>-1</sup>,  $\delta = 0.4$  cm,  $v_{ph} = 1.8 \times 10^{10}$  cm/s oraz  $\omega/2\pi = 20$  GHz. Oszacowana wartość  $d_0$  zawiera się w przedziale 8-15 nm przy założeniu, że oporność złota wynosi  $\rho = 3$  $\mu\Omega$ cm, czyli tyle ile w materiale litym. W rzeczywistości oporność cienkich warstw złota jest kilkukrotnie wyższa [94], więc wyznaczona wartość parametru  $d_0 = 38$  nm z uzyskanych danych eksperymentalnych (rysunek 7.4, równanie (7.2)) jest w przybliżeniu zgodna z powyższym modelem.

Posługując się istotnymi wynikami przedstawionymi w pracy [4], można jakościowo również wyjaśnić obserwacje doświadczalne związane ze znacznymi różnicami intensywności sygnału absorpcji mikrofalowej w zależności od sekwencji warstw A, F i P w badanych podwójnych zaworach spinowych (rysunek 7.5). Na rysunku 7.6 przedstawiono ultracienką warstwę Co 2.5 nm naniesioną na buforową warstwę klinową Au o grubości 10 < d < 50 nm, która służy jako sonda monitorująca wielkość dynamicznego pola mikrofalowego  $\tilde{h}$ . Ponieważ grubość warstwy Co jest mała w porównaniu z grubością warstwy buforowej Au, przyjęto że cała struktura ma oporność określoną dla warstwy złota. Poprzeczna fala elektromagnetyczna o liczbie falowej  $k_1$  i amplitudzie wynoszącej jeden "oświetla" prostopadle powierzchnię próbki, przechodząc z obszaru 1 z przenikalności  $\epsilon_1$  do obszaru 3 o takiej samej przenikalności [4]. Przenikalność  $\epsilon_2$  w obszarze 2 jest zespolona. Ponieważ na granicach pomiędzy obszarami 1, 2 i 3 warunki brzegowe zakładają ciągłość pola mikrofalowego  $\tilde{h}_x$  i  $\tilde{e}_z$ , otrzymuje się

$$\tilde{h}_{x1} = \exp(-ik_1y) + B_1 \exp(ik_1y),$$
(7.7)

$$\tilde{h}_{x2} = A_2 \exp(-ik_2 y) + B_2 \exp(ik_2 y), \tag{7.8}$$

$$\hat{h}_{x\,3} = A_3 \exp(-ik_1 y),\tag{7.9}$$

gdzie

$$B_1 = \frac{(r-1)(\exp(2ik_2d) - 1)}{D},$$
(7.10)

$$A_2 = \frac{2(1+\sqrt{r})\exp(2ik_2d)}{D},$$
(7.11)

$$B_2 = \frac{2(\sqrt{r} - 1)}{D},\tag{7.12}$$

$$A_3 = \frac{4\sqrt{r}\exp(ik_2d(1+\sqrt{r}))}{D},$$
(7.13)



Rysunek 7.7: Rozkład pola dynamicznego  $\tilde{h}$  wewnątrz struktur SA a), SB b) oraz SD c) z różnymi oporami "kwadratowymi"  $R_{\Box}$  poszczególnych warstw.

gdzie  $r = \epsilon_1/\epsilon_2$  i  $D = \exp(2ik_2d)(1 + \sqrt{r})^2 - (1 - \sqrt{r})^2$ . Ponieważ  $\epsilon_1 = 1$ , a  $\epsilon_2$  dla złota jest urojona i bardzo duża [89],  $|r| \ll 1$ , więc po przekształceniach algebraicznych i po uwzględnieniu tylko liniowych składników otrzymuje się proste wyrażenie wskazujące, że magnetyczne pole mikrofalowe zmienia się w warstwie przedstawionej schematycznie na rysunku 7.6 w sposób liniowy

$$\tilde{h}_{x\,2} \approx 2 \frac{d-y}{d},\tag{7.14}$$

gdzie czynnik 2 po prawej stronie równania wynika z faktu, że amplituda na powierzchni jest podwojona dzięki pozytywnej interferencji.

Aby rozszerzyć model niejednorodnego dynamicznego pola magnetycznego wewnątrz skomplikowanych struktur, zawierających warstwy P+F+A na buforze Au, porównano wzajemne intensywności pików rezonansowych przedstawionych na rysunku 7.5. W przeciwieństwie do pojedynczej warstwy Co na buforze Au, struktura ferromagnetyczna P+F+A jest znacznej grubości (rzędu  $\sim 20$  nm) i składa się z niesprzężonych wymiennie (warstwy separujące Cu mają 3-4 nm grubości) warstw Co i NiFe z różnymi efektywnymi wartościami anizotropii. Pozwala to na obserwacje dobrze rozdzielonych absorpcji FMR każdej warstwy. Dokładne wyznaczenie rozkładu pola elektromagnetycznego w takiej strukturze wymaga zestawu wielu warunków brzegowych [93] oraz zestawu odpowiednich parametrów materiałowych. Można jednak założyć, biorąc pod uwagę równanie (7.14), że pole h w warstwie wielokrotnej jest złożeniem liniowych przebiegów pola h w poszczególnych warstwach, a ich nachylenie skaluje się z oporem "kwadratowym" ( $\rho/d$ ) danej warstwy [89]. Im mniejszy  $R_{\Box}$ , tym większe nachylenie liniowej zależności pola h od głębokości wnikania w tą warstwę. Wartości  $R_{\Box}$  poszczególnych w całym stosie są bardzo różne –  $R_{\Box}$ jest zdecydowanie najwyższy dla warstwy IrMn [95] i najmniejszy dla buforu Au. Prawdopodobne rozkłady pola dynamicznego h (czarne linie) zostały pokazane na rysunku 7.7 a), b) oraz c), odpowiednio, dla struktur SA, SB oraz SD. Zgodnie z równaniem (7.14)  $\tilde{h}(0) = 2$  oraz  $\tilde{h}(d) = 0$ , co nie jest w ogólności prawdą dla bardzo cienkich warstw (zob. rysunek 6 w artykule [4]), więc mikrofale mogą częściowo przeniknąć przez strukturę jak to pokazano na rysunku 7.7 c). Przyjmując powyższe założenia, można przedstawić graficznie rozkład pola  $\tilde{h}$  w podwójnych zaworach spinowych. Najbardziej istotną informacją, którą przekazują wykresy zamieszczone na rysunku 7.7 jest ta, iż pole h zmniejsza się najbardziej w obrębie struktury P+F+A (tj. w próbce SD), natomiast w próbce SA jest ono najbardziej jednorodne. Widać również, że położenie warstwy antyferromagnetycznej IrMn odgrywa istotną rolę w rozkładzie pola  $\hat{h}$ , ponieważ oporność IrMn [95] jest mniej więcej 100 razy większa niż oporność Au [94]. Zgodnie z wykresami pokazanymi na rysunku 7.7, dynamiczne pole magnetyczne jest najbardziej jednorodne w próbce SA o prostej strukturze P+F+A, i dlatego stosunek intensywności sygnału FMR w tej próbce jest prawie taki sam jak stosunek momentów magnetycznych oszacowanych z geometrii warstw P, F i A.

Podsumowując, zaobserwowano złożone zachowanie intensywności sygnałów absorpcji mikrofalowej mierzonych przy pomocy VNA-FMR z falowodem koplanarnym CPW w wielowarstwowych strukturach magnetycznych w postaci podwójnych zaworów spinowych. Pokazano, że intensywność absorpcji FMR pojedynczej ultracienkiej warstwy Co zależy od grubości  $d_{Au}$  przewodzącej warstwy buforowej Au i wyjaśniono dlaczego tę zależność można opisać jako proporcjonalną do  $\exp(-d_0/d_{Au})$ . Pokazano również, że stosunki intensywności absorpcji FMR struktur złożonych z kilku niesprzężonych wymiennie ultracienkich warstw nie skalują się zgodnie z oczekiwanym stosunkiem ich momentów magnetycznych. Eksperymentalnie potwierdzono, że stosunki intensywności absorpcji FMR poszczególnych warstw P, F i A zależą od ich kolejności względem warstwy buforowej. Wyjaśniono, że efekty te wynikają z ekranowania mikrofal przez dobrze przewodzącą warstwę buforową. Ekranowanie prowadzi do niejednorodnego rozkładu mikrofalowego pola magnetycznego  $\tilde{h}$  w obrębie danej struktury magnetycznej. Ponieważ zademonstrowane wzmocnienie sygnałów rezonansowej absorpcji mikrofalowej uzyskano w wyniku użycia dobrze przewodzącej warstwy buforowej, możliwe jest wykorzystanie tego efektu do zwiększenia stosunku sygnału do szumu w różnych urządzeniach spintronicznych, badanych przy pomocy VNA-FMR z użyciem falowodu koplanarnego.

## Rozdział 8

### Antyrezonans ferromagnetyczny

### 8.1 Wprowadzenie

Absorpcja i propagacja fal elektromagnetycznych (np. mikrofal) w ferromagnetyku metalicznym jest w decydujący sposób określona przez (prawie) swobodne elektrony. W szczególności, znaczne przewodnictwo elektryczne metali wywołuje efekt naskórkowy, polegający na tym, że absorpcja mikrofal ma miejsce w obrębie warstwy powierzchniowej o grubości

$$\delta = \frac{c}{\sqrt{2\pi\sigma\omega\mu(\omega)}},\tag{8.1}$$

zwanej grubością naskórkową, gdzie c jest prędkością światła,  $\sigma$  przewodnictwem elektrycznym,  $\mu(\omega)$  zależną od częstotliwości przenikalnością magnetyczną. W normalnych metalach przy częstotliwości rzędu 70 GHz głębokość wnikania jest rzędu 0.6  $\mu$ m. W metalach ferromagnetycznych przenikalnośc magnetyczna  $\mu(\omega) = \mu' + i\mu''$  jest wielkością zespoloną o specyficznej zależności dyspersyjnej:  $\mu$  osiąga maksymalną wartość w warunkach rezonansu ferromagnetycznego [96]. Zgodnie z relacją (8.1), przy braku tłumienia, grubość ta może być nieskończenie mała. Efekt ten występuje, gdy mianownik w równaniu (2.22) znika i spełniona jest relacja (2.23):

$$\left(\frac{\omega_{FMR}}{\gamma}\right)^2 = \left(H_0 + H_a\right)\left(H_0 + H_a + 4\pi M_s\right),\tag{8.2}$$

gdzie  $M_s$  jest namagnesowaniem,  $H_a$  – polem anizotropii, a  $H_0$  jest polem zewnętrznym przyłożonym w płaszczyźnie próbki.

Relacja (8.1) przewiduje dla  $\mu(\omega) = 0$  efekt przeciwny do występującego w rezonansie ferromagnetycznym – anomalnie wysoką transmisję promieniowania mikrofalowego. Jak pokazano we wzorze (2.22), przy zaniedbaniu tłumienia,  $\mu(\omega)$  może przyjmować dla metalu ferromagnetycznego wartość zerową przy spełnieniu relacji (2.24):

$$\frac{\omega_{FMAR}}{\gamma} = H_0 + H_a + 4\pi M_s. \tag{8.3}$$



Rysunek 8.1: Obliczona grubość naskórkowa dla żelaza przy częstotliwości 70 GHz w zależności od pola magnetycznego [97].

Zjawisko anomalnego zwiększenia głębokości naskórkowej w metalicznym ferromagnetyku (selektywnej "przeźroczystości" mikrofal przy częstotliwości  $\omega = \omega_{FMAR}$ ) nazywamy antyrezonansem ferromagnetycznym (FMAR). Jak to pokazuje rysunek 8.1, głębokość wnikania  $\delta$  fali elektromagnetycznej do materiału ferromagnetycznego może się zmieniać o kilka rzędów wielkości. Przykładowo dla żelaza głębokość wnikania w polu odległym od pól rezonansowych FMR i FMAR  $\delta_0 = (2\rho/\mu_0\omega)^{1/2}$  (gdzie  $\rho$  jest opornością metalu,  $\mu = 1$  poza FMR i FMAR) dla 70 GHz wynosi 0.592  $\mu$ m. Gdy natomiast uwzględnimy wpływ rezonansu i antyrezonansu ferromagnetycznego,  $\delta$  zmienia się w zakresie od około 10  $\mu$ m dla FMAR do około 0.03  $\mu$ m dla FMR [97].

Relacje (8.2) i (8.3) wskazują na znaczną różnicę w wartościach zewnętrznego pola magnetycznego  $H_0$ , przy którym obserwuje się FMR i FMAR i z tego względu podano je w rozdziale 8 powtórnie (porównaj (2.23) i (2.24)), aby uwypuklić ich znaczenie w dalszej dyskusji.

Antyrezonans ferromagnetyczny zaobserwowany był już w 1949 przez Yagera [98], który zauważył że jednoczesny pomiar FMR i FMAR umożliwia dokładne wyznaczenie czynnika *g* oraz namagnesowania w próbkach metali ferromagnetycznych. Bardziej szczegółowe pomiary FMR i (jednocześnie FMAR) wykonał Bloembergen [99] oraz Heinrich i Meshcheryakov [100, 101]. Bloembergen używał wnęki rezonansowej, której ścianę końcowa stanowiła próbka. Obserwował moc mikrofal odbitych od wnęki. Pomiary wykonał w częstotliwości 9.03 GHz oraz 24.4 GHz w konfiguracji z polem magnetycznym w płaszczyźnie. Dla wyższej częstotliwości obserwował jak zachowuje się rezonans i antyrezonans w zależności od temperatury. Dzięki tym pomiarom można było wyznaczyć temperaturową zależność namagnesowania dla supermaloju.

Heinrich i Meshcheryakov [100, 101] obserwowali FMAR wykorzystując efekt zwiększenia grubości naskórkowej dla permalojowej folii o grubości od 16  $\mu$ m do 54  $\mu$ m) i obserwowali transmisje pomiędzy falowodami. Gdy spełniony był warunek antyrezonansu, warstwa permaloju stawała się przezroczysta dla mikrofal wskutek zwiększenia grubości naskórkowej. W efekcie zaobserwowali oni transmisję mikrofal – sygnał FMAR. Stwierdzili, że zgodnie z przewidywaniami teoretycznymi szerokość linii FMAR wzrasta wraz ze zmniejszaniem grubości próbki. Szczegółowy opis teoretyczny zjawisk związanych z propagacją fal elektromagnetycznych w ferromagnetykach niemetalicznych i metalicznych można znaleźć w pracy przeglądowej Kaganova [96]

# 8.2 Wyniki pomiarów antyrezonansu ferromagnetycznego w taśmach amorficznych

Omówione pomiary FMAR (lub jednocześnie FMAR i FMR) wykonywano w skomplikowanych systemach eksperymentalnych, w warunkach transmisji mikrofal [100, 101] lub we wnękach mikrofalowych, badając zmiany odbicia promieniowania mikrofalowego [98,99]. W przypadku równoczesnych badań FMR i FMAR, pomiary te wymagały użycia wnęk rezonansowych o rozmiarach dostosowanych dla odpowiednio wysokich częstotliwości rezonansowych. Dlatego większość eksperymentów tego typu ograniczała się do pojedynczych, wybranych częstotliwości (np. 24.05 GHz [98] lub 36.06 GHz [100]). Nasze podejście eksperymentalne do zbadania FMAR i FMR jest zdecydowanie inne. Wykorzystuje ono możliwości pomiarowe szerokopasmowego wektorowego analizatora widma (VNA) w zakresie częstotliwości 10 MHz do 40 GHZ oraz jego niezwykle szerokiego zakresu dynamicznej czułości w zakresie 110 dB. Dzięki temu, w odróżnieniu od poprzednich pomiarów, można wykonywać badania FMAR i FMR w znacznym zakresie częstotliwości i jednocześnie w znacznym zakresie wartości zewnętrznego pola H. Pozwala to na wykreślenie obu zależności dyspersyjnych dla FMAR (8.3) oraz FMR (8.2). W rezultacie uzyskujemy możliwość wyznaczenia w pojedynczym eksperymencie czynnika q i namagnesowania  $M_s$  z dużą dokładnością tak, jak to przewidział Yager [98].

W naszych eksperymentach używano standardowego falowodu koplanarnego z próbką w postaci taśmy amorficznej o grubości rzędu 10–30  $\mu$ m umieszczoną na jego powierzchni. W pomiarze VNA-FMR mierzony jest parametr  $S_{21}$  (podrozdział 3.2),



Rysunek 8.2: Przykładowy widmo VNA-FMR taśmy amorficznej Metglas 2826MB w 32.5 GHz.

który opisuje transmisje przez badany układ. Ilość energii, która ulega transmisji przez układ zależy od dopasowania układu badanego do charakterystycznej impedancji falowodu koncentrycznego, najczęściej 50  $\Omega$ . Jeżeli badany układ ma impedancje większą lub mniejszą od 50  $\Omega$  część fali elektromagnetycznej odbija się i wraca do portu, z którego została wyemitowana. W przypadku, gdy impedancja układu wynosi zero, bądź nieskończoność, występuje całkowite odbicie i żadna energia nie przechodzi przez układ. Głębokość wnikania fali elektromagnetycznej zmienia się podczas przemiatania polem magnetycznym w zakresie, w którym występuje FMR oraz FMAR. Wraz ze zmianą głębokości wnikania zmienia się grubość warstwy naskórkowej w taśmie amorficznej przy zastosowanej częstotliwości. W wyniku tego zmienia się impedancja w części falowodu, na której leży próbka. Zmiany impedancji prowadzą do zwiększenia, bądź zmniejszenia odbicia, a więc również zmiany mierzonego parametru  $S_{21}$  (rysunek 8.2).

Pomiary absorpcji zostały wykonane w szerokim zakresie częstotliwości. Próbką był fragment taśmy amorficznej Metglas (R) 2826MB o grubości 15  $\mu$ m. Skład taśmy podany przez producenta to: żelazo 40%, nikiel 38%, molibden 4% oraz bor 18%. Pomiar został wykonany w trybie stałej częstotliwości z przemiataniem polem magnetycznym.

Rysunek 8.2 przedstawia przykładowy wynik pomiaru absorpcji mikrofalowej VNA-FMR dla taśmy amorficznej w konfiguracji z polem magnetycznym w płaszczyźnie próbki. W polu 7.6 kOe widać wyraźny pik absorpcji FMR, natomiast w



Rysunek 8.3: Zależność częstotliwości rezonansu (FMR) i antyrezonansu (FMAR) ferromagnetycznego od pola magnetycznego próbki Metglas 2826MB.

polu 3 kOe obserwuje się minimum absorpcji związane z efektem FMAR. Szerokość linii FMR jest zdecydowanie mniejsza od szerokości linii FMAR. Rezultat pomiarów absorpcji VNA-FMR przedstawiony na rysunku 8.2 jest podobny do rezultatu uzyskanego przez Yagera [98] oraz Bloembergena [99] metodą odbiciową. Oba sygnały FMR oraz FMAR są wyraźne widoczne. Zupełnie inaczej wygląda widmo uzyskane w metodzie transmisyjnej wykorzystywane przez Heinricha i Meshcheryakova [101], gdzie obserwowany jest jedynie pik FMAR.

Zależność częstotliwości FMR oraz FMAR od zewnętrznego pola magnetycznego zebrano na wykresie zaprezentowanym na rysunku 8.3 (kółka oznaczają FMAR, a kwadraty FMR). Liniami ciągłymi oznaczono dopasowanie zgodnie z równaniami (2.23) oraz (2.24). Materiał amorficzny powinien charakteryzować się izotropowymi własnościami, więc we wzorach (2.23) oraz (2.24) pominięto pole anizotropii. Korzystając z oprogramowania Mathematica uzyskano bardzo dobre dopasowania do wyników doświadczalnych z parametrami zestawionymi w tabeli 8.1. Parametrami dopasowania było namagnesowanie M oraz czynnik g. Należy zwrócić uwagę na

Tabela 8.1: Wartość namagnesowania M oraz czynnika g uzyskanez dopasowania zależności częstotliwości FMR (8.2) oraz FMAR (8.3) od zewnętrznego pola magnetycznego dla próbki Metglas  $\Re$  2826MB.

	Wartość	Błąd standardowy
g	2.126	0.003
$M \; [\mathrm{emu}/\mathrm{cm}^3]$	627	2



Rysunek 8.4: Zależność częstotliwości rezonansu i antyrezonansu ferromagnetycznego od pola magnetycznego dla próbki Fe53.5Cu1Nb3Si13.5B9Ni20.

bardzo mały błąd dopasowania czynnika g (tabela 8.1) z dokładnością do czwartej cyfry znaczącej. Określając położenie piku FMAR oraz FMR można wyznaczyć namagnesowanie z dokładnością około 1%.

Rysunek 8.4 przedstawia wyniki dopasowania dla innej taśmy amorficznej Fe53.5Cu1Nb3Si13.5B9Ni20, która charakteryzuje się małym czynnikiem tłumienia  $\alpha$  i w przyszłości ma posłużyć do wytworzenia odpowiednich nanostruktur magnonicznych. Również i w tym przypadku uzyskano bardzo dobrą dokładność dopasowania (tabela 8.2) z błędem poniżej 1%.

Pomiary wykonano również na foli niklowej o grubości 12.7  $\mu$ m. Linie rezonansowe FMR oraz FMAR są znacznie szersze, aniżeli w przypadku taśm amorficznych. Utrudnia to dokładne wyznaczenie pól FMAR i FMR. Jest to spowodowane znacznie większym tłumieniem precesji namagnesowania, niż dla taśm amorficznych. Niemniej jednak, wyznaczono z dopasowań wartość namagnesowania, która wynosi 513 $\pm$ 12 emu/cm<sup>3</sup> oraz parametr *g*, który wynosi 2.21 $\pm$ 0.02. Uzyskana wartość

Tabela 8.2: Parametry dopasowania zależności częstotliwości FMR (8.2) oraz FMAR (8.3) od zewnętrznego pola magnetycznego dla próbki Fe53.5Cu1Nb3Si13.5B9Ni20.

	Wartość	Błąd standardowy
g	2.08	0.002
$M \ [emu/cm^3]$	788	2

czynnika g leży w granicach błędu w zakresie wartości znanych w literaturze, natomiast wartość namagnesowania powinna wynosić 485 emu/cm<sup>3</sup> [102]. Różnica może wynikać z prostoty przyjętego modelu, który zaniedbuje anizotropowe przyczynki energetyczne.

Efektu FMAR nie obserwuje się w cienkich warstwach magnetycznych o grubości rzędu nm, a więc znacznie poniżej grubości naskórkowej. Zgodnie z teorią FMAR [96], efekty związane z anomalnym wzrostem grubości naskórkowej są zaniedbywalne w tym zakresie grubości.

#### Rozdział 9

#### Podsumowanie

W niniejszej pracy doktorskiej przedstawiono rezultaty badań dynamiki namagnesowania w warstwowych strukturach magnetycznych. Pokazano, że VNA-FMR ze standardowym falowodem koplanarnym (dodatek A) nadaje się do pomiarów zarówno grubych warstw (taśmy amorficzne o grubości rzędu mikrometrów), jak i ultracienkich warstw o grubości w zakresie pojedynczych nanometrów. Zjawiska obserwowane w tych dwóch skrajnych zakresach grubości są różne. W taśmie amorficznej występuje, oprócz rezonansu ferromagnetycznego, antyrezonans ferromagnetyczny. w cienkich warstwach natomiast obserwowane są zjawiska związane z powierzchnią, takie jak anizotropia powierzchniowa lub anizotropia jednozwrotowa związana z efektem "exchange-bias".

Pomimo wielu lat badań, układy z anizotropią jednozwrotową cieszą się ciągle dużym zainteresowaniem ze względu na ich potencjalne zastosowania (np. w zaworach spinowych) jak i niepełne zrozumienie zjawisk występujących na interfejsie FM/AFM. Na przykładzie trzech systemów typu FM/AFM (Co/IrMn, NiFe/NiMn oraz warstwy wielokrotnej Co<sub>2</sub>FeSi/IrMn) przedstawiono dynamikę namagnesowania w polikrystalicznych układach z anizotropią jednozwrotową i rotacyjną. Pokazano, że kątowe szerokopasmowe pomiary VNA-FMR pozwalają na dokładne wyznaczenie wartości parametru anizotropii rotacyjnej bez użycia próbki referencyjnej. Przedstawiono również rezultaty pomiarów VNA-FMR w trybie z przemiataniem częstotliwości w zakresie pól poniżej pola koercji.

Układy z anizotropią prostopadłą są szeroko stosowane w technologii pamięci magnetycznych, np. jako materiały, z których wykonuje się dyski twarde, bądź elementy urządzeń spintronicznych. Pomiary VNA-FMR pozwalają określić wartość anizotropii prostopadłej oraz tłumienie namagnesowania, które są szczególnie ważnymi parametrami opisującymi własności magnetyczne układów z anizotropią prostopadłą. Wartości tych parametrów mają np. bezpośredni wpływ na wartość prądu krytycznego potrzebnego do przełączenia jednostki pamięci MRAM. W pracy doktorskiej określono wpływ warstw buforowych na anizotropię układów Co/Au i tłumienie precesji namagnesowania w układach MgO/CoFeB.

Podwójne zawory spinowe z prostopadle namagnesowanym polaryzatorem można wykorzystać jako nanooscylatory, które mogą generować sygnał mikrofalowy bez udziału zewnętrznego pola magnetycznego. Na bazie rezultatów poprzednich rozdziałów opisano dynamikę namagnesowania w podwójnych zaworach spinowych składających się z prostopadle namagnesowanego polaryzatora, warstwy swobodnej o miękkich właściwościach magnetycznych i analizatora o namagnesowaniu "przyszpilonym" dzięki efektowi "exchange-bias". Na podstawie pomiarów VNA-FMR oraz VSM pokazano, że polaryzator słabo oddziałuje dipolowo na warstwę swobodną i analizator. Pomimo tego słabego oddziaływania rezonansowe dane eksperymentalne można opisać zakładając niezależne wzbudzenia FMR poszczególnych podukładów. Słabe oddziaływanie manifestuje się jedynie jako niewielkie odchylenia wyznaczonych parametrów anizotropii i tłumienia.

Zaobserwowano, że wraz ze wzrostem przewodnictwa elektrycznego warstwy buforowej wzrasta intensywność sygnału VNA-FMR. Badania tego efektu przeprowadzono używając podwójnych zaworów spinowych z różnymi warstwami buforowymi, jak i również pojedynczej warstwy Co z buforem w postaci klina. Efekt wzmocnienia wyjaśniono ekranowaniem pola mikrofalowego przez dobrze przewodzące warstwy buforowe. Gdy opór warstwy buforowej jest mały, może się w niej indukować prąd prowadzący do koncentracji pól mikrofalowych w przestrzeni pomiędzy buforem a falowodem koplanarnym.

Przeprowadzono pierwsze szerokopasmowe pomiary antyrezonansu ferromagnetycznego. Efekt ten występuje jedynie w warstwach, których grubość jest porównywalna do głębokości wnikania fali elektromagnetycznej do warstwy metalicznej. Pomiary VNA-FMR antyrezonansu ferromagnetycznego wykonano na taśmach amorficznych, które charakteryzują się małym tłumieniem precesji namagnesowania. Wykazano, że szerokopasmowe pomiary antyrezonansu ferromagnetycznego można wykonać standardową metodą VNA-FMR, a uzyskane wartości namagnesowania i czynnika q obarczone są bardzo małym błędem.

Najważniejsze osiągnięcia pracy doktorskiej to:

- wyznaczenie anizotropii rotacyjnej w układach warstwowych z "exchangebias" oraz dyskusja źródeł tej anizotropii,
- wykazanie wpływu prostopadłego polaryzatora na dynamikę namagnesowania i proces przemagnesowania warstwy swobodnej w podwójnych zaworach spinowych,
- zaobserwowanie i wyjaśnienie zależności intensywności sygnału w ultracienkich warstwach magnetycznych od oporu warstwy buforowej,
- pierwsze pomiary wykonane przy pomocy VNA-FMR antyrezonansu ferromagnetycznego.

## Bibliografia

- B. HEINRICH, Radio Frequency Techniques, w Ultrathin Magnetic Structures II, pod redakcją B. HEINRICH oraz J. BLAND, str. 195–296, Springer Berlin Heidelberg, 2005.
- [2] B. HEINRICH, Spin Relaxation in Magnetic Metallic Layers and Multilayers, w Ultrathin Magnetic Structures III, pod redakcją J. BLAND oraz B. HEINRICH, str. 143–210, Springer Berlin Heidelberg, 2005.
- [3] M. FARLE, Reports on Progress in Physics 61, 755 (1998).
- [4] M. KOSTYLEV, Journal of Applied Physics **106**, 043903 (2009).
- [5] L. WOJTCZAK, Cienkie warstwy magnetyczne, Wydawnictwo Uniwersytetu Łódzkiego, 2009.
- [6] E. C. STONER ORAZ E. P. WOHLFARTH, Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences 240, 599 (1948).
- [7] A. AHARONI, Introduction to the Theory of Ferromagnetism, International Series of Monographs on Physics, Clarendon Press, 2000.
- [8] E. TSYMBAL Oraz I. ZUTIC, Handbook of Spin Transport and Magnetism, Taylor & Francis, 2011.
- [9] C. KITTEL, Wstęp do fizyki ciała stałego, Wydawn. Naukowe PWN, 1999.
- [10] J. BLAND ORAZ B. HEINRICH, Ultrathin Magnetic Structures IV: Applications of Nanomagnetism, Ultrathin Magnetic Structures, Springer, 2005.
- J. STÖHR oraz H. SIEGMANN, Magnetism: from fundamentals to nanoscale dynamics, Springer series in solid-state sciences, Springer, 2006.
- [12] L. NÉEL, J. Phys. Radium 15, 225 (1954).
- [13] C. CHAPPERT, K. L. DANG, P. BEAUVILLAIN, H. HURDEQUINT, oraz D. RENARD, Phys. Rev. B 34, 3192 (1986).

- [14] F. RADU oraz H. ZABEL, Exchange Bias Effect of Ferro-/Antiferromagnetic Heterostructures, w Magnetic Heterostructures, pod redakcją H. ZABEL oraz S. BADER, volume 227 of Springer Tracts in Modern Physics, str. 97–184, Springer Berlin Heidelberg, 2008.
- [15] J. NOGUÉS ORAZ I. K. SCHULLER, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 192, 203 (1999).
- [16] W. H. MEIKLEJOHN ORAZ C. P. BEAN, *Phys. Rev.* **105**, 904 (1957).
- [17] A. P. MALOZEMOFF, *Phys. Rev. B* **35**, 3679 (1987).
- [18] D. MAURI, H. C. SIEGMANN, P. S. BAGUS, oraz E. KAY, Journal of Applied Physics 62, 3047 (1987).
- [19] A. BERKOWITZ ORAZ K. TAKANO, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 200, 552 (1999).
- [20] L. D. LANDAU ORAZ L. M. LIFSHITZ, Physik. Zeits. Sowjetunion 8, 153 (1935).
- [21] J. R. DUTCHER, Light scattering and microwave resonance studies of spin waves in metallic films and multilayers, w *Linear and Nonlinear Spin Waves in Magnetic Films and Superlattices*, pod redakcją M. COTTAM, chapter 6, str. 287–333, World Scientific, 1994.
- [22] Z. CELINSKI, K. URQUHART, ORAZ B. HEINRICH, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 166, 6 (1997).
- [23] C. VITTORIA, Magnetics, Dielectrics, and Wave Propagation with MATLAB® Codes, Taylor & Francis, 2011.
- [24] J. SMIT oraz H. BELJERS, *Phil. Res. Rep.* **10**, 113 (1955).
- [25] C. BILZER, Microwave susceptibility of thin ferromagnetic films: metrology and insight into magnetization dynamics, PhD thesis, Universite Paris-Sud 11, 2007.
- [26] L. BASELGIA, M. WARDEN, F. WALDNER, S. L. HUTTON, J. E. DRUMHELLER, Y. Q. HE, P. E. WIGEN, oraz M. MARYŠKO, *Phys. Rev. B* 38, 2237 (1988).
- [27] M. MARYŠKO, L. BASELGIA, M. WARDEN, F. WALDNER, S. HUTTON, J. DRUM-HELLER, Y. HE, oraz P. WIGEN, Journal de Physique Colloques 49, C8 (1988).
- [28] C. VITTORIA, Microwave Properties of Magnetic Films, World Scientific, 1993.
- [29] Y. TSERKOVNYAK, A. BRATAAS, Oraz G. E. W. BAUER, Phys. Rev. Lett. 88, 117601 (2002).
- [30] A. GUREVICH oraz G. MELKOV, Magnetization Oscillations and Waves, Taylor & Francis, 1996.

- [31] P. GRÜNBERG, M. BRODSKY, oraz H. SOWERS, Phys. Rev. Lett. 57, 2442 (1986).
- [32] M. N. BAIBICH, J. M. BROTO, A. FERT, F. N. VAN DAU, F. PETROFF, P. ETIEN-NE, G. CREUZET, A. FRIEDERICH, oraz J. CHAZELAS, *Phys. Rev. Lett.* **61**, 2472 (1988).
- [33] N. MOTT, Advances in Physics 13, 325 (1964).
- [34] M. MATCZAK, B. SZYMAŃSKI, M. URBANIAK, M. NOWICKI, H. GŁOWIŃSKI, P. KUŚWIK, M. SCHMIDT, J. ALEKSIEJEW, J. DUBOWIK, oraz F. STOBIECKI, *Journal of Applied Physics* 114, (2013).
- [35] B. DIENY, V. S. SPERIOSU, S. S. P. PARKIN, B. A. GURNEY, D. R. WILHOIT, oraz D. MAURI, *Phys. Rev. B* 43, 1297 (1991).
- [36] J. GRIFFITHS, *Nature* **158**, 670 (1946).
- [37] C. WEN, Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on 17, 1087 (1969).
- [38] L. CHEN, C. ONG, C. NEO, V. VARADAN, Oraz V. VARADAN, Microwave Electronics: Measurement and Materials Characterization, Wiley, 2004.
- [39] C.-K. LO, Instrumentation for Ferromagnetic Resonance Spectrometer, w Ferromagnetic Resonance – Theory and Applications, InTech, 2013.
- [40] R. SIMONS, Coplanar Waveguide Circuits, Components, and Systems, Wiley Series in Microwave and Optical Engineering, Wiley, 2004.
- [41] I. HARWARD, T. O'KEEVAN, A. HUTCHISON, V. ZAGORODNII, oraz Z. CELINSKI, *Review of Scientific Instruments* 82, 095115 (2011).
- [42] C. BILZER, T. DEVOLDER, P. CROZAT, C. CHAPPERT, S. CARDOSO, oraz P. P. FREITAS, Journal of Applied Physics 101, 074505 (2007).
- [43] H. T. NEMBACH, T. J. SILVA, J. M. SHAW, M. L. SCHNEIDER, M. J. CAREY, S. MAAT, oraz J. R. CHILDRESS, *Phys. Rev. B* 84, 054424 (2011).
- [44] Y. DING, T. J. KLEMMER, Oraz T. M. CRAWFORD, Journal of Applied Physics 96, 2969 (2004).
- [45] J. WECKER, G. BAYREUTHER, G. ROSS, oraz R. GRÖSSINGER, Magnetic Properties, w Springer Handbook of Materials Measurement Methods, pod redakcją H. CZICHOS, T. SAITO, oraz L. SMITH, str. 485–529, Springer Berlin Heidelberg, 2006.
- [46] H. KIESSIG, Ann. Phys. 5, 715 (1931).

- [47] U. PIETSCH, V. HOLÝ, oraz T. BAUMBACH, Determination of Layer Thicknesses of Single Layers and Multilayers, w *High-Resolution X-Ray Scattering*, Advanced Texts in Physics, str. 143–178, Springer New York, 2004.
- [48] F. OTT, SimulReflec 2011, http://www-llb.cea.fr/prism/programs/programs. html.
- [49] Magnetic Coupling and Magnetoresistance, w Ultrathin Magnetic Structures II, pod redakcją B. HEINRICH oraz J. BLAND, str. 45–194, Springer Berlin Heidelberg, 2005.
- [50] R. D. MCMICHAEL, M. D. STILES, P. J. CHEN, oraz W. F. EGELHOFF, *Phys. Rev. B* 58, 8605 (1998).
- [51] A. HARRES ORAZ J. GESHEV, Journal of Physics: Condensed Matter 24, 326004 (2012).
- [52] B. K. KUANR, S. MAAT, S. CHANDRASHEKARIAIH, V. VEERAKUMAR, R. E. CAM-LEY, oraz Z. CELINSKI, *Journal of Applied Physics* 103, (2008).
- [53] C. BILZER, T. DEVOLDER, J.-V. KIM, C. CHAPPERT, M. RUEHRIG, oraz L. BAER, Journal of Applied Physics 106, (2009).
- [54] M. RUBINSTEIN, P. LUBITZ, oraz S.-F. CHENG, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 195, 299 (1999).
- [55] J. C. SCOTT, Journal of Applied Physics 57, 3681 (1985).
- [56] S. GROUDEVA-ZOTOVA, D. ELEFANT, R. KALTOFEN, D. TIETJEN, J. THOMAS, V. HOFFMANN, oraz C. SCHNEIDER, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 263, 57 (2003).
- [57] S. GROUDEVA-ZOTOVA, D. ELEFANT, R. KALTOFEN, J. THOMAS, oraz C. SCHNE-IDER, Journal of Magnetism and Magnetic Materials **278**, 379 (2004).
- [58] R. D. MCMICHAEL, C. G. LEE, M. D. STILES, F. G. SERPA, P. J. CHEN, oraz W. F. EGELHOFF, *Journal of Applied Physics* 87, 6406 (2000).
- [59] S. WURMEHL, G. H. FECHER, H. C. KANDPAL, V. KSENOFONTOV, C. FELSER, H.-J. LIN, oraz J. MORAIS, *Phys. Rev. B* 72, 184434 (2005).
- [60] Y. SAKURABA, J. NAKATA, M. OOGANE, Y. ANDO, H. KATO, A. SAKUMA, T. MIYAZAKI, Oraz H. KUBOTA, *Applied Physics Letters* 88, 022503 (2006).
- [61] M. T. JOHNSON, P. J. H. BLOEMEN, F. J. A. DEN BROEDER, oraz J. J. DE VRIES, Reports on Progress in Physics 59, 1409 (1996).
- [62] M. KISIELEWSKI, A. MAZIEWSKI, M. TEKIELAK, A. WAWRO, oraz L. T. BACZEW-SKI, Phys. Rev. Lett. 89, 087203 (2002).

- [63] D. PESCIA, G. ZAMPIERI, M. STAMPANONI, G. L. BONA, R. F. WILLIS, oraz F. MEIER, *Phys. Rev. Lett.* 58, 933 (1987).
- [64] R. SBIAA, H. MENG, ORZ S. N. PIRAMANAYAGAM, physica status solidi (RRL) Rapid Research Letters 5, 413 (2011).
- [65] A. D. KENT, B. ÖZYILMAZ, ORAZ E. DEL BARCO, Applied Physics Letters 84, 3897 (2004).
- [66] O. J. LEE, V. S. PRIBIAG, P. M. BRAGANCA, P. G. GOWTHAM, D. C. RALPH, oraz R. A. BUHRMAN, *Applied Physics Letters* 95, 012506 (2009).
- [67] O. J. LEE, D. C. RALPH, Oraz R. A. BUHRMAN, Applied Physics Letters 99, 102507 (2011).
- [68] F. J. A. DEN BROEDER, D. KUIPER, A. P. VAN DE MOSSELAER, oraz W. HOVING, *Phys. Rev. Lett.* **60**, 2769 (1988).
- [69] M. KISIELEWSKI, A. MAZIEWSKI, Z. KURANT, M. TEKIELAK, A. WAWRO, oraz L. T. BACZEWSKI, Journal of Applied Physics 93, 7628 (2003).
- [70] J. M. SHAW, H. T. NEMBACH, Oraz T. J. SILVA, Journal of Applied Physics 108, 093922 (2010).
- [71] S. IKEDA, K. MIURA, H. YAMAMOTO, K. MIZUNUMA, H. D. GAN, M. ENDO, S. KANAI, J. HAYAKAWA, F. MATSUKURA, Oraz H. OHNO, *Nature Materials* 9, 721 (2010).
- [72] L. BERGER, *Phys. Rev. B* 54, 9353 (1996).
- [73] J. SLONCZEWSKI, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 159, L1 (1996).
- [74] P. BALÁŽ, M. ZWIERZYCKI, oraz J. BARNAŚ, *Phys. Rev. B* 88, 094422 (2013).
- [75] D. HOUSSAMEDDINE, U. EBELS, B. DELAËT, B. RODMACQ, I. FIRASTRAU, F. PONTHENIER, M. BRUNET, C. THIRION, J.-P. MICHEL, L. PREJBEANU-BUDA, et al., *Nature materials* 6, 447 (2007).
- [76] P. M. BRAGANCA, B. A. GURNEY, B. A. WILSON, J. A. KATINE, S. MAAT, oraz J. R. CHILDRESS, Nanotechnology 21, 235202 (2010).
- [77] I. TOMENO, H. N. FUKE, H. IWASAKI, M. SAHASHI, ORZ Y. TSUNODA, Journal of Applied Physics 86, 3853 (1999).
- [78] A. KOHN, A. KOVÁCS, R. FAN, G. J. MCINTYRE, R. C. C. WARD, oraz J. P. GOFF, Sci. Rep. 3, 2412 (2013).
- [79] J. HUANG, T. WANG, C. YU, Y. HU, P. LEE, oraz M. YANG, Journal of Crystal Growth 171, 442 (1997).

- [80] J. R. CERDA, P. L. DE ANDRES, A. CEBOLLADA, R. MIRANDA, E. NAVAS, P. SCHUSTER, C. M. SCHNEIDER, oraz J. KIRSCHNER, *Journal of Physics: Condensed Matter* 5, 2055 (1993).
- [81] J.-M. BEAUJOUR, D. RAVELOSONA, I. TUDOSA, E. E. FULLERTON, ORAZ A. D. KENT, Phys. Rev. B 80, 180415 (2009).
- [82] J. M. SHAW, H. T. NEMBACH, oraz T. J. SILVA, Applied Physics Letters 105, 062406 (2014).
- [83] J. DUBOWIK, F. STOBIECKI, I. GOŚCIAŃSKA, Y. P. LEE, A. PAETZOLD, oraz K. RÖLL, *Eur. Phys. J. B* **45**, 283 (2005).
- [84] M. GLOANEC, S. RIOUAL, B. LESCOP, R. ZUBEREK, R. SZYMCZAK, P. ALESH-KEVYCH, oraz B. ROUVELLOU, *Phys. Rev. B* 80, 220404 (2009).
- [85] S. MIZUKAMI, Y. ANDO, ORAZ T. MIYAZAKI, Japanese Journal of Applied Physics 40, 580 (2001).
- [86] M. URBANIAK, F. STOBIECKI, B. SZYMAŃSKI, A. EHRESMANN, A. MAZIEWSKI, oraz M. TEKIELAK, Journal of Applied Physics 101, 013905 (2007).
- [87] D. GONZALEZ-CHAVEZ, R. DUTRA, W. ROSA, T. MARCONDES, A. MELLO, oraz R. SOMMER, *Phys. Rev. B* 88, 104431 (2013).
- [88] C. KITTEL, Phys. Rev. 76, 743 (1949).
- [89] K. J. KENNEWELL, M. KOSTYLEV, N. ROSS, R. MAGARAGGIA, R. L. STAMPS, M. ALI, A. A. STASHKEVICH, D. GREIG, oraz B. J. HICKEY, *Journal of Applied Physics* 108, (2010).
- [90] K. J. KENNEWELL, M. KOSTYLEV, oraz R. L. STAMPS, Journal of Applied Physics 101, 09D107 (2007).
- [91] J. P. NIBARGER, R. LOPUSNIK, oraz T. J. SILVA, Applied Physics Letters 82, 2112 (2003).
- [92] M. BAILLEUL, Applied Physics Letters 103, (2013).
- [93] I. S. MAKSYMOV oraz M. KOSTYLEV, Journal of Applied Physics 113, 043927 (2013).
- [94] J. R. SAMBLES, K. C. ELSOM, oraz D. J. JARVIS, Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences 304, 365 (1982).
- [95] R. Y. UMETSU, K. FUKAMICHI, ORAZ A. SAKUMA, MATERIALS TRANSACTIONS 47, 2 (2006).

- [96] M. I. KAGANOV, N. B. PUSTYL'NIK, ORAZ T. I. SHALAEVA, Physics-Uspekhi 40, 181 (1997).
- [97] L. KRAUS, G. INFANTE, Z. FRAIT, ORAZ M. VÁZQUEZ, Phys. Rev. B 83, 174438 (2011).
- [98] W. A. YAGER, *Phys. Rev.* **75**, 316 (1949).
- [99] N. BLOEMBERGEN, Phys. Rev. 78, 572 (1950).
- [100] B. HEINRICH oraz V. M. MESHCHERYAKOV, JETP Letters 9, 378 (1969).
- [101] B. HEINRICH ORAZ V. F. MESHCHERYAKOV, Soviet Physics JETP 32, 232 (1971).
- [102] D. D. TANG oraz Y.-J. LEE, Fe, Ni and Co material parameters, w Magnetic Memory, str. 189–189, Cambridge University Press, 2010, Cambridge Books Online.
- [103] B. ROSAS, Optimizing Test Boards for 50 GHz End Launch Connectors, Raport techniczny, Southwest Microwave, Inc., Tempe, Arizona 85284 USA, 2007, http: //mpd.southwestmicrowave.com/resources/.

# Dodatek A

# Opis budowy spektrometru VNA-FMR – sterowanie, akwizycja danych i ich wstępna analiza.

Pomiary VNA-FMR zostały wykonane na stanowisku zbudowanym w Zakładzie Cienkich Warstw IFM PAN. Rysunek A.1 przedstawia schemat połączeń urządzeń wchodzących w skład VNA-FMR. VNA zawiera w sobie kontroler GPIB, do którego podłączone są zasilacz elektromagnesu Kepco, miernik pola magnetycznego Lakeshore oraz moduł pomiarowy VNA. Komputer PC wysyła instrukcje sterujące poprzez instytutową sieć LAN do kontrolera GPIB wewnątrz VNA i przy pomocy niego steruje wszystkimi urządzeniami. Komputer zbiera też "surowe" dane pomiarowe.

Większość pomiarów wykonano przy pomocy falowodu przygotowanego we współpracy z firmą Softcom z Gdańska. Falowód ten, w odróżnieniu od konwencjonalnego falowodu, posiada przewodzącą płaszczyznę uziemiającą pod laminatem oraz dodatkowo, w przewodnikach po obu stronach linii centralnej są wywiercone



Rysunek A.1: Schemat stanowiska VNA-FMR wykonanego w Zakładzie Cienkich Warstw.



Dodatek A. Opis budowy spektrometru VNA-FMR – sterowanie, akwizycja danych i ich 126 wstępna analiza.

Rysunek A.2: Projekt falowodu przygotowany we współpracy z firmą Softcom z Gdańska. Prawe zdjęcie przedstawia zdjęcia gotowych falowodów.

otwory, które następnie są metalizowane. Zastosowanie otworów oraz przewodzącej płaszczyzny zwiększa transmisję fali elektromagnetycznej przez falowód, gdyż zapobiega powstawaniu fali powierzchniowej wewnątrz struktury [40,103]. Aby zwiększyć transmisję można zastosować falowód z metalicznymi ścianami łączącymi dolną płaszczyznę uziemiającą z dwoma górnymi półpłaszczyznami uziemiającymi (channelized coplanar waveguide [40]). Aby wykonać taki falowód wygodnie jest użyć metalizowanych otworów w odpowiednich odległościach między nimi. Kiedy odległości pomiędzy otworami są mniejsze niż jedna czwarta długości fali, fala ta odbija się od nich jak od metalowej ściany [103]. Do podłączenia CPW do VNA użyto kabli koncentrycznych Micro-coax Utiflex ze złączami SMP, które można łączyć w bardzo wygodny sposób. Umożliwia to szybką zmianę konfiguracji pomiarowej.

Pomiary w dużych polach magnetycznych wykonywano w elektromagnesie (lewe zdjęcie na rysunku A.3), który pozwalał uzyskać maksymalne pole magnetyczne 11 kOe. Pomiary w elektromagnesie najczęściej zostały przeprowadzone w trybie



Rysunek A.3: Stanowisko do pomiaru VNA-FMR w elektromagnesie (lewe zdjęcie) oraz cewkach Helmholtza (prawe zdjęcie).



Rysunek A.4: Interfejs programu przy pomocy którego wykonuje się pomiary VNA-FMR przy stałym polu magnetycznym w trybie z przemiataniem częstotliwością.



Dodatek A. Opis budowy spektrometru VNA-FMR – sterowanie, akwizycja danych i ich 128 wstępna analiza.

Rysunek A.5: Wstępna analiza wyników pomiarów VNA-FMR wykonanych w trybie z przemiataniem częstotliwością.

z przemiataniem polem magnetycznym. Prawe zdjęcie na rysunku A.3 przedstawia stanowisko VNA-FMR zestawione z cewkami Helmholtza. Cewki pozwalają uzyskać jednorodne pole magnetyczne o maksymalnej wielkości 0.5 kOe. W cewkach wykonywano pomiary w obu trybach, tzn. z przemiataniem częstotliwością oraz polem magnetycznym.

Oprogramowanie sterujące i zbierające dane eksperymentalne opracowano w środowisko Labview. Na rysunku A.4 pokazano zrzut ekranu wraz z interfejsem przygotowanego programu, służącego do pomiarów VNA-FMR w trybie z przemiataniem częstotliwością. W lewym górnym rogu interfejsu zawarte są parametry ustawiane przed pomiarem takie jak zakres częstotliwości, zakres pól, w których jest przeprowadzany eksperyment, pole, przy którym jest wykonywany pomiar referencyjny, uśrednianie, wygładzanie, i inne. Lewy dolny wykres przedstawia pojedynczy wynik pomiaru (przykładowy rezultat pomiaru warstwy NiFe) wykonany w trybie z przemiataniem częstotliwością. Widać na nim dwa piki rezonansowe: jeden o dodatniej amplitudzie, a drugi o ujemnej. Pik o dodatniej amplitudzie pochodzi od pomiaru referencyjnego wykonanego w polu referencyjnym o wartości około 550 Oe. W każdym kolejnym pomiarze pik ten będzie występował w tej samej częstotliwości. Pik o ujemnej amplitudzie jest sygnałem, który jest mierzony i który zmienia się wraz z polem magnetycznym. Prawy wykres (rysunek A.4) zawiera skumulowane pojedyncze pomiary w poszczególnych polach i przedstawia je w postaci wykresu konturowego.


Rysunek A.6: Interfejs programu przy pomocy którego wykonuje się pomiary VNA-FMR przy stałej częstotliwości w trybie z przemiataniem pola magnetycznego.

"Surowe" wyniki pomiarów są przekazywane automatycznie w czasie pomiarów do programu OriginPro 8 (rysunek A.5). Przy pomocy automatycznej procedury poszczególne wyniki doświadczalne (absorpcja w funkcji częstotliwości) dopasowuje się wstępnie przy pomocy funkcji Lorentza.

Rysunek A.6 przedstawia interfejs programu, przy pomocy którego wykonuje się pomiary w trybie z przemiataniem polem magnetycznym. W programie ustala się zakres pól magnetycznych oraz listę częstotliwości, przy których mają być wykonywane pomiary. Po wykonaniu pomiarów w trybie z przemiataniem polem magnetycznym uzyskuje się zależności  $S_{21}(H)$  zawierające częściowo "zmieszane" składowe rzeczywiste i urojone. Zawierają one w sobie informację o absorpcji promieniowania mikrofalowego, opisaną funkcją Lorentza. Aby uzyskać "czysty" sygnał absorpcji opisany funkcją Lorentza, należy przemnożyć zespolony parametr  $S_{21}$  przez odpowiedni czynnik fazowy  $e^{i\varphi}$ . Służy do tego program napisany w Labview, którego interfejs jest przedstawiony na rysunku A.7. Oprócz tego program ten pozwala również na wstępne dopasowanie danych eksperymentalnych funkcją opisującą wymieszaną absorpcję oraz dyspersję.

W ostatnim czasie stanowisko do pomiaru VNA-FMR przystosowano do pomiaru mikrostruktur z wykorzystaniem sond mikrofalowych Picoprobe. Do pomiaDodatek A. Opis budowy spektrometru VNA-FMR – sterowanie, akwizycja danych i ich 130 wstępna analiza.



Rysunek A.7: Interfejs programu do wstępnej obróbki "surowych" danych eksperymentalnych uzyskanych z pomiarów w trybie z przemiataniem polem magnetycznym.



Rysunek A.8: Zdjęcia z mikroskopu podłączenia mikrostruktury magnetycznej przy pomocy sond mikrofalowych Picoprobe. Dla porównania na lewym zdjęciu umieszczono "makroskopową" próbkę o grubości 400  $\mu$ m.

rów mikrostruktur próbki przygotowuje się z wykorzystaniem litografii elektronowej i optycznej. Następnie na przygotowaną próbkę nanosi się bezpośrednio falowód koplanarny o szerokości linii sygnałowej rzędu dziesiątek mikronów, do którego podłącza się sondami mikrofalowymi. Zdjęcia na rysunku A.8 przedstawiają w powiększeniu końcówkę sondy mikrofalowej nad falowodem przygotowanym na podłożu krzemowym. Na lewym zdjęciu widać również próbkę "makroskopową" o grubości podłoża 400  $\mu$ m. W zastosowanym falowodzie koplanarnym, środkowa linia sygnałowa ma szerokość 10  $\mu$ m i pod nią znajduje się próbka w postaci prostokątnego paska NiFe o szerokości 10  $\mu$ m, długości 150  $\mu$ m i grubości 30 nm. Opisane powyżej próbki zostały wykonane przez dr. Piotra Kuświka, oraz studentów Politechniki Poznańskiej Filipa Lisieckiego i Łukasza Frąckowiaka.

Rysunek A.9 przedstawia wyniki pomiarów paska NiFe. Lewy wykres przedstawia zależność częstotliwości od pola magnetycznego. Wstawka przedstawia sygnał absorpcji FMR wykonany przy 20 GHz, z bardzo dobrym stosunkiem sygnału do szumu. Dane eksperymentalne dopasowano zależnością (2.23) z zaniedbaniem anizotropii jednoosiowej w płaszczyźnie. Z dopasowania uzyskano namagnesowanie  $M_s$ wynoszące 820 G oraz g wynoszące 2.06. Parametry  $M_s$  oraz g dla ciągłej warstwy o tej samej grubości wynoszą odpowiednio 796 G oraz 2.11. Zastosowane równanie (2.23) wyprowadzono dla nieskończonej płaszczyzny, a mierzona mikrostruktura ma kształt prostokąta i powinno się zastosować inny zestaw czynników rozmagnesowania. Aby wyznaczyć czynniki rozmagnesowania dla takiej mikrostruktury należałoby wykonać pomiary kątowe, co w przypadku falowodu naniesionego na próbkę jest niemożliwe. Jednakże jako pierwsze przybliżenie, uzyskane wyniki wydają się bardzo dobre.



Rysunek A.9: Wyniki pomiarów VNA-FMR prostokątnej mikrostruktury wykonanej z NiFe o szerokości 10  $\mu$ m, długości 150  $\mu$ m, a grubości 30 nm.

Dodatek A. Opis budowy spektrometru VNA-FMR – sterowanie, akwizycja danych i ich 132 wstępna analiza.

Prawy wykres na rysunku A.9 przedstawia zależność szerokości linii rezonansowej od częstotliwości. Punkty pomiarowe dopasowano liniowym równaniem (2.44). Wyznaczone z dopasowania parametry  $\Delta H_0$  oraz  $\alpha$  wynoszą odpowiednio  $-0.9 \pm 1$ Oe oraz 0.0082. Dla porównania parametry  $\Delta H_0$  oraz  $\alpha$  opisujące tłumienie ciągłej warstwy NiFe wynoszą odpowiednio 2 Oe oraz 0.0067. Zaobserwowano, więc nieznaczne zwiększenie parametru  $\alpha$  opisującego tłumienie w mikrostrukturze. Parametr  $\Delta H_0$  w obu przypadkach wynosi w przybliżeniu 0.

Podsumowując, opisano samodzielnie zestawione stanowisko VNA-FMR, pozwalające na pomiary ciągłych warstw oraz mikrostruktur magnetycznych. Przygotowano również oprogramowanie umożliwiające wykonywanie pomiarów w trybie z przemiataniem częstotliwością oraz w trybie z przemiataniem polem magnetycznym. Opisano także samodzielnie opracowane oprogramowanie pozwalające na wstępną analizę danych eksperymentalnych.

## Spis rysunków

2.1	Orientacja wektora namagnesowania $\vec{M}$ w cienkiej warstwie ferromagne- tycznej w zewnętrznym polu magnetycznym $\vec{H}$ . Próbka jest w płaszczyź- nie $xu$		12
2.2	Orientacja wektora namagnesowania $\vec{M}$ w cienkiej warstwie ferromagne- tycznej w zewnętrznym polu magnetycznym $\vec{H}$ . Próbka jest w płaszczyź-		
	nie <i>xz</i>	•	17
2.3 2.4	Kanały przepływu energii fal spinowych w ferromagnetyku [30] a) Gęstość stanów elektronowych ferromagnetyka. b) Wyjaśnienie efektu	•	19
	GMR za pomocą modelu dwukanałowego Motta		21
2.5	Schematycznie układy, w których obserwowany jest efekt GMR: a) struk- tura antyferromagnetycznie sprzężonych warstw ferromagnetycznych, b) pseudo zawór spinowy, c) zawór spinowy, d) materiał z ziarnami ferroma- gnetyka w matrycy niemagnetycznej [8]. Kolorem czerwonym oznaczono materiał ferromagnetyczny, pomarańczowym – niemagnetyczny, a niebie-		
	skim – antyferromagnetyczny.		22
21	Schemat stanowiska do nomiaru FMR		26
3.2	Schemat falowodu koplanarnego CPW na podłożu dielektrycznym. Linie czerwone oznaczaja rozkład mikrofalowego pola elektrycznego, natomiast	•	20
	niebieskie – magnetycznego.		27
3.3	Parametry S – wielkości określające transmisję i odbicie mikrofal przez		
	badany układ (DUT).		28
3.4	Schemat stanowiska pomiarowego VNA-FMR		29
3.5	Absorpcja rezonansowa obserwowana w warstwie $NiFe(30 \text{ nm})$ w stałym		
	polu magnetycznym w trybie z przemiataniem częstotliwością.		30
3.6	Porównanie sygnału absorpcji ${\rm FMR}$ (po numerycznym scałkowaniu) z sy-		
	gnałem absorpcji VNA-FMR. Pomiary wykonano dla tej samej warstwy		
	NiFe(30 nm) przy tej samej częstotliwości 9.18 GHz		31
3.7	Geometria pomiaru w konfiguracji Bragg-Brentano $\theta-2\theta$ dla: a) XRD,		
	b) XRR		33

Spis rysunków

3.8	Schemat pomiaru metodą MOKE w konfiguracji podłużnej	35
3.9	Schemat pomiaru magneto oporu przy użyciu sondy czteropunktowej. $\ .$ .	36
4.1	Górny wykres: Zależność częstotliwości rezonansowej od zewnętrznego pola magnetycznego dla próbek Co/IrMn. Dolny wykres: Pętle histerezy próbek Co/IrMn. Liczby oznaczają grubości warstw w nm	42
4.2	Widmo XRD warstwy NiFe/NiMn przed procesem wygrzewania oraz po wygrzaniu w polu magnetycznym w temperaturze 300 $^{\circ}\mathrm{C}$ przez 10 godzin.	43
4.3	Zależność kątowa pola rezonansowego w płaszczyźnie warstwy perma- loj(30 nm)/NiMn(56 nm) wyznaczona metodą FMR. Linią ciągłą ozna- czono dopasowania teoretyczne. Linią przerywaną przedstawiono kątową zależność $H_r$ związaną jedynie z anizotropią jednoosiową. Linią dwukrop- kową oznaczono przebieg kątowy $H_r$ z uwzględnieniem jedynie anizotropii jednozwrotowej	44
4.4	Zależność częstotliwości rezonansowej od pola magnetycznego dla próbki NiFe(30 nm)/IrMn(56 nm) uzyskana metodą VNA-FMR. Kółka ozna- czają dane eksperymentalne otrzymane metodą VNA-FMR, kwadraty dane eksperymentalne otrzymane metodą FMR oraz linia ciągła oznacza dopasowanie teoretyczne przy pomocy relacji Kittla (4.2).	45
4.5	Porównanie rezultatów pomiarów VNA-FMR próbki NiFe/NiMn z prób- ką NiFe o tej samej grubości. Linia przerywana przedstawia pętli histe- rezy dla próbki NiFe/NiMn.	46
4.6	(a) Pętle histerezy dla próbki NiFe/NiMn mierzone po procedurze chłodzenia w ujemnym polu. (b) Zależność pola przesunięcia pętli $H_{ex}$ i pola koercji $H_c$ od temperatury.	48
4.7	(a) Pętle histerezy dla próbki NiFe/NiMn mierzone po procedurze chło- dzenia w dodatnim polu. (b) Zależność pola przesunięcia pętli $H_{ex}$ i pola koercji $H_c$ od temperatury.	49
4.8	(a) Pętle histerezy dla próbki NiFe/NiMn mierzone po procedurze chło- dzenia bez zewnętrznego pola magnetycznego. (b) Zależność pola prze- sunięcia pętli $H_{ex}$ i pola koercji $H_c$ od temperatury	49
4.9	Pętla histerezy warstwy wielokrotnej [CFS/IrMn] (linia ciągła) oraz war- stwy swobodnej CFS (linia przerywana). Wstawka przedstawia strukturę próbki	51

4.10	Widmo FMR warstwy wielokrotnej [CFS/IrMn]. Dodatnie pola odpo- wiadają kątowi 0°, natomiast ujemne 180°. Położenia pików nie są sy- metryczne względem zerowego pola z powodu występowania anizotropii jednozwrotowej oraz rotacyjnej. Rezonans dla wszystkich trzech warstw pokrywają się dla pól ujemnych, natomiast w polach dodatnich rezonanse		
	są częściowo rozdzielone.		52
4.11	Zależność częstotliwości rezonansowej od kąta w płaszczyźnie próbki dla warstwy wielokrotnej [CFS/IrMn]. Pomiar wykonano metodą VNA- FMR. Linie przerywane pokazują dopasowania zgodnie z relacją (4.5).	. 5	53
4.12	Relacja dyspersji górnej warstwy (t)-CFS (por. rysunek 4.9) zmierzona dla kątów 0°, 90°, 180° oraz 270°. Linie ciągłe oznaczają dopasowanie teoretyczne.	. 5	54
5.1	Schematyczna zależność $4\pi M_{eff}t$ od grubości t warstwy ferromagnetycz-		
0.1	nej z anizotropią powierzchniową.	. 5	58
5.2	Lewy wykres: Zależność częstotliwości rezonansowej od pola magnetycz- nego dla różnych grubości warstwy naniesionej na bufor Au o grubości		
	23 nm. Prawy wykres: Zależność $4\pi M_{eff}t$ od grubości $t.$	. 6	60
5.3	Zależność częstotliwości rezonansowej od pola magnetycznego dla próbki z trzema warstwami kobaltu o różnych grubościach (kwadraty – 3 nm kobaltu, puste kółka – 1.5 nm kobaltu, pełne kółka – 0.8 nm kobaltu). Linia ciągła przedstawia dopasowanie przy użyciu parametrów $K_V = 6 \times 10^6 \text{ erg/cm}^3$ , $K_S = 0.4 \text{ erg/cm}^2$ , $M = 1400 \text{ emu/cm}^3$ oraz $g = 2.18$ . W efekcie warstwa polaryzatora (0.8 nm Co), warstwa swobodna (1.5 nm Co) i warstwa analizatora (3 nm Co), mają odpowiednio $4\pi M_{eff} = -4.6$		
5.4	kG, 1.4 kG i 5.9 kG	. 6	52
	pokazuje strukturę próbki.	. 6	53
5.5	Zależność częstotliwości rezonansowej od pola magnetycznego dla próbki CoFeB(1.43 nm)/MgO	. 6	54
5.6	Zależność częstotliwości rezonansowej od zewnętrznego pola magnetycz- nego dla CoFeB(1.43 nm)/MgO. Pole magnetyczne było przyłożone w płaszczyźnie warstwy w kierunku trudnym. Pomiary VNA-FMR wy- konano w trybie z przemiataniem częstotliwością (wykres konturowy plus pojedynczy punkt czerwony) oraz w trybie z przemiataniem polem ma- gnetycznym (punkty czarne i niebieskie). Linią żółtą oznaczono dopaso- wanie do danych eksperymentalnych zmierzonych w dużym polu magne-		
	tycznym.	. 6	66

5.7	Zależność częstotliwości rezonansowej od zewnętrznego pola magnetycz- nego dla CoFeB(1.43 nm)/MgO. Pomiar wykonano w kierunku łatwym w płaszczyźnie przy pomocy VNA-FMR w trybie z przemiataniem czę- stotliwościa. Czerwona linia oznacza wynik symulacji z parametrami wy-		
5.8	znaczonymi na podstawie danych przedstawionych na rysunku 5.6 Pętle histerezy próbki CoFeB/MgO zmierzone przy pomocy MOKE (le- wy wykres) oraz VSM (prawy wykres) w płaszczyźnie w kierunku trud-	•	67
	nym. Czerwoną strzałką oznaczono pole anizotropii		67
5.9	Zależność $4\pi M_{eff}t$ od grubości t dla serii próbek CoFeB/MgO		68
5.10	Zależność szerokości linii rezonansowej od częstotliwości dla układów MgO/CoFeB. Pomiary wykonano na próbkach naniesionych na różne warstwy buforowe: (a) – Ta 5/Ru 10/Ta 3 oraz (c) – Ta 5/Ru 20/Ta		
	5 (liczby oznaczają grubości w nm)	•	69
6.1	Struktura badanych zaworów spinowych zawierających polaryzator, war- stwę swobodną oraz analizator. Po lewej przestawiona jest struktura pro- stego podwójnego zaworu spinowego, po prawej – inwersyjnego podwój-		
	nego zaworu spinowego.	•	74
6.2	Widmo XRD podwójnego zaworu spinowego inwersyjnego o sekwencji:		
	analizator – warstwa swobodna – polaryzator.	•	75
6.3	Widmo dyfrakcji niskokątowej XRR próbki zaworu spinowego inwersyj- nego. Kółkami oznaczone są dane eksperymentalne, a linią ciągłą wynik symulacji uzyskany przy pomocy oprogramowania Simulroflog [48]		76
64	Porównanie dyfraktogramów XBD próbek zaworów spinowych: prostej	•	10
0.4	(linia czarna) i bez polarvzatora (linia czerwona).		76
6.5	Widmo VNA-FMR próbki SVP uzyskane w trybie z przemiataniem po- lem magnetycznym przy częstotliwości 20 GHz. Asymetria piku związa- nego z analizatorem (A+, A-) wskazuje, że warstwa ta charakteryzuje się		
	anizotropią jednozwrotową.	•	77
6.6	Pętla histerezy zmierzona przy pomocy polarnego MOKE dla podwójne- go zaworu spinowego SVP.		79
6.7	Pętle histerezy wyznaczone przy pomocy VSM w dużym (a) i małym (b) zakresie pól magnetycznych dla podwójnego zaworu spinowego SVP. Pomiar wykonano w polu przyłożonym w płaszczyźnie. i oznacza wkład pochodzący od polaryzatora. II oznacza wkład pochodzący od analiza- tora i warstwy swobodnej		80
6.8	Pętla GMR próbki podwójnego zaworu spinowego SVP. Pole magnetycz-		
	ne zostało przyłożone wzdłuż kierunku pola $H_{ex}$	•	81

Spis rysunków

6.9	Widmo VNA-FMR próbki SV uzyskane w trybie z przemiataniem polem magnetycznym (+10, 0, -10 kOe) przyłożonym w płaszczyźnie i stałej częstotliwości 20 GHz	. 8	31
6.10	Pętla histerezy próbki SV bez polaryzatora zmierzona przy użyciu VSM z polem magnetycznym w płaszczyźnie próbki w kierunku pola $H_{ex}.$	. 8	32
6.11	Zależność oporu elektrycznego od pola magnetycznego dla próbki zaworu spinowego SV	. 8	33
6.12	Lewy wykres: Zależność częstotliwości rezonansowej od pola magnetycz- nego dla podwójnego zaworu spinowego SVP. Prawy wykres: Zależność szerokości linii rezonansowej od częstotliwości dla podwójnego zaworu spinowego SVP	. 8	34
6.13	Lewy wykres: Zależność częstotliwości rezonansowej od pola magnetycz- nego dla zaworu spinowego SV. Prawy wykres: Zależność szerokości linii rezonansowej od częstotliwości dla zaworu spinowego SV	. 8	85
6.14	Lewy wykres: Pętle histerezy podwójnego zaworu spinowego typu SVI nanoszonego bez pola magnetycznego. Pętle mierzono w kierunku pola magnetycznego przyłożonego podczas wygrzewania . Kolorami oznaczo- no kolejne pętle dla próbek wygrzewanych w 250°C przez 15, 30 i 60 minut. Kolorem czarnym oznaczono pętle dla próbki niewygrzewanej. Prawy wykres: Widma VNA-FMR podwójnego zaworu spinowego ty- pu SVI mierzone w kierunku pola magnetycznego przyłożonego podczas wygrzewania	. 8	88
6.15	Lewy wykres: Pętle histerezy zaworu spinowego typu SV nanoszonego z polem magnetycznym. Pętle mierzono w kierunku pola magnetycznego przyłożonego podczas wygrzewania . Kolorami oznaczono kolejne pętle dla próbek wygrzewanych w 250°C przez 15, 30 i 60 minut. Kolorem czar- nym oznaczono pętle dla próbki niewygrzewanej. Prawy wykres: Widma VNA-FMR zaworu spinowego typu SV mierzone w kierunku pola ma- gnetycznego przyłożonego podczas wygrzewania	. 8	39
6.16	Lewy wykres: Pętle histerezy podwójnego zaworu spinowego typu SVP nanoszonego z polem magnetycznym. Pętle mierzono w kierunku pola magnetycznego przyłożonego podczas wygrzewania . Kolorami oznaczo- no kolejne pętle dla próbek wygrzewanych w 250°C przez 15, 30 i 60 minut. Kolorem czarnym oznaczono pętle dla próbki niewygrzewanej. Prawy wykres: Widma VNA-FMR podwójnego zaworu spinowego typu SVP mierzone w kierunku pola magnetycznego przyłożonego podczas wygrzewania.	Ģ	90
	wysizewama	. č	$\mathcal{O}$

137

7.1	Widmo XRR warstwy wielokrotnej SC, która składa się z analizatora oraz warstwy swobodnej na cienkim buforze Au (niższa wstawka). w sy- mulacji (linia niebieska) wykorzystano parametry technologiczne i zało- żono szorstkość warstw 0.5-0.7 nm. Górna wstawka przedstawia profil zastaści calaj struktury.	05
7.2	gęstosci całej struktury	. 90
7.3	a) Porównanie absorpcji FMR trzech próbek (SA, SA1 oraz SA2) o tej sa- mej konfiguracji w kontakcie z buforami o różnej strukturze (różnym opo- rze "kwadratowym"). b) porównanie sygnału EPR od "warstwy" DPPH	. 96
7.4	<ul> <li>a) Wykres 3D absorpcji FMR 2.5 nm warstwy Co naniesionej na bufor Ti(4)/Au(10-40) (czerwone linie) oraz Ti(4)/Au(30-60) (niebieskie linie).</li> <li>b) Zależność logarytmiczna intensywności FMR od odwrotności grubości</li> </ul>	. 98
	buforu Au.	. 99
7.5	Absorpcje FMR serii próbek warstw wielokrotnych SA-SD zawierających polaryzator P z prostopadłą anizotropią, warstwę swobodną F oraz analizator a sprzężony wymiennie z warstwą IrMn. Niebieskie linie oznaczają dopasowania do pików krzywą Lorentza. Pik centralny celowo usunięto.	. 100
7.6	Schemat pokazujący strukturę składającą się z ultracienkiej warstwy Co i klinowej warstwy buforowej Au. Mikrofale częściowo odbijają się, a czę- ściowo przechodzą przez próbkę. 1, 2 i 3 oznaczają poszczególne obszary, różniące się przenikalnościami dielektrycznymi i magnetycznymi, w któ-	
7.7	rych propaguje się fala elektromagnetyczna	. 102 . 104
8.1	Obliczona grubość naskórkowa dla żelaza przy częstotliwości 70 GHz w zależności od pola magnetycznego [97].	. 108
8.2	Przykładowy widmo VNA-FMR taśmy amorficznej Metglas 2826MB w 32.5 GHz.	. 110
8.3	Zależność częstotliwości rezonansu (FMR) i antyrezonansu (FMAR) ferromagnetycznego od pola magnetycznego próbki Metglas 2826MB	. 111

8.4	Zależność częstotliwości rezonansu i antyrezonansu ferromagnetycznego	
	od pola magnetycznego dla próbki Fe 53.5Cu1Nb3Si13.5B9Ni20. $\ldots$ .	. 112
A.1	Schemat stanowiska VNA-FMR wykonanego w Zakładzie Cienkich	
	Warstw	. 125
A.2	Projekt falowodu przygotowany we współpracy z firmą Softcom z Gdań-	
	ska. Prawe zdjęcie przedstawia zdjęcia gotowych falowodów	. 126
A.3	Stanowisko do pomiaru VNA-FMR w elektromagnesie (lewe zdjęcie) oraz	
	cewkach Helmholtza (prawe zdjęcie).	. 127
A.4	Interfejs programu przy pomocy którego wykonuje się pomiary VNA-	
	FMR przy stałym polu magnetycznym w trybie z przemiataniem często-	
	tliwością	. 127
A.5	Wstępna analiza wyników pomiarów VNA-FMR wykonanych w trybie	
	z przemiataniem częstotliwością	. 128
A.6	Interfejs programu przy pomocy którego wykonuje się pomiary VNA-	
	FMR przy stałej częstotliwości w trybie z przemiataniem pola magne-	
	tycznego.	. 129
A.7	Interfejs programu do wstępnej obróbki "surowych" danych eksperymen-	
	talnych uzyskanych z pomiarów w trybie z przemiataniem polem magne-	
	tycznym	. 130
A.8	Zdjęcia z mikroskopu podłączenia mikrostruktury magnetycznej przy po-	
	mocy sond mikrofalowych Picoprobe. Dla porównania na lewym zdjęciu	
	umieszczono "makroskopową" próbkę o grubości 400 $\mu \mathrm{m.}$	. 130
A.9	Wyniki pomiarów VNA-FMR prostokątnej mikrostruktury wykonanej	
	z NiFe o szerokości 10 $\mu{\rm m},$ długości 150 $\mu{\rm m},$ a grubości 30 nm	. 131

## Spis tabel

4.1	Wartości parametrów dopasowania równaniem (4.2) dla próbek	
	Co/IrMn. Założono $M = 1400 \text{ emu/cm}^3$ and $g = 2.18. \dots \dots$	. 41
4.2	Porównanie parametrów magnetycznych wyznaczonych metodą FMR	
	oraz VNA-FMR warstwy NiFe/NiMn i warstwy referencyjnej NiFe. $\ .$ .	. 46
4.3	Namagnesowanie i pola anizotropii warstw (b), (m) oraz (t)-CFS w war-	
	stwie wielokrotnej [CFS/IrMn]	. 53
5.1	Parametry anizotropii powierzchniowej oraz objętościowej w zależności	
	od grubości bufora Au	. 61
C 1		
0.1	Parametry charakterystyczne dla poszczegolnych podukładow: polaryza- tora P. analizatora a i warotny swobodnoj F. uwznaczona na podstawia	
	dopasowania do wypików pomiarów VNA EMP próbak SVP oraz SV	85
	dopasowania do wynikow polinarów v WA-r witt probek 5 v 1 oraz 5 v.	. 00
7.1	Skład warstw wielokrotnych zwierających polaryzator – P, warstwę swo-	
	bodną – F oraz analizator – A. Podsystemy rozdzielone są warstwami	
	Cu. Wszystkie grubości podane są w nm, liczby w indeksie dolnym ozna-	
	czają ilość powtórzeń. Próbki SA, SA1 i SA2 mają tą samą strukturę	
	z wyjątkiem warstwy buforowej	. 94
7.2	Stosunek momentów magnetycznych i intensywności FMR warstw P, F	101
	1 A w strukturach SA, SB oraz SD.	. 101
8.1	Wartość namagnesowania ${\cal M}$ oraz czynnika $g$ uzyskanez dopasowania za-	
	leżności częstotliwości FMR (8.2) oraz FMAR (8.3) od zewnętrznego pola	
	magnetycznego dla próbki Metglas $\ensuremath{\mathbb{R}}$ 2826 MB	. 111
8.2	Parametry dopasowania zależności częstotliwości FMR (8.2) oraz	
	FMAR (8.3) od zewnętrznego pola magnetycznego dla próbki	
	Fe53.5Cu1Nb3Si13.5B9Ni20.	. 112