

# OPAZOVANJE MAGNETNIH DOMEN Z VRSTIČNIM ELEKTRONSKIM MIKROSKOPOM S SPINSKO POLARIZACIJO SEKUNDARNIH ELEKTRONOV

Zoran Samardžija

Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 1000 Ljubljana

## POVZETEK

Pri raziskavah in razvoju sodobnih nanostrukturnih magnetnih materialov ter novejših konvencionalnih magnetnih naprav, kot so npr. diski za shranjevanje podatkov z veliko gostoto zapisa, potrebujemo ustrezno eksperimentalno tehniko za opazovanje magnetnih domen. Ena od tehnik preiskav z visoko ločljivostjo ( $\geq 10$  nm) je vrstična elektronska mikroskopija z analizo spinske polarizacije sekundarnih elektronov – SEMPA. To metodo lahko uporabljamo za preiskave površinske magnetizacije tako masivnih vzorcev kot tudi tankih plasti. Opazujemo lahko magnetne strukture različnih velikosti: relativno velike feromagnetne domenske strukture ( $>10$   $\mu\text{m}$ ), domenske stene ( $\sim 200$  nm) in fine strukture ( $<50$  nm). V prispevku opisujemo metodo SEMPA z izbranimi primeri analize magnetnih materialov.

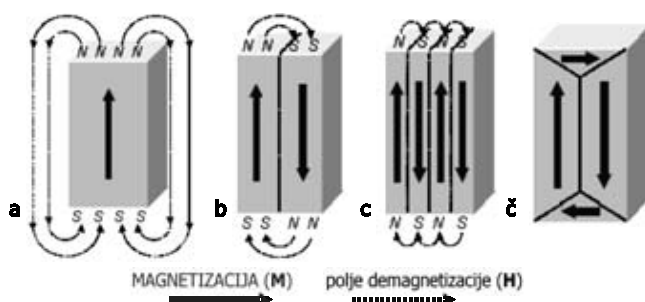
## Observation of magnetic domains by scanning electron microscope with spin polarization of secondary electrons

### ABSTRACT

For research and development of novel nanostructured magnetic materials and modern conventional magnetic devices, e.g. high-density data storage disks, there is a need for an experimental technique for observation of magnetic domains. One of the high-resolution techniques ( $\geq 10$  nm) is scanning electron microscopy with analysis of spin polarization of secondary electrons – SEMPA. This method can be used for observation of surface magnetization on bulk samples as well as on thin films. Magnetic structures of different size scales can be observed: relatively large ferromagnetic domain structures ( $>10$   $\mu\text{m}$ ), domain walls ( $\sim 200$  nm) and fine structures ( $<50$  nm). In this paper we present the method SEMPA with selected examples of magnetic material analysis.

## 1 UVOD

Osnovni namen metod za opazovanje magnetnih struktur je določiti prostorsko porazdelitev vektorja magnetizacije  $\mathbf{M}(x,y,z)$  v preiskovanem vzorcu. Magnetizacija v magnetnih materialih je lahko neenakomerna na področjih, ki so velikostnega reda od  $10^{-9}$  do

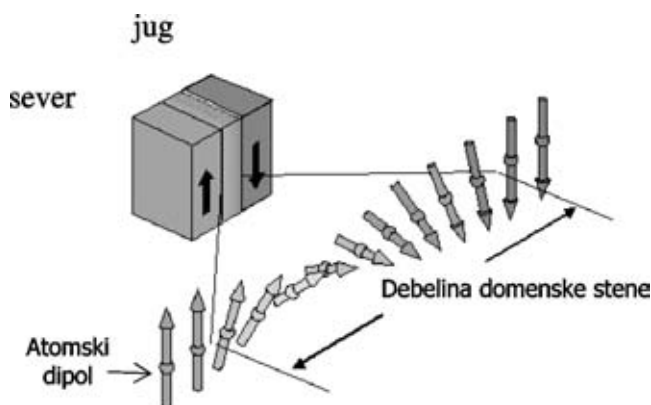


Slika 1: Shematski prikaz razpada magnetizacije na domene: (a) ena domena, (b) dve domeni, (c) štiri domene in (č) zaključena domenska struktura brez zunanjega polja <sup>(1)</sup>

$10^{-3}$  m (nm do mm). Na področjih velikosti  $\geq 10^{-6}$  m ( $\mu\text{m}$ ) so tipične magnetne strukture t. i. magnetne domene. Koncept magnetnih domen je predlagal Weiss (1907), ki je tako razložil pojav, da sorazmerno majhno zunanje magnetno polje lahko povzroči velike spremembe magnetizacije v feromagnetnih materialih. Magnetne domene so območja, v katerih sta smer in jakost magnetizacije konstantni, medtem ko se smer magnetizacije med posameznimi domenami lahko spreminja (slika 1).

Tako je v večjem volumnu feromagnetnega materiala brez zunanjega magnetnega polja usmerjenost domen skoraj naključna. Možno je tudi, da je vsota magnetizacije za celoten vzorec enaka nič. Meje med domenami z različno usmerjenostjo magnetizacije so domenske stene, ki nastanejo zaradi magnetostatskih interakcij in minimiziranja celotne energije sistema. Dimenzije domenskih sten so velikostnega reda nekaj sto nanometrov (slika 2).

Čeprav je teorija nastanka domen dobro znana, je v sistemih, ki so večji od nekaj mikrometrov, težko natančno teoretično predvideti magnetne domenske strukture zaradi zapletenosti procesa njihovega nastanka. V takih primerih lahko teorijo uporabimo predvsem za razlago opaženih domenskih struktur. Teorijski izračuni pa so bolj uspešni pri t. i. mikromagnetnem modeliranju majhnih enostavnih struktur, kot so tanke magnetne plasti <sup>(2)</sup>. Vendar so realne magnetne komponente in naprave veliko bolj zapletene. Zato za razumevanje in pojasnitev njihovega delovanja potrebujemo ustrezne metode za preiskovanje magnetnih struktur.



Slika 2: Shematski prikaz domenske stene z nasprotno usmerjenimi magnetizacijami (kot  $180^\circ$ )

Dandanes imamo na razpolago več metod za opazovanje magnetnih domen, ki se razlikujejo po načinu merjenja magnetnega kontrasta, ločljivosti, enostavnosti oziroma kompliciranosti razlage meritev, zahtevah pri pripravi vzorcev, ceni preiskav itd. Tehnike opazovanja, ki imajo ločljivost v nanometrskem območju, so neobhodno potrebne pri raziskavah in razvoju sodobnih nanostrukturnih magnetnih materialov ter novejših konvencionalnih magnetnih naprav, kot so npr. diski za shranjevanje podatkov z veliko gostoto zapisa. Vendar je treba poudariti, da za popolno karakterizacijo kompleksnih magnetnih struktur velikokrat uporabljamo kombinacijo več komplementarnih metod. Vsaka posamezna metoda nam poda določene informacije o magnetnih strukturah, prav tako pa vsaka deluje optimalno za specifične vrste vzorcev.

Ena od tehnik preiskav z visoko ločljivostjo ( $\geq 10$  nm) je vrstična elektronska mikroskopija z analizo spinske polarizacije sekundarnih elektronov – SEMPA ali spin-SEM. Prvi SEMPA-instrument je bil narejen leta 1984<sup>(3)</sup> za preiskave domen in domenskih sten masivnih vzorcev. Zaradi izredne površinske občutljivosti pa je metoda postala posebej primerna za analize tankih in ultratankih magnetnih plasti. SEMPA uporabljamo za preiskave kristaliničnih in amorfni materialov, za osnovne raziskave feromagnetizma v dvodimenzionalnih sistemih kot tudi za preiskave, povezane z različnimi tehnološkimi problemi, kot so npr. način zapisovanja informacij na magnetne medije, preskušanje karakteristik magnetnih glav za zapisovanje itd.<sup>(4)</sup>

V prispevku opisujemo metodo SEMPA z izbranimi primeri analize magnetnih materialov. V kratkem pregledu so za primerjavo podane značilnosti drugih metod za opazovanje magnetnih struktur.

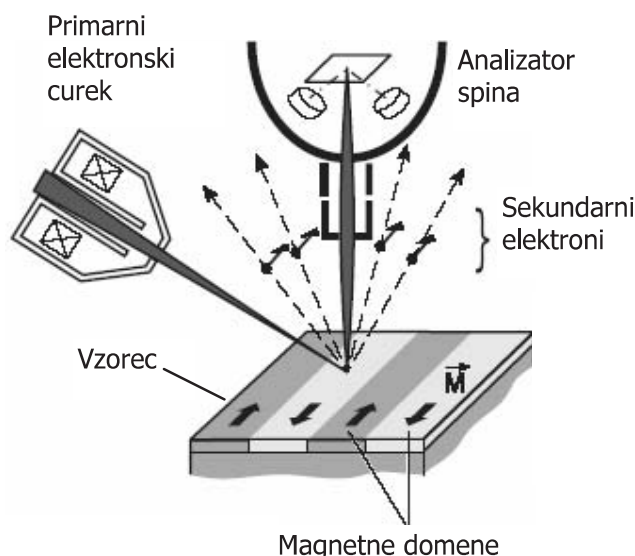
## 2 VRSTIČNA ELEKTRONSKA MIKROSKOPIJA Z ANALIZO SPINSKE POLARIZACIJE – SEMPA

### 2.1 Način delovanja SEMPA

Metoda SEMPA (Scanning Electron Microscopy with Polarization Analysis) je nastala kot kombinacija standardne vrstične elektronske mikroskopije (SEM) in analize spinske polarizacije elektronov (slika 3).

Z analizatorjem polarizacije spina določimo smer magnetizacije v vzorcu na mestu interakcije s primarnimi elektroni.

Podobno kot v SEM fokusiran curek primarnih nepolariziranih elektronov visoke energije vrstičimo po površini vzorca. Po večkratnem neeleastičnem sipanju na elektronskih "oblakih" atomov primarni elektroni izgubijo svojo energijo, pri čemer nastanejo

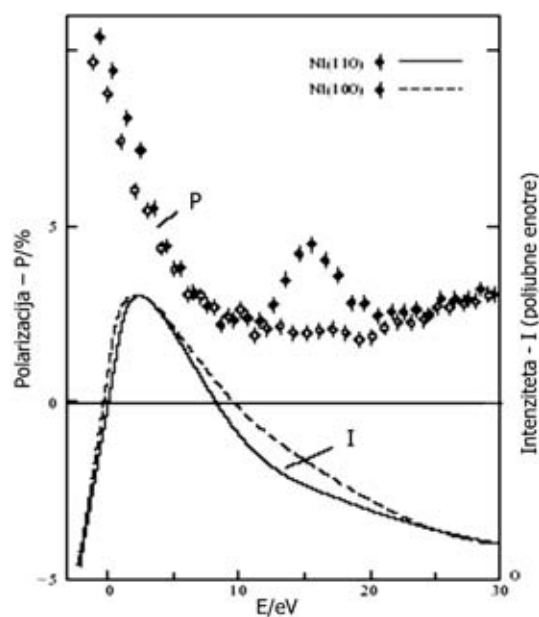


**Slika 3:** Shematski prikaz delovanja SEMPA. Primarni elektroni povzročijo emisijo sekundarnih elektronov, ki so spinsko polarizirani zaradi magnetizacije v feromagnetnem vzorcu (M).

nizkoenergijski ( $E_k < 50$  eV) sekundarni elektroni. Zaradi močne absorpcije je izstopna globina sekundarnih elektronov, ki zapustijo površino vzorca, okoli 1 nm. Zato je površinska občutljivost tehnike SEMPA zelo velika. Pri feromagnetnih vzorcih so sekundarni elektroni spinsko polarizirani. Njihov magnetni moment je vzporeden z magnetizacijo, medtem ko je spin usmerjen nasprotno od vektorja magnetizacije  $M$  (slika 5). Tako z merjenjem spinske polarizacije v določeni smeri ( $x, y, z$ ) dobimo "sliko" določene komponente vektorja magnetizacije na vzorcu.

### 2.2 Spinska polarizacija sekundarnih elektronov

Polarizacija spina sekundarnih elektronov je zelo odvisna od njihove kinetične energije (slika 4)<sup>(4)</sup>. Pri višjih energijah ima polarizacija ( $P$ ) (teoretično) pričakovane vrednosti, medtem ko pri nizkih energijah opazimo dvakrat ali trikrat večje vrednosti. Razlaga takšnega pojava je prednostno neelastično sipanje elektronov s spinom  $\downarrow$  in posledično večja verjetnost nastanka in detekcije elektronov s spinom  $\uparrow$ . Tudi intenziteta ( $I$ ) sekundarnih elektronov je največja pri nizkih energijah. Tako lahko z ustrezno napravo v energijskem intervalu od 0 eV do 10 eV zberemo in detektiramo veliko število spinsko polariziranih elektronov. Z nizkoenergijskimi sekundarnimi elektroni dobimo učinkovito kombinacijo velike intenzitete in velikega deleža spinsko polariziranih elektronov, kar poveča magnetni kontrast v SEMPA. Hkrati dosežemo izredno površinsko občutljivost, ki nam omogoča opazovanje magnetnih struktur ultratankih plasti debeline samo nekaj atomskih plasti.



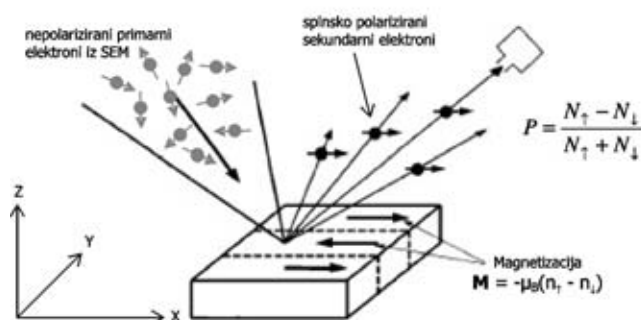
**Slika 4:** Diagram odvisnosti polarizacije ( $P$ ) sekundarnih elektronov in intenzitete ( $I$ ) od kinetične energije sekundarnih elektronov za vzorce Ni(100) in Ni(110). Meritve so bile narejene pri energiji primarnih elektronov 600 eV. Razvidno je povečanje polarizacije pri nizkih kinetičnih energijah. Podobno vedenje je opaženo za druge 3d feromagnetne prehodne kovine Fe in Co, ki imajo največje vrednosti okoli 50 % in 35 %. Polarizacijski vrh za Ni(110) pri 16 eV je posledica spinsko polarizirane strukture energijskega pasu za kristalografsko orientacijo (110).

Z metodo SEMPA ločeno merimo posamezne komponente vektorja spinske polarizacije elektronov  $P$ . Tako je polarizacija vzdolž  $x$ -osi

$$P_x = (N_{\uparrow} - N_{\downarrow}) / (N_{\uparrow} + N_{\downarrow}) \quad (1)$$

kjer sta  $N_{\uparrow}$  in  $N_{\downarrow}$  število elektronov s spinom, ki je paraleln ( $\uparrow$ ) oziroma antiparaleln ( $\downarrow$ ) z  $x$ -osjo (slika 5).

Elektronska spinska polarizacija ima vrednosti v intervalu  $-1 \leq P \leq 1$ , ki so po enačbi (1) normalizirane glede na celotno število emitiranih elektronov  $N = N_{\uparrow} + N_{\downarrow}$ .  $P$  je torej neodvisna od sprememb intenzitete sekundarnih elektronov in od fluktuacij toka primarnega elektronskega curka. iz tega izhaja, da so SEMPA-meritve spinske polarizacije neodvisne



**Slika 5:** Primer polarizacije sekundarnih elektronov na feromagnetnem vzorcu. Magnetizacija in polarizacija imata nasprotn znak zaradi nasprotne usmerjenosti spinskega magnetnega momenta in spina elektrona <sup>(2)</sup>.

od topografije vzorca. Intenziteto in polarizacijo sekundarnih elektronov izmerimo istočasno toda neodvisno. Tako ločeno posnamemo slike topografije (podobno kot v SEM) ter "magnetne" slike porazdelitve magnetizacije na površini preiskovanega vzorca.

Vrednost polarizacije lahko ocenimo iz poenostavljenega modela, pri čemer privzamemo, da kaskada sekundarnih elektronov nastane kot posledica enakomernega vzbujanja elektronov v valenčnem pasu.

V tem primeru je

$$P = n_B / n_V \quad (2)$$

kjer je  $n_B$  število Bohrovih magnetonov na atom in  $n_V$  število valenčnih elektronov na atom.

Izračunane vrednosti polarizacije  $P$  za Fe 28 %, Co 19 % in Ni 5 % se zelo dobro ujemajo z eksperimentalnimi meritvami za sekundarne elektrone s kinetično energijo med 10 eV in 20 eV. Spinsko polarizirani sekundarni elektroni, emitirani iz feromagnetnega vzorca, izražajo spinski delež magnetizacije:

$$M = -\mu_B(n_{\uparrow} - n_{\downarrow}) \quad (3)$$

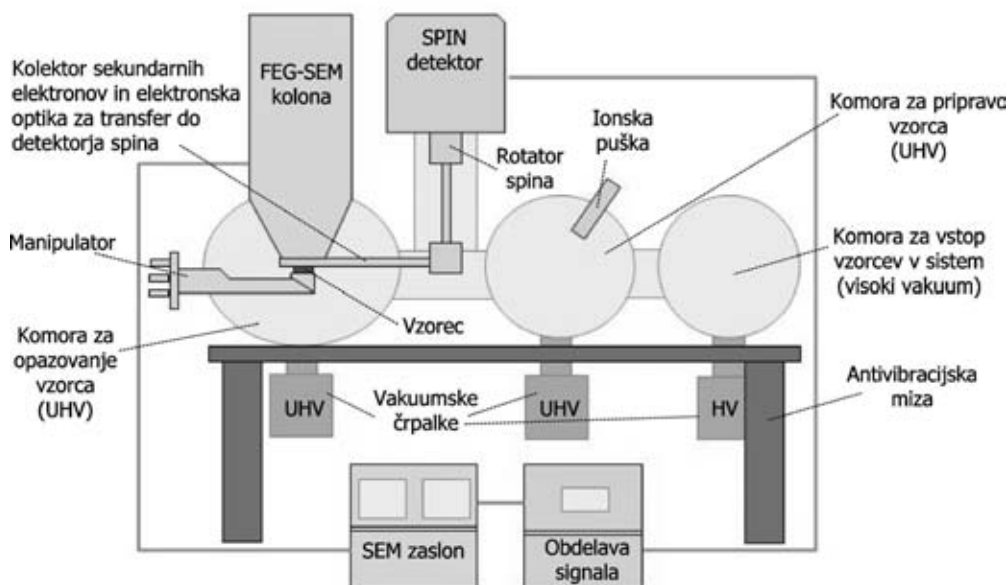
kjer je  $n_{\uparrow}$  ( $n_{\downarrow}$ ) število spinov v volumenski enoti, ki so paralelni (antiparalelni) z določeno orientacijo,  $(n_{\uparrow} - n_{\downarrow})$  je efektivna spinska gostota na atom,  $\mu_B$  je Bohrov magneton ( $\mu_B = e\hbar/2m_e = 5,79 \cdot 10^{-5}$  eV/T) <sup>(5)</sup>. V 3-d-feromagnetnih prehodnih kovinah z elektronsko strukturo tipa  $3s^23p^64s^23d^n$  je orbitalni magnetni moment skoraj "zamrznjen" in je spinski delež magnetizacije približno enak celotni magnetizaciji. Pri železu (bcc-Fe) sta vrednosti spinskega in orbitalnega magnetnega momenta na atom  $m_S = 1,98 \mu_B$  in  $m_O = 0,085 \mu_B$ . Razmerje  $m_O/m_S$  je torej 0,043 <sup>(6)</sup>.

Izmerjene komponente vektorja polarizacije ( $P_x$ ,  $P_y$ ,  $P_z$ ) so proporcionalne magnetizaciji ( $M_x$ ,  $M_y$ ,  $M_z$ ), so pa nasprotno usmerjene. Konstanta proporcionalnosti med  $P$  in  $M$  ni točno določena in se spreminja za različne materiale. Zato nam meritve SEMPA dajejo predvsem relativne vrednosti komponent vektorja magnetizacije na površini vzorca, ne pa njihovih absolutnih vrednosti.

### 2.3 Osnovne značilnosti metode SEMPA

V osnovi ima metoda SEMPA veliko lateralno ločljivost, ki je predvsem odvisna od premera fokusiranega primarnega elektronskega curka ter od vpliva zunanjih mehanskih in elektromagnetnih motenj na njegovo stabilnost. Zaradi majhne učinkovitosti spinskih detektorjev je treba v primarnem curku ohraniti zadosten tok elektronov, da v primernem času lahko posnamemo polarizacijske slike s primernim kontrastom in razmerjem signal-šum. Zato v sodobnih napravah SEMPA uporabljamo elektronske izvire, ki imajo visoko svetilnost. To so katode, ki delujejo na osnovi hladne ali termične poljske emisije (FEG –





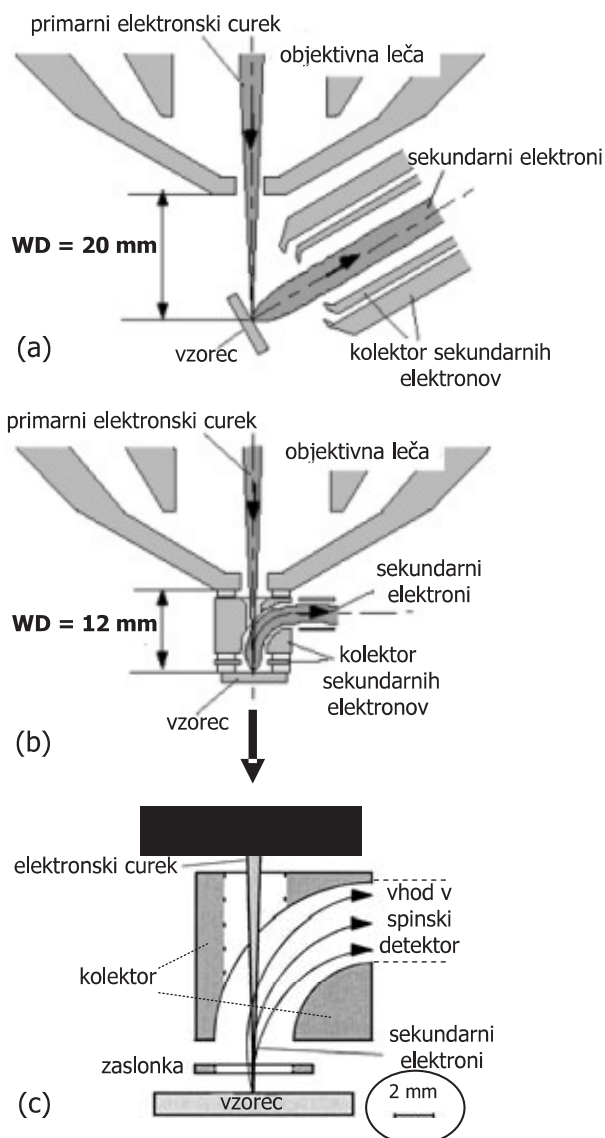
**Slika 6:** Shema novejšje izvedbe naprave SEMPA (2001). Komora z ultravisokim vakuumom (UHV) je potrebna, da se prepreči adsorpcija preostalih plinov na površini vzorca med analizo. Ionska puška v UHV-predkomori za pripravo vzorca je namenjena za odstranjevanje oksidnih plasti in površinske kontaminacije.

field emission gun). Tako npr. pri toku 1 nA posnamemo sliko SEMPA v času okoli 60 minut. V najboljšem primeru pri slikah magnetnega kontrasta dosežemo ločljivost okoli 10 nm, pri rutinskem delu pa okoli 100 nm. SEMPA ima tudi vse tiste prednosti, ki so značilne za vrstično elektronsko mikroskopijo: velika delovna razdalja, velika globinska ostrina in enostavno spreminjanje povečave, kar omogoča analizo površin velikosti od nekaj milimetrov do nekaj sto nanometrov.

Zaradi izredne površinske občutljivosti (informacijska globina je  $\sim 1$  nm) mora biti površina vzorcev za SEMPA čista in brez kakršnekoli kontaminacije oziroma oksidnih plasti ali adsorbatov. Pri pripravi vzorcev uporabljamo tehnike za pripravo čistih površin v napravi sami (*in situ*). Zato mora naprava SEMPA delovati v ultravisokem vakuumu ( $p < 5 \cdot 10^{-8}$  Pa). Skica instrumenta s pripravo vzorca *in situ* je prikazana na sliki 6<sup>(7)</sup>.

V SEMPA se uporabljajo različni analizatorji oziroma detektorji spinske polarizacije (polarimetri) sekundarnih elektronov. To so Mottov detektor, nizkoenergijski detektor z difuzijsko razpršitvijo (LEDS) in detektor z uklonom nizkoenergijskih elektronov (LEED). Za vse vrste polarimetrov je zna-

**Slika 7:** Konvencionalna (a) in nova izvedba (b) kolektorja sekundarnih elektronov v SEMPA. V (a) je smer primarnega curka elektronov različna od smeri sekundarnih elektronov (delovna razdalja (WD) je 20 mm) medtem ko sta v (b) smeri enaki. V izvedbi (b) zberemo sekundarne elektrone, ki so za  $90^\circ$  odklonjeni od prvotne smeri. To omogoča zmanjšanje delovne razdalje na 12 mm. Marker na sliki (c) nam kaže tudi realno velikost novonarejenega kolektorja<sup>(8)</sup>.



čilna zelo majhna učinkovitost detekcije, ki je velikostnega reda  $10^{-4}$ .

Čeprav je SEMPA v principu neodvisna od majhnih topografskih variacij na površini vzorca, je zaželeno, da so vzorci dobro polirani ter brez površinskih mehanskih napetosti. Vzorci morajo biti električno prevodni.

## 2.4 Instrumentalni faktorji

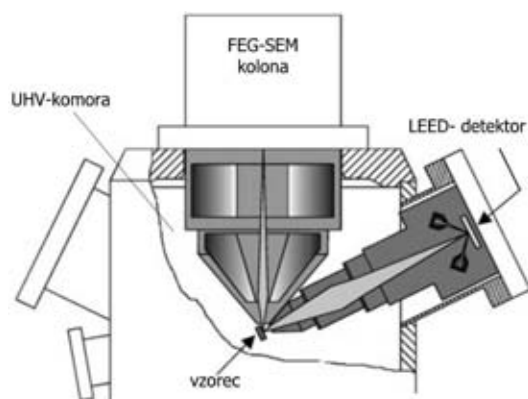
Za delovanje vrstičnega mikroskopa je značilno, da sferna aberacija objektivne leče hitro narašča s povečanjem delovne razdalje med vzorcem in objektivno lečo. Zato visoko ločljivost praviloma dosežemo pri čim krajši delovni razdalji. V zadnjih letih so bile narejene izboljšave posameznih komponent v napravah SEMPA, ki omogočajo majhne delovne razdalje in veliko lateralno ločljivost, celo do 5 nm<sup>(8,9)</sup>. To so dosegli predvsem z novo izvedbo geometrije kolektorja sekundarnih elektronov ter vhodnega dela analizatorja spinske polarizacije. Slika 7 prikazuje konvencionalno in novo konstrukcijo kolektorja sekundarnih elektronov.

Nova izvedba (slika 7b) omogoča tudi, da se vzorec fizično pritisne ob kolektor in tako mehansko pritrdi z objektivno lečo. Tako postane celoten sistem primarne elektronske optike z vzorcem še manj občutljiv za zunanje mehanske motnje.

Drugi način za zmanjševanje delovne razdalje je predelava oblike vhodnega dela spinskega detektorja (slika 8), ki je prilagojena geometriji objektivne leče in omogoča namestitev detektorja tik pod objektivno lečo v SEM-koloni.

Kolona UHV FEG-SEM je posebno prirejena izvedba mikroskopa LEO Gemini<sup>(9)</sup>.

Kratka delovna razdalja in velik izstopni kot sekundarnih elektronov (take-off angle), ki je približno enak  $90^\circ$ , omogočata velik prostorski kot zbira-



**Slika 8:** Shema SEMPA prikazuje relativno orientacijo SEM-kolone, vzorca in spinskega LEED-detektorja v UHV-komori. Nova izvedba detektorja omogoča majhno delovno razdaljo (WD) med objektivno lečo in vzorcem kot tudi majhno razdaljo med vzorcem in detektorjem (8 mm).

nja (solid angle) le-teh. Za sekundarne elektrone nizke energije, ki največ prispevajo k polarizaciji, je učinkovitost zbiranja skoraj 80-odstotna. Pri vseh modifikacijah je treba upoštevati, da zunanje magnetno polje SEM objektivne leče pri majhnih delovnih razdaljah lahko vpliva na polarizirane elektrone in zato ne sme presegati 795,7 A/m. Če želimo dobiti izredno visoko ločljivost, mora biti zunanje polje  $< 79,57$  A/m.

## 2.5 Analizator spinske polarizacije

Fizikalna osnova delovanja večine detektorjev spinske polarizacije je spinsko-orbitalna interakcija elektronov, ki nastane pri procesu sipanja elektronov na atomih tarče. Asimetrija spina se kaže v različnem sipalnem preseku za elektrone s spinom, ki je paralelen oziroma antiparalelen s smerjo vektorja normale na ravnino sipanja (Mott, 1929)<sup>(5,10)</sup>. Tako se elektroni s spinom  $\uparrow$  in  $\downarrow$  sipajo v različne smeri. Sipalni presek za elektrone s spinsko polarizacijo  $P$  je podan z enačbo:

$$\sigma(\theta) = I(\theta)[1 + S(\theta) P \cdot n] \quad (4)$$

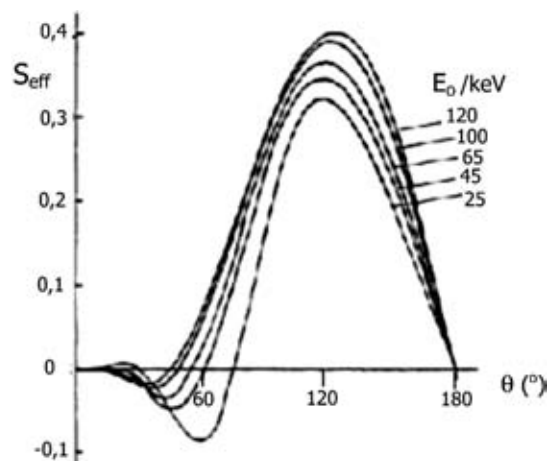
kjer je  $\theta$  sipalni kot,  $I(\theta)$  intenziteta sipanih elektronov brez vpliva spinsko-orbitalne interakcije in  $n$  enotni vektor, pravokoten na ravnino sipanja<sup>(11)</sup>.

$S(\theta)$  je Shermanova funkcija, ki je odvisna od atomskega števila  $Z$  materiala tarče, energije vpadnih elektronov  $E_0$  in sipalnega kota  $\theta$  (slika 9). Asimetrijo ( $A$ ) polarizacije ( $P$ ) detektiramo pravokotno na smer polarizacije in na smer vpadnih elektronov. Za vsako komponento polarizacije izmerimo število sipanih elektronov desno ( $N_R$ ) in levo ( $N_L$ ) od določene smeri. Izmerjena asimetrija sipanja je tako

$$A = (N_L - N_R)/(N_L + N_R) \quad (5)$$

Povezava med  $A$  in  $P$  je podana z

$$A = S_{\text{eff}} \cdot P \quad (6)$$



**Slika 9:** Vrednosti Shermanove funkcije  $S_{\text{eff}}$  v odvisnosti od energije vpadnih elektronov  $E_0$  in sipalnega kota  $\theta$ .

kjer je  $S_{\text{eff}}$  efektivna Shermanova funkcija, ki je v bistvu merilo za spinsko občutljivost polarimetra. Značilne vrednosti za  $S_{\text{eff}}$  so  $< 0,3$ .

Asimetrija sipanja narašča z energijo elektronov. Največjo asimetrijo izmerimo, ko je detektor postavljen v smeri kota povratnega sipanja  $\theta = 120^\circ$ .

Učinkovitost polarimetra (*figure-of-merit*) ocenimo iz enačbe:

$$F_{\text{om}} = (I/I_0) \cdot (S_{\text{eff}})^2 \quad (7)$$

kjer je  $I_0$  tok elektronov, ki vstopijo v polarimeter,  $I$  je tok sipanih elektronov, izmerjen z levim in desnim detektorjem oziroma celotno število sipanih elektronov v časovni enoti  $t$ :  $(N_L + N_R)/t$ . Razmerje  $I/I_0$  je manjše od  $10^{-2}$ . Učinkovitost polarimetra je tako okoli  $10^{-4}$ . To pomeni, da samo 1/10000 del emitiranih sekundarnih elektronov prispeva k magnetnem kontrastu, ki ga merimo s spinsko polarizacijo.

V polarimetrih z Mottovim detektorjem se elektroni pospešujejo do visokih energij (od 50 keV do 100 keV) in sipajo na tarči iz težkega elementa, kot je npr. tanka zlata folija. Drugi detektorji (LEED in LEDS) uporabljajo isti princip delovanja toda s sipanjem elektronov nizkih energij, npr. od 100 eV do 200 eV.

Princip delovanja konvencionalnega spinskega Mottovega detektorja je prikazan na sliki 10a. Po sipanju na Au-tarči elektrone detektiramo s štirimi detektorji A, B, C, D, ki so postavljeni simetrično in pod optimalnim kotom  $120^\circ$ . Ko je rotator spina izklopljen, izmerimo komponento polarizacije  $P_x$  iz razlike (asimetrije) števila detektiranih elektronov z detektorji A in B. Na enak način izmerimo  $P_y$  iz razlike signalov detektorjev C in D. Z vklopljenim

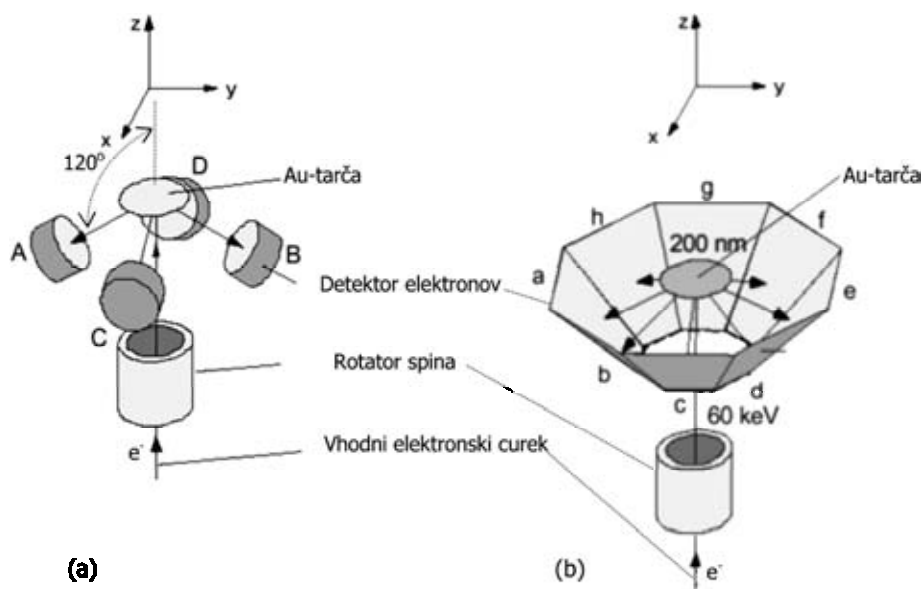
rotatorjem spina se vektor polarizacije obrne za  $90^\circ$  okoli  $x$ -osi in se komponenta  $P_z$  transformira v  $P_y$ . Tako izmerimo komponento  $P_z$  enako kot  $P_y$ . Novejša izvedba detektorja z visoko učinkovitostjo (slika 10b) je nastala na osnovi rezultatov sistematičnih raziskav spinske odvisnosti sipanja elektronov <sup>(7,8)</sup>.

Komponento  $P_x$  izmerimo iz razlike signalov, izmerjenih na detektorjih d, e, f in h, a, b.  $P_y$  določimo iz razlike signalov, izmerjenih na detektorjih b, c, d in f, g, h. Z vklopljenim rotatorjem spina izmerimo komponento  $P_z$  na način, opisan kot v primeru konfiguracije (a). Dodatna prednost detektorja na sliki 10b je, da detektorje b, d, f in h uporabimo za določanje obeh komponent polarizacije  $P_x$  in  $P_y$ . Debelina zlata tarče je 200 nm in energija vhodnih elektronov 60 keV. Učinkovitost novega detektorja je več kot 5-krat višja od konvencionalnega. Slika 11a prikazuje skico zgradbe Mottovega spinskega polarimetra v prečnem prerezu. Zaradi visoke napetosti je treba zagotoviti dobro električno izolacijo med ohišjem in električnim delom polarimetra ter ustrezno vakuumsko tesnjenje.

V obeh primerih je prikazana samo ena kolona polarimetra z enim parom detektorjev za merjenje določene komponente polarizacije. Druga kolona je postavljena v ravnini, ki leži pravokotno na ravnino slike.

V primerjavi z Mottovim polarimetrom, polarimeter z LEED-detekcijo (slika 11b) deluje pri nizki kinetični energiji elektronov (100–200 eV) in ne potrebuje posebne električne izolacije.

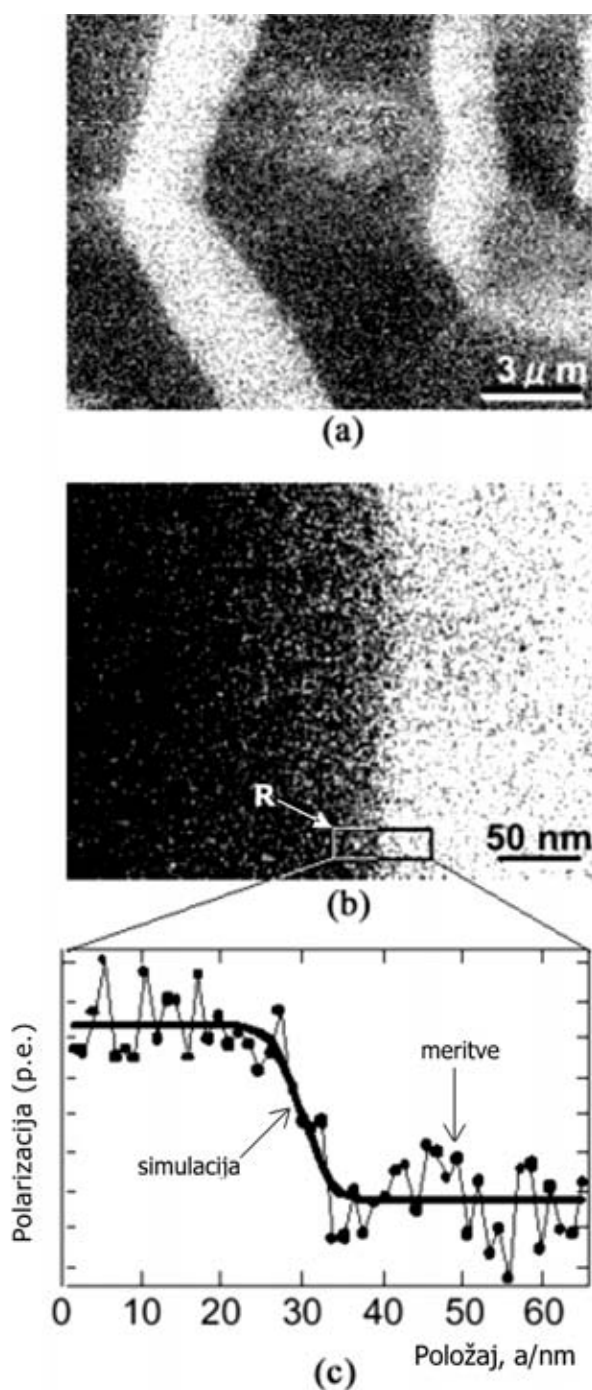
Vsak tip polarimetra ima določene prednosti in pomanjkljivosti. Tradicionalni Mottov analizator ima



**Slika 10:** (a) Princip spinskega detektorja. Polarizirani elektroni se sipajo na tarči (Au). Število sipanih elektronov izmerimo z detektorji A, B, C in D, ki so postavljeni simetrično glede na smer vpadnih elektronov ter določimo komponente polarizacije  $P_x$ ,  $P_y$  in  $P_z$  oziroma vektor polarizacije  $P$ . (b) Zgradba novega detektorja z izboljšano učinkovitostjo ( $F_{\text{om}}$ ). Polarni kot detekcije sipanih elektronov je od  $90^\circ$  do  $160^\circ$ . Trapezoidni elektronski detektorji (8x, a-h) so postavljeni skupaj in brez praznega prostora med njimi.







**Slika 14:** (a) Posnetek magnetne domenske strukture vzorca  $\text{SmCo}_5$  pri majhni povečavi. Temna in svetla področja sta domeni z nasprotno usmerjeno magnetizacijo. Razvidne so ostre meje med domenami.

(b) Posnetek pri veliki povečavi prikazuje visoko ločljivost, ki je bila dosežena z uporabo novega kolektorja sekundarnih elektronov, z novo zgradbo Mottovega detektorja in z uporabo FEG-SEM-kolone v ultravisokem vakuumu.

Širina področja, na katerem polarizacija spreminja smer, je bila ocenjena iz meritev vzdolž linije, označene s pravokotnikom R na sliki (b). Izmerjene vrednosti polarizacije so bile integrirane v smeri navpično na pravokotnik, v kateri leži tudi domenska stena.

Rezultat integracije je prikazan s črnimi krožci na sliki (c). Izmerjeni profil vključuje tudi vpliv fluktuacij toka primarnega elektronskega curka. Slika (c) jasno prikazuje, da se izmerjena spinska polarizacija izrazito spreminja na območju 10 nm.

posnetkov (slika 13 in 14) istega avtorja (Koike, 2001)<sup>(7,8)</sup>.

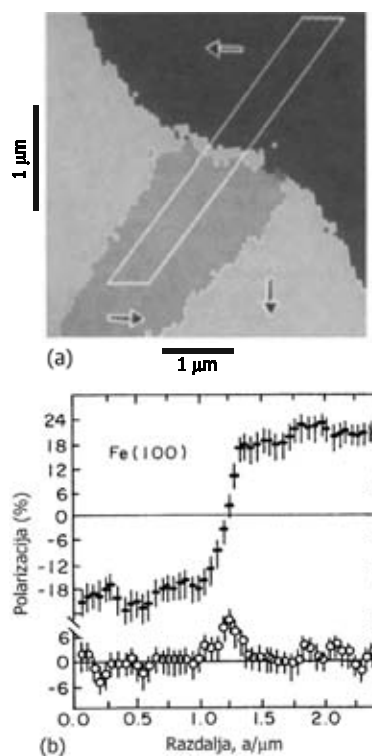
Slika prikazuje magnetno domensko strukturo vzorca Fe (001), kjer je smer magnetizacije predstavljena z različnimi svinami (marker zgoraj).

Sivina v centru markerja predstavlja smer magnetizacije "naravnost", svetlo siva smer "levo" in temno siva smer "desno".

Linija na sliki (c) predstavlja rezultate simulacije profila čez domensko steno.

Lateralna ločljivost je bila določena iz simulacije oziroma izračuna polarizacijskega linijskega profila čez domensko steno<sup>(8)</sup> ter primerjave z eksperimentalnimi meritvami (slika 3c). Analiza spinske polarizacije čez domensko steno pri vzorcu  $\text{SmCo}_5$  je pokazala, da je učinkovita ločljivost novega instrumenta SEMPA okoli 5 nm.

Naslednji primer (slika 15) je visokoločljivostni posnetek strukture domenske stene na površini monokristala Fe v orientaciji (100)<sup>(12)</sup>. Vzorec je bil mehansko poliran ter pregrevan 20 min pri temperaturi  $\sim 760^\circ\text{C}$  za popuščanje mehanskih napetosti. Pred začetkom preiskav SEMPA je bila površina vzorca očiščena v UHV-komori z ionskim jedkanjem v plazmi ionov  $\text{Ar}^{2+}$  z energijo 2 keV. Spinska polarizacija elektronov je bila izmerjena z LEED-polarimetrom z difrakcijo na kristalu W(001). Izmerjeni



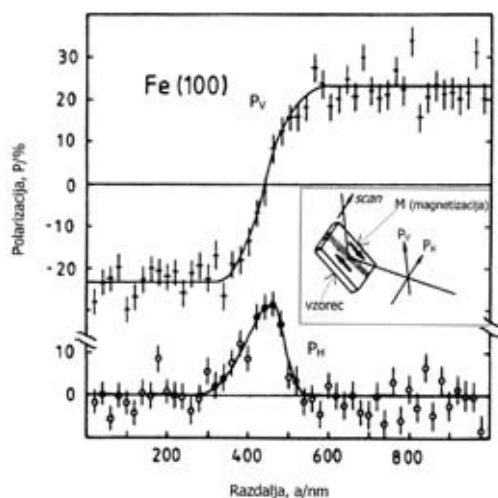
**Slika 15:** (a) Površinska struktura magnetnih domen pri Fe(100). Puščice kažejo izmerjene smeri polarizacije na domenah, ki določajo barvo na sliki. Okvir na sliki pomeni področje, iz katerega so izračunane povprečne vrednosti polarizacije, ki so prikazane na sliki (b).



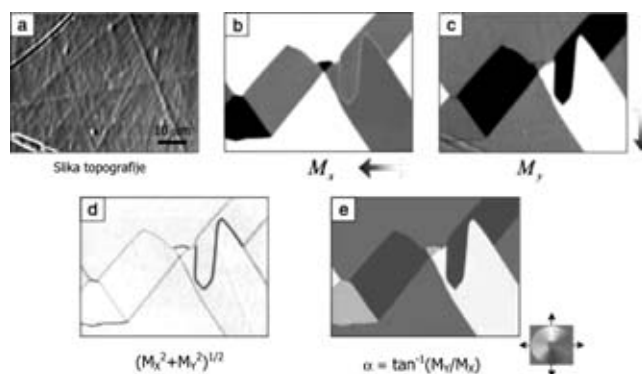
polarizacijski kontrast med različno namagnetenimi domeni je bil  $\pm 24\%$ .

Slika (b) prikazuje porazdelitev polarizacije čez domensko steno med področji z nasprotno usmerjenimi magnetizacijami (180-stopinjska domenska stena). Vertikalna komponenta polarizacije ( $P_V$ ) je označena s križci in horizontalna ( $P_H$ ) s krožci –  $P_H$  leži v ravnini slike (a). Dolžina koraka med posameznimi točkami linijske profilne analize je bila 50 nm. Odkloni kažejo  $1\sigma$  statistično napako meritev, ki so bile narejene vzdolž 10 linij vzporedno z daljšim robom okvirja, narisane na sliki (a) <sup>(12)</sup>.

Vertikalna komponenta polarizacije se zvezno spreminja med domenami od negativne do pozitivne vrednosti, kar potrjuje obstoj dveh domen z nasprotno usmerjenimi magnetizacijami (180°). Na presečišču, kjer je  $P=0$ , ima komponenta  $P_H$  maksimum. To neposredno potrjuje, da na površini vzorca 180-stopinjska stena ni Blochovega tipa, za katero namreč velja, da je  $P_H$  enaka nič čez celo domensko steno. Za bolj natančno preiskavo domenske stene je bila narejena linijska profilna analiza z visoko ločljivostjo in s korakom 20 nm med točkami (slika 16). Iz grafa odvisnosti komponente  $P_H$  od razdalje je bila ocenjena lateralna magnetna ločljivost na  $\leq 40$  nm. Zaradi izredno visoke ločljivosti opazimo izrazito povečanje vrednosti maksimuma  $P_H$ , ki ima (upoštevajoč statistično napako meritev) enako vrednost kot komponenta  $P_V$  pri zasičenju. Rezultati jasno kažejo, da 180-stopinjska domenska stena na površini monokristala Fe(100) ni Blochovega tipa. Znotraj domenske stene nastane rotacija vektorja magnetizacije na površini vzorca oziroma v ravnini, ki je navpična (vertikalna) na ravnino domenske stene. 180-stopinjska Blochova stena iz masivnega vzorca se na površini Fe(100) konča kot struktura Néelovega tipa. Ocenjena debelina domenske stene je bila  $(210 \pm 40)$  nm.



**Slika 16:** Linijska profilna analiza visoke ločljivosti čez domensko steno 180° (nasprotno usmerjeni magnetizaciji, slika 15a). Vstavljen slika prikazuje orientacijo osi za detekcijo komponent polarizacije  $P_V$  in  $P_H$  glede na orientacijo vzorca.

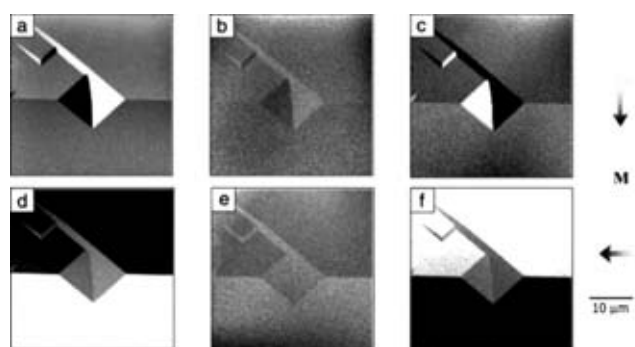


**Slika 17:** Posnetki SEMPA monokristala Fe-3 % Si. (a) Topografska slika površine; (b) Polarizacijska slika, kjer so različne sive proporcionalne komponenti magnetizacije  $M_X$  v smeri  $x$ ; (c) Podobna slika za komponentno  $M_Y$ ; (d) Slika intenzitete vektorja magnetizacije  $|M| = (M_X^2 + M_Y^2)^{1/2}$ ; (e) Slika prikazuje kot  $\alpha$  vektorja površinske magnetizacije, ki je enak  $\arctan(M_Y/M_X)$  in določa smer  $M$  na površini vzorca.

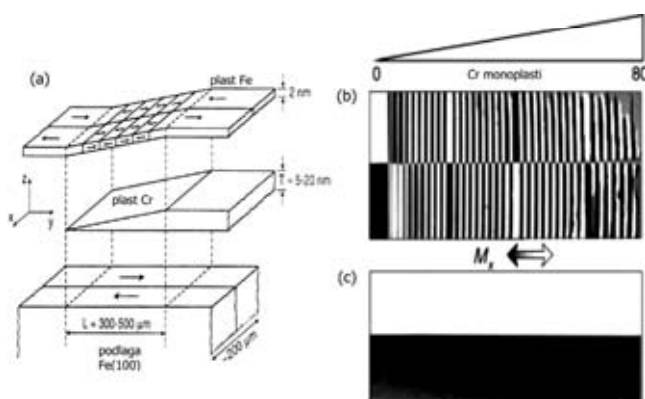
Slika 17 prikazuje domensko strukturo na površini monokristala Fe-3 % Si <sup>(2)</sup>. V napravi SEMPA so bile istočasno posnete slike topografije vzorca (kot v SEM) ter dveh komponent magnetizacije  $M_X$  in  $M_Y$ . Na sliki za komponento  $M_X$  bela področja pomenijo smer magnetizacije v desno, črna pa smer v levo. Vmesna siva področja ustrezajo magnetizaciji v  $y$ -smeri. Tako pri sliki  $M_Y$  belo področje pomeni smer navzgor, črno pa navzdol. Intenziteta vektorja površinske magnetizacije na vzorcu je enakomerna in se lahko izračuna iz  $|M| = (M_X^2 + M_Y^2)^{1/2}$ .

Primer na sliki 18 prikazuje zmogljivost in učinkovitost metode SEMPA pri opazovanju domen feromagnetnih tankih plasti, ki so medsebojno ločene z nemagnetnimi plastmi <sup>(2)</sup>.

Triplastna struktura Fe/Cr/Fe je bila narejena z nanosom 1 nm debele plasti Cr na čisto rezino monokristala Fe(001) ter z nanosom 2 nm debele plasti Fe



**Slika 18:** Posnetki SEMPA komponent površinske magnetizacije na različnih plasteh triplastne strukture Fe/Cr/Fe. (a) Slika prikazuje komponento magnetizacije  $M_Y$  domenske strukture na podlagi iz Fe-rezine (whisker). (b) Isto področje po nanosu 1 nm debele nemagnetne plasti Cr. (c) Isto področje po nanosu 2 nm debele plasti Fe in formiranju triplastne Fe/Cr/Fe-strukture. Posnetki jasno prikazujejo nasprotni smeri magnetizacije med (a) in (c); (d-f) posnetki komponente magnetizacije  $M_X$  za enake pogoje, kot so opisani pri slikah (a-c).



**Slika 19:** (a) Skica geometrije "klinaste" strukture Fe/Cr/Fe za analizo SEMPA. Podlaga je rezina monokristala Fe(100) z dvema nasprotno usmerjenima domenama. Debelina Cr-plasti narašča približno za 10 nm na dolžini  $\sim 1$  mm. Z epitaksijo je bilo nanoseno 80 monoplasti Cr. Plast Fe na površini je debela 2 nm. (b) Komponenta  $M_x$  spreminja smer magnetizacije v Fe-plasti z naraščanjem debeline Cr plasti po nanosu vsake monoplasti Cr. (c) Posnetek SEMPA magnetizacije ( $M_x$ ) čiste Fe-podlage.

na plast Cr. SEMPA prikazujejo zanimivo domensko strukturo Fe-podlage. Sendvična struktura prikazuje inverzijo oziroma nasprotno (antiparalelno oz. anti-feromagnetno) usmerjenost vsake komponente magnetizacije glede na Fe-podlago. Sklopitev magnetizacije v tankih feromagnetnih plasteh, ki so razdeljene z nemagnetno plastjo Cr, je lahko feromagnetna ali anti-feromagnetna glede na magnetno strukturo podlage in je odvisna od debeline plasti Cr <sup>(13)</sup>.

**Tabela 1:** Pregled in značilnosti metod za preiskave magnetnih struktur <sup>(2)</sup>.

	Lorentzova mikroskopija (TEM)						
	SEMPA	MFM	Magneto-optična	Fresnel, Foucault	DPC	Holografija	XMCD
Vir kontrasta	<b>M</b>	$\nabla \mathbf{B}$	<b>M</b>	$\nabla \times \mathbf{B}$	<b>B</b>	<b>B, <math>\Phi_B</math></b>	<b>M</b>
Ločljivost (nm)							
najboljša	$\sim 10$	40	300	$\sim 10$	$\sim 2$	$\sim 5$	300
tipična	100	100	1000	50	20	20	500
Informacijska globina (nm)	1–2	20–500	20	debelina vzorca ( $\geq 150$ nm)	2–20		
Čas zajemanja slike	1–100 min	5–30 min	10 ns–1 s	0,04–30 s	5–50 s	0,03–10 s	0,03 s do 10 min
Zun. magn. polje (A/m)	$< 1$	$< 800$	brez omejitev	$< 500$ (vert.) $< 100$ (horiz.)	$< 100$	$< 1$	
Izolatorji	ne	da	da	ne	ne	ne	ne
Vakuuum	UHV	ne	ne	HV	HV	HV	UHV
Topografsko-kristalografska občutljivost	nizka	visoka	visoka	srednja	srednja	srednja	nizka
Posebne zahteve za vzorce	čista površina	ravna in gladka površina	ravna in gladka površina	tanki vzorci ( $= 150$ nm)			

MFM: mikroskopija na magnetno silo (Magnetic Force Microscopy)

Magnetooptična: Kerrov ali Faradayev efekt interakcije polarizirane svetlobe z magnetizacijo vzorca

Lorentz/TEM: različice Lorentzove mikroskopije v presevnem elektronskem mikroskopu (TEM)

DPC: mikroskopija diferencialnega faznega kontrasta (Differential Phase Contrast)

XMCD: efekt odvisnosti absorpcije polarizirane rentgenske svetlobe od magnetizacije (X-ray Magnetic Circular Dichroism); metoda uporablja sinhrotronsko svetlobo

**M** – magnetizacija; **B** – magnetna indukcija;  $\Phi_B$  – magnetni fluks

Naslednji primer (slika 19) prikazuje rezultate podrobnih preiskav SEMPA sklopitve magnetizacije v tankih plasteh Fe v odvisnosti od debeline plasti Cr. Za ta namen je bila narejena posebna Cr-plast s strukturo "klinaste" oblike med Fe-podlago in 2 nm debelo plastjo Fe na površini (slika 19a) <sup>(14)</sup>.

Debelina plasti Cr in Fe je bila izmerjena zelo natančno z uporabo metode RHEED (difrakcija elektronov z visoko energijo). Na začetku je magnetizacija v 2 nm debeli plasti Fe (slika 19b) sklopljena feromagnetno (v isti smeri) z magnetizacijo podlage vse do debeline Cr-plasti, ki ustreza štirim monoplastem Cr. Po vsakem naslednjem nanosu magnetizacija izmenično spremeni smer. Izmeničnost se nadaljuje do debeline 24 monoplasti. Naslednja sprememba v magnetizaciji Fe nastane, ko Cr-plast naraste za dve monoplasti. Ta fazni premik se pojavlja še pri debelini 44 in 64 Cr-monoplasti in je posledica majhne inkomenzurabilnosti med periodo izmenjevanja magnetizacije ( $2,105 \pm 0,005$  monoplasti Cr) in mrežno razdaljo <sup>(2,14)</sup>.

#### 4 PRIMERJAVA METOD ZA PREISKAVE MAGNETNIH STRUKTUR

Kratek primerjalni pregled osnovnih značilnosti metod za preiskovanje oziroma opazovanje magnetnih struktur (domen) je podan v tabeli 1.

## 5 SKLEP

Osnovne značilnosti metode SEMPA so visoka ločljivost, površinska občutljivost, možnost kvantitativnega določanja smeri magnetizacije ter istočasna analiza topografije in magnetizacije pri preiskovanem vzorcu.

Metodo SEMPA uporabljamo za preiskave površinske magnetizacije tako masivnih vzorcev kot tudi tankih plasti. Opazujemo lahko magnetne strukture različnih velikosti: relativno velike feromagnete domenske strukture ( $>10\ \mu\text{m}$ ), domenske stene ( $\sim 200\ \text{nm}$ ) in fine strukture ( $<50\ \text{nm}$ ), kot so različne magnetne singularnosti.

S tehnološkega vidika je metoda primerna za preiskave širokega spektra magnetnih materialov: od amorfnih in kristaliničnih mehkih feromagnetov do naprav za magnetno shranjevanje podatkov z visoko gostoto zapisa.

## 6 LITERATURA

1. "Magnetic Materials", University of Birmingham, UK [http://www.aacg.bham.ac.uk/magnetic\\_materials](http://www.aacg.bham.ac.uk/magnetic_materials)

2. "Magnetic Domain Imaging of Spintronic Devices", NIST, Gaithersburg, MD, USA <http://physics.nist.gov/Divisions/Div841/Gp3/Pubs/pdf/epg698.pdf>
3. K. Koike, K. Hayakawa, Jpn. J. Appl. Phys., 23 (1984) L187
4. R. Allenspach, IBM, J. Res. Develop., 44 (2000) 4
5. J. Unguris, M. R. Scheinfein, M. H. Kelley, A. Gavrin, R. J. Celotta, D. T. Pierce, <http://physics.nist.gov/Divisions/Div841/Gp3/Pubs/pdf/epg666.pdf>
6. C. T. Chen, Y. U. Idzerda, H.-J. Lin, N. V. Smith, G. Meigs, E. Chaban, G. H. Ho, E. Pellegrin, F. Sette, Phys. Rev. Lett., 75 (1995), 152
7. "Spin Measurement Team", National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, Correlated Electron Research Center (CERC), Tsukuba, Japan [http://unit.aist.go.jp/cerc/rep2001/rep\\_2001\\_spinE.html](http://unit.aist.go.jp/cerc/rep2001/rep_2001_spinE.html)
8. T. Kohashi, K. Koike, Jpn. J. Appl. Phys., 40 (2001) L1264
9. R. Froemter, H. P. Oepen, J. Kirshner, Appl. Phys. A 76, (2003), p. 869–971
10. "Mott Scattering", <http://srs.dl.ac.uk/XUV-VUV/science/mott.html>
11. D. J. Huang, W. P. Wu, J. Chen, C. F. Chang, S. C. Chung, M. Yuri, H.-J. Lin, P. D. Johnson, C. T. Chen, "Performance of a Mott detector for undulator-based spin-resolved spectroscopy", Review of Scientific Instruments, 73(2002)11, 3778-3783
12. H. P. Oepen, J. Kirshner, Phys. Rev. Lett., 62(1989)7, 819
13. P. Grünberg, R. Schreiber, Y. Pang, Phys. Rev. Lett., 57(1986)19, 2442
14. J. Unguris, R. J. Celotta, D. T. Pierce, Phys. Rev. Lett., 67(1991)1, 40

# VAKUUMSKI TEČAJ

## OBVESTILO O TEČAJU OSNOVE VAKUUMSKE TEHNIKE ZA MLADE RAZISKOVALCE

V četrtek in petek, 8. in 9. januarja 2009, organizira Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije – DVTS dvodnevni tečaj iz Osnov vakuumске tehnike za mlade raziskovalce. Tečaj bo potekal na Institutu "Jožef Stefan" v Ljubljani, deloma pa tudi na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije. Obsegal bo teoretični in praktični del. Cena tečaja je 400 EUR (brez DDV). V ceni je všteta literatura (knjiga Vakuumska znanost in tehnika) in dve kosili.

Več o tečaju lahko preberete na društvenih straneh: <http://www.dvts.si>.

Na tečaj se prijavite dr. Janezu Kovaču na elektronski naslov: [janez.kovac@ijs.si](mailto:janez.kovac@ijs.si).

Vabljeni.

dr. Janez Kovač, tajnik DVTS  
 Institut "Jožef Stefan"  
 Jamova 39  
 1000 Ljubljana  
 tel. (01) 477 3403  
 e-pošta: [janez.kovac@ijs.si](mailto:janez.kovac@ijs.si)