

UNIVERZITA PALACKÉHO V OLMOUCI  
PŘÍRODOVĚDECKÁ FAKULTA  
KATEDRA EXPERIMENTÁLNÍ FYZIKY



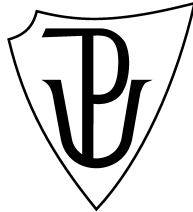
**Magnetické vlastnosti  
nanokompozitních materiálů**

DIZERTAČNÍ PRÁCE

Prosinec 2009

Ing. Mgr. Aleš Hendrych

PALACKÝ UNIVERSITY  
FACULTY OF SCIENCE  
DEPARTMENT OF EXPERIMENTAL PHYSICS



# Magnetic properties of the nanocomposite materials

by

Ing. Mgr. Aleš Hendrych

Supervisor: Doc. RNDr. Roman Kubínek, CSc.

Dissertation submitted to the Faculty of Science of  
Palacký University in Olomouc  
in partial fulfillment of the requirements  
for the degree of

**Doctor**

in the branch of study  
Experimental Physics  
of study program Applied Physics

## Poděkování

Na tomto místě bych velmi rád vyjádřil své poděkování vedoucímu dizertační práce doc. RNDr. Romanu Kubínkovi, CSc. A to zejména za to, že se mne, v jistém pro mne nelehkém období, ujal, přičemž mi byly jeho dobře míněné rady, ať už na poli vědeckém nebo mimo něj, velmi užitečné, a to i přes značné vytížení za vedení katedry experimentální fyziky nebo akademického senátu.

Velké díky patří ing. Ondřeji Životskému, Ph.D., který mne zasvětil do magnetooptiky jako takové včetně používaných aparatur, se kterými jsem se seznámil v nově vybudovaných laboratořích Centra Pokročilých Inovačních Technologí (CPIT). Bez jeho nezištného přispění by tato práce zcela jistě nemohla vzniknout.

Opakované diskuze s dalšími členy Institutu fyziky na VŠB–TU v Ostravě mi pomohly se začít v této oblasti trochu orientovat. Rád bych připojil své díky kolegům doc. Mgr. Kamilu Postavovi, Dr., a ing. Kamile Hrabovské, Ph. D., a to nejen za asistenci při mnoha měřeních, ale také za velmi vlídný přístup.

Mé další poděkování směřuje do Centra Nanotechnologií při Univerzitě Palackého v Olomouci, kde mi bylo umožněno se seznámit s mikroskopií skenující sondou pod dohledem Mgr. Milana Vůjtky, Ph. D.

Další poděkování je adresováno ing. Luďku Krausovi, CSc., z Fyzikálního ústavu AV v Praze za poskytnutí vzorků a obrázků objemových měření, přečtení a korekci publikovaných článků včetně diskuze k problematice asymetrické obří magnetoimpedance.

Publikované výsledky prezentované v dizertační práci byly podpořeny následujícími granty–MSM 6198910016, KAN400100653, kterým bych chtěl rovněž poděkovat.

# Magnetic properties of the nanocomposite materials

Ing. Mgr. Aleš Hendrych

Palacký University, Olomouc, December 2009

Supervisor: Doc. RNDr. Roman Kubínek, CSc.

An enormous advancement in magnetic nanomaterial research during last two decades has been achieved. Much of the effort has been paid to the fundamental physical aspects arising from the preparation process. New trends mainly in the area of information, data storage and sensor technologies are pushing up the development of new magnetic materials to nanometer dimensions. There is still a challenge to meet on the field of the nanomaterials because only in user-specific control limited success was reached so far. Many parameters that affect the final material composition including heat treatment and straining effects should be taken into account due to feasibility of tuning or perking up magnetic nanostructured materials.

Thoroughly performed scientific investigations are needed in order to successfully describe and clarify newly developed systems. Naturally, such investigations have to be realized by delicate measuring methods. Therefore, this thesis is dedicated to the development of the particular techniques, namely magneto-optical methods, magneto-optical vector magnetometry, Kerr microscopy and magnetic force microscopy, which are suitable for characterization of magnetic-based nanomaterials mainly in a form of nanocomposite films and ribbons. The concept of the thesis is divided into two parts. The first part introduces theoretical background and its physical matter including detecting principles within the scope of measuring devices and set-ups. Operational mechanisms of the magnetic force microscopy is described in detail as well as the nature of the long-range forces acting on the probe or sample. The disposition of the probe to sample interaction and concrete detection regimes are also included. Magneto optic apparatus is presented in the similar manner with the deep description of the magneto optic vector magnetometry based on differential intensity method.

The whole system is used for measuring near-surface hysteresis loops in longitudinal and transversal configuration. The surface domain observation is ensured by means of the magneto-optic Kerr microscopy.

The second part includes results obtained from the investigation performed on two kinds of amorphous ribbons, CoFeCrSiB and FeNbB, both prepared by planar flow casting method. Amorphous CoFeCrSiB samples are interesting mainly due to their exhibition to the asymmetric giant magnetoimpedance (AGMI) effect, known as a promising sensor tool. We proposed the magneto-optic method, which consists in the elimination of demagnetizing events by DC current flowing through the ribbon. Consequently, the magnetic properties were evaluated on the basis of condition changes during the annealing and loading.

On the contrary, the presence of crystalline phase on the surface confirmed by Mössbauer spectroscopy and X-ray diffraction suggests, that FeNbB ribbons embody interesting anisotropy distribution and surface magnetic domain ordering. Moreover, we utilised the schematic model, that clearly describes distribution of amorphous and crystalline phases occurred on both ribbon sides as well as the depth profile parameters.

# Obsah

Poděkování	i
Abstrakt	ii
Seznam symbolů a zkratk	vi
<b>1 Úvod</b>	<b>1</b>
<b>2 Mikroskopie magnetické síly</b>	<b>4</b>
2.1 Od SPM k MFM . . . . .	4
2.2 Teorie MFM . . . . .	6
2.2.1 Detekční režimy . . . . .	6
2.2.1.1 Statický (DC) režim . . . . .	6
2.2.1.2 Dynamický (AC) režim . . . . .	6
2.2.2 Magnetická interakce . . . . .	7
2.2.3 Separace magnetického kontrastu . . . . .	8
2.3 Mikroskop magnetické síly Ntegra Aura . . . . .	9
2.3.1 Funkční schéma . . . . .	9
2.3.2 Měřicí mechanismus . . . . .	11
<b>3 Magnetooptika</b>	<b>14</b>
3.1 Magnetooptické metody . . . . .	15
3.1.1 Diferenciální intenzitní metoda . . . . .	16
3.2 Kerrova mikroskopie . . . . .	20
3.3 Měření magnetických domén . . . . .	22
<b>4 Výsledky</b>	<b>24</b>
4.1 AQ FeNbB pásy . . . . .	26
4.1.1 Wheel strana . . . . .	26

4.1.2	Shiny strana . . . . .	30
4.1.3	Pozorování magnetických domén . . . . .	31
4.1.4	Exchange bias . . . . .	33
4.2	FA FeNbB pásy . . . . .	35
4.3	CoFeCrSiB pásy . . . . .	36
4.3.1	AQ pásy . . . . .	37
4.3.2	FA pásy . . . . .	39
4.3.3	SA pásy . . . . .	43
4.3.4	Objemové magnetické vlastnosti . . . . .	44
4.4	SPM–MFM . . . . .	45
4.4.1	FeNbB pásy z perspektivy SPM–MFM . . . . .	45
4.4.2	CoFeCrSiB pásy z perspektivy SPM–MFM . . . . .	46
4.4.3	Amorfní kov vs. MFM . . . . .	49
<b>5</b>	<b>Závěr</b>	<b>52</b>
	<b>Literatura</b>	<b>62</b>
	<b>Seznam autorových publikací</b>	<b>I</b>
	Článek v časopise s IF . . . . .	I
	Kapitola v knize . . . . .	I
	Článek v recenzovaném časopise . . . . .	II
	Sborníky z konferencí . . . . .	II
<b>A</b>	<b>Jev obří magnetoimpedance a jeho asymetrie</b>	<b>III</b>
<b>B</b>	<b>Jednotky magnetických veličin v soustavě SI a CGS</b>	<b>VIII</b>
<b>C</b>	<b>Metoda rovinného lití</b>	<b>IX</b>
<b>D</b>	<b>Příloha–Články s IF</b>	<b>XI</b>

# Seznam symbolů a zkratek

Symbol	Název
$k$	Konstanta pružnosti
$k_i$	Interakční konstanta pružnosti
$\partial F/\partial z$	Gradient magnetické síly
$\omega$	Rezonanční frekvence
$\omega_0$	Volná rezonanční frekvence
$E$	Potenciál magnetického pole
$\mu_0$	Permeabilita vakua
$\sigma$	Tahové napětí
$n_i$	Index lomu
$Q_i$	Voightova konstanta
$\lambda_s$	Magnetostrikční konstanta
$A_0$	Amplituda dopadajícího světelného svazku
$I$	Elektrický proud
$M$	Magnetizace
$M_L, M_x$	Longitudinální komponenta magnetizace
$M_T, M_y$	Transverzální komponenta magnetizace
$M_P$	Polární komponenta magnetizace
$J_R$	Jonesův vektor
$r_{pp,ps,sp,ss}$	Reflexní koeficienty
$\varepsilon_{K_p}, \varepsilon_{K_s}$	Kerrova elipticita pro p, s polarizaci
$\theta_{K_p}, \theta_{K_s}$	Kerrova rotace pro p, s polarizaci



<b>Symbol</b>	<b>Název</b>
$H$	Intenzita magnetického pole
$H_c$	Koercitivní pole, koercitivní síla
$H_s$	Saturační magnetizace, saturace
$H_b$	Magnetické pole v bias efektu, bias pole
$H_I$	Magnetické pole generované proudem

<b>Zkratka</b>		<b>Název</b>
SPM	Scanning probe microscopy	Mikroskopie skenující sondou
STM	Scanning tunneling microscopy	Skenovací tunelovací mikroskopie
AFM	Atomic force microscopy	Mikroskopie atomárních sil
MFM	Magnetic force microscopy	Mikroskopie magnetické síly
DC	Direct current	Stejnosměrný proud
AC	Alternating current	Střídavý proud
MOKE	Magneto optic Kerr effect	Magneto optický Kerrův jev
MOKM	Kerr microscopy	Kerova mikroskopie
PEM	Photoelastic modulator	Fotoelastický modulátor
WP	Wollaston prism	Wollastonův hranol
CEMS	Conversion electron Mössbauer spectroscopy	Mössbauerova spektroskopie s využitím konverzního elektronu
XRD	X-Ray diffraction	Difrakce rtg. záření
AQ pásky	As-quenched	Bez úprav
FA pásky	Field-annealed	Žíhané v magnetickém poli
SA pásky	Stress-annealed	Vystaveny tahovému napětí
GMI	Giant magnetoimpedance	Obří magnetoimpedance
AGMI	Asymmetric giant magnetoimpedance	Asymetrická obří magnetoimpedance

# Kapitola 1

## Úvod

Neustále zdokonalované výrobní postupy a technologie umožňují vyvíjet nové typy nanostrukturovaných materiálů. Díky svým rozměrům a zajímavým vlastnostem, které vyplývají ze strukturního uspořádání, vyhovují tyto materiály mnoha novým trendům i náročným aplikacím. Masivní rozvoj zaznamenala zejména skupina magnetických materiálů, u nichž vhodné magneto-optické, magneto-transportní nebo čisté magnetické vlastnosti umožňují využít řadu fyzikálních jevů jako superparamagnetismus, obří magnetorezistance (GMR) nebo obří magnetoimpedance (GMI) (MAHDI, A. E. et al., 2003) a následně je implementovat přímo do technologie výroby (ELSHAFIEY, I. and MOHRA, A., 2007). V oblasti magnetických senzorů, paměťových zařízení, záznamu a čtení informací se nanomagnetické struktury staly zvláště užitečné (RIPKA, P., 1996). Při nanosení několika magnetických nanovrstev na sebe může dojít ke změnám v jejich magnetizaci a tím k výraznému ovlivnění průchodu elektrického proudu. Popsaný fyzikální jev GMR se ukázal být vhodným nástrojem pro konstrukci čtecích hlav pevných disků. Magnetické senzory, proudové senzory, tenzometry, elektronické kompas, snímače polohy a další technika pak vděčí za svůj rozvoj zejména výzkumu v oblasti přípravy amorfních magnetických pásků. Většina těchto senzorů využívá jevu GMI, který je založen na výměnné vazbě mezi magneticky tvrdou povrchovou vrstvou a amorfní objemovou vrstvou magnetických materiálů. Moderní nanomagnetické materiály nacházejí uplatnění v nově vznikajících oborech jako spintronika, magnetofotonika a dokazují tak, že nanomagnetismus se stává významnou inovační výzkumnou oblastí.

Zkoumání vlastností nanomagnetických materiálů, jejich povrchů, multivrstvenatých struktur, však klade na měřicí techniku nemalé nároky. Je nutné využít metody, které jsou neinvazivní, nenákladné, citlivé k povrchu i k jednotlivým

vrstvám, a přitom schopné dosáhnout dostatečné rozlišení. Ukazuje se, že pro tyto účely se s výhodou využívají magnetooptické elipsometrické metody nebo mikroskopické metody založené na proskenování měřeného povrchu mechanickou sondou. Z těchto důvodů je předkládaná dizertační práce věnována rozvoji těchto experimentálních metod. V práci je představena mikroskopie magnetických sil (MFM), patřící do velké skupiny mikroskopií se skenující sondou (SPM), metoda využívající magnetooptickou vektorovou magnetometrii (MOKE) a magnetooptická Kerrova mikroskopie (MOKM).

Dizertační práce je rozdělena do dvou celků. V první části je podrobně rozpracována teorie a detekční principy měřicích zařízení s důrazem kladeným na fyzikální aspekty. V případě MFM je diskutován funkční mechanismus společný pro většinu mikroskopií využívajících skenující sondu, dále pak charakter dalekodosahové magnetické síly, povaha interakce magnetického hrotu se vzorkem, detekční režimy. Obdobně je představena magnetooptická aparatura, popsán měřicí mechanismus magnetooptické vektorové magnetometrie, založený na diferenciální metodě. Dále je pak popsán magnetooptický Kerrův mikroskop sloužící zejména pro pozorování magnetických domén.

Výsledky měření a srovnání použitých technik tvoří druhou část práce. Měření prováděná technikou MFM měla metodický charakter. V rámci experimentální práce na nově zakoupeném mikroskopu Ntegra Aura došlo k osvojení měřicích postupů, různých typů zapojení a proměření některých nanostrukturovaných materiálů včetně níže zmíněných pásků. Studium magnetických vlastností se uskutečnilo pomocí techniky magnetooptické magnetometrie. Byly naměřeny hysterezní smyčky pro  $s$  a  $p$  dopadající polarizované světlo, a to na dvou typech pásků, FeNbB a CoFeSiCrB, které byly připraveny metodou rovinného lití (planar flow casting), jejíž podstatou je nástřik taveniny na rychle rotující bubnu.

V případě CoFeSiCrB pásků vzniká při kontaktu taveniny s bubnem v důsledku rapidního snížení teploty amorfni struktura. Především, že studium povrchu krystalické fáze a amorfniho bulku bylo provedeno už na žíhaných CoFeSiB páscích (ŽIVOTSKÝ, O. et al., 2005). Tyto pásky však byly pro naše pozorování modifikovány obohacením o chrom (odolný vůči oxidaci), přičemž se ukázalo, že po nástřiku jsou už ryze amorfni. Tyto pásky vykazují jev asymetrické obří magnetoimpedance (AGMI), ale pouze tehdy, prochází-li měřeným vzorkem stejnosměrný elektrický proud.

Jsou známy tři spouštěcí mechanismy AGMI (KNOBEL, M. et al., 2003). První je způsoben výměnnou interakcí mezi tvrdou povrchovou vrstvou a měkkým bulkem

materiálu (exchange bias). Druhý typ mechanismu byl pozorován v případě, že měřeným vzorkem procházel stejnosměrný proud (dc bias current). Na základě výše uvedených poznatků byla navržena magnetooptická metoda, která spočívá v eliminaci demagnetizačních efektů právě přivedením stejnosměrného elektrického proudu do vzorku (HENDRYCH, A. et al., 2009). Třetím typem mechanismu je přivedení střídavého elektrického proudu na vzorek (ac bias current).

V důsledku tepelných úprav vzorku při různých teplotách nebo mechanického namáhání (změny anizotropního a koercitivního pole) se sledovaly magnetické vlastnosti a změny v anizotropii.

Naproti tomu u FeNbB pásků byla po tepelném zpracování pomocí Mössbauerovy spektroskopie a rtg-difrakce detekována přítomnost krystalické fáze na povrchu i amorfní fáze uvnitř materiálu. S využitím magnetooptické metody se sledovala mocnost krystalické vrstvy, uspořádání dalších vrstev v přechodu z krystalické fáze do amorfní, a to jak pro stranu pásku, která při přípravě přiléhala k rotujícímu bubnu, tak pro stranu opačnou (ŽIVOTSKÝ, O. et al., 2010; ŽIVOTSKÝ, O. et al., 2008). Za pomocí magnetooptické Kerrovy mikroskopie byla zmapována doménová struktura a distribuce anizotropie.

## Kapitola 2

# Mikroskopie magnetické síly

V této kapitole je věnována pozornost historickému sledu událostí, které s vývojem mikroskopie skenující sondou (SPM) a v dalším zejména mikroskopie magnetické síly (MFM) úzce souvisí. Dále je diskutována teorie MFM, zahrnující charakter dalekodosahové magnetické síly v interakci se vzorkem, její vliv na výsledný obrazový kontrast a topografii. Detailně je popsán měřicí systém MFM a jeho detekční režimy. V dnešní době je již MFM standardní experimentální technikou, která od svého zrodu urazila značný kus cesty a vydobyla si významné postavení mezi jinými metodami, které jsou schopny s využitím rozličných fyzikálních dějů velice dobře popsat magnetické "chování" nejrůznějších materiálů.

### 2.1 Od SPM k MFM

Hlavním rysem SPM je využití mechanické sondy, jako detekčního zařízení, které slouží ke zprostředkování informace o měřeném vzorku. SPM totiž pracuje na zcela jiném principu než klasické optické mikroskopy. Jde o souhrnné označení technik, které využívají k mapování povrchových vrstev materiálů specifické silové interakce, ke kterým dochází mezi ostrým koncem sondy (hrotem) a povrchem vzorku při měření. Podle druhu a povahy těchto interakcí se jednotlivé SPM metody liší. Další typy SPM jako např. mikroskopie elektrostatických sil (EFM), laterálních sil (LFM), mikroskopie modulace síly (FMM), které využívají ke studiu povrchových vlastností materiálů jiné druhy interakcí lze nalézt např. v této monografii (KUBÍNEK, R. et al., 2003).

Velký rozvoj SPM technik odstartoval objev metody skenovací tunelovací mikroskopie (STM) v roce 1981 (BINNIG, G. et al., 1982*b*). Původní myšlenkou při práci

na STM bylo rozvinout metody výzkumu elektrických vlastností materiálů za pomoci tunelování elektronů přes potenciálovou bariéru. Po prvním úspěšném experimentu "protunelování" elektronů, který provedli Binnig a Rohrer bylo jen otázkou času, kdy se STM rozvine ve zcela zásadní metodu, která je schopna při rutinním měření dosáhnout atomární rozlišení (BINNIG, G. et al., 1982a; BINNIG, G. and ROHRER, H., 1987). Princip metodiky spočívá v průchodu elektronů nevodivou překážkou–bariérou (plyn, vakuum) na základě spádu napětí mezi ostrým vodivým hrotem a vodivým povrchem vzorku. O 5 let později získali oba autoři Nobelovu cenu.

V roce 1986 byl vědecké veřejnosti představen nový typ měřicího zařízení schopný zobrazovat povrchové struktury vodičů i izolantů rovněž v atomárním rozlišení. Využíval vlastnosti STM a profilometru a díky silové interakci probíhající mezi hrotem a vzorkem jej autoři Binnig, Quate a Gerber nazvali mikroskopem atomárních sil (AFM) (BINNIG, G. et al., 1986). Při přiblížení hrotu k povrchu vzorku dochází vlivem působících sil k ohnutí raménka. Tato změna polohy je pak laserem přenášena až na detektor a dále počítačově zpracována.

Na obdobném principu jako AFM pak pracuje i další z SPM metod, poprvé publikovaná Martinem a Wickramasinghem v roce 1987 (MARTIN, Y. and WICKRAMASINGHE, H. K., 1987). Při přiblížení speciálně upraveného hrotu k povrchu vzorku z magnetického materiálu využívá tato technika k detekci změny interagující magnetické (Lorentzovy) síly, a byla proto nazvána mikroskopií magnetické síly (MFM). Vlastní konstrukce byla velice jednoduchá a přesto dosažené laterální rozlišení uvádějí autoři v řádu 100 nm. K vytvoření celé sondy použili železný drát, který měl 25  $\mu\text{m}$  v průměru. Konec drátu se pak elektrochemicky upravil do ostré špičky a ohnul do pravého úhlu. Měřený signál byl detekován optickým interferometrem.

Ve stejném roce Saénz a kol. (SÁENZ, J. J. et al., 1987) vytvořili obdobnou techniku pro mapování povrchové struktury magnetických vzorků při dosaženém laterálním rozlišení 100 nm. Oproti předchozímu zařízení využili k detekci STM.

Další vývoj MFM směřuje k daleko jednodušším konstrukcím mikroskopů, jsou využívány nové materiály při tvorbě měřicích hrotů, pohybových zařízení. Pro dosažení většího rozlišení se speciálními napařovacími technikami vyrábějí tzv. superhroty. Nové mikroskopy jsou konstruovány tak, že lze data získat z více signálů najednou pouhým vyměněním měřicí hlavy nebo změnou režimu měření.

## 2.2 Teorie MFM

Princip, kterého MFM využívá, je odvozený od metody AFM, kdy lze říci, že MFM je AFM se sondou v podobě magnetického hrotu. S ohledem na dlouhodobé působení magnetických sil, vyvolaných vzorkem na zmagnetizovaný hrot, jde o měření, která probíhají v nekontaktním režimu. Raménko zakončené ostrým magnetickým hrotem je senzorem působící síly. Jakmile je sonda v dostatečné vzdálenosti od povrchu vzorku, obvykle jde o desítky až stovky nanometrů, vlivem magnetických interakcí mezi hrotem a vzorkem dochází ke změnám polohy raménka, které bývají většinou detekovány optickou cestou. Výsledný obraz magnetického pole vzniká skenováním sondy nad povrchem vzorku.

### 2.2.1 Detekční režimy

MFM využívá dvou základních detekčních režimů

- statický (DC) režim
- dynamický (AC) režim

#### 2.2.1.1 Statický (DC) režim

Jde o nejjednodušší měřící postup, který zobrazuje výchylku raménka jako funkci polohy. Vychýlení raménka je dáno působící silou, která se dá vyjádřit jako

$$F = k\Delta z, \quad (2.1)$$

kde  $\Delta z$  je výchylka raménka a  $k$  je konstanta pružnosti raménka.

#### 2.2.1.2 Dynamický (AC) režim

V tomto režimu se detekují změny rezonanční frekvence, amplitudy a fáze oscilací raménka jako důsledek působícího gradientu magnetické síly  $\partial F/\partial z$ . V rámci jednoduchého popisu režimu je nutno vycházet z uspořádání dvou spřažených oscilátorů (pružin). První oscilátor je reprezentován výchylkou raménka s danou konstantou pružnosti  $k$ . Druhý oscilátor vyjadřuje vzájemnou interakci mezi hrotem a povrchem vzorku a může být charakterizován tzv. interakční konstantou pružnosti  $k_i$ . Nejde o skutečnou konstantu. Tuto interakci vlastně zprostředkovává gradient magnetické síly, který se při měření mění v důsledku změn vzdálenosti mezi hrotem a povrchem vzorku. Pro výslednou konstantu pružnosti  $k_c$  lze psát

$$k_c = k + k_i = k - \frac{\partial F}{\partial z}. \quad (2.2)$$

Z analogie harmonického oscilátoru plyne, že rezonanční frekvence celého systému  $\omega$  je posunuta o příspěvek  $\Delta\omega$  ze své volné rezonanční frekvence  $\omega_0$  vlivem silové interakce

$$\omega^2 = (\omega_0 + \Delta\omega)^2 = \frac{k_c}{m} = \frac{(k + \frac{\partial F}{\partial z})}{m}, \quad (2.3)$$

kde  $m$  je efektivní hmotnost celého raménka. V případě, že příspěvek  $\Delta\omega$  bude mnohem menší než  $\omega_0$ , můžeme psát

$$\frac{\Delta\omega}{\omega_0} \cong -\frac{1}{2k} \frac{\partial F}{\partial z}. \quad (2.4)$$

Změna rezonanční frekvence je úměrná interakci (gradientu magnetické síly) mezi hrotem a vzorkem. Uvedená tvrzení jsou postavena na zjednodušeném modelu, který ukazuje, že v dynamickém režimu měření závisí frekvence oscilací na změnách gradientu magnetické síly, zatímco u statického režimu se měří sama síla.

Důkladnou matematickou analýzu je možno najít v literatuře, např. (HOPSTER H. and OEPEN, H. P., 2005; WADAS, A. and GRÜTTER, P., 1989).

Magnetické interakce vlivem gradientu posouvají rezonanční frekvenci raménka. Existuje několik přístupů, jak tyto změny v rezonanční frekvenci detekovat.

- Měření amplitudy (Slope detection)

Pomocí tohoto přístupu, který byl použit Martinem a Wickramasinghem (MARTIN, Y. and WICKRAMASINGHE, H. K., 1987), se frekvence oscilací raménka udržuje na vyšší nebo nižší hodnotě než je jeho rezonanční frekvence, důsledkem čehož se detekovaná hodnota amplitudy mění (roste resp. klesá viz obr. 2.1).

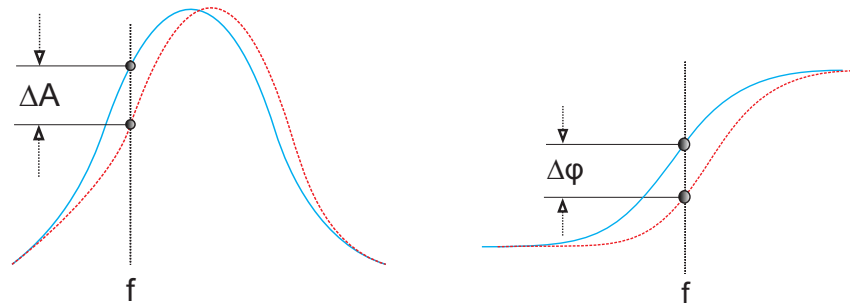
- Měření fázového posunu (Phase detection)

Stejně jako se mění hodnota amplitudy raménka v přítomnosti silového gradientu, mění se i fáze (viz obr. 2.1). Pokud raménko osciluje s konstantní frekvencí a vlivem gradientu se mění rezonanční frekvence, dochází také ke změnám ve fázi raménka (fázovému posunu). Změna fáze představuje jednoduchou a přímou interpretaci signálu, kterým je tvořen výsledný obraz.

### 2.2.2 Magnetická interakce

MFM detekuje magnetickou sílu nebo gradient magnetické síly zprostředkovávající magnetické interakce mezi hrotem a vzorkem. Přiblížením zmagnetovaného hrotu do vnějšího magnetického pole vzorku vzniká magnetický potenciál  $E$ . Existují dvě možnosti, jak tento potenciál vypočítat (reciprocita v MFM (WRIGHT, C. D.





Obr. 2.1: Měření amplitudy ( $A$ ) resp. fáze ( $\varphi$ )—původní rezonanční frekvence raménka je zachycena modrou barvou, změna v rezonanční frekvenci vlivem silového gradientu je načrtnuta červeně.

and HILL, E. H., 1995)). V prvním případě počítáme potenciál zmagnetovaného hrotu v přítomnosti vnějšího magnetického pole vzorku a ve druhém pak potenciál magnetického vzorku v přítomnosti vnějšího magnetického pole hrotu, tedy

$$E = -\mu_0 \int_{\mathbf{h}} \vec{M}_{\mathbf{h}} \vec{H}_{\mathbf{v}} dV = -\mu_0 \int_{\mathbf{v}} \vec{M}_{\mathbf{v}} \vec{H}_{\mathbf{h}} dV. \quad (2.5)$$

Integrujeme přes celý objem hrotu resp. vzorku, kde  $\vec{H}$  je intenzita magnetického pole (vzorku resp. hrotu),  $\vec{M}$  je magnetizace (vzorku resp. hrotu). Který z přístupů je vhodnější záleží na povaze problému, který je nutno vyřešit. Většinou se však využívá toho výpočtu, při kterém je dobře definované rozptylové pole.

### 2.2.3 Separace magnetického kontrastu

Během MFM měření se mění vzdálenost hrotu a vzorku řádově mezi desítkami až stovkami nanometrů. Což je široké rozmezí, ve kterém se kromě dalekodosahové magnetické síly mohou projevit i další interakce (STIFTER, T. et al., 2000). Nejčastěji jde o van der Waalsovy, elektrostatické, kapilární nebo kvantově–mechanické síly, které výsledný magnetický obraz znehodnocují. Jejich příčinou vstupuje do měřeného signálu informace o kontuře (topografii) povrchové vrstvy. Existuje celá řada experimentů, které vedou k uspokojivé separaci topografického obrazu od magnetického kontrastu (SCHÖNENBERG, C. et al., 1990). Ve většině případů jde o modulaci magnetické nebo nemagnetické části signálu.

Elektrické a magnetické síly se oproti silám kapilárním nebo kvantově–mechanickým řadí mezi síly dalekodosahové. Toto rozdělení v sobě paradoxně skrývá obrovskou výhodu, neboť lze zkonstruovat měřicí aparaturu, která je schopna detekovat příspěvky krátkodosahových interakčních sil při tvorbě topografie povrchu

a zároveň příspěvky dalekodosahových interakcí pro magnetický kontrast při jednom měření. Jednou z prvních technik využívající různý silový dosah byla technika ac AFM (MARTIN, Y. et al., 1987). Cílem práce bylo získat informaci o povrchových vlastnostech přicházející z různých oblastí měřeného vzorku. I když měřený vzorek nebyl magnetický, dokázali, že lze v jednom měření pohodlně oddělit silné krátkodosahové síly utvářející topografii od slabších dalekodosahových magnetických a elektrostatických sil.

Dnes se pro separaci magnetického kontrastu od topografie ve většině případů využívá technika dvojího skenování (two-pass technique (HOSAKA, S. et al., 1992)), popularizována firmou Digital Instruments jako tzv. "lift-mode" režim. Princip metody spočívá ve dvou průchodech měřicí sondy stejnou oblastí na vzorku. Topografie vzorku je zobrazena pomocí poklepového režimu s využitím oscilační amplitudy raménka jako kontrolního (referenčního) signálu (zpětné vazby). Magnetický kontrast lze jednoduše docílit přeskenováním již naměřeného topografického signálu v předem stanovené výšce od povrchu vzorku.

## 2.3 Mikroskop magnetické síly Ntegra Aura

Platforma mikroskopu skenující sondou Ntegra Aura firmy NT-MDT byla speciálně vyvinuta pro studium povrchových vlastností materiálů. Jde o adaptabilní zařízení, ke kterému je možno připojit celou řadu podpůrných prvků a přizpůsobit se tak potřebám měření. Je možno pracovat s vodivými či nevodivými vzorky, analyzovat biologické preparáty, využít plynové atmosféry nebo nízkého vakua ke studiu kovových materiálů, kompozitů, magnetických mikročástic.

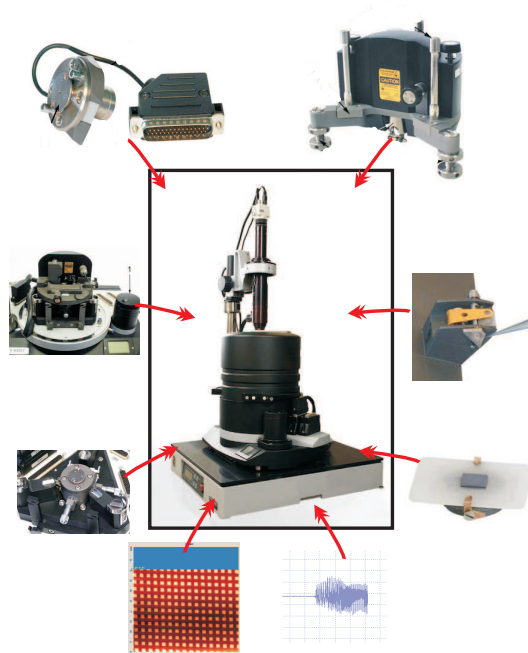
Specializací tohoto mikroskopu je analýza povrchů různých typů materiálů za pomoci interakčních sil vznikajících při přiblížení měřicího hrotu ke vzorku. Z velkého spektra měřicích režimů bude v dalším diskutována metoda MFM.

### 2.3.1 Funkční schéma

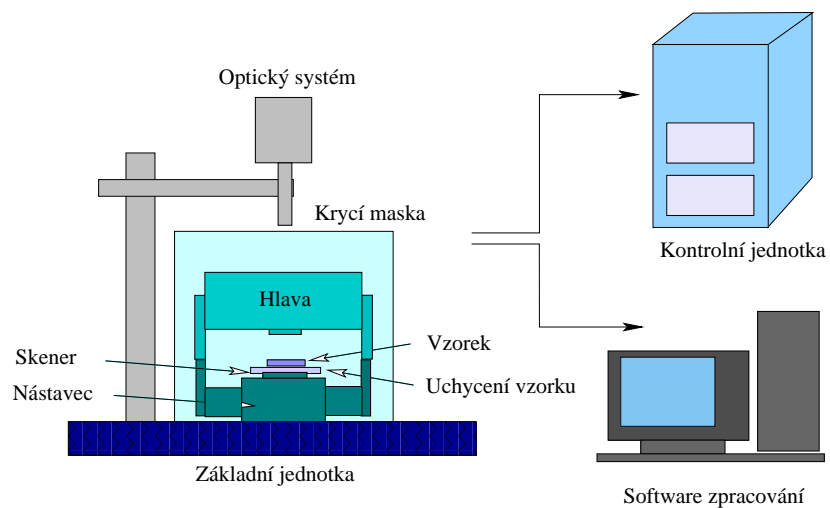
Celé zařízení sestává z několika důležitých celků: základní jednotka, měřicí jednotka (měřicí hlava, skener), optický systém, antivibrační jednotka, kontrolní jednotka, počítač.

- Kontrolní jednotka platformy SPM Ntegra Aura

Jde o centrální jednotku systému Ntegra Aura, která vyhodnocuje a zpracovává signály přicházející z měřicí hlavy, konvertuje zpracovaná data.



Obr. 2.2: Platforma sestavy mikroskopu SPM Ntegra Aura (NT-MDT) umožňuje díky své konstrukci využít více než 40 různých AFM metod—STM, AFM (contact + semi-contact + non-contact), LFM, MFM, EFM, Scanning Capacitance Microscopy (SCM), Kelvin Probe Microscopy (KPM), Lithography a další.



Obr. 2.3: Schématický náčrt komponentů platformy SPM Ntegra Aura.

- Nástavec a uchycení vzorku

Výměnný nástavec je uzpůsoben k uchycení měřicí hlavy mikroskopu, skeneru a vzorků. Se vzorky, které jsou upevněny na speciální destičce lze manipulovat v rovině  $x, y$  pomocí mikrometrických šroubů.

- Měřicí hlava

Část mikroskopu, která zodpovídá za přesnou pozici hrotu nad povrchem vzorku a jeho pohyb vzhledem k povrchu vzorku. Součástí hlavy je skener umístěný v kovové jednotce, laserový systém a držák sondy.

- Držák sondy

Sonda je přichycena na safírový podstavec pomocí pružné svorky, kterou lze ovládat (tlak na sondu) pomocí lichoběžníkové páky. Pod safírovou podložkou je umístěn piezo-element, který indukuje oscilace sondy a udržuje je na dané frekvenci během měření.

- Krycí maska

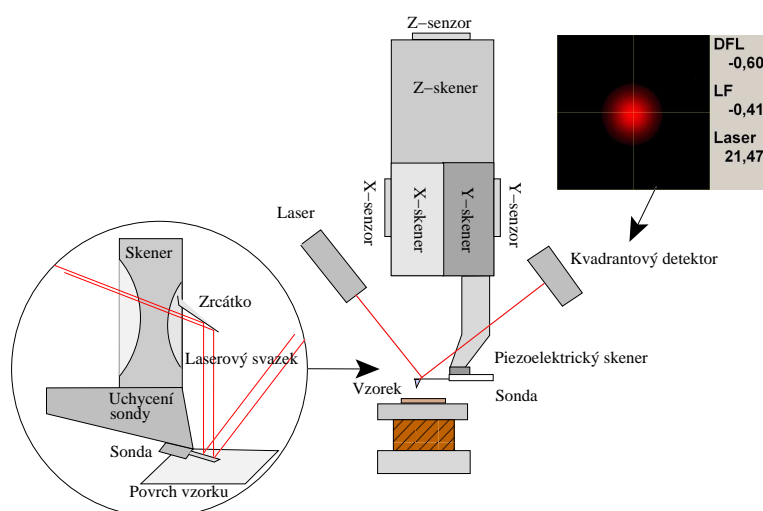
Ochranný kryt mikroskopu slouží k potlačení elektromagnetického pole, zvukového šumu nebo teplotních výkyvů. Díky své konstrukci může být naplněn plyny nebo lze vymezený prostor evakuovat.

- Software–"Nova"

Program Nova je software určený výhradně pro platformu SPM mikroskopu Ntegra Aura (NT-MDT), který řídí celý mechanismus měření. Ovládá nastavení optického systému, pořizuje a vyhodnocuje frekvenční odezvy při ohybu raménka, kontroluje mechanismus přiblížení sondy ke vzorku a následný povrchový sken, ovlivňuje nastavení a polohování vzorku, vyhodnocuje a zpracovává měřící signál, který je následně transformován do 2-D, 3-D obrazu.

### 2.3.2 Měřicí mechanismus

Laserový paprsek je fokusován na pružné raménko, ze kterého se odráží pod určitým úhlem a dopadá na kvadrantový detektor. Při změně polohy raménka vlivem interagující magnetické síly se mění úhel odráženého paprsku, čímž se také mění pozice světelného bodu na kvadrantovém detektoru. Tento mechanismus je znám pod názvem optická páková detekce (optical lever). Přestože jde



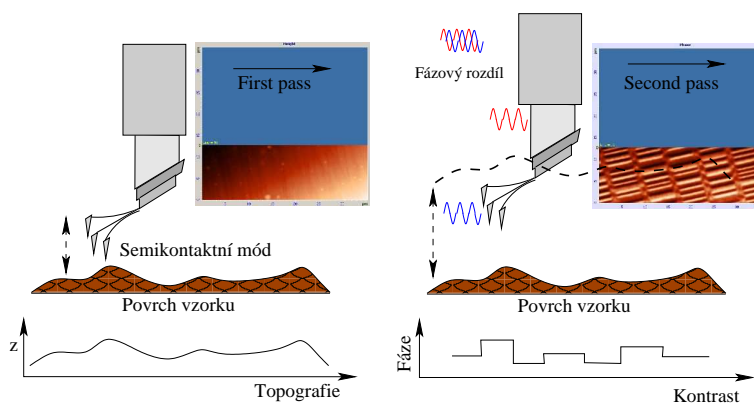
Obr. 2.4: Schématické uspořádání měřicího mechanismu MFM–páková laserová detekce. Kvadrantový detektor je rozdělen na 4 fotodiody. Indikátor polohy laserového svazku je na začátku měření nastaven doprostřed všech segmentů (DFL udává rozdílový signál mezi horní a spodní polovinou detektoru, LF pak mezi levou a pravou polovinou detektoru, Laser značí celkový signál přicházející ze všech fotodiody, který je úměrný intenzitě laserového svazku, který se odrazí od sondy).

o velice jednoduchý systém, vyznačuje se vysokou citlivostí srovnatelnou s jinými detekčními principy (interferometrie, STM, piezo–rezistivní detekce).

V rámci vyšetřování magnetických vlastností je nutno oddělit magnetický obraz od topografie (viz podkapitola 2.2.3). Elegantním řešením je použití metody dvojího skenování. Při prvním průchodu sondy spočívá magnetické měření ve skenování topografie v kontaktním nebo semi–kontaktním (poklepovém)<sup>1</sup> režimu. Uložená topografická křivka je pak vodící linií při druhém průchodu, kdy je sonda umístěna do vhodné výšky (10–100 nm) a reaguje pouze na dalekodosahovou magnetickou sílu, přičemž krátkodosahové (např. van der Waalovy) síly se eliminují. Při druhém skenování indukuje piezo–element oscilace sondy na rezonanční frekvenci. Magnetický obraz je pak sestaven díky změnám ve fázi (fázový rozdíl) oscilací sondy.

Během skenování povrchu vzorku se hrot pohybuje v oblastech s různou topografií, což se projeví nejen ve změnách vzdálenosti mezi hrotem a vzorkem,

<sup>1</sup>Oscilující raménko občas udeří (poklepe) do vzorku, dochází k občasnému kontaktu mezi hrotem a povrchem vzorku.



Obr. 2.5: Měřicí mechanismus dvojího průchodu (two-pass method). Na levém obrázku je schématicky znázorněn první průchod sondy nad povrchem vzorku–dosažení topografie. Na pravém obrázku je vyobrazen druhý průchod podél již naměřeného topografického profilu v dané konstantní výšce nad povrchem vzorku–dosažení magnetického obrazu.

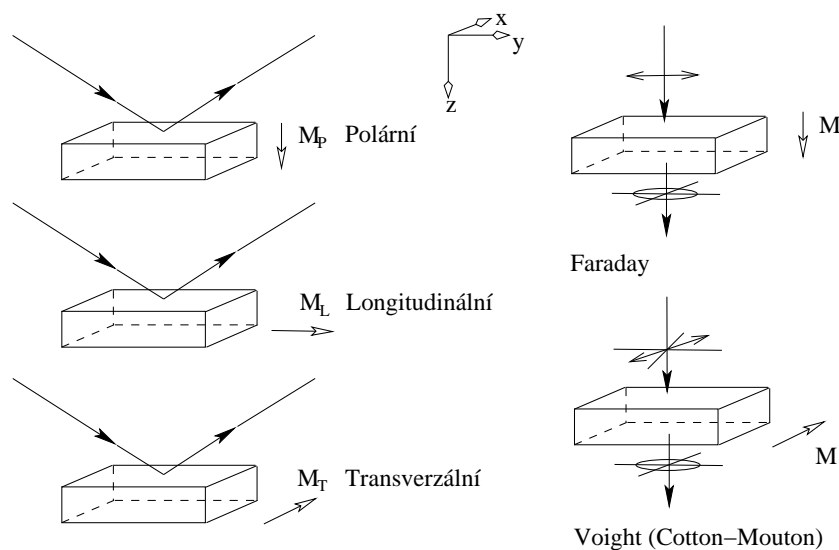
ale také ve změnách hodnot interakčních sil. Pro zajištění konstantní vzdálenosti skenujícího hrotu od povrchu vzorku se používá tzv. zpětné vazby (smýčky). Při přiblížení hrotu k povrchu vzorku vzrostou hodnoty interakčních sil. Tím se zvýší i napětový signál odrážející tuto změnu, který detekuje registrační jednotka. Komparátor porovná hodnoty referenčního signálu (signál registrační jednotky pro předem nastavenou vzdálenost) a napětového signálu, na jehož základě vygeneruje opravný (korigující) signál. Skener pak díky korekci zareaguje oddálením (přiblížením) hrotu od (ku) povrchu vzorku.

## Kapitola 3

# Magnetooptika

Interakce světelného záření s magneticky orientovanou látkou ilustruje propojení dvou specifických oblastí fyziky - optiky a magnetismu v rámci vědní disciplíny, pro kterou se vžil označení magnetooptika. Efekt, jež při působení magnetického pole na skleněný vzorek stáčí rovinu polarizace procházejícího záření, poprvé v roce 1845 pozoroval a vysvětlil Michael Faraday (FARADAY, M., 1846). Věnoval se také studiu magnetooptických efektů vznikajících při odrazu světelného záření od kovových materiálů v magnetickém poli, ale vzhledem k povrchovým nerovnostem nebyl schopen svá pozorování vhodně interpretovat. O 32 let později (1877) John Kerr (KERR, J., 1877) pozoroval a popsal jev stáčení polarizační roviny světelného záření při odrazu od povrchu leštěné tyče.

Magnetooptické jevy lze rozdělit podle povahy interakce s magnetooptickým prostředím na jevy na průchodu světelného svazku (Faradayův jev) měřeným vzorkem a jevy na odraz světelného svazku (Kerrův jev) od vzorku (obr. 3.1). Při Faradayově jevu se stáčí rovina polarizace při průchodu prostředím, které je zmagnetováno (směr vektoru magnetizace) rovnoběžně se směrem šíření světelného svazku. Přiřazujeme-li směr vektoru magnetizace (přesněji řečeno jeho komponentu) kolmo k šířícímu se světelnému svazku, hovoříme o Voightově (Cotton-Moutonově) jevu, který je v magnetizaci kvadratický (jev druhého řádu). Vzhledem k tomu, že zkoumáme kovové materiály, u nichž se prostupnost světla mění s použitou vlnovou délkou, polarizací či úhlem dopadu, zaměříme se na optické jevy, které jsou vyvolány odrazem světelného svazku od měřeného vzorku. Podle orientace směru vektoru magnetizace (komponenty) se rozlišují tři základní konfigurace:



Obr. 3.1: Schematický náčrt magnetooptických jevů na odraz (Kerrův jev – 3 základní konfigurace – polární, longitudinální a transverzální) a průchod (Faradayův, Voightův jev). Převzato z (ŽIVOTSKÝ, O. et al., 2007).

- polární (kolmo k rovině rozhraní)  $M_P$ ,
- longitudinální (rovnoběžná s rovinou rozhraní i dopadu)  $M_L$ ,
- transverzální (kolmo k rovině dopadu)  $M_T$ .

Dají-li se měřit všechny tři komponenty, pak hovoříme o magnetooptické vektorové magnetometrii. Pro výpočet velikosti celkového vektoru magnetizace používáme následující vztah

$$|M| = \sqrt{M_L^2 + M_T^2 + M_P^2}, \quad (3.1)$$

kde jednotlivé složky pod odmocninou znázorňují výše popsané komponenty vektoru magnetizace.

### 3.1 Magnetooptické metody

Magnetooptika je velmi rozšířenou vědní disciplínou, ve které nacházejí uplatnění různé experimentální metody. Výhody, ze kterých tyto techniky čerpají, lze shrnout do několika bodů:



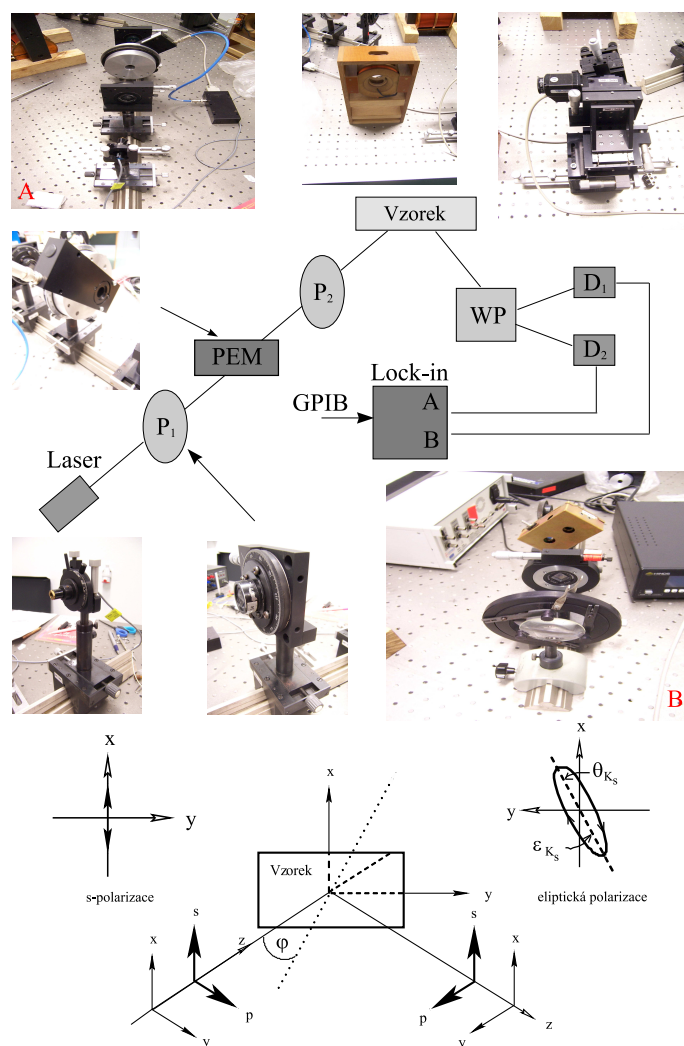
- Díky tomu, že prostupnost světla je u kovů v řádu desítek nm, jsou tyto techniky zejména vhodné ke studiu povrchových tenkých vrstev materiálů.
- Jsou schopny rozlišit i signály přicházející z různých vrstev multivrstevnatých struktur.
- Vyznačují se vysokou citlivostí—při měření Kerrovy rotace lze získat citlivost až  $2 \mu\text{rad}$  (HUBERT, A. and TRAEGER, G., 1993).
- Měřený signál je úměrný magnetizačním komponentám. Lze detekovat také kvadratické členy—magnetizační komponenty vyšších řádů (POSTAVA, K. et al., 2004).

### 3.1.1 Diferenciální intenzitní metoda

Pomocí této metody byly analyzovány magnetické a magnetooptické vlastnosti FeNbB a CoFeSiCrB pásků. Celá aparatura (viz obr. 3.2) sestává ze světelného zdroje, který generuje laserový svazek pracující na vlnové délce 670 nm při výkonu 10 mW. Rozšíření světelného spektra o dvě vlnové délky umožní další laserové zdroje, modrý (405 nm) a zelený (555 nm), s jejichž pomocí lze měnit hloubku vniku světla. Světelnou intenzitu laseru moduluje foto-elastický modulátor (PEM) na frekvenci 100 kHz po průchodu Frank–Ritterovým polarizátorem ( $P_1$ ). Modulovaný signál je polarizačním prvkem ( $P_2$ ) transformován ve směru s–(příčně elektrická TE vlna) nebo p–(příčně magnetická TM vlna) polarizace a dopadá na vzorek, který je umístěn v cívce generující v místě měření dostatečně homogenní magnetické pole.

Vzhledem k flexibilitě měření bylo vyrobeno více typů cívek. Pro měření měkkých magnetických materiálů slouží cívka, u níž lze generovat magnetické pole až do výše 1000 Oe. Ze zdroje je možné pustit do cívky maximálně 6–7 A, přičemž dosáhneme přepočteného koeficientu 151,9 Oe/A. Tato cívka umožňuje měření longitudinální i transverzální komponenty vektoru magnetizace a to pro úhel dopadu  $0\text{--}7^\circ$  a  $50\text{--}88^\circ$ . Pro větší vzorky využíváme konstrukčně stejný typ cívky s maximálním generovaným magnetickým polem až 420 Oe (koeficient 65,4 Oe/A). Kromě zmíněných cívek byly v laboratoři navrženy a zkonstruovány také cívky s jádrem, vhodné k charakterizaci tvrdých magnetických materiálů. Lze s nimi měřit všechny tři komponenty vektoru magnetizace ( $M_L$ ,  $M_T$ ,  $M_P$ ). Velikost generovaného magnetického pole v tomto případě dosahuje až 10 000 Oe (1 T).

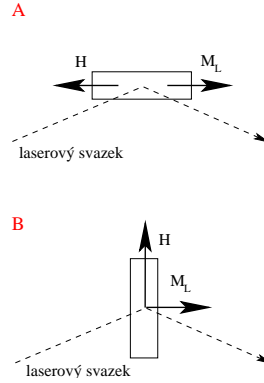
Světelný svazek, jehož polarizační stav se vlivem odrazu od vzorku změnil, prochází dále přes Wollastonův hranol (WP). Tento optický prvek rozdělí svazek na



Obr. 3.2: Experimentální magnetooptická konfigurace (včetně fotografií optických prvků) využívající diferenciální intenzitní metodu—na obrázcích označených jako A resp. B je celkový pohled na levou resp. pravou větev měřicího uspořádání, tak jak byla navržena v laboratoři. Na spodním obrázku je schematicky znázorněn průchod světelného svazku magnetooptickým prostředím s popsaným souřadnicovým systémem.

dvě lineárně polarizované komponenty vůči sobě vzájemně kolmé, které dopadají na dva fotodetektory (PIN fotodiody  $D_1$  a  $D_2$ ). Napětí z fotodetektorů je snímáno nanovoltmetrem (Lock-in zesílení). Lock-in funguje jako pásmová propust, která nechá projít jen signál na frekvenci 100 kHz, zatímco ostatní příspěvky a šумы

odfiltruje. Výslednou měřenou veličinou je rozdílový signál, který přichází z obou detektorů.



Obr. 3.3: Schématické znázornění magnetooptického měření v longitudinální konfiguraci, kde  $H$  značí externí magnetické pole generované vzduchovou cívkou a  $M_L$  magnetizační komponentu v příslušné orientaci vůči magnetickému poli.

Magnetooptický efekt může být vyjádřen pomocí komplexních reflexních koeficientů Kerrovy rotace a elipticity odraženého lineárně polarizovaného světelného svazku. Využívá se Jonesova formalismu (JONES, R. C., 1941).

Pro dopadající světelný svazek v  $s$ -polarizaci je výsledný polarizační stav Jonesova vektoru  $\vec{J}_R$  popsán touto vektorovou rovnicí

$$\vec{J}_R = \frac{A_0}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} \cos C & -\sin C \\ \sin C & \cos C \end{pmatrix} \begin{pmatrix} r_{ss} & r_{ps} \\ r_{sp} & r_{pp} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix}, \quad (3.2)$$

kde  $A_0$  je amplituda dopadajícího světelného svazku,  $C$  je úhel rotace Wollastonova hranolu, dále pak reflexní matice a  $s$ -polarizace. Koeficienty<sup>1</sup> reflexní matice jsou komplexní čísla, která vyjadřují poměry amplitudy světelného svazku odraženého ku amplitudě světelného svazku dopadajícího. Diagonální členy (reflexní koeficienty) značí změnu amplitudy a fáze dané polarizace, členy mimodiagonální (konverzní reflexní koeficienty) představují změny mezi polarizacemi, které nastanou po interakci s magnetooptickým prvkem.

Rozdílový signál intenzity mezi polarizacemi ve směru  $x$  a  $y$  detekovaný oběma

<sup>1</sup>

$$r_{ss} = \frac{E_{ox}}{E_{ix}}, \quad r_{pp} = \frac{E_{oy}}{E_{iy}}, \quad r_{sp} = \frac{E_{oy}}{E_{ix}}, \quad r_{ps} = \frac{E_{ox}}{E_{iy}}.$$

fotodiodami je dán

$$\begin{aligned}\Delta I &= I_1 - I_2 = \\ &= J_{Rx} J_{Rx}^* - J_{Ry} J_{Ry}^* = \\ &= \frac{I_0}{2} |r_{ss}|^2 \left[ \cos 2C \left( 1 - \frac{|r_{sp}|^2}{|r_{ss}|^2} \right) - 2 \sin 2C \Re \left\{ \frac{r_{sp}}{r_{ss}} \right\} \right].\end{aligned}\quad (3.3)$$

Pootočíme-li Wollastonův hranol o  $\pm 45^\circ$ , pak je výraz  $\cos 2C$  roven nule a měříme signál přímo úměrný Kerrově rotaci  $\theta_{K_s}$ :

$$\Delta I \approx \mp I_0 |r_{ss}|^2 \Re \left\{ \frac{r_{sp}}{r_{ss}} \right\} = \mp I_0 |r_{ss}|^2 \theta_{K_s}.\quad (3.4)$$

Obdobným způsobem lze napsat vektorovou rovnici pro měření Kerrovy elipticity. Výsledný vztah je ve tvaru

$$\Delta I \approx \mp I_0 |r_{ss}|^2 \Im \left\{ \frac{r_{sp}}{r_{ss}} \right\} = \mp I_0 |r_{ss}|^2 \varepsilon_{K_s}.\quad (3.5)$$

Analogické rovnice lze sestavit i pro měření Kerrovy rotace a elipticity při procházejícím p-polarizovaném světle.

Výstupem měření jsou hysterezní smyčky. Na osu  $x$  vynášíme hodnoty proudu, překalibrovaného na magnetické pole, který je pouštěn do cívek a na osu  $y$  rozdílový signál z detektorů. Experimentální aparatura využívá magnetooptický Kerrův jev (MOKE) pro měření longitudinální magnetizační komponenty  $M_L$ , která je rovnoběžná s rovinou dopadu světelného svazku (viz obr. 3.3 A). Lze dosáhnout i transverzální citlivost<sup>2</sup> (viz obr. 3.3 B) díky tomu, že rotujeme se vzorkem i magnetickým polem (cívkou) o  $90^\circ$  (metoda zavedená Dabooem (DABOO, C. et al., 1993)). Optická konfigurace celé sestavy se přitom nemění.

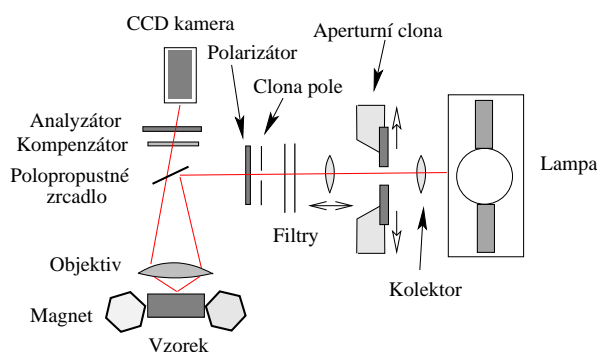
Měřicí mechanismus je řízen počítačem, který je vybaven rozhraním GPIB (pro ovládání Lock-inu a voltmetru). Signál, kterým se budí cívka, je řízen pomocí modulu DAQ book připojenému k paralelnímu portu počítače. Vlastní program ovládající celý postup je napsán v prostředí LabWindows CVI (National Instruments).

Celá aparatura je již dlouhodobě využívána naším pracovištěm. Pro konkrétní typy měření ji lze libovolně modifikovat.

<sup>2</sup>Nejde o měření transverzální magnetizační komponenty  $M_T$ , stále totiž detekujeme longitudinální komponentu  $M_L$ .

### 3.2 Kerrova mikroskopie

Důkladné pochopení jevů probíhajících v magnetických strukturách, jejich původ, vlastnosti a následné využití pro nejrůznější technologické aplikace, je v dnešní době umožněno celou řadou sofistikovaných optických metodik, mezi které neodmyslitelně patří i metody mikroskopické. Jedna z nich, magnetooptická Kerrova mikroskopie, která slouží zejména k pozorování magnetických domén, využívá konvenční zobrazovací optiku. Největší výhodou Kerrovy mikroskopie je rychlost s jakou lze výsledný obraz pořídít. Nevýhodné je relativně nízké laterální rozlišení. Jde o mikroskopickou techniku, která je schopna kvantitativně analyzovat tenké magnetické vrstvy, multivrstvy a jejich doménové uspořádání. Využívají se dvě



Obr. 3.4: Schématické uspořádání Kerrova mikroskopu.

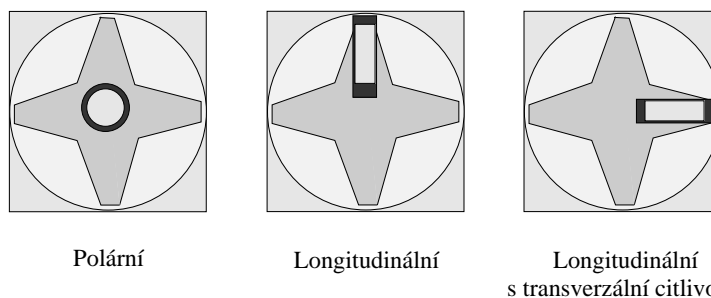
modifikace Kerrových mikroskopů, v praxi běžnější mikroskop širokého pole (wide-field) a laserový skenovací mikroskop. Obě varianty mají své výhody i nevýhody, v dalším textu bude kladen důraz na mikroskop širokého pole, s jehož pomocí bylo zobrazeno doménové uspořádání na obou typech pásků.

Magnetooptický mikroskop je mikroskopem polarizačním s maximálním laterálním rozlišením až 300 nm (HUBERT, A. and SCHÄFER, R., 2000) (při zapojení imerzních čoček s vysokou numerickou aperturou). Tyto mikroskopy využívají Köhlerova nastavení pro mikroskopii v odraženém světle, kdy by měla být dosažena nejvhodnější kombinace mezi rozlišovací schopností a kontrastem. Světlo, které vychází z xenonové výbojky, je kolektorem nasměrováno do roviny aperturní clony, prochází systémem filtrů a clon zorného pole až k polarizátoru. Následně je polarizovaný svazek odchýlen pomocí polopropustného zrcadla a dopadá na čočku objektivu. Po odrazu ze vzorku prochází opět objektivem, polopropustným zrcadlem až ke kompenzační čočce a analyzátoru a je vhodně zpracován (CCD kamera). Clona zorného pole se zobrazí na vzorku a určuje, která jeho část bude osvětlena, přičemž nedochází k ovlivnění optického rozlišení ani intenzity osvětlení. Otvíráním a zavíráním aperturní clony se mění úhly světelných svazků, dopadajících na vzorek. Největší úhel dopadu je omezen hodnotou numerické apertury objektivu.

Světelné svazky, které neleží v rovině dopadu, podél nebo kolmo k polarizační rovině nemohou být po odrazu ze vzorku analyzátozem rozlišeny (tj. zda se jedná o eliptický polarizační stav nebo rotaci). Je to způsobeno tím, že svazek v  $p$ -polarizaci (vektor elektrické intenzity je rovnoběžný s rovinou dopadu) se při průchodu optickým rozhraním čoček chová jinak než svazek v  $s$ -polarizaci (vektor elektrické intenzity je kolmý k rovině dopadu). Tato "depolarizace" vytváří 4 světlé kvadranty, oddělené křížem v tzv. konoskopickém obraze.

Excentricita aperturní clony vede k zešíkmení dopadajícího svazku, jehož důsledkem je detekce longitudinálního a transversálního Kerrova jevu. Rovina aperturní clony je spřažena s difrakční rovinou (pupilou) čočky objektivu. Difrakční rovina je vidět ve zmíněném konoskopickém zobrazení s pomocí teleskopického okuláru (viz obr. 3.5). Toto zobrazení se vyznačuje zakřivenou extinkční oblastí, kdy se polarizátor i analyzátor zkříží (metoda zkřížených polarizátorů). Lze pozorovat charakteristický tmavý kříž na světlém podkladě. Tento kříž bude výraznější s rostoucí hodnotou numerické apertury objektivu. Není-li aperturní clona zobrazena přesně na pupilu, nejsou správně zobrazeny ani body nebo pozorovaná oblast na vzorku v rámci stejného úhlového rozpětí. Výsledkem bývá nehomogenní obraz nebo inverze magnetického kontrastu.

V případě, že bude svazek nastaven na střed aperturní clony, světelný kužel dopadá na vzorek kolmo. V důsledku symetrie se Kerrovy amplitudy v rovině



Obr. 3.5: Zobrazení extinční oblasti – charakteristický kříž s aperturní zarážkou, nastavitelnou pro libovolný typ detekce.

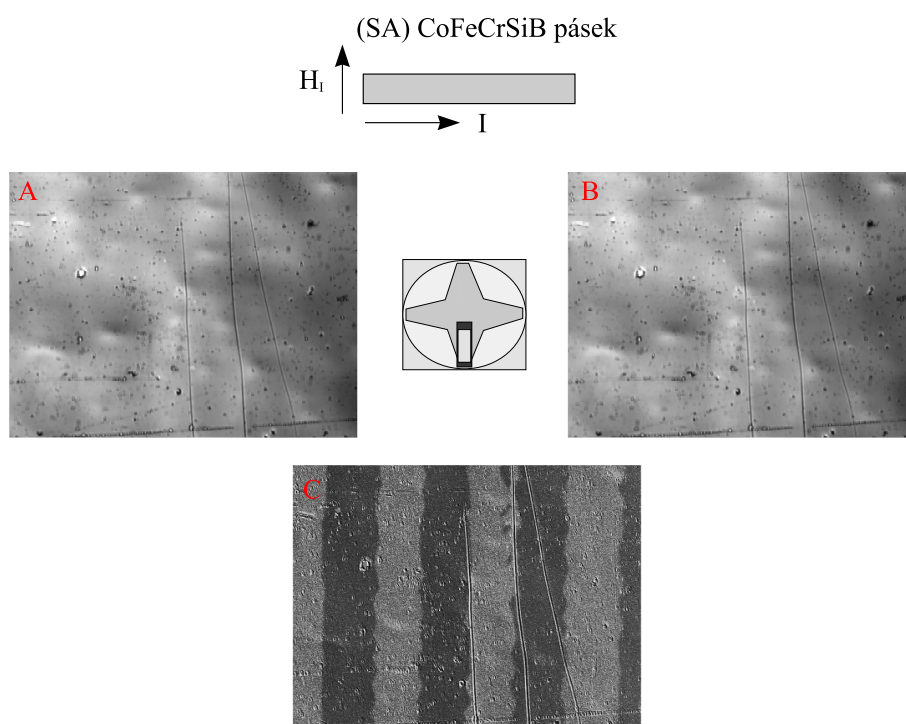
magnetizační komponenty vyruší, takže je detekován pouze příspěvek mimo rovinu tzv. polární Kerrův jev.

V našem případě, kdy měříme převážně kovové materiály, nebyla přítomnost polární komponenty prokázána. Vlastní měření pak probíhá podobně jako měření hysterenzních smyček, přičemž lze rotovat s magnetickým polem pouze v rovině (detekce  $M_L$  a  $M_L$  s transverzální citlivostí).

### 3.3 Měření magnetických domén

V této podkapitole je ukázán princip měření magnetických domén na příkladě CoFeCrSiB pásku namáhaném tahovým napětím 100 MPa (SA). Vlastní konfigurace měření je naznačena v horní části obrázku (3.6). Mikroskop je nastaven k detekci longitudinální komponenty magnetizace  $M_L$  viz výběr v kříži (obr. 3.6 uprostřed, konoskopický obraz), přičemž páskem prochází proud  $I$ , který generuje magnetické pole  $H_I$  kolmo k ose pásku.

Z naměřených hysterenzních smyček spočítáme potřebné magnetické pole, při kterém bude měřený vzorek saturován. V saturovaném stavu se obrázek povrchu uloží do paměti počítače, v našem případě obr. 3.6 A. Poté se velikost magnetického pole postupně snižuje pod saturační hodnotu. Obrázek povrchu ve zvoleném okamžiku (v našem případě v remanenci  $H_I = 0$ , obr. 3.6 B) se opět uloží do paměti počítače. V posledním kroku se získané obrázky 3.6 A, B od sebe odečtou. Získaný magnetický kontrast odpovídá pozorovaným magnetickým doménám (obr. 3.6 C). Tímto způsobem byly naměřeny všechny doménové struktury v dizertační práci.



Obr. 3.6: Měření magnetických domén na vybraném vzorku (SA) CoFeCrSiB pásku v konfiguraci procházejícího elektrického proudu  $I$  a indukovaného magnetického pole  $H_I$ . Znáznorněno je rovněž nastavení extinční oblasti–kříže pro konkrétní měření. Podrobný popis v textu.



## Kapitola 4

# Výsledky

V dnešní době existuje celá řada amorfních, nanokrystalických materiálů, které byly ve formě pásků úspěšně implementovány do technologických aplikací (senzory, magnetometry, snímače, měniče, převodníky). Jde o měkké magnetické materiály připravené metodou rovinného lití (planar flow casting), v jejichž chemickém složení převládá železo, nikl, kobalt nebo jejich kombinace, doplněné o metaloidy jako je bor, křemík, uhlík, fosfor a další. Vzájemným sloučením těchto prvků vznikají magnetické materiály unikátních vlastností (zmiňme komerčně využívané slitiny FINEMET, NANOPERM, HITPERM, METGLASS).

Proces přípravy však nelze dostatečně kontrolovat. Vlivem nehomogenit vznikají na povrchu zkoumaného materiálu zajímavé vlastnosti. Je proto velmi zajímavé studovat tyto kompozity tzv. v "surovém" stavu, tedy tak jak byly vyrobeny. Atmosféra, rychlost otáčení bubny a jeho reliéf, to jsou jen některé faktory, které mohou výslednou povrchovou strukturu ovlivnit. Jejich následné odstranění vlivem dalšího tepelného zpracování (žhánání při různých teplotách, žhánání v magnetickém poli) nebo mechanického namáhání (tah, tlak) je právě důležitou součástí systematického výzkumu.

Ukazuje se, že ke studiu těchto materiálů a jejich parametrů je vhodné využít povrchových magnetooptických a magnetických metod. Pochopitelně je nutno získané výsledky porovnat s metodami citlivými nejen k povrchu, ale také sledovat další odlišnosti i v objemu materiálu.

Ke studiu magnetických vlastností nanokompozitních pásků bylo autorem primárně využito experimentálních metod, které dokáží přinést informaci z povrchových vrstev vzorku tj. technika využívající magnetooptického Kerrova jevu (MOKE), mikroskopie skenující sondou–mikroskopie magnetických sil (SPM–MFM) a Ker-

rova mikroskopie (MOKM). Tyto metodiky byly doplněny<sup>1</sup> o techniky konverzních elektronů při Mössbauerově jevu (CEMS), difrakce rtg. záření (XRD) a jejich výsledky porovnány s informacemi získanými v rámci objemových měření pomocí transmisní Mössbauerovy spektroskopie a techniky na měření objemových hysteretických smyček (M–H traceru). Byly zkoumány dva typy vzorků, které byly připraveny na Fyzikálním ústavu AV SR (Dušan Janičkovič):

- 10 mm široké a 28  $\mu\text{m}$  tlusté nežíhané (AQ)  $\text{Fe}_{80,5}\text{Nb}_{6,9}\text{B}_{12,6}$  pásky byly připraveny metodou rovinného lití (planar flow casting).
  - K odstranění vlivu tvarové anizotropie, která nevhodně ovlivňuje měření, byly pásky vyjiskřeny do podoby disků o průměru 9 mm, (AQ)  $\text{Fe}_{80,5}\text{Nb}_{6,9}\text{B}_{12,6}$ .
  - Ke studiu změn v magnetickém uspořádání byly původní (AQ) pásky navinuty na křemennou trubičku (průměr 13 mm) a žíhány ve vzduchové atmosféře po dobu 30 minut při teplotě 380°C, (FA)  $\text{Fe}_{80,5}\text{Nb}_{6,9}\text{B}_{12,6}$ .
- Nežíhané (AQ)  $\text{Co}_{67}\text{Fe}_4\text{Cr}_7\text{Si}_8\text{B}_{14}$  pásky byly připraveny metodou rovinného lití ve tvaru 20  $\mu\text{m}$  tlustých a 1 mm širokých vzorků. Magnetické vlastnosti byly ovlivněny dalšími úpravami. Pásky dále označované jako FA (field annealed) byly žíhány ve vzduchové atmosféře v magnetickém poli o velikosti 30 Oe po dobu 10 minut při rozdílných žíhacích teplotách  $T_a = 380^\circ\text{C}$ ,  $390^\circ\text{C}$  a  $400^\circ\text{C}$ , zatímco pásky označené jako SA (stress annealed) byly vystaveny proměnným tahovým napětím o hodnotách 50 MPa a 100 MPa při teplotě žíhání  $390^\circ\text{C}$  ve vzduchové atmosféře.

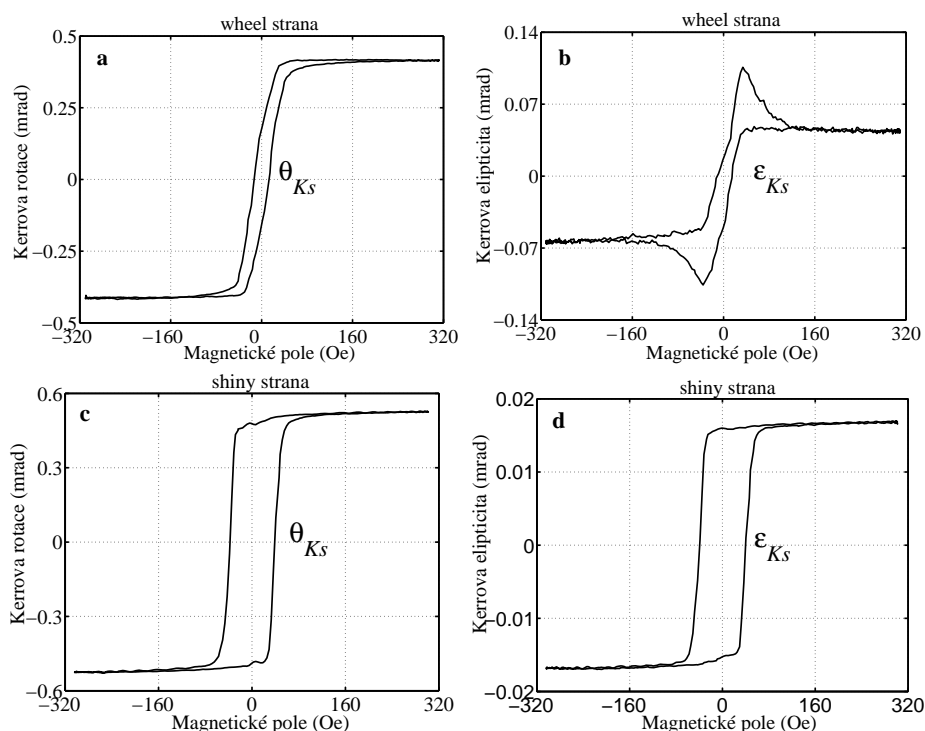
Pro FeNbB vzorky byla provedena podrobná analýza pro obě strany pásků, v dalším označených jako tzv. wheel strana (při nástřiku taveniny jde o stranu pásku přiléhající k rotujícímu bubnu) a tzv. shiny strana (jde o stranu v kontaktu se vzduchem). Důkladnou CEMS a XRD analýzu těchto pásků lze nalézt v literatuře, např. (ŽIVOTSKÝ, O. et al., 2008).

V rámci CoFeCrSiB pásků byla studována shiny strana. Veškerá měření se uskutečnila při pokojové teplotě v otevřené atmosféře.

<sup>1</sup>V rámci uceleného a pokračujícího studia povrchových i objemových vlastností výše představených pásků byly techniky MOKE, SPM–MFM a MOKM doplněny o výsledky metodik CEMS, XRD, M–H traceru, která garantují spolupracující vědecká pracoviště (L. Kraus–Fyzikální ústav AV ČR, Praha, Y. Jirásková–Ústav fyziky materiálů AV ČR, Brno, Dušan Janičkovič–Fyzikální ústav AV SK, Bratislava) a s jejichž souhlasem jsou tyto výsledky představeny také v této dizertační práci. Obrázek 4.5 byl komerční zakázkou pořízen technikou SEM z Centra nanotechnologií (CNT) VŠB–TU.

## 4.1 AQ FeNbB pásky

Magnetooptické úhly  $\theta_{K_s}$ ,  $\varepsilon_{K_s}$  měřené z obou stran pásků pro dopadající světelný svazek při úhlu dopadu  $80^\circ$  jsou uvedeny na obr. 4.1. Vnější magnetické pole  $H$  směřuje podél původní osy pásku. Rozdílnost ve tvaru naměřených smyček pro wheel a shiny stranu poukazuje na odlišné magnetické vlastnosti obou stran vzorků pro koercitivní pole  $H_c$  10 Oe a 40 Oe (ŽIVOTSKÝ, O. et al., 2008).



Obr. 4.1: Magnetooptické hysterezní křivky získané při měření 9 mm disků AQ FeNbB pásků. Jednotlivé obrázky a–d zachycují naměřené hodnoty magnetooptických úhlů  $\theta_{K_s}$  a  $\varepsilon_{K_s}$  pro wheel a shiny stranu.

### 4.1.1 Wheel strana

Obecně lze říci, že MOKE metody jsou schopny odlišit příspěvky dvou nebo i více fází v různých hloubkách měřeného vzorku. V tomto případě je pak výsledná hysterezní smyčka "sestavena" z příspěvků (dílků smyček) každé z detekovaných vrstev (fází). Navíc se výrazně mění i tvar těchto smyček při změnách některých dalších parametrů jako polarizace dopadajícího světelného svazku (s-, p-), magnetooptického úhlu (rotace, elipticita), vlnové délky nebo úhlu dopadu (NÝVLIT, M.

et al., 1996; PÉNISSARD, G. et al., 1995).

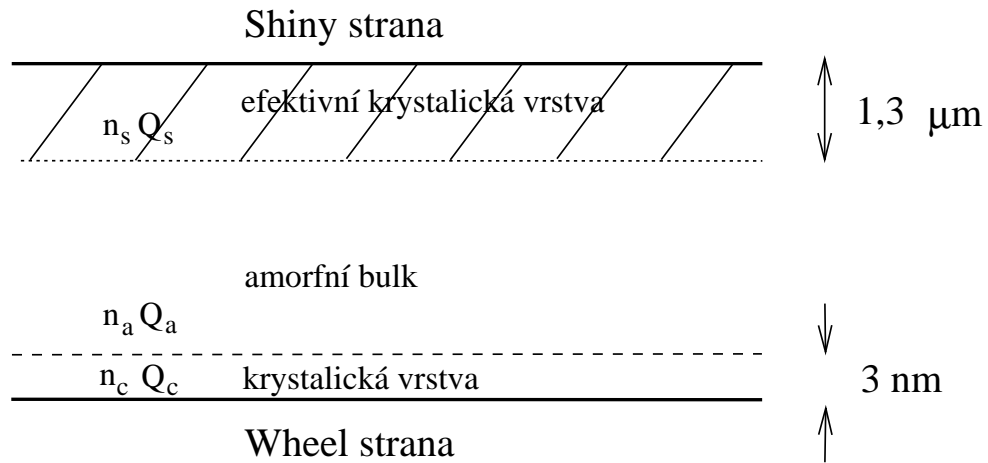
Podobné chování je zaznamenáno na smyčkách FeNbB pásků z obr. 4.1 a, b. Rozdílnost ve tvaru těchto smyček pro Kerrovu rotaci  $\theta_{K_s}$  a elipticitu  $\varepsilon_{K_s}$  dokazuje, že povrchová vrstva je nehomogenní a MOKE detekuje příspěvky dvou fází v různých hloubkách, a to krystalickou a amorfní. Částečná povrchová krystalizace s čitelnou texturou byla také potvrzena pomocí XRD a CEMS metodik, přičemž se měřením stanovilo, že v povrchové vrstvě 200–300 nm je přítomno 10%  $\alpha$ -Fe krystalické fáze (ŽIVOTSKÝ, O. et al., 2008). S využitím transmisní elektronové mikroskopie (TEM) byla také změřena průměrná velikost zrn krystalické  $\alpha$ -Fe fáze okolo 100 nm.

Přítomnost a tloušťka krystalické fáze v tenké povrchové vrstvě byla stanovena magnetooptickou metodou založenou na odstranění povrchové krystalické vrstvy, které proběhlo elektrochemickým leštěním nebo leptáním v ředěné  $\text{HNO}_3$ . Smyčky jsou pravoúhlé pro oba magnetooptické úhly (rotace, elipticita) a mají stejný tvar. Detekujeme pouze spodní amorfní fázi, přičemž došlo ke snížení koercitivního pole  $H_c$  na 3 Oe. Tyto závěry nám umožňují sestavit schématický model povrchové vrstvy na straně pásku značeného jako wheel strana, viz. (obr. 4.2). Optické a magnetooptické parametry amorfní fáze mohou být stanoveny při porovnání dat, získaných měřeními při různých úhlech dopadu v rozmezí od  $20^\circ$  do  $80^\circ$ , s teoretickým modelem založeným na šíření světla multivrstevnatým anizotropním prostředím (YEH, P., 1979; YEH, P., 1980). Obr. (4.3 a,b) znázorňuje úhlovou závislost modelovaných (pevná a přerušovaná čára) a naměřených magnetooptických úhlů (kroužky a čtverce) v případě elektrochemicky leštěného povrchu. Index lomu  $n_a$  a Voightova konstanta  $Q_a$  amorfní fáze byly spočítány –  $n_a = 3,02 - i4,18$ ;  $Q_a = 0,0156 + i0,0025$ .

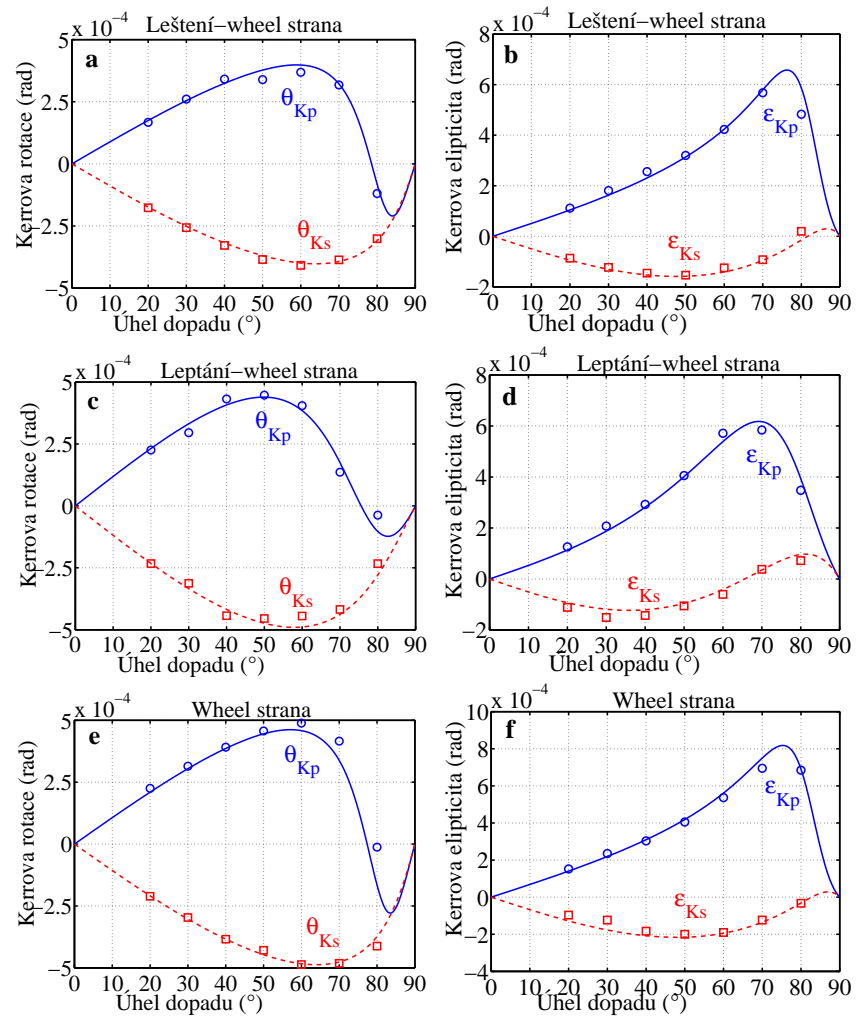
Leptáním povrchové vrstvy se vytvořila tenká oxidická vrstva s indexem lomu  $n_0$  a tloušťkou  $d_0$ . Při porovnání naměřených dat a údajů z teoretického modelu po 10 s leptání je vidět, že přítomnost oxidické vrstvy způsobuje posunutí maxim magnetooptických úhlů a to směrem k nižším hodnotám úhlů dopadu. Fitované parametry  $n_a$  a  $Q_a$  chápeme v tomto případě jako konstanty, vůči nimž se dopočítaly parametry  $n_0 = 1,88$  a  $d_0 = 20$  nm oxidické vrstvy.

Známe-li magnetooptické parametry amorfní fáze, jsme schopni analyzovat původní (neupravované) AQ vzorky. Předpokládáme, že povrchová oblast AQ pásků sestává ze svrchní tvrdé krystalické fáze a měkkého amorfního bulku a to s parametry, které byly již stanoveny výše. Veškerá naměřená data AQ pásku byla nařizována s pomocí dvojvrstvého modelu (obr. 4.3 e, f), z nichž se následně

stanovily parametry krystalické fáze  $n_c = 2,92 - i3,07$ ;  $Q_c = 0,0236 + i0,0024$ , s tloušťkou vrstvy  $d_c = 3$  nm. Hodnota indexu lomu  $n_c$  je velmi blízká čistému železu ( $n_{Fe} = 2,90 + i3,07$ ) (JOHNSON, P. B. and CHRISTY, R. W., 1974).



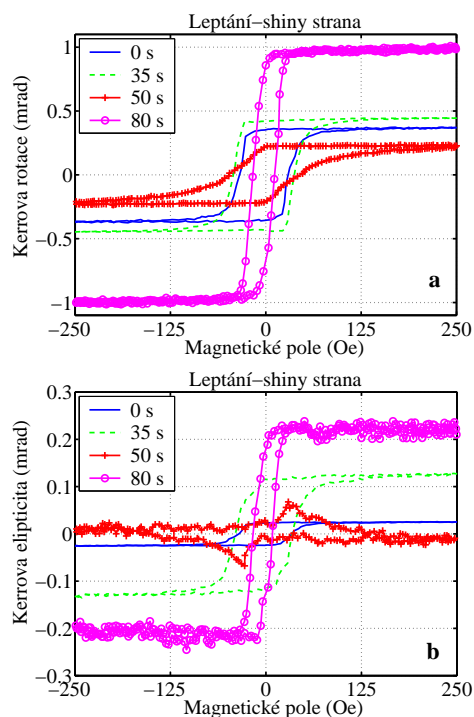
Obr. 4.2: Návrh modelu příčného průřezu FeNbB pásku a uspořádání jeho vrstev.  $n_i$  a  $Q_i$ , (kde  $i = a, c, S$ ) popisují indexy lomu a Voightovy konstanty amorfnní, krystalické a efektivní krystalické fáze.



Obr. 4.3: Modelovaná závislost pro wheel stranu FeNbB pásku mezi magnetooptickými úhly (Kerrová rotace a elipticita) a úhlem dopadu. Podobrázky a, b, c a d dokreslují tuto závislost při leštění a leptání pásku, kdy došlo k odstranění krystalické vrstvy. Tloušťka a magnetooptické parametry krystalické fáze v případě neleštěných a neleptaných pásků byly získány porovnáním naměřených dat s dvouvrstevným modelem (e, f).

### 4.1.2 Shiny strana

Z obr. (4.1 c, d) je patrné, že tvary hysterezních smyček  $\theta_{K_s}$  a  $\varepsilon_{K_s}$  měřené ze strany pásku označeného jako shiny strana jsou podobné. Oproti wheel straně se dá toto chování dobře vysvětlit na základě jednovrstvého modelu pro efektivní magnetooptické médium, které sestává z drobných krystalků náhodně rozptýlených v amorfní fázi s tloušťkou mnohem větší, než je prostupnost světla (30 nm). Vyšší hodnoty koercitivního pole naznačují, že krystalická povrchová vrstva je tvrdší než ta z wheel strany. Potvrzení přítomnosti krystalické fáze i na této straně pásku proběhlo opět s pomocí CEMS a XRD (CEMS ukázalo 5%  $\alpha$ -Fe fáze, zbytek ryze amorfní charakter). Stanovené efektivní optické a magnetooptické parametry ( $n_s = 2,87 - i3,46$ ;  $Q_s = 0,0196 + i0,0044$ ) detekované vrstvy také odpovídají čistému železu (JOHNSON, P. B. and CHRISTY, R. W., 1974).

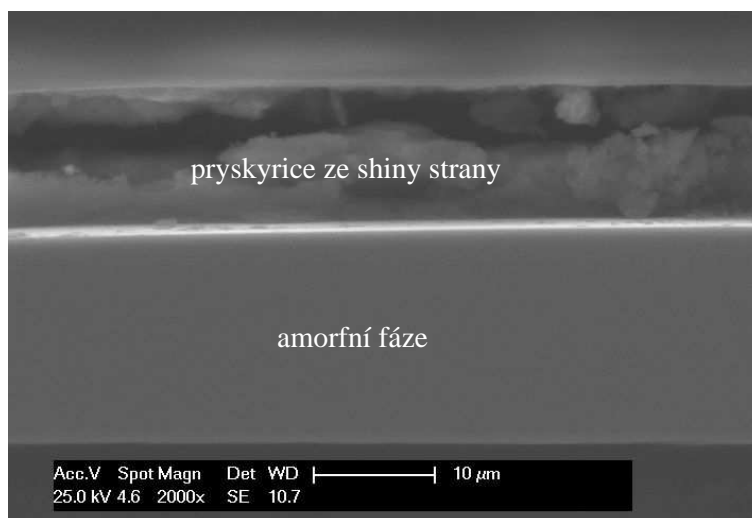


Obr. 4.4: Magnetooptické hysterezní smyčky (shiny side) získané při rozdílných časech leptání ( $t_e$ ) pro magnetooptické úhly Kerovy rotace a elipticity.

K získání informací o hloubkovém profilu na této straně pásku byly vzorky postupně leptány v  $\text{HNO}_3$  ve formě vodného roztoku (poměr 1:2). Obr. (4.4) ukazuje naměřené hysterezní smyčky  $\theta_{K_s}$  a  $\varepsilon_{K_s}$  při různých časech leptání  $t_e$  pro

s-polarizované světlo a při úhlu dopadu  $45^\circ$ . Nebyly pozorovány žádné změny tvaru ani výraznější odchylky koercitivního pole v průběhu prvních 30-ti vteřin leptání. Rozdílnost v magnetickém chování je patrná až při delším čase, kdy se hodnota koercitivního  $H_c$  i saturačního  $H_s$  pole zvyšuje. Povrchová vrstva se stává magneticky tvrdší a vzájemný objemový poměr mezi krystalickou a amorfni fází se mění. Po 80-ti vteřinách leptání je tvrdší magnetická vrstva úplně odstraněna a je detekován pouze příspěvek měkkého amorfniho bulku. Hysterezní smyčky pro oba magnetooptické úhly jsou téměř pravoúhlé (vůči nulové ose) s koercitivním polem 10 Oe.

Porovnáme-li velikosti koercitivního pole amorfniho bulku (wheel vs. shiny), zjistíme, že je na shiny straně pásku větší. Tloušťka této povrchové vrstvy byla určena porovnáním hmotnosti vzorku před leptáním a po něm (80-ti vteřinové leptání má za následek odstranění cca 10% hmotnosti pásku). Leptání proběhlo po obou stranách pásku. Tloušťku efektivní krystalické vrstvy na shiny straně lze odhadnout na  $1,3 \mu\text{m}$  (ověření proběhlo na kolmém řezu vzorkem za pomocí skenujícího elektronového mikroskopu (SEM) při 2000x zvětšení, obr. 4.5).



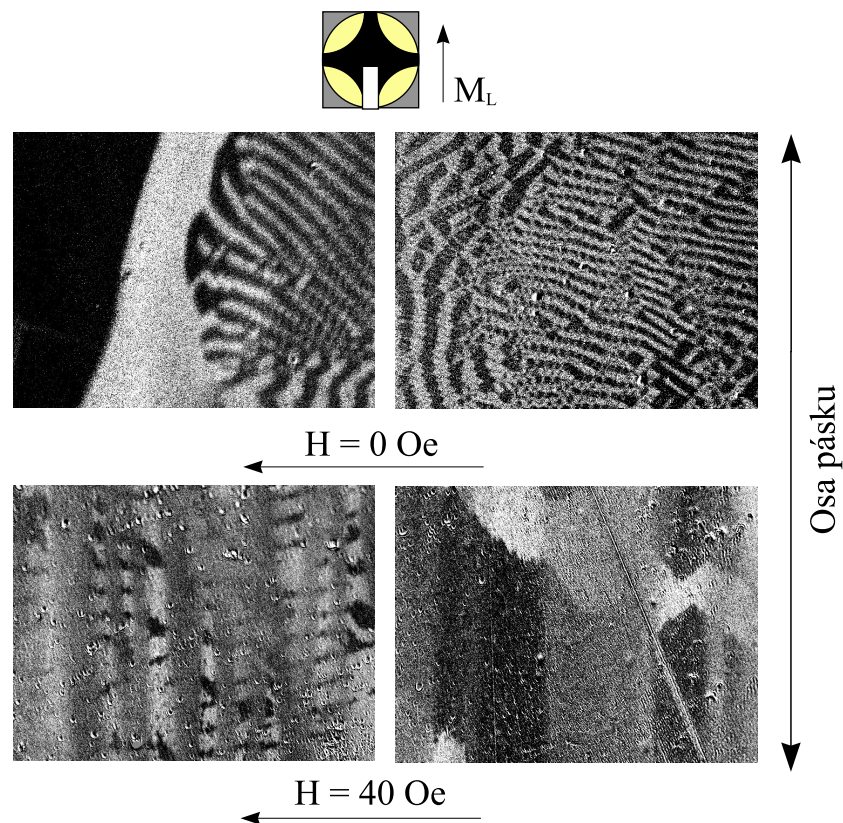
Obr. 4.5: Obrázek pořízený technikou SEM (příčný řez), který ilustruje oprávněnost navrhovaného modelu o uspořádání dílčích vrstev.

### 4.1.3 Pozorování magnetických domén

Magnetická anizotropie je z hlediska praktické aplikace velmi důležitou charakteristikou, která hraje roli při uspořádávání magnetických domén, doménových



stěn v amorfním bulku pásku i na jeho povrchu. Magnetická mikrostruktura AQ FeNbB pásků je neuspořádaná. Obr. (4.6–horní série) znázorňuje strukturu mag-



Obr. 4.6: Magnetické domény (horní série obrázků) získané měřením v bulku AQ FeNbB pásků (po vyleštění) ve dvou různých místech při nulovém magnetickém poli. Široké domény leží v rovině pásku (in-plane), zatímco úzké domény označené jako "fingerprint" s maximální šířkou do  $5 \mu\text{m}$  naznačují přítomnost magnetizační komponenty směřující mimo rovinu (out-of-plane). Detail magnetických domén měřených v efektivní vrstvě krystalické fáze AQ FeNbB pásků (spodní série obrázků). Zobrazeny jsou dva typy uvedených domén, pozorovaných v různých místech povrchu vzorku, které jsou překryty širokými doménami (šedá barva)—vysvětlení v textu. Směr osy pásku je načrtnut vpravo. Nahoře je schématicky znázorněno nastavení Kerrova mikroskopu (viz kap. 3.2).

netických domén pozorovanou v amorfním bulku (po odleštění). Byla použita longitudinální konfigurace magnetooptického Kerrova mikroskopu s aperturní clonou

nastavenou do spodní části maltézského kříže (obr. 4.6 nahore). Oba typy pozorovaných domén,  $180^\circ$ -doménové stěny (široké až k  $100 \mu\text{m}$ ) a úzké doménové stěny typu "fingerprint" jsou důsledkem vnitřních napětí vznikajících při procesu výroby (rovinném lití). Zmíněná napětí jsou zcela náhodná. V různých místech vzorku lze proto pozorovat jednu nebo i obě doménové struktury (obr. 4.6).  $180^\circ$ -doménové stěny jsou důsledkem převažujícího tahového napětí. Toto napětí "kopíruje" snadnou osu magnetizace, jejíž směr se ve vzorku mění. Domény typu "fingerprint" jsou způsobeny tlakovým napětím. Jde o uzavřené domény (closure domains<sup>2</sup>), u nichž je směr magnetizace kolmý k povrchu vzorku.

Je známo, že magnetizace je s mechanickým napětím spojena hodnotou magnetostrikčního koeficientu (konstanty)  $\lambda_s$ , která je např. u amorfních kovů typu NANOPERM většinou nenulová. V našem případě byla tato hodnota odhadnuta na  $10,8 \cdot 10^{-6}$ . Podobné napětím vznikající doménové struktury byly představeny i u mnoha amorfních slitin na bázi Fe s kladnou hodnotou magnetostrikce (HUBERT, A. and SCHÄFER, R., 2000).

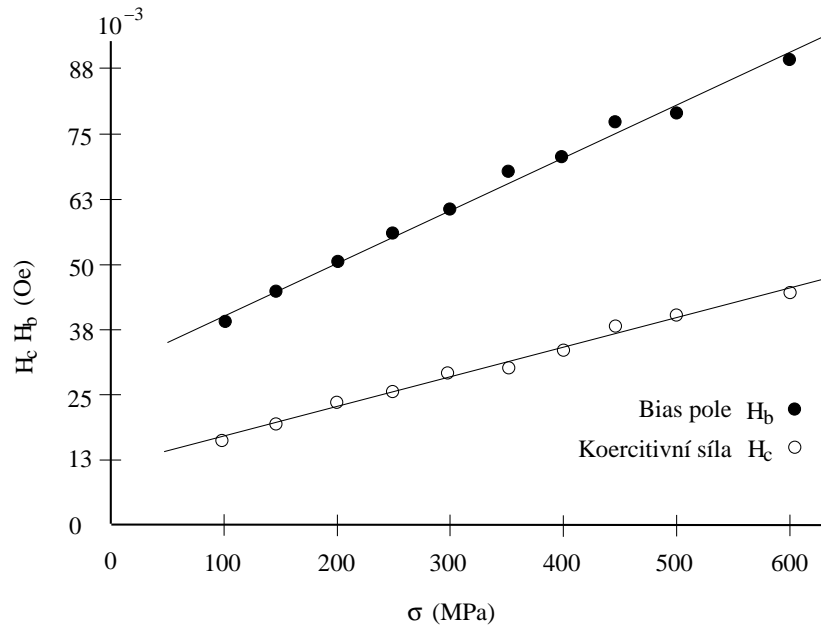
Stejná magnetooptická konfigurace byla použita i pro měření magnetických domén AQ FeNbB pásků (4.6–spodní série), pořízených ze dvou různých míst neodleštěného povrchu (efektivní krystalická fáze). Při magnetickém poli  $H \approx 0$  se objevilo typické doménové uspořádání viz (4.6–horní série). Změnou polarity a zvyšováním magnetického pole došlo k vytvoření širokých šedých doménových struktur, které překrývají původní domény, a to ve směru téměř kolmém k ose pásku (souvisí se změnou barvy domén). Domnívám se, že je tento jev spojen s vlivem zrn  $\alpha$ -Fe, které jsou situovány blízko povrchu, přičemž výrazně ovlivňují magnetické uspořádání. Tyto výsledky podporují názor, že magnetické vlastnosti AQ FeNbB pásků se mění s hloubkou od povrchu vzorku.

#### 4.1.4 Exchange bias

Problematika vzniku a uspořádání amorfní a krystalické fáze u rychle tuhoucích FeNbB slitin je stále intenzivně studována (SUZUKI, P. et al., 1995; HECZKO, O. et al., 1996; HIRATA, A. et al., 2006) a to zejména díky možnému praktickému uplatnění (oblast magnetického zápisu dat, spin-elektroniky, magnetických senzorů). Ze závěrů uvedených v předchozích částech plyne, že složení AQ FeNbB pásků není plně amorfní. Kromě měkkého amorfního bulku byla v povrchové vrstvě detekována i magneticky tvrdá krystalická fáze. Lze se oprávněně domní-

<sup>2</sup>Tyto domény jsou zakřiveny dovnitř vzorku (analogie obráceného písmene U zaraženého do pásku), přičemž na obrázcích vidíme pouze jejich část.

vat (KRAUS, L. et al., 2008), že magneticky tvrdá krystalická fáze je jistou formou výměnné interakce (exchange bias) spřažena s magneticky měkkou amorfní fází. Jasným signálem o přítomnosti této interakce je hysterezní smyčka, neboť případná existence exchange biasu (bias pole) způsobí její vychýlení z "normální" pozice (hodnota  $H = 0$  do hodnoty pole  $H_b \neq 0$ ). Z objemových měření (M-H



Obr. 4.7: Funkční závislost "Bias" pole  $H_b$  a koercitivního pole  $H_c$  na tahovém napětí  $\sigma$ . Převzatá z (KRAUS, L. et al., 2008)

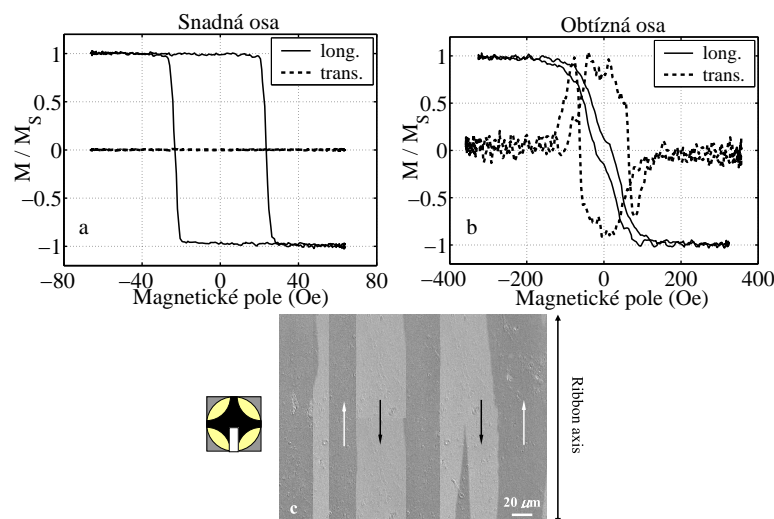
tracer) hysterezních smyček na 60 cm dlouhých AQ FeNbB páscích vyplývá nízká hodnota koercitivního pole ( $H_c \approx 44 \cdot 10^{-3}$  Oe), přičemž hodnota saturačního pole  $H_s$  byla stanovena na 7,5 Oe. Získaná hysterezní smyčka je typická pro amorfní slitiny, kdy se při rapidním ochlazení náhodně indukují vnitřní napětí. Závislost koercitivního pole  $H_c$  a bias pole  $H_b$  na tahovém napětí je uvedena na obrázku 4.7.

Zjistilo se, že napětí 100 MPa způsobí pokles koercitivního pole  $H_c$  na hodnotu  $15 \cdot 10^{-3}$  Oe oproti nenamáhaným AQ páskům, přičemž dochází k posunu hysterezních smyček. Toto namáhání je již dostatečné k tomu, aby se vnitřní napětí eliminovala, přičemž směr snadné osy je rovnoběžný s osou pásku. Hysterezní smyčka sestává ze dvou částí, malé symetrické, odpovídající smyčce demagnetizační, a větší úzké, která je posunuta ve směru použitého pre-magnetizačního

pole  $H_{\text{pre}}$ . Zdá se tedy, že bias efekt u pásků v poli  $H_{\text{pre}}$  je způsoben spřažením měkkého amorfního magnetického bulku s remanentní magnetizací tvrdé povrchové magnetické vrstvy. V největší míře může za vznik bias efektu povrchová vrstva shiny strany FeNbB pásku. Tuto vrstvu tvoří náhodně orientované krystalky  $\alpha$ -Fe zakotvené v amorfní matici. Krystaly Fe jsou výměnnou interakcí (exchange biased) spřaženy s amorfním okolím, přičemž tvoří pružné magnetky, které jsou magneticky tvrdší než amorfní bulk. Podobné posuny hysterezní smyčky byly pozorovány i na žíhaných amorfních FeCrSiB drátcích (CHEN, D. X. et al., 2000).

## 4.2 FA FeNbB pásky

FeNbB pásky byly namotány na trubičku shiny stranou dovnitř a vyžíhány, čímž se eliminují stresové faktory. Pro MOKE měření byly tyto toroidální pásky narovnané (přípevnění na držák), důsledkem čehož vzniká na shiny straně tahové napětí, které snadnou osu magnetizace pokládá do osy pásky, a na wheel straně působí tlakové napětí, které snadnou osu magnetizace pokládá kolmo k ose pásku. Toto působení je zaznamenáno na hysterezních smyčkách viz obr. (4.8 a, b). Uspořádání



Obr. 4.8: (a, b) Hysterezní smyčky žíhaných FeNbB pásků měřené ve snadné a obtížné ose v longitudinální a transverzální konfiguraci. Korepondující doménové uspořádání při nulovém poli (c).

doménové struktury na shiny straně potvrzuje vytvoření snadné osy v ose pásku. Na wheel straně nebyly domény pozorovány. Důvodem je velká povrchová drsnost, přičemž se výrazně projevuje struktura líčho bubnu, takže jsme nebyli schopni

získat dostatečný kontrast. Po žíhání došlo k nárůstu  $\alpha$ -Fe na obou stranách pásku, na shiny straně ukázal CEMS nárůst na 13 % a na wheel straně až 17 %. Hodnoty koercitivního pole se snížily na 25 Oe. Po žíhání zůstaly široké domény, které jsou orientovány ve směru osy pásku, zatímco domény "fingerprint" úplně zmizely.

### 4.3 CoFeCrSiB pásy

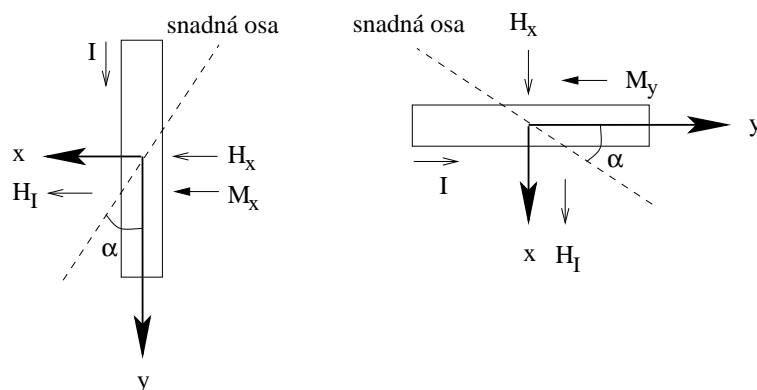
Enormní změna komplexní impedance feromagnetického vodiče působením magnetického pole, tzv. jev obří magnetoimpedance (GMI) v amorfních a nanokrytalických páscích, zapříčinil zintenzivnění zájmu o měkké magnetické materiály, a to zejména pro jejich možné využití jako účinných senzorů pro nejrůznější aplikace (KNOBEL, M. et al., 2003). Výzkum je převážně orientován do oblastí rapidního zvyšování citlivosti senzoru a to zejména vůči tahovému (SHEN, L. P. et al., 1997) nebo krouživému napětí, přičemž se opomíjí vliv teploty, která významně ovlivňuje praktické uplatnění nových GMI materiálů (MALÁTEK, M. et al., 2008). Teplotní stabilita je však problémem většiny senzorů na bázi GMI.

Další objevy v této oblasti, zejména příchod nové generace senzorových zařízení využívající asymetrického GMI (AGMI), poukázaly na to, že vhodně upravené měkké magnetické materiály lze využít nejen k praktickým aplikacím, ale také k pochopení magnetických jevů a mechanismů probíhajících při přípravě a následném tepelném zpracování.

Asymetričnost GMI je připisována třem spouštěcím mechanismům. První vychází z výměnné interakce probíhající mezi měkkým bulkem materiálu a tvrdou povrchovou vrstvou (exchange bias) (KIM, C. G. et al., 1999), druhý a třetí souvisí s průchodem stejnosměrného a střídavého proudu měřeným vzorkem (DC, AC bias current) (KITOH, T. et al., 1995).

Asymetrické chování a účinky magnetického pole vznikajícího při průchodu proudu byly studovány na palem žíhaných (FA) páscích (KRAUS, L. et al., 2006) a páscích podléhajících namáhání (SA). Proto byla navržena magnetooptická metoda (ŽIVOTSKÝ, O., KRAUS, L., POSTAVA, K., FOLDYNA, M. and PIŠTORA, J., 2006), založená na měření povrchových hysterezních smyček s pomocí stejnosměrného proudu, protékajícího skrze pásek. Její hlavní výhoda spočívá v eliminaci nežádoucích demagnetizačních efektů.

Magnetooptická konfigurace při experimentu s proudem procházejícím páskem je načrtnuta na (obr. 4.9), přičemž se generuje magnetické pole  $H_I$ , které je kolmé



Obr. 4.9: Základní in-plane magnetooptická konfigurace, podle které byly experimenty realizovány. Diferenciální intenzitní metoda je v obou případech citlivá k longitudinálním magnetizačním komponentám  $M_x$  a  $M_y$ . Longitudinální konfigurace a longitudinální konfigurace s transverzální citlivostí lze odlišit natočením vzorku a magnetického pole o  $90^\circ$ .

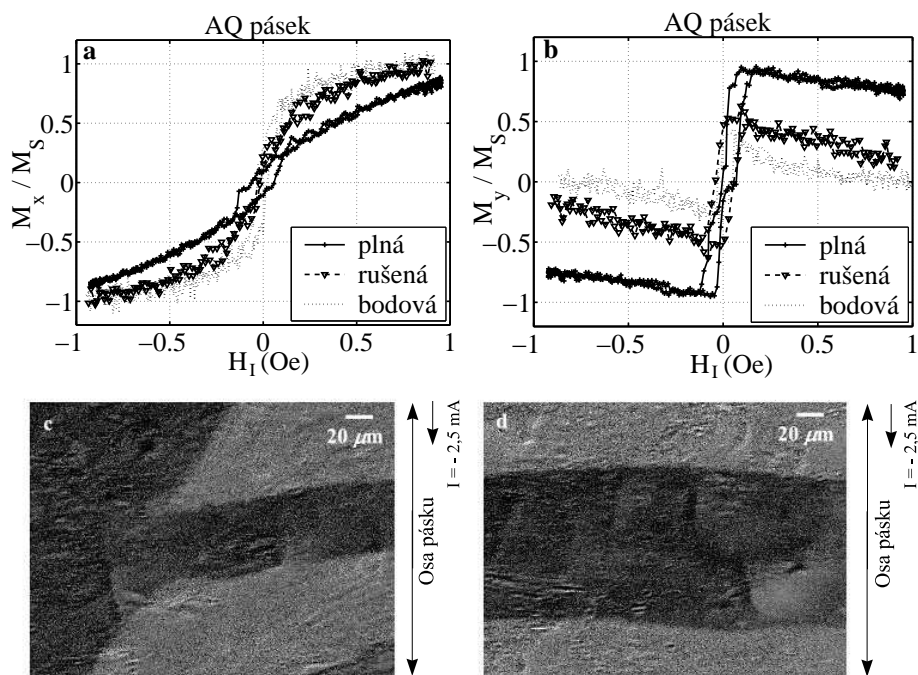
na osu pásku a jehož velikost je dána vztahem  $H_I = I/2d$ , kde  $d$  je šířka pásku. Experimenty s externím magnetickým polem  $H_x$  generovaným cívku byly rovněž realizovány za účelem porovnání vlivu demagnetizačních jevů.

V prvním případě viz (obr. 4.9 vlevo) je detekována komponenta magnetizace  $M_x$  k oběma polím rovnoběžná, zatímco v druhém případě viz (obr. 4.9 vpravo) je měřená komponenta magnetizace  $M_y$  k oběma polím kolmá. Naměřené hysterezní smyčky v publikaci (ŽIVOTSKÝ, O., POSTAVA, K., KRAUS, L., FOLDYNA, M. and PIŠTORA, J., 2006) poukazují na fakt, že směr snadné osy magnetizace je velmi blízko ose pásku a to jak pro AQ, tak pro FA pásky. Dalším měření AQ pásků se ale zjistilo, že posvítíme-li do různých míst vzorku, směr snadné osy se mění ("fluktuuje") dle směru, ve kterém převažuje mechanické napětí. Vliv tepelných úprav a mechanického namáhání CoFeCrSiB pásků bude diskutován v následujících podkapitolách. Rozšíření této metody na další magnetické materiály publikoval např. (CHIZHIK, A. et al., 2008).

#### 4.3.1 AQ pásky

Obrázky (4.10 a, b) znázorňují normované hysterezní smyčky vůči Kerrově efektu  $\theta_{K_s} = 0,351$  mrad, přičemž byl světelný svazek fokusován do různých míst na tomto pásku. Obrázky c, d pak odpovídají naměřeným magnetickým doménám při stejné magnetooptické konfiguraci. Výsledky potvrzují zřetelně nehomogenní

magnetické vlastnosti, které jsou typické pro AQ pásy a jejichž původ lze připsat následujícím faktorům (KRONMÜLLER, H., 1981*b*; KRONMÜLLER, H., 1981*a*):



Obr. 4.10: Hysterezní smyčky v longitudinální konfiguraci (a) a longitudinální konfiguraci s transverzální citlivostí (b) získané měření AQ pásek a jim odpovídající doménové uspořádání z měření na magnetooptickém Kerrově mikroskopu (c, d).

- **Povrchové nehomogenity** pozorované z obou stran pásku jsou spojené s metodou přípravy vzorků. V našem případě nebyl proces nástřiku taveniny na rotující buben uskutečněn v inertní atmosféře, proto ve výsledku může mít vliv na uspořádání povrchu celá řada parametrů jako vlhkost vzduchu, teplota taveniny, vlastnosti bubnu, kapilární jevy (dochází k silnému ovlivnění homogenity vzorku).
- **Fluktuace lokálních anizotropií** vznikají opět při vlastní přípravě pásek, kdy se indukují vnitřní tahová a tlaková pnutí, která však svou povahou hrají důležitou roli při uspořádání magnetických domén. U CoFeCrSiB pásek snadná osa magnetizace mění svůj směr, přičemž upřednostňuje ty směry, ve kterých převažuje tahové napětí, což je prokazatelné ze změny remanence na transverzálních proudových smyčkách (4.10 b) nebo ze změny

orientace doménových stěn (4.10 c, d). Křivka vyznačená plnou čarou odráží orientaci vektoru magnetizace do směru blízkého obtížné ose  $\alpha \approx 90^\circ$ , a to z toho důvodu, že efekt v remanenci na transversální smyčce je blízko své saturační hodnoty. V případě rušené a bodové křivky odpovídá úhel hodnotám  $58^\circ$  a  $73^\circ$ . Tyto hodnoty byly získány porovnáním proudových smyček se Stoner–Wohlfarthovým modelem, ve kterém jsou příspěvky Zeemanovy a magnetoelastické energie považovány za hlavní zdroj anizotropie.

- **Povrchové nerovnosti** v AQ páscích je způsobena přeuspořádáním původně neuspořádaných atomů při prudkém ochlazení. Mezi částicemi nastává krátkodosahové silové působení, při jehož porušení a celkové nestabilitě volného objemu migrují atomy k povrchu vzorku. Defekty v kombinaci s drsností povrchu jsou v řadě případů zodpovědné za asymetrie pozorované např. na křivce vyznačené plnou čarou (4.10 a). Signál MOKE je vystředován z oblasti na povrchu vzorku daným kruhovým laserovým svazkem o průměru 0,5 mm. Dochází tak ke zprůměrování magnetických příspěvků s defektem a bez defektu, což vede k asymetričnosti hysterezních křivek. Tyto asymetrie jsou pozorovány nejčastěji v blízkosti nulového magnetického pole (vysoká citlivost) a mohou být spojovány s "pinningem" (doména se na překážce ohýbá) doménových stěn.

Vzhledem k tomu, že strukturní defekty v našem případě ovlivňují největší měrou koercitivní pole, lze celkovou hodnotu pole vyjádřit jako součet dílčích polí

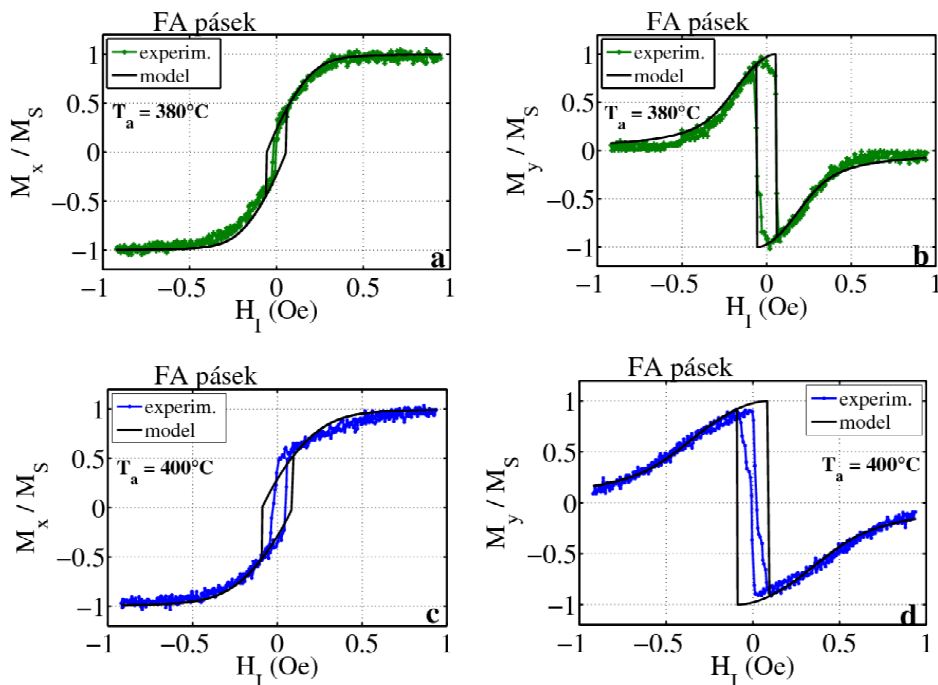
$$H_c = H_{c_p} + H_{c_a} + H_{c_n}, \quad (4.1)$$

kde  $H_{c_p}$  resp.  $H_{c_a}$  resp.  $H_{c_n}$  je koercitivní pole příslušející povrchovým nehomogenitám resp. lokálním anizotropiím resp. povrchovým nerovnostem. Proměnlivá povrchová topografie ovlivňuje koercitivní pole ve své celkové hodnotě  $H_c$  a to v rozmezí 0,1–0,2 Oe.

### 4.3.2 FA pásky

Částečné vylepšení magnetických vlastností a homogenity lze uskutečnit dalšími teplotními úpravami. Žíhání pásků na vzduchu v magnetickém poli způsobuje výrazné změny v povrchových magnetických vlastnostech, které jsou znázorněny na obr. (4.11) a v tabulce 1. Magnetický stav ovlivňuje uspořádání párů atomů, a to tak, že při dostatečně vysoké teplotě se tyto páry přednostně rozmisťují podle směru působícího magnetického pole. Ačkoli se slitina snaží udržet si svůj





Obr. 4.11: Měřené proudové smyčky FA pásků porovnané se Stoner–Wohlfarthovým modelem. Fit je správný v oblastech, kde  $|H_I| > 0,08$  Oe, protože vektor magnetizace rotuje koherentně.

neuspořádaný charakter, použitými tepelnými úpravami spíše dochází k vyrelaxování stresů a namáhání (MORITA, H. et al., 1985).

**Tabulka 1:** Vliv teploty žíhání na koercitivní a anizotropní pole v případě polem žíhaných CoFeCrSiB pásků.

Teplota žíhání	Koercitivní pole	Anizotropní pole
$T_z$ [°C]	$H_c$ (celková) [Oe]	$H_a$ [Oe]
380	0,02	0,55
390	0,03	0,67
400	0,04	0,78

Působící magnetické pole vytváří slabou longitudinální anizotropii, která překrývá anizotropii vytvořenou při přípravě pásků a směřuje snadnou osu vektoru magnetizace do směru osy pásku. Orientace vektoru magnetizace do snadné osy poukazuje na to, že v průběhu tepelného zpracování dochází k vyrelaxování vnitřních napětí. Magnetické pole  $H_I$  směřuje kolmo k ose pásku, přičemž naměřené proudové hysterezní smyčky FA vzorků (4.11) ukazují převrácení vektoru magnetizace do obtížné osy a remanence magnetizace v transverzální konfiguraci je velmi blízko saturační hodnoty. Hodnoty anizotropního pole  $H_a$  a celkového koercitivního pole  $H_c$  závisejí na teplotě žíhání (viz Tab. 1) a byly získány přímo z longitudinálních proudových smyček (4.11 a, c). Oba sledované parametry se s rostoucí teplotou zvyšují. Celková hodnota koercitivního pole  $H_c$  na povrchu je nižší než u AQ pásků, ale stále závisí na povrchové drsnosti.

Koherentní rotaci vektoru magnetizace lze popsat pomocí Stoner–Wohlfarthova modelu, který je založen na principu minima celkové energie  $E$  (KRAUS, L. et al., 2006) sestávající v našem případě ze tří členů

$$\begin{aligned} E &= E_I + E_\sigma + E_\tau = \\ &= -\mu_0 M_S H_I \sin \theta - \frac{3}{2} \lambda_s \sigma_{yy} \cos^2 \theta - 3 \lambda_s G \xi \sin 2 \theta = \\ &= -\mu_0 M_S H_I \sin \theta + K_\sigma \cos^2 \theta + K_\tau \sin 2 \theta, \end{aligned} \quad (4.2)$$

kde první člen vyjadřuje Zeemanovu energii  $E_I$ , která je úměrná hodnotě magnetizace v saturaci  $M_S = 410 \text{ emu.cm}^{-3}$  získané z objemových měření. Úhel  $\theta$  svírá vektor magnetizace s osou pásku. Další členy  $E_\sigma$  a  $E_\tau$  popisují longitudinální osovou a helikální anizotropii, jejichž charakteristikami jsou magnetostrikční konstanta  $\lambda_s$ , tahové napětí  $\sigma_{yy}$ , torze kolem osy pásku  $\xi$ , tloušťka pásku  $t$ , modul pružnosti ve smyku  $G$ . Příklady fitovaných dat jsou na obrázku (4.11), kde jsou měřené (experiment) longitudinální a transverzální smyčky FA vzorků porovnány s modelem. Odklonění snadné osy magnetizace na povrchu pásku (úhel  $\alpha$ ) z osy pásku lze spočítat pomocí vztahu

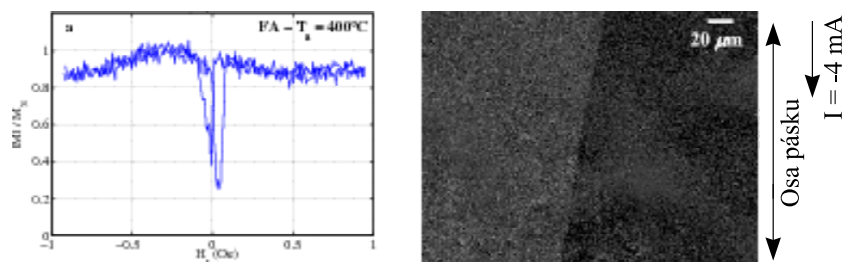
$$\tan(2\alpha) = \frac{2K_\tau}{K_\sigma}, \quad (4.3)$$

přičemž hodnoty anizotropních konstant  $K_\sigma$  a  $K_\tau$  byly získány z fitu.

V tabulce 2 jsou uvedeny vypočítané hodnoty úhlu  $\alpha$  pro všechny typy pásků. Příkladem je AQ pásek, u něhož jsme vybrali fit proudové smyčky označený přerušovanou čarou v obrázku (4.10). V případě FA vzorků se naklonění ( $\alpha$ ) snižuje s rostoucí teplotou žíhání. Ve třetím sloupci tabulky 2 jsou uvedeny hodnoty magnetostrikčních konstant získaných z objemových měření hysterezních smyček.

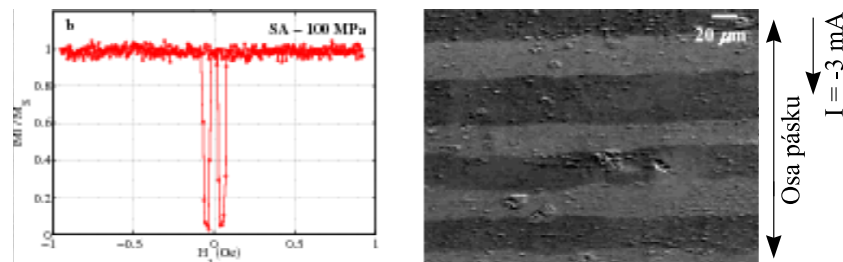
**Tabulka 2:** Stanovené hodnoty magnetostrikčních konstant a naklonění snadné osy pro pásky ve stavu AQ, FA a SA.

Pásek	Teplota žíhání	Magnetostrikční	Naklonění
	$T_z$ [°C]	konstanta	snadné osy
		$\lambda_s$ [-]	$\alpha$ [°]
AQ	-	$-1,65 \cdot 10^{-7}$	58
FA-30 Oe	380	-	12,8
FA-30 Oe	390	-	10,9
FA-30 Oe	400	-	9,1
SA-50 MPa	390	$+8,5 \cdot 10^{-8}$	87,2
SA-100 MPa	390	$+8,1 \cdot 10^{-8}$	88,5



Obr. 4.12: Celkový vektor magnetizace  $|M|/M_s$  spolu s magnetickými doménami pozorovanými při experimentu s proudem protékajícím FA páskem (400°C).

Bohužel, polem žíhané CoFeCrSiB pásky mění znaménko  $\lambda_s$  v porovnání s AQ vzorky, důsledkem čehož jsme nebyli schopni stanovit jejich hodnoty. Celkový vektor magnetizace  $|M|/M_s = \sqrt{M_x^2 + M_y^2}/M_s$  vzorku, který byl žíhán při teplotě 400°C je na obrázku (4.12). Vektor magnetizace rotuje koherentně v oblasti  $|H_I| > 0,08$  Oe, kde je  $|M|/M_s \approx 1$ , zatímco pro  $|M|/M_s < 1$  lze při použití metody s proudem pozorovat široké magnetické domény (obr. 4.12 vpravo). Směr doménové stěny kopíruje snadnou osu magnetizace, přičemž je vůči ose pásku nakloněna přibližně o 10°, což odpovídá hodnotě úhlu  $\alpha$  vypočtené z relace (4.3).



Obr. 4.13: Celkový vektor magnetizace  $|M|/M_s$  spolu s magnetickými doménami pozorovanými při experimentu s proudem protékajícím SA páskem (100 MPa).

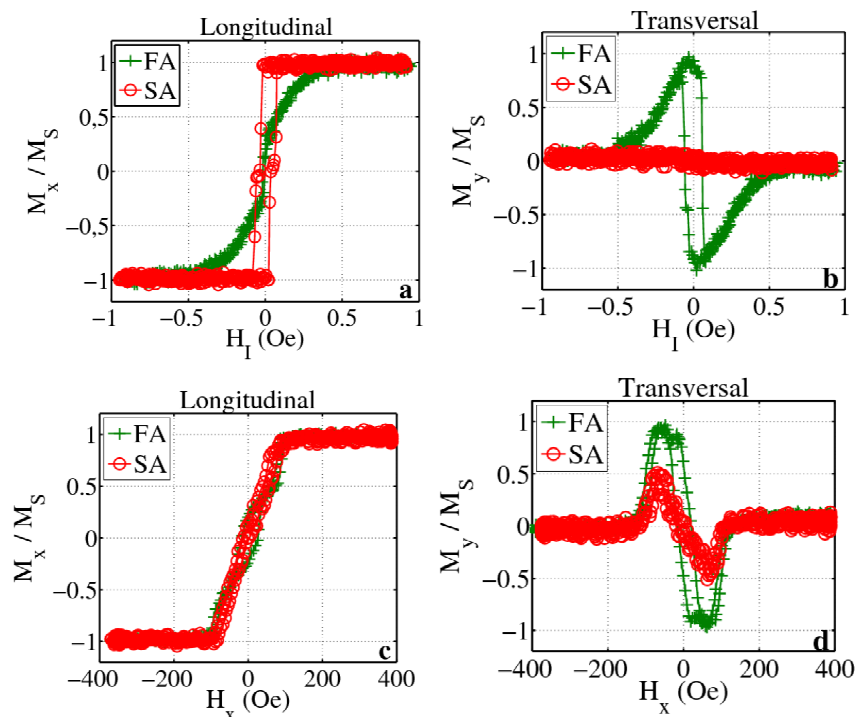
### 4.3.3 SA pásy

Typická pravoúhlá hysterezní longitudinální smyčka s hodnotou celkového koercitivního pole  $H_c = 0,05$  Oe a se skoro nulovým transverzálním efektem naznačuje přítomnost snadné osy magnetizace, která je komá k ose pásku. Je známo, že původ napětím indukované anizotropie je ve spin-orbitální magnetoelastické interakci mezi vyvolaným napětím a magnetizací, přičemž výsledný směr podléhá povaze napětí (tah/tlak) a znaménku magnetostrikční konstanty (SANTOS, A. D. et al., 1986). V našem případě je  $\lambda_s$  kladná při hodnotě  $+8,1 \cdot 10^{-8}$  (tabulka 2). Indukovaná transverzální magnetická anizotropie je patrná z doménového uspořádání (viz obr. 4.13). Magnetické domény pozorované při nízkých hodnotách magnetického pole  $|H_I| < 0,08$  Oe jsou stabilní a směřují do snadné osy pásku.

Porovnáním proudových smyček se Stoner–Wohlfartovým modelem se naklonění  $\alpha$  u SA (50, 100 MPa) pásků stanovilo na  $87,2^\circ$  a  $88,5^\circ$ , přičemž konstanta  $K_\tau$ , reprezentující vliv helikální anizotropie, je o jeden řád nižší než v případě FA vzorků.

Chtěl bych také zdůraznit výhodnost modifikované metody, využívající průchod elektrického proudu páskem a její necitlivost ke tvaru vzorku a demagnetizačnímu poli. Rozdíl ve tvarech naměřených FA a SA smyček (4.14 a, b) vůči smyčkám naměřeným s použitím externího magnetického pole  $H_x$  (4.14 c, d) je evidentní.

Zvláště pak téměř shodující se longitudinální smyčky potvrzují přítomnost silného demagnetizačního pole o velikosti stanovené na 100 Oe. Magnetické saturační pole je díky tomu překryto demagnetizačním polem, což poukazuje na nevhodnost měření využívající externí magnetické pole u materiálů s malou šířkou (naše pásy).

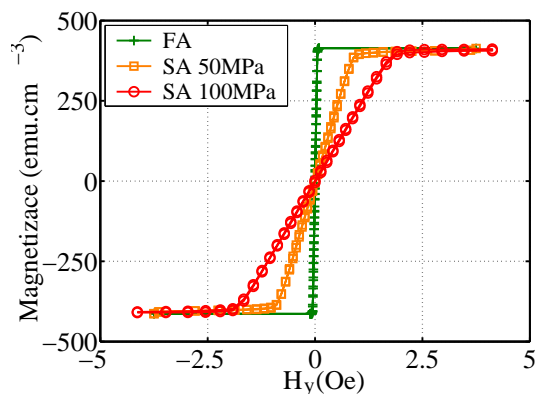


Obr. 4.14: Porovnání MOKE hysterezních smyček v případě FA (380°C) a SA (100 MPa) pásků. Změny v magnetické anizotropii dokumentují smyčky získané při průchodu proudu vzorkem (a, b) a smyčky naměřené při působení externího magnetického pole ( $H_x$ ) ve směru kolmém k ose pásku (c, d).

#### 4.3.4 Objemové magnetické vlastnosti

Zkoumané vlastnosti povrchové anizotropie, které byly představeny u FA a SA pásků, jsou rovněž podpořeny objemovými měřeními. Experimentální ověření vlivu a účinku procesů následujících po přípravě pásků (žihání, namáhání) na objemové hysterezní smyčky je zobrazeno na obr. 4.15. Vnější magnetické pole  $H_y$  působí podél osy pásku. Rozdíl mezi objemem a povrchem v hodnotě celkového koercitivního pole pozorovaného u AQ pásků se rapidně zvyšuje působícím polem a namáháním. Celkové koercitivní pole  $H_c$  měřené v objemu vzorku u FA pásků je přibližně o řád nižší než u AQ pásků a o tři řády nižší než u FA pásků měřených na povrchu. Žiháním v poli se evidentně vylepšuje magnetická "měkkost" těchto materiálů. Naopak, v případě SA pásků lze porovnat jejich hodnoty s hodnotami AQ pásků, přičemž se zvyšujícím se napětím pomalu klesá hodnota koercitivního

pole.



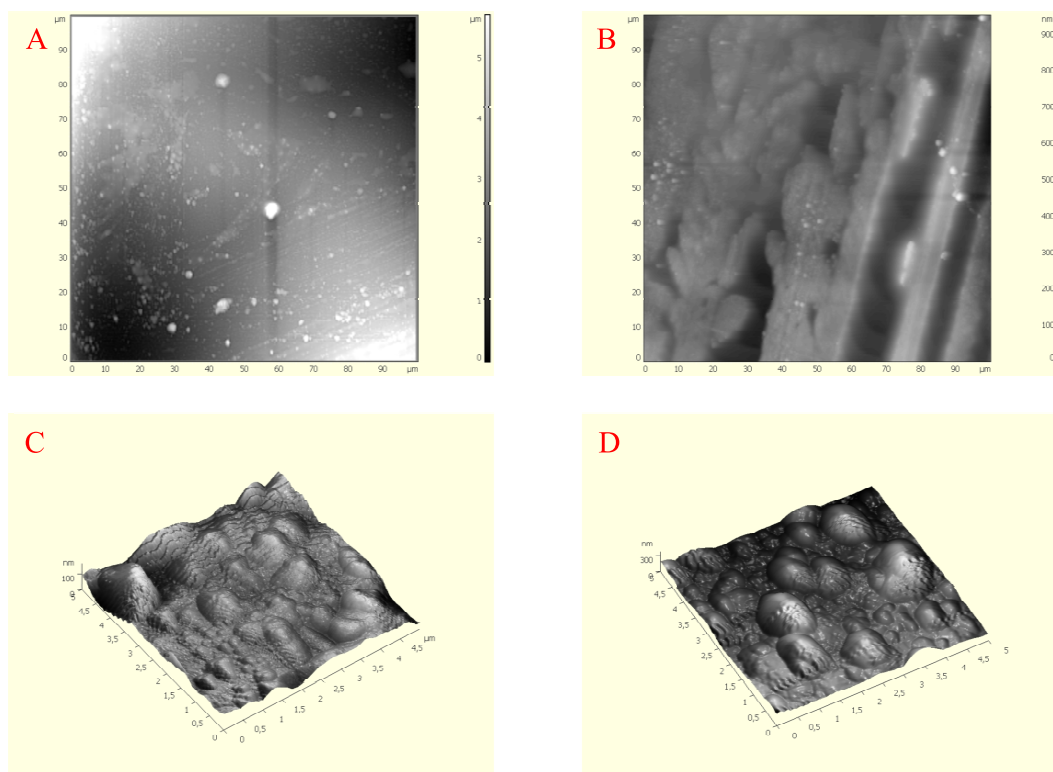
Obr. 4.15: Vliv napětí (50, 100 MPa) na objemové hysterezní smyčky získané M-H tracerem.

## 4.4 SPM–MFM

Výsledky získané mikroskopem se skenující sondou Ntegra Aura jsou uvedeny v této podkapitole úmyslně. Předchozí dělení výsledků do dvou velkých celků (dle FeNbB a CoFeCrSiB pásků) je vzhledem ke kontinuitě experimentálních měření a z nich dosažených a publikovaných poznatků na místě. Důvody, které mne vedly k vytvoření vlastní podkapitoly, týkající se uskutečněných experimentů na SPM mikroskopu Ntegra Aura, budou diskutovány dále.

### 4.4.1 FeNbB pásky z perspektivy SPM–MFM

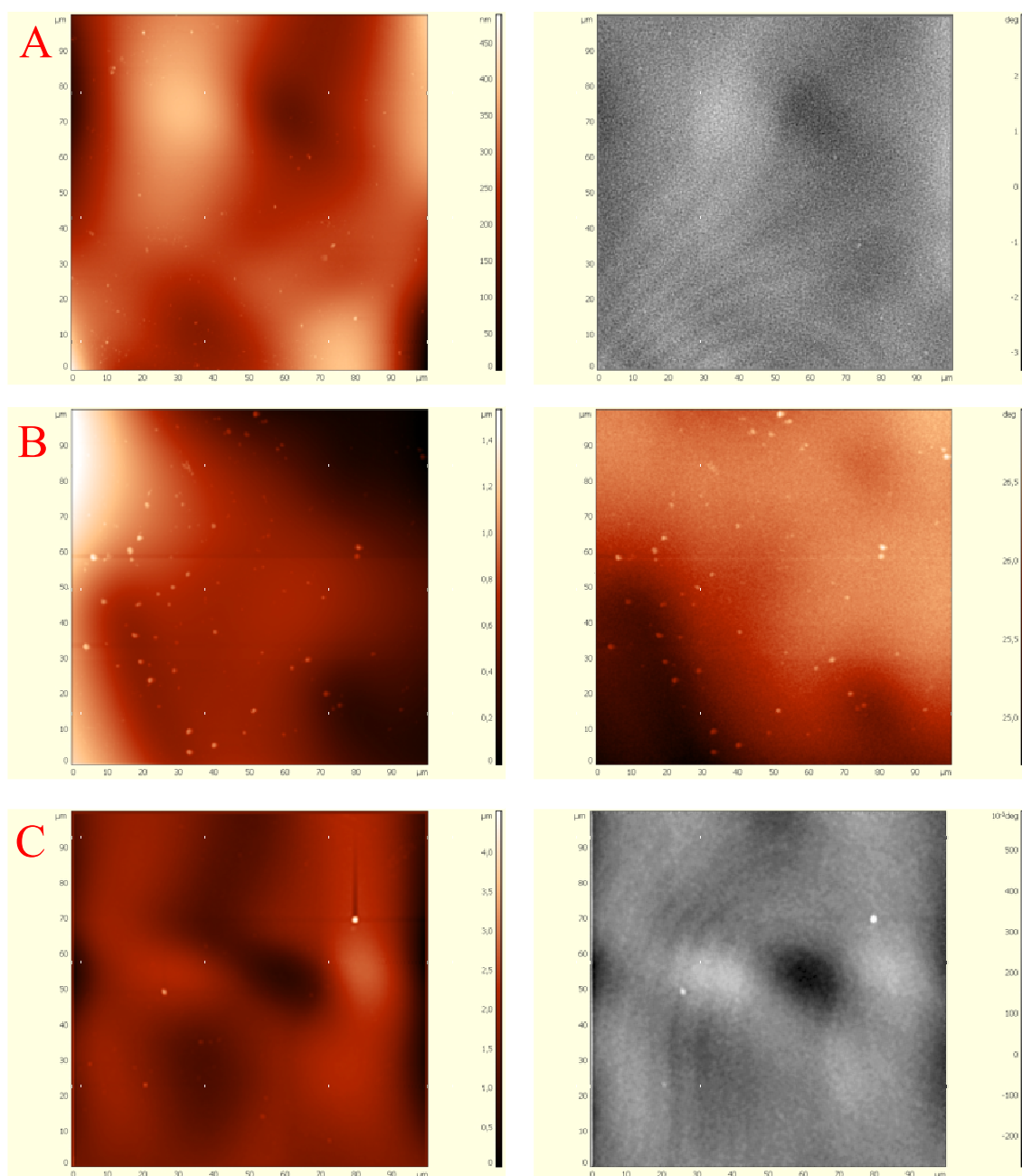
Na obrázku (4.16, A–D) je zachycena topografie AQ FeNbB pásků ve dvou různých rozměrech skenu ( $100 \times 100 \mu\text{m}$  resp.  $5 \times 5 \mu\text{m}$ ). Ze snímku A resp. C je patrné, že shiny strana sestává z drobných shluků  $\alpha$ -Fe krystalků rozptýlených zcela náhodně v amorfni matrici o velikostech v řádu 100 nm (což potvrdilo i měření na transmisním elektronovém mikroskopu). Bohužel v rámci uskutečněných magnetických měření (MFM) nebyl pozorován žádný kontrast. Lze tedy říci, že nanokompozitní materiály ve formě FeNbB pásků (struktura a prvkové složení) nejsou vhodné pro MFM měření.



Obr. 4.16: Snímky (AFM topografie) AQ FeNbB pásků o velikostech  $100 \times 100 \mu\text{m}$  resp.  $5 \times 5 \mu\text{m}$  měřených ze shiny strany (levý sloupec A, C) a z wheel strany (pravý sloupec B, D).

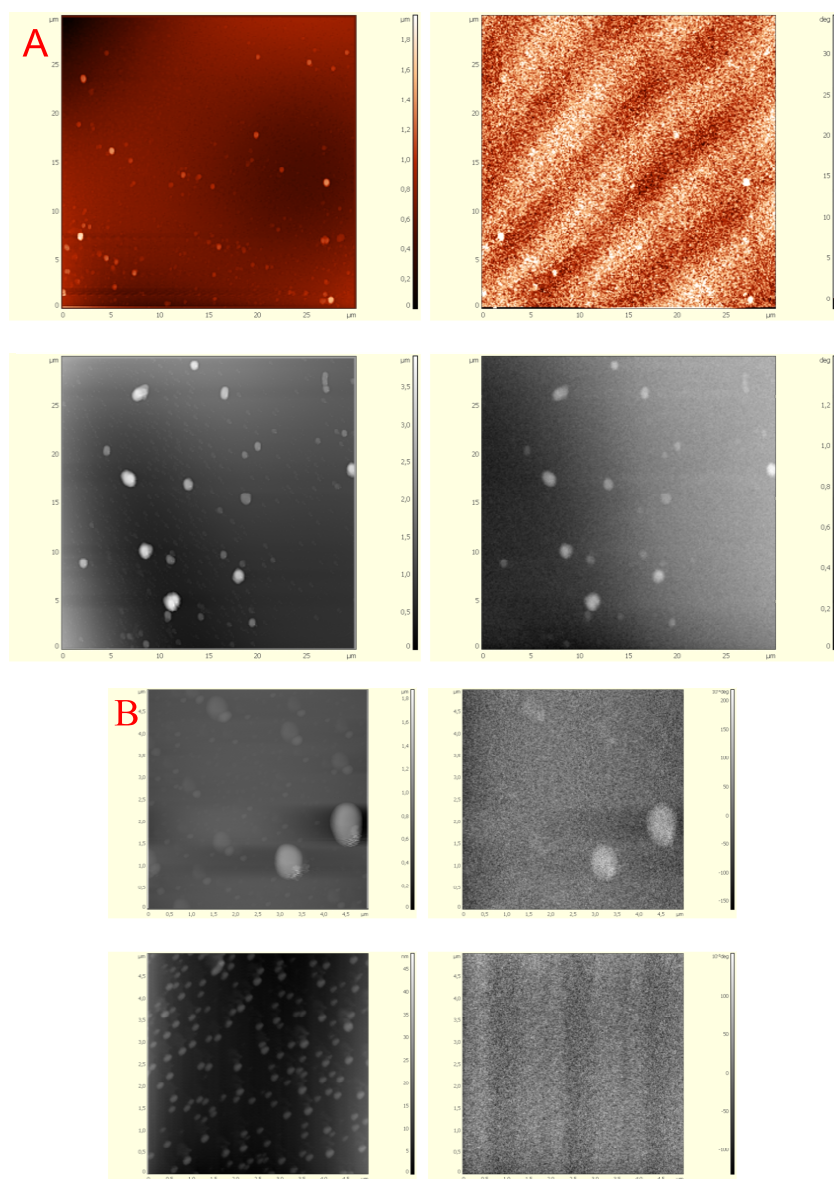
#### 4.4.2 CoFeCrSiB pásky z perspektivy SPM–MFM

Použití teplotních úprav k částečnému vylepšení magnetických vlastností a homogenity u těchto typů pásku způsobuje opravdu markantní změny v povrchových vlastnostech, jež velmi dobře dokumentují naměřené hysterezní smyčky s příslušnou doménovou strukturou. Tepelné zpracování tedy výrazně ovlivňuje orientaci vektoru magnetizace a jeho stáčení od nebo ke snadné ose pásku, přičemž dochází k vyrelaxování vnitřních tahových nebo tlakových napětí. Na sériích obrázků (4.17 a 4.18) je dokumentována povrchová morfologie těchto amorfních pásků s příslušným magnetickým kontrastem (podařil-li se dosáhnout). Zejména z obrázků (4.17 A) lze vysledovat velké nehomogenní objekty (částice o velikosti i přes 300 nm), které jsou obklopeny daleko menšími výběžky, přičemž tvoří jakési uzavřené shluky. S rostoucí teplotou žíhání ( $380 \rightarrow 400^\circ\text{C}$ ) se zvyšuje velikost i hustota těchto shluků (4.17 A, B). Obrázek (4.17 B vlevo–žíhání při  $390^\circ\text{C}$ ) navíc naznačuje, že se tyto



Obr. 4.17: Série AFM (levý sloupec) a MFM (pravý sloupec) obrázků FA CoFeCrSiB pásků měřena ze shiny strany při velikosti skenu  $100 \times 100 \mu\text{m}$  za různých teplot žíhání (řádek A, B, C–380, 390, 400°C).





Obr. 4.18: Dvě série AFM (levý sloupec) a MFM (pravý sloupec) obrázků FA CoFeCrSiB pásků ze shiny strany. První série (A) snímků měřená při velikosti skenu  $30 \times 30 \mu\text{m}$  při žhacích teplotách  $380$  (vrchní řádek) a  $390^\circ\text{C}$  (spodní řádek). Druhá série (B) snímků měřená při velikosti skenu  $5 \times 5 \mu\text{m}$  při žhacích teplotách  $390$  (vrchní řádek) a  $400^\circ\text{C}$  (spodní řádek).

částice přednostně rozestavují zřejmě podle směru působícího magnetického pole (bohužel bez magnetického signálu).

Magnetický kontrast (viz. 4.18 A vpravo) je jasnou odezvou interakce magneticky aktivního amorfního materiálu, ale přesto je interpretace magnetických měření na FA CoFeCrSiB páscích velmi komplikovaná. Zatím tedy nelze metodikou MFM blíže specifikovat nebo potvrdit magnetooptická měření diskutovaná v předchozích kapitolách. Na druhou stranu nejde o tak překvapivé zjištění. Dovolím si v následující podkapitole shrnout nejzávažnější důvody, které mohou MFM měření ovlivnit.

#### 4.4.3 Amorfní kov vs. MFM

##### 1. Problematika měřicího hrotu–geometrie, pokryv a magnetizace

(Materiál, ze kterého je hrot vyroben musí mít co největší magnetický moment pro dosažení co nejlepšího signálu. Pro tento účel by bylo ideální sestavit hrot z materiálu o jedné magnetické doméně a získat tak malé rozptylové pole a dobrou citlivost.)

- Technicky však takovéto hroty není snadné vyrobit, i když existuje celá řada sofistikovaných metod, které vylepšené tzv. superhroty dokáží připravit (EBD – electron beam deposition, FIB – focused ion beam milling a MWNT – multiwalled nanotubes (VASILE, M. J. et al., 1991; JUMPERTZ, R. et al., 1997)).
- Ve větší míře se využívá křemíkových nebo křemík–nitridových hrotů pokrytých vhodnou vrstvou magneticky aktivních látek ( $\text{Co}, \text{Co}_{71}\text{Pt}_{12}\text{Cr}_{17}, \text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ ). Při zvoleném typu magnetického pokryvu však nemusí dojít k žádné odezvě mezi hrotem a vzorkem<sup>3</sup>.
- Magnetizace hrotu je velmi těžko interpretovatelná díky své velikosti a také geometrii. U hrotů vyrobených z magneticky tvrdých materiálů by se hodnoty magnetizace neměly měnit během skenování a naopak u hrotů vyrobených z magneticky měkkých materiálů (superparamagnetický hrot) by se magnetický moment přizpůsoboval měnícímu se magnetickému poli. Řešením by bylo vytvořit hroty, které budou využívat výhod obou typů, bohužel problém nastává v tom případě, kdy je hodnota koercitivního pole vzorku srovnatelná s hodnotou koercitivního

---

<sup>3</sup>Např. měření NdFeB pásků s využitím rozdílných hrotů na bázi CoCr (bez magnetického kontrastu), NiFe (dobře čitelný magnetický signál) (AL-KHAFJI, M. A. et al., 1998).

pole hrotu, obraz je pak konvolucí tvrdé i měkké části, výsledkem čehož je nejednoznačný signál.

- V našem případě probíhalo měření pouze na jednom typu křemíkových hrotů pokrytých 40 nm vrstvou CoCr (typ NSG01, NT-MDT) a není možné srovnat výsledky, které by se dosáhly pomocí jiných typů magnetických hrotů.

## 2. Problematika vzdálenosti mezi hrotem a vzorkem, rozlišení

(Při snižování vzájemné vzdálenosti hrotu a vzorku však nabývají na intenzitě nemagnetické interakce přispívající tak k šumu MFM signálu. Výsledkem je splývání topografického kontrastu a magnetického obrazu (SCHÖNENBERG, C. et al., 1990).)

- Kvantitativní výsledky mohou být interpretovatelné pouze z čistých MFM obrazů a nikoli topografie.
- Vzhledem k tomu, že rozložení magnetických dipólových momentů vzorku prakticky nelze předpokládat stejně tak, jako povahu magnetických domén vzorku, je velice obtížné nalézt univerzální popis působící magnetické síly v závislosti na pracovní vzdálenosti hrotu a vzorku (PROKSCH, R., 1999).
- Ovlivnění magnetizace vzorku resp. hrotu prostým přemagnetováním zejména jde-li o hroty resp. vzorky vyrobené z magneticky měkkých materiálů.
- Jak velké laterální rozlišení je možno s MFM dosáhnout, abychom byli schopni uspokojivě pozorovat doménové uspořádání amorfních nanomateriálů, víme-li, že např. doménové stěny FeNdB pásků jsou velmi úzké (3 nm) (GRÜTTER, P. et al., 1990).

Zdalo by se z výše uvedeného, že MFM je v jistých směrech stále nedokonalou doplňkovou mikroskopickou technikou a výsledky pramenící z jejího využití jsou spíše odkázány náhodě. Není tomu tak, MFM dokázala zejména na poli magnetického zápisu a magnetických nosičů (RUGAR, D. et al., 1990), že jde o suverénní měřicí techniku, která se navíc původně z čistě fyzikální oblasti přesouvá i do dalších oborů např. nano-biologických disciplín (magnetotaktické bakterie (PROKSCH, R. B. et al., 1995), biodetekce-magnetické markery (AMEMIYA, Y. et al., 2005)).

Existuje však celá řada magnetických materiálů, mezi které řadíme i amorfní kovy, které z výše uvedených důvodů nereagují na působící magnetickou sílu. Pokrok v této oblasti a rychlost s jakou se vylepšují vlastnosti detekčního systému naznačuje, že metoda studia pseudo-amorfních nanokompozitů pomocí MFM bude rutinní mikroskopickou analytickou technikou s daleko větším publikačním zázeminím než je tomu dosud (YACOOT, A. and KOENDERS, L., 2008; YOON, J. et al., 2009).

# Kapitola 5

## Závěr

Motivace, která předcházela studiu amorfních a nanokrystalických materiálů ve formě pásků vyrobených planárním nástřikem, souvisí s tím, že dosud ještě nebyly důsledně prozkoumány jejich povrchové vlastnosti. Dnes již existují sofistikované metody, které dokáží mapovat povrchovou strukturu v řádu nanometrů a z hlediska optických, magnetických nebo mechanických vlastností přinést velmi zajímavé informace.

Tato práce se snaží ukázat, jak důležitou roli hrají magnetooptické a mikroskopické techniky při pozorování těchto (zejména magnetických) vlastností, přičemž jsou informace obsažené v hysterezních smyčkách nebo magnetických doménách zevrubně analyzovány. Jsou zde shrnuty výsledky ze studia dvou typů nanokompozitních pásků, FeNbB a CoFeCrSiB. Krátce bych se vyjádřil k jednotlivým vzorkům se zřetelem k vlastnímu přínosu práce.

### **FeNbB pásky**

Prvotním impulsem pro zkoumání povrchových vlastností právě FeNbB pásků byla analýza CEMS a XRD, která ukázala přítomnost krystalické fáze a to na obou stranách vzorku. Bylo by tedy zajímavé podívat se na povrch také jinými metodami a potvrdit nebo vyvrátit tyto informace, a to s využitím magnetooptických a mikroskopických metod.

Magnetooptika jasně potvrdila výskyt dvou fází, amorfní a krystalické. Jak tlusté jsou krystalické fáze se podařilo odhadnout na základě analýzy hysterezních smyček a s pomocí vícevrstvého modelu pro wheel stranu pásku, přičemž pro shiny stranu se využila metoda leptání.

Ukázalo se, že magnetooptické metody dokáží rozlišit příspěvky přicházející z různých povrchových vrstev (hloubková citlivost). Z hysterezních smyček, pořizovaných z wheel strany je zřejmé, že povrchová vrstva je nehomogenní a je tvořena dvěma fázemi. Odlišná anizotropie je patrná na shiny straně, což pak potvrzují obrázky magnetických domén.

Výsledky magnetooptických měření s dalšími metodami (CEMS, XRD, SEM) úzce korespondují, přičemž byly navíc diskutovány povrchové magnetické domény u AQ a FA pásků.

Bohužel s pomocí SPM–MFM metodiky se žádné relevantní informace nepodařilo získat.

### **CoFeCrSiB pásky**

U těchto pásků bylo motivací studium povrchových vlastností hlavně díky AGMI jevu. Což v důsledku vedlo k použití metody s průchodem proudem páskem, přičemž se ukázalo, že tato metoda eliminuje nežádoucí demagnetizační jevy. Vlastním přínosem pak byla aplikace průchodu proudem páskem na pozorování magnetických domén.

Systematické zkoumání vlivu procesu přípravy těchto pásků na magnetické vlastnosti (anizotropie) taktéž nebylo nikde doposud provedeno. K dispozici byly různě tepelně upravené a namáhané vzorky (AQ, FA, SA).

Naměřené proudové hysterezní smyčky byly porovnány se Stoner–Wohlfahrtovým modelem. Diskutováno bylo i naklonění snadné osy magnetizace.

Povrchové magnetické vlastnosti korelují s magnetickými vlastnostmi v objemu.

## Perspektivy

V budoucnu se plánuje pokračovat ve studiu CoFeCrSiB pásků, přičemž bude zajímavé pozorovat magnetické domény při současném působení externího a interního magnetického pole.

K měření hysterezních smyček také využijeme více typů laserů (změna vlnové délky) a rozšíříme tak hloubkovou citlivost magnetooptických metod. Vlastní realizace by mohla vypadat tak, že se vyberou laserové svazky z opačných stran spektra, přičemž se bude svítit do stejného místa vzorku.

V dohledné době bude také využíván polární magnet, který umožní studovat magnetické domény ve směru mimo rovinu (detekce polární komponenty magnetizace).

# Literatura

- AL-KHAFAJI, M. A., MARASHI, S. P. H., RAINFORTH, W. M., GIBBS, M. R. J., DAVIES, H. A., BISHOP, J. E. L. and HEYDON, G. (1998), ‘MFM of nanocrystalline NdFeB: a study of the effect of processing route on the micromagnetic structure’, *J. Magn. Magn. Mater.*, **190**, 48.
- AMEMIYA, Y., TANAKA, T., YOZA, B. and MATSUNAGA, T. (2005), ‘Novel detection system for biomolecules using nano-sized bacterial magnetic particles and magnetic force microscopy’, *J. Biotechnology.*, **120**, 308.
- BEACH, R. S. and BERKOWITZ, A. E. (1994a), ‘Giant magnetic field dependent impedance of amorphous FeCoSiB wire’, *Appl. Phys. Lett.*, **64**, 3652.
- BEACH, R. S. and BERKOWITZ, A. E. (1994b), ‘Sensitive field- and frequency-dependent impedance spectra of amorphous FeCoSiB wire and ribbon’, *J. Appl. Phys.*, **76**, 6209.
- BINNIG, G., QUATE, C. F. and GERBER, CH. (1986), ‘Atomic force microscope’, *Phys. Rev. Lett.*, **56**, 930.
- BINNIG, G. and ROHRER, H. (1987), ‘Scanning tunneling microscopy—from birth to adolescence’, *Rev. Mod. Phys.*, **59**, 615.
- BINNIG, G., ROHRER, H., GERBER, CH. and WEIBEL, E. (1982a), ‘Surface studies by scanning tunneling microscopy’, *Phys. Rev. Lett.*, **49**, 57.
- BINNIG, G., ROHRER, H., GERBER, CH. and WEIBEL, E. (1982b), ‘Tunneling through a controllable vacuum gap’, *Appl. Phys. Lett.*, **40**, 178.
- CHEN, H. S. and MILLER, C. E. (1970), ‘A rapid quenching technique for the preparation of thin uniform films of amorphous solids’, *Rev. Sci. Instr.*, **41**, 1237.



- CHEN, D. X., LI, Y. F., PASCUAL, L., VAZQUEZ, M. and HERNANDO, A. (2000), ‘Hysteresis loop shift in annealed FeCrSiB amorphous wires’, *J. Magn. Magn. Mater.*, **212**, 373.
- CHIZHIK, A., BLANCO, J. M., ZHUKOV, A., GONZALES, J., GARCIA, C. and GAWRONSKI, P. (2008), ‘Magneto-optical determination of helical magnetic structure in amorphous microwires’, *Physica B: Condensed Matter.*, **403**, 289.
- CIUREANU, P., RUDKOWSKI, P., RUDKOWSKA, G., MENARD, D., CURRIE, J. F., STRÖM–OLSEN, J. O. and YELON, A. (1996), ‘The magnetoimpedance effect in rapidly solidified soft magnetic fibers ’, *J. Magn. Magn. Mater.*, **157–158**, 432.
- DABOO, C., BLAND, J. A. C., HICKEN, R. J., IVES, A. J. R., BAIRD, M. J. and WALKER, H. J. (1993), ‘Vectorial magnetometry with the magneto-optic Kerr effect applied to Co/ Cu/ Co trilayer structures’, *Phys. Rev. B.*, **47**, 11852.
- DUWEZ, P., WILLENS, R. H. and KLEMENT, W. (1960), ‘Metastable solid solutions in the gallium antimonide–germanium pseudobinary system’, *J. Appl. Phys.*, **31**, 1500.
- EGAMI, T. (1984), ‘Magnetic amorphous alloys: physics and technological applications’, *Rep. Prog. Phys.*, **47**, 1601.
- ELSHAFIEY, I. and MOHRA, A. (2007), ‘GMR– and GMI–based systems for non-destructive evaluation of printed circuit board’, *Journal of Circuits, Systems and Computers* **16**, 847.
- FARADAY, M. (1846), ‘On the magnetization of light and the illumination of magnetic lines of force’, *Philos. Trans. R. Soc.*, **136**, 1.
- GARCÍA, K. L. and VALENZUELA, R. (2000), ‘Domain wall pinning, bulging, and displacement in circumferential domains in CoFeBSi amorphous wires’, *J. Appl. Phys.*, **87**, 5257.
- GRÜTTER, P., JUNG, H., HEINZELMANN, H., WADAS, A., MEYER, E., HILBER, H. R. and GÜNTHERODT, H. J. (1990), ‘10–nm resolution by magnetic force microscopy on FeNdB’, *J. Appl. Phys.*, **67**, 1437.
- GUNJI, T., PANINA, L. V. and MOHRI, K. (1997), ‘Asymmetrical magnetoimpedance effect in amorphous wires ’, *J. Magn. Soc. Jpn.*, **21**, 793.

- HECZKO, O., KRAUS, L., HAŠLAR, V., DUHAJ, P. and ŠVEC, P. (1996), ‘Magnetic properties of the crystalline and amorphous components of a nanocrystalline FeNbB alloy’, *J. Magn. Magn. Mater.*, **160**, 259.
- HENDRYCH, A., ŽIVOTSKÝ, O., POSTAVA, K., PIŠTORA, J., KRAUS, L. and KUBÍNEK, R. (2009), ‘Magnetic behavior and domain structure in as-quenched, annealed and stress-annealed CoFeCrSiB ribbons’, *J. Magn. Magn. Mater.*, **321**, 3771.
- HIRATA, A., HIROTSU, Y., MATSUBARA, E., OHKUBO, T. and HONO, K. (2006), ‘Mechanism of nanocrystalline microstructure formation in amorphous Fe–Nb–B alloys’, *Phys. Rev. B.*, **74**, 184204–1.
- HOPSTER H. and OEPEN, H. P. (2005), *Magnetic microscopy of nanostructures*, Springer. ISBN 3-540-40186-5.
- HOSAKA, S., KIKUKAWA, A. and HONDA, Y. (1992), *Jpn. J. Appl. Phys.*, **31**, L904.
- HUBERT, A. and SCHÄFER, R. (2000), *Magnetic domains*, Springer.
- HUBERT, A. and TRAEGER, G. (1993), ‘Magneto-optical sensitivity functions of thin-film systems’, *J. Magn. Magn. Mater.*, **124**, 185.
- ŽIVOTSKÝ, O., KRAUS, L., POSTAVA, K., FOLDYNA, M. and PIŠTORA, J. (2006), ‘Magneto-optic vector magnetometry of CoFeCrSiB amorphous ribbons’, *J. Appl. Phys.*, **99**, 08F107.
- ŽIVOTSKÝ, O., POSTAVA, K., KRAUS, L., HRABOVSKÁ, K., HENDRYCH, A. and PIŠTORA, J. (2010), ‘Surface magnetic properties and domain observation in as-quenched and annealed FeNbB ribbons’, *J. Magn. Magn. Mater.*, **0**, v tisku.
- ŽIVOTSKÝ, O., POSTAVA, K., KRAUS, L., MALÁTEK, M., JANIČKOVIČ, D., CIPRIAN, D., LUŇÁČEK, J. and PIŠTORA, J. (2005), ‘Surface crystallized Co<sub>66</sub>Fe<sub>4</sub>B<sub>15</sub>Si<sub>15</sub> amorphous ribbons studied using magneto-optical magnetometry’, *J. Magn. Magn. Mater.*, **290–291**, 625.
- ŽIVOTSKÝ, O., POSTAVA, K., HRABOVSKÁ, K., HENDRYCH, A., PIŠTORA, J. and KRAUS, L. (2008), ‘Depth-sensitive characterization of surface magnetic properties of as-quenched FeNbB ribbons’, *Appl. Surf. Sci.*, **255**, 3322.

- ŽIVOTSKÝ, O., POSTAVA, K., KRAUS, L., FOLDYNA, M. and PIŠTORA, J. (2006), ‘Magnetic and magneto-optical properties of CoFeCrSiB amorphous ribbons’, *J. Magn. Magn. Mater.*, **304**, e534.
- ŽIVOTSKÝ, O., POSTAVA, K., KRAUS, L., JIRÁSKOVÁ, Y., JURASZEK, J., TEILLET, J., BARČOVÁ, K., ŠVEC, P., JANIČKOVIČ, D. and PIŠTORA, J. (2008), ‘Surface and bulk magnetic properties of as-quenched FeNbB ribbons’, *J. Magn. Magn. Mater.*, **320**, 1535.
- ŽIVOTSKÝ, O., POSTAVA, K., STUPAKIEWICZ, A., KURANT, Z. and MAZIEWSKI, A. (2007), ‘Separace polárních a longitudinálních komponent magnetizace při magneto-optických měřeních. Lineární a kvadratické Kerrovovy jevy’, *Jemná mechanika a optika* **9**, 243.
- JOHNSON, P. B. and CHRISTY, R. W. (1974), ‘Optical constants of transition metals: Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, and Pd’, *Phys. Rev. B.*, **9**, 5056.
- JONES, R. C. (1941), ‘New calculus for the treatment of optical systems. i. description and discussion of the calculus’, *J. Opt. Soc. Am.*, **31**, 488.
- JUMPERTZ, R., LEINENBACH, P., VAN DER HAART, A. W. A. and SCHELLEN, J. (1997), ‘Magnetically refined tips for scanning force microscopy’, *Microelectronic Engineering.*, **35**, 325.
- KAVESH, S. (1978), ‘Melt spinning of metal fibers’, *AIChE. Symp. Ser.*, **74**, 1.
- KERR, J. (1877), *Philos. Mag.*, **3**, 339.
- KITOH, T., MOHRI, K. and UCHIYAMA, T. (1995), ‘Asymmetrical magneto-impedance effect in twisted amorphous wires for sensitive magnetic sensors’, *IEEE Trans. Magn.*, **31**, 3137.
- KIM, C. G., JANG, K. J., KIM, H. C. and YOON, S. S. (1999), ‘Analysis of asymmetric giant magnetoimpedance in field-annealed Co-based amorphous ribbon’, *Appl. Phys. Lett.*, **75**, 2114.
- KNOBEL, M., VAZQUEZ, A. and KRAUS, L. (2003), *Handbook of magnetic materials*, K. H. J. Buschow (Ed.).
- KRAUS, L., ŽIVOTSKÝ, O., POSTAVA, K., ŠVEC, P. and JANIČKOVIČ, D. (2008), ‘Exchange bias in surface-crystalline Fe–Nb–B ribbons’, *IEEE Trans. Magn.*, **44**, 3875.

- KRAUS, L., MALÁTEK, M. and YOON, S. S. and KIM, C. G. (2006), 'Asymmetric giant magnetoimpedance in twisted CoFeCrSiB amorphous ribbons', *J. Magn. Magn. Mater.*, **304**, 214.
- KRONMÜLLER, H. (1981*a*), 'Micromagnetism and microstructure of amorphous alloys', *J. Appl. Phys.*, **52**, 1859.
- KRONMÜLLER, H. (1981*b*), 'Theory of the coercive field in amorphous ferromagnetic alloys', *J. Magn. Magn. Mater.*, **24**, 159.
- KUBÍNEK, R., VŮJTEK, M. and MAŠLÁŇ, M. (2003), *Mikroskopie skenující sondou*, Vydavatelství Univerzity Palackého v Olomouci. ISBN 80-244-0602-0.
- LIEBERMANN, H. H. and GRAHAM, C. D. (1976), 'Production of amorphous alloy ribbons and effects of apparatus parameters on ribbon dimensions', *IEEE Trans. Magn.*, **12**, 921.
- MALÁTEK, M., RIPKA, P. and KRAUS, L. (2008), 'Temperature offset drift of GMI sensors', *Sensors and Actuators, A.*, **147**, 415.
- MACHADO, F. L. A., RODRIGUEZ, A. R., PUA, A. A. and ARAUJO, A. E. P. (1999), 'Highly asymmetric giant magnetoimpedance', *Materials Science Forum.*, **202**, 302.
- MAHDI, A. E., PANINA, L. and MAPPS, D. (2003), 'Some new horizons in magnetic sensing: High-Tc SQUIDS, GMR and GMI materials', *Sensors and Actuators, A: Physical* **105**, 271.
- MAKHNOVSKIY, D. P., PANINA, L. V. and MAPPS, D. J. (2001), 'Field-dependent surface impedance tensor in amorphous wires with two types of magnetic anisotropy: Helical and circumferential', *Phys. Rev. B.*, **63**, 1444241.
- MARTIN, Y. and WICKRAMASINGHE, H. K. (1987), 'Magnetic imaging by "force microscopy" with 1000 Å resolution', *Appl. Phys. Lett.*, **50**, 1455.
- MARTIN, Y., WILLIAMS, C. C. and WICKRAMASINGHE, H. K. (1987), 'Atomic force microscope-force mapping and profiling on a sub 100-Å scale', *J. Appl. Phys.*, **61**, 4723.
- MCKITTRICK, J. and JACOBSON, L. A. (1994), 'Rapid solidification processing', *Mater. Sci. Eng. R.*, **11**, 355.

- MOHRI, K., KAWASHIMA, K., KOHZAWA, T. and YOSHIDA, H. (1993), ‘Magneto-inductive element’, *IEEE Trans. Magn.*, **29**, 1245.
- MORITA, H., OBI, Y. and FUJIMORI, H. (1985), *Magnetic anisotropy of  $(Fe, Co, Ni)_{78}Si_{10}B_{12}$  alloy system*, in: S. Steeb and R. Warlimont (Eds.), *Rapidly Quenched Metals*, North-Holland.
- NÝVLT, M., FERRÉ, J., JAMET, J. P., HOUDY, P., VIŠŇOVSKÝ, Š., URBAN, R. and LOPUŠNÍK, R. (1996), ‘Magneto-optical effects in a stack of magnetic multilayer-dielectric films’, *J. Magn. Magn. Mater.*, **156**, 175.
- PÉNISSARD, G., MEYER, P., FERRÉ, J. and RENARD, D. (1995), ‘Magneto-optic depth sensitivity to local magnetization in a simple ultrathin film structure’, *J. Magn. Magn. Mater.*, **146**, 55.
- POSTAVA, K., PIŠTORA, J. and YAMAGUCHI, T. (2004), ‘Magneto-optic vector magnetometry for sensor applications’, *Sensors and Actuators A: Phys.*, **110**, 242.
- PROKSCH, R. (1999), ‘Recent advances in magnetic force microscopy’, *Curr. Opin. Solid. St. M.*, **4**, 231.
- PROKSCH, R. B., SCHÄFFER, T. E., MOSKOWITZ, B. M., DAHLBERG, E. D., BAZYLINSKI, D. A. and FRANKEL, R. B. (1995), ‘Magnetic force microscopy of the submicron magnetic assembly in a magnetotactic bacterium’, *Appl. Phys. Lett.*, **66**, 2582.
- RIPKA, P. (1996), ‘Review of fluxgate sensors’, *Sensors and Actuators* **A33**, 129.
- RIPKA, P. (2001), *Magnetic sensors and magnetometers*, Artech House Publishers. ISBN 978-1580530576.
- RUGAR, D., MAMIN, H. J., GUETHNER, P., LAMBERT, S. E., STERN, J. E., MCFADYEN, I. and YOGI, T. (1990), ‘Magnetic force microscopy: General principles and application to longitudinal recording media’, *J. Appl. Phys.*, **68**, 1169.
- SANTOS, A. D., SEVERINO, A. M. and MISSELL, F. P. (1986), ‘Stress dependence of the magnetic properties of amorphous Co-Fe-Si-B alloys’, *J. Magn. Magn. Mater.*, **60**, 153.

- SCHÖNENBERG, C., ALVARO, S. F., LAMBERT, S. E. and SANDERS, I. L. (1990), 'Separation of magnetic and topographic effects in force microscopy', *J. Appl. Phys.*, **67**, 7278.
- SCHÖNENBERG, C., ALVARO, S. F., LAMBERT, S. E. and SANDERS, I. L. (1990), 'Separation of magnetic and topographic effects in force microscopy', *J. Appl. Phys.*, **67**, 7278.
- SÁENZ, J. J., GARCÍA, N., GRÜTTER, P., MEYER, E., HEINZELMANN, H., WIESENDANGER, R., ROSENTHALER, L., HIDBER, H. H. and GÜNTHERODT, H.-J. (1987), 'Observation of magnetic forces by the atomic force microscope', *J. Appl. Phys.*, **62**, 4293.
- SHEN, L. P., UCHIYAMA, T., MOHRI, K., KITA, E. and BUSHIDA, K. (1997), 'Sensitive stress-impedance micro sensor using amorphous magnetostrictive wire', *IEEE Trans. Magn.*, **33**, 3355.
- STIFTER, T., MARTI, O. and BHUSHAN, B. (2000), 'Theoretical investigation of the distance dependence of capillary and van der Waals forces in scanning force microscopy', *Phys. Rev. B.*, **62**, 13667.
- SUZUKI, P., CADOGAN, J. M., DUNLOP, J. B. and SAHAJWALLA, J. (1995), 'Two-stage nanostructural formation process in Fe-Nb-B soft magnetic alloys', *Appl. Phys. Lett.*, **67**, 1369.
- VASILE, M. J., GRIGG, D., GRIFFITH, J. E., FITZGERALD, E. and RUSSELL, P. E. (1991), 'Scanning probe tip geometry optimized for metrology by focused ion beam ion milling', *J. Vac. Sci. Technol.*, **9**, 35693572.
- VOJTĚCH, D., BÁRTOVÁ, B., VERNER, J. and ŠERÁK, J. (2004), 'Rychlé chlazení kovů-Význam, technologie a využití', *Chem. Listy* **98**, 180.
- WADAS, A. and GRÜTTER, P. (1989), 'Theoretical approach to magnetic force microscopy', *Phys. Rev. B.*, **39**, 12013.
- WRIGHT, C. D. and HILL, E. H. (1995), 'Reciprocity in magnetic force microscopy', *Appl. Phys. Lett.*, **67**, 433.
- YACOOT, A. and KOENDERS, L. (2008), 'Aspects of scanning force microscope probes and their effects on dimensional measurement', *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **41**, 103001.

- YEH, P. (1979), 'Electromagnetic propagation in birefringent layered media', *J. Opt. Soc. Am.*, **69**, 742.
- YEH, P. (1980), 'Optics of anisotropic layered media', *Surf. Sci.*, **96**, 41.
- YELON, A., MENARD, D., BRITEL, M. and CIUREANU, P. (1996), 'Calculations of giant magnetoimpedance and of ferromagnetic resonance response are rigorously equivalent', *Appl. Phys. Lett.*, **69**, 3084.
- YOON, J., PARK, S., JO, Y., JUNG, M. H., YOU, CH. Y., KIM, T., RHEE, J. R. and KIM, Y. K. (2009), 'Dense stripe domains in a nanocrystalline CoFeSiB thin film', *Curr. Appl. Phys.*, **9**, 688.

# Seznam autorových publikací

## Článek v časopise s IF

1. HENDRYCH, A., ŽIVOTSKÝ, O., POSTAVA, K., PIŠTORA, J., KRAUS, L., KUBÍNEK, R., ‘Magnetic behavior and domain structure in as-quenched, annealed, and stress-annealed CoFeCrSiB ribbons’, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **321**, 3771–3777, (2009).
2. ŽIVOTSKÝ, O., POSTAVA, K., HRABOVSKÁ, K., HENDRYCH, A., PIŠTORA, J., KRAUS, L., ‘Depth-sensitive characterization of surface magnetic properties of as-quenched FeNbB ribbons’, *Applied Surface Science*, **255**, 3322–3327, (2008).
3. ŽIVOTSKÝ, O., POSTAVA, K., KRAUS, L., HRABOVSKÁ, K., HENDRYCH, A., PIŠTORA, J., ‘Surface magnetic properties and domains observation in as-quenched and annealed FeNbB ribbons’, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, v tisku, (2010).

## Kapitola v knize

4. HENDRYCH, A., KUBÍNEK, R., ZHUKOV, A. V., ‘The magnetic force microscopy and its capability for magnetic studies–The short kompendium’. *Modern Research and Educational Topics in Microscopy, FORMATEX Microscopy Books, A.Mendéz-Vilas and J. Díaz (eds.)–kapitola v knize*, **2**, 805–811, (2007).



## Článek v recenzovaném časopise

5. HENDRYCH, A., KUBÍNEK, R., VŮJTEK, M., ‘Mikroskopie magnetických sil’, *Jemná mechanika a optika*, **52**, 79, (2007).

## Sborníky z konferencí

6. HENDRYCH, A., VŮJTEK, M., KUBÍNEK, R., ‘Magnetic force microscopy and its aptitude for nano-magnetic studies’, *Proceedings 8.th Multinational Congress on Microscopy*, **255**, (Praha, 2007).
7. ŽIVOTSKÝ, O., HRABOVSKÁ, K., HENDRYCH, A., POSTAVA, K., KLIMŠA, L., PIŠTORA, J., ‘Optical and magneto-optical properties of as-quenched CoFeSiB amorphous ribbons in Photonics’, *Proceedings of SPIE*, **7138**, (SPIE, Bellingham, WA, 2008).
8. ŽIVOTSKÝ, O., HRABOVSKÁ, K., POSTAVA, K., HENDRYCH, A., ‘Surface magnetic properties of FeNbB ribbons’, *Annual Proceedings of Science and Technology at VŠB - TUO*, (Ostrava, 2008).

## Appendix A

# Jev obří magnetoimpedance a jeho asymetrie

V rozvíjejících se moderních technologiích mají svou nezastupitelnou roli magnetické senzory, jejichž využitelnost prostupuje téměř všemi přírodovědnými, medicínskými a průmyslovými sektory, zmiňme problematiku magnetického zápisu a čtení dat, navigace, zabezpečení, detekce a sledování, nedestruktivního testování materiálů, magnetického značení, geomagnetických měření, biomagnetických měření a mnoha dalších. K dispozici je celá řada magnetických senzorů, mezi které patří indukční a fluxgate senzory, senzory na bázi GMR (obří magnetorezistence), magnetické senzory na bázi Hallova jevu, magnetooptické senzory, rezonanční magnetometry, supravodivá kvantově interferenční zařízení (SQUID), jejichž společnou vlastností je schopnost přímého převodu změn nebo rušení v magnetickém poli na měřitelnou veličinu (napětí, proud, směr, rotace, úhel). Objev obří magnetoimpedance (GMI) rozšířil výkonné magnetické senzory o další výhodu.

V porovnání s existujícími magnetickými senzory, např. GMR sensor jehož citlivost se uvádí v řádu  $\sim \frac{1\%}{O_e}$ , je citlivost GMI senzorů několikanásobně vyšší  $\sim \frac{500\%}{O_e}$  (RIPKA, P., 2001). Jev obří magnetoimpedance souvisí se změnou komplexní impedance,  $Z = R + iX$ , kde  $R$  je reálná část (rezistence) a  $X$  imaginární část (reaktance), při vystavení statickému magnetickému poli  $H$ . Dle obvyklé definice je komplexní impedance lineárního elektronického systému dána relací

$$Z(\omega) = \frac{U_{ac}}{I_{ac}} = R + iX, \quad (A.1)$$

kde  $I_{ac}$  je střídavý proud s frekvencí  $\omega$  procházející vzorkem a  $U_{ac}$  je střídavé napětí stejné frekvence, které je měřeno mezi oběma konci vzorku. Relativní změnu

impedance při působení magnetického pole lze popsat jako

$$\Delta Z/Z(\%) = 100\% \frac{|Z(H)| - |Z(H_{\max})|}{|Z(H_{\max})|}, \quad (\text{A.2})$$

kde  $|Z|$  je velikost impedance ( $|Z|^2 = R^2 + X^2$ ) a  $H_{\max}$  je vnější magnetické pole dostatečné k saturaci vzorku. Takovýto popis magnetoimpedance však není z fyzikálního hlediska úplně správný, jelikož většina feromagnetických vodičů není lineárních viz.(A.1), protože hodnota  $U_{\text{ac}}$  není obecně úměrná hodnotě  $I_{\text{ac}}$  a není harmonickou funkcí času. I v případě, že poměr  $Z/Z(\%)$  lineárně závisí na  $|Z|$ , je nutné výše uvedenou definici (poměr) pozměnit, a to z důvodů ztráty informace o fázovém posunu a navíc, je-li vzorek plně magneticky saturován, neznamena to automaticky, že je saturován také GMI. Vhodnější je proto používat poměr  $Z/R_{\text{dc}}$ , kde  $R_{\text{dc}}$  je stejnosměrný odpor materiálu. Hlavním parametrem ovlivňujícím GMI efekt je frekvence proudu vstupujícího do vzorku, který vytváří střídavé magnetické pole. Na základě velikosti této frekvence lze GMI rozdělit do tří různých frekvenčních režimů:

- velmi nízké frekvence mezi 1–10 kHz, změny napětí na koncích vzorků jsou způsobeny především díky magnetoindukčnímu efektu (MOHRI, K. et al., 1993). Skin efekt<sup>1</sup> je v tomto případě velmi malý. Změna v impedanci vzorku je dána výlučně generovaným časově závislým střídavým magnetickým polem.
- nízké frekvence mezi 10–100 kHz až 1–10 MHz, kde GMI vzniká hlavně díky měnící se hloubce skin efektu ovlivněné změnami efektivní magnetické permeability ve stejnosměrném magnetickém poli (BEACH, R. S. and BERKOWITZ, A. E., 1994a; BEACH, R. S. and BERKOWITZ, A. E., 1994b). V tomto případě ke změnám v cirkulární permeabilitě a skin efektu přispívá rotace vektoru magnetizace a posun doménových stěn.
- střední frekvence mezi 1–10 MHz až 100–1000 MHz, kdy i v tomto režimu je za původ GMI zodpovědný skin efekt. Ke změnám v GMI přispívá pouze rotace vektoru magnetizace, přičemž pohyb doménových stěn je zcela utlumen (GARCÍA, K. L. and VALENZUELA, R., 2000).

<sup>1</sup>Skin efekt, který je zodpovědný za vznik GMI v režimech středních a vysokých frekvencí, byl popsán klasickou elektrodynamikou (Landau a Lifshitz, 1975) před mnoha lety. Jako důsledek vířivých proudů, vysokofrekvenční střídavý proud není stejnoměrně rozložen v objemu vodiče, ale je omezen pouze na oblast pláště blízko povrchu vzorku, s hloubkou danou výrazem  $\delta = \sqrt{\frac{2\rho}{\omega\mu}}$  (kde  $\omega$  je kruhová frekvence,  $\rho$  odpor a  $\mu$  magnetická permeabilita).

- vysoké frekvence v řádu GHz, rotace vektoru magnetizace je silně ovlivněna gyromagnetickým efektem. Změny v impedanci vzorku vznikají následkem feromagnetické rezonance (FMR)<sup>2</sup> (CIUREANU, P. et al., 1996; YELON, A. et al., 1996).

GMI je velmi citlivý k intrinsickým a indukovaným magnetickým anizotropiím, které mohou měnit proces magnetizace, což je důsledek vzájemné vazby mezi magnetickou permeabilitou a impedancí. Kombinací tepelného zpracování a aplikaci vnějších magnetických polí, namáhání tahem, torzí lze docílit daleko vyšších GMI poměrů, extrémně lineárních oblastí, asymetrií a celou řadu dalších jevů, které mohou být dále využity. V předchozím textu jsme GMI považovali převážně za jev lineární vzhledem ke směru aplikovaného magnetického pole. Asymetrické charakteristiky AGMI lze s pomocí symetrického GMI dosáhnout třemi způsoby:

- asymetrie vzhledem k použitému stejnosměrnému proudu (DC bias current)

Tento typ symetrie byl poprvé pozorován na nežíhaných (AQ) drátcích (KITOH, T. et al., 1995) a pásecích (MACHADO, F. L. A. et al., 1999). Bez stejnosměrného proudu ( $I_{dc} = 0$ ) lze pozorovat typický dvojitý peak na GMI křivce (viz obr. A.1). Se zvyšujícím se proudem  $I_{dc}$  stoupá jeden z píků a druhý klesá, což závisí na orientaci  $I_{dc}$ . Pozice obou píků se však nemění. Převrátíme-li směr průchodu proudu, převrací se i asymetrie. Původ tohoto typu asymetrického chování lze připisat kombinaci helikální magnetické anizotropii (vznikající procesem přípravy materiálu) a magnetického pole vytvořeného při průchodu stejnosměrného proudu páskem. V souladu s našimi výsledky je anizotropie AQ a FA pásků odlišná

- asymetrie vzhledem k použitému střídavému proudu (AC bias current)

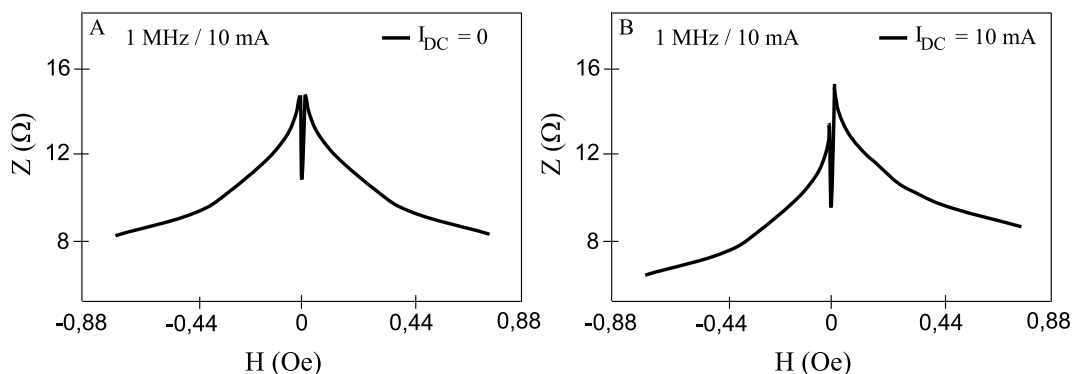
Tento typ asymetrie byl poprvé představen Gunjim (GUNJI, T. et al., 1997) pro CoFeSiB drátky. Je-li tento drátek vystaven magnetickému poli, které je vytvořeno kombinací pulsu AC proudu procházejícího drátkem a cívkou navinutou kolem něj, lze dosáhnout asymetrického GMI profilu (MAKHNOVSKIY, D. P. et al., 2001).

---

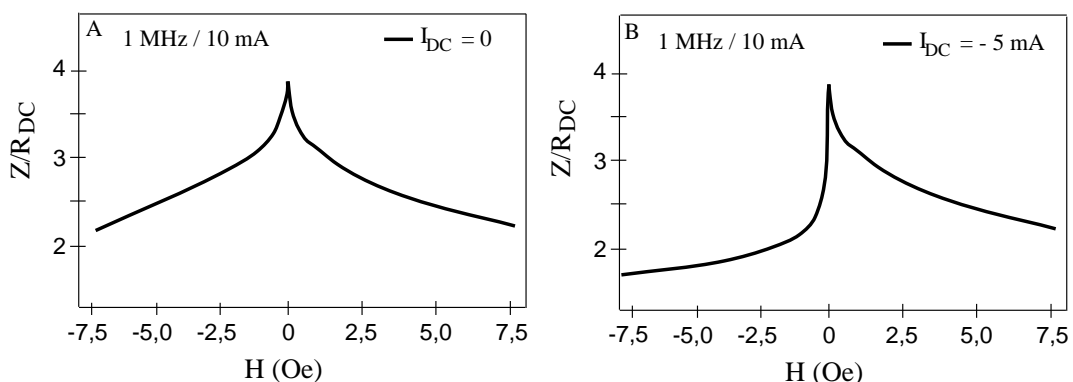
<sup>2</sup>Při náhlé změně směru vektoru intenzity magnetického pole  $H$  o nějaký úhel, změní se i směr vektoru magnetizace (snaží se zaujmout opět rovnovážnou polohu danou směrem otočeného pole). Překlopení do nové polohy neprobíhá přímo. Vektor magnetizace kolem ní koná precesní pohyb (což je důsledek gyromagnetických vlastností elementárních magnetů). Tato precese bude ale v průběhu času utlumována. Kompenzaci tohoto tlumení lze pak docílit vhodným vysokofrekvenčním buzením s frekvencí blízkou vlastní frekvenci precese = feromagnetická rezonance.

- asymetrie vzhledem k výměnné interakci (Exchange bias)

Posledním typem symetrie, který ještě není plně prozkoumán, je výměnná interakce, poprvé představena Kimem (KIM, C. G. et al., 1999). Pozorovali silnou anizotropii u CoFeNiBSi pásků, které byly žíhány na vzduchu při teplotě 380° a ve slabém magnetickém poli (4–240 A/m) působícím ve směru osy pásku. Vzorok žíhané ve vakuu nevykazovaly žádnou asymetrii, předpokládali tedy, že tento jev souvisí s oxidací povrchové vrstvy, kdy prvky B a Si difúzně "migrují" k povrchu. V přítomnosti slabého magnetického pole se vytváří jednoosá magnetická anizotropie a to jak v povrchové krystalické vrstvě, tak v amorfním bulku. Protože je krystalická vrstva magneticky tvrdší, zůstává magneticky uspořádána a to ve směru aplikovaného magnetického pole během žíhání. Výměnná interakce mezi amorfním bulkem a povrchovou krystalickou vrstvou vytváří efektivní jednosměrnou povrchovou anizotropii. Má se za to, že tento proces je zodpovědný za vznik AGMI.



Obr. A.1: GMI a AGMI profily AQ CoFeCrSiB pásků. AGMI se zvyšuje s rostoucím stejnosměrným proudem protékajícím páskem. Reprodukováno se svolením L. Krause a O. Životského.



Obr. A.2: Typické křivky GMI (A) a AGMI (B) senzoru měřené při amplitudě proudu 10 mA s frekvencí 1 MHz na FA CoFeCrSiB páscích. Asymetrické chování lze pozorovat pouze v přítomnosti stejnosměrného proudu protékajícího páskem, (viz. (B) s amplitudou proudu 5 mA). Reprodukováno se svolením L. Krause a O. Životského.

Materiály, na kterých byly tyto jevy (GMI, AGMI) pozorovány obvykle splňují následující vlastnosti:

- Materiál by měl být magneticky měkký a to z důvodů snadné magnetizace.
- Materiál by měl mít dobře definovanou anizotropii. Existuje směr (snadná osa), ve kterém se vektor magnetizace snadněji "překlápí". Hodnoty anizotropního pole by měly být relativně malé (jednotky Oerstedů).
- Hodnoty koerzivního pole musí být malé a výsledná hysterezní smyčka tenká a úzká.
- Materiál by měl mít velkou hodnotu saturace magnetizace, čímž dochází ke zvýšení interakce s vnějším magnetickým polem.
- Materiál by měl mít malý elektrický odpor.

## Appendix B

# Jednotky magnetických veličin v soustavě SI a CGS

V rámci přehlednosti nejčastěji používaných magnetických veličin v celé práci je přiložena tabulka, která představuje vzájemné převodní vztahy mezi soustavami SI a CGS.

Fyzikální veličina	SI	CGS
Intenzita magnetického pole $H$	$\text{Am}^{-1}$	$4\pi 10^{-3} \text{Oe}$
Příklad $H$	$80 \text{ Am}^{-1}$	$\approx 1 \text{ Oe}$
Indukce magnetického pole $B$	$B = \mu_0(H + M)$	$B = H + 4\pi M$
Příklad $B$	$1 \text{ Tesla} = 1 \text{ V s m}^{-2}$	$10^4 G$
Magnetizace v saturaci $M_s$	$\mu_0 M_s$	$4\pi M_s$
Příklad $M_s$	$1 \text{ Am}^{-1}$	$4\pi 10^{-3} \text{ e.m.u.cm}^{-3}$
Magnetostrikční konstanta $\lambda_s$	$\pm \lambda_s \approx 10^{-6}$	$\pm \lambda_s \approx 10^{-6}$

## Appendix C

# Metoda rovinného lití

Technologie rapidního ochlazení je metodika tvorby materiálů, které vykazují v mnoha směrech zajímavé mechanické, magnetické a antikorozní vlastnosti. Cílem těchto technik při přípravě nanomateriálů je překonat hranice dosahované konvenčními procesy ochlazování a to v tom smyslu, že rychlosti ochlazování dosahují hodnot  $10^5 - 10^6$  K/s. Pilotní práce v této oblasti je spojována se jménem Pola Duweze (DUWEZ, P. et al., 1960), který spolu se svými kolegy v Caltechu (USA, 1960) poprvé připravil kovové sklo na bázi  $\text{Au}_{75}\text{Si}_{25}$ . Původním záměrem však bylo nalézt nové metastabilní fáze kovových krystalických slitin. Výskyt amorfni fáze byl nečekaným "překvapením". Jejich práce poukázala na fakt, že u určitých typů tavenin lze fázi nukleace a tvorby krystalické fáze kineticky "přeskočit" a umožnit tak uspořádání do formy ztuhlé pseudo-amorfni slitiny - kovového skla<sup>1</sup>. Důkladnější a mnohem podrobnější informace k nalezení např. v Egamiho přehledové publikaci (EGAMI, T., 1984).

První zmínky o systémech, které využívaly procesu rapidního ochlazení se váží už k patentu Strange a Pima publikovaného v roce 1908 (US Patent 905, 758) sloužícímu k výrobě kovových pelet. Amorfni slitiny, vyrobené technikou plynulého ochlazení mezi dvěma válci, byly poprvé představeny Chenem a Millerem (CHEN, H. S. and MILLER, C. E., 1970). Vlastní technika nástřiku taveniny (rovinného lití) byla popsána Liebermannem a Grahamem (LIEBERMANN, H. H. and GRAHAM, C. D., 1976), Kaveshem (KAVESH, S., 1978).

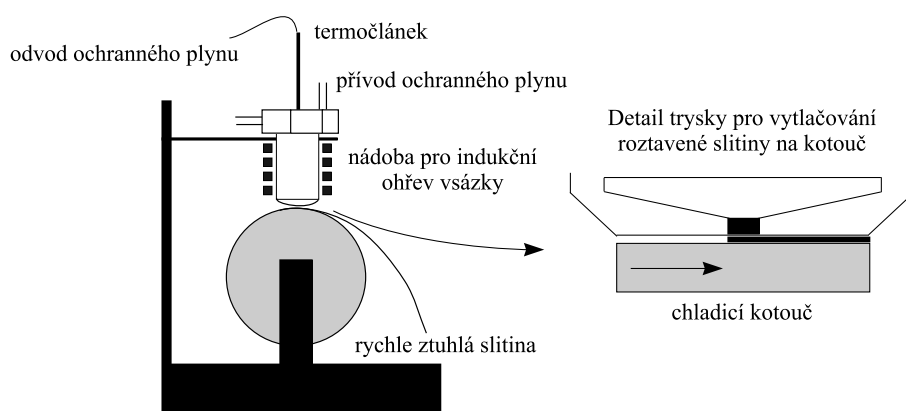
Další rozmach zaznamenal výzkum v oblasti kovových skel na začátku 80. let

---

<sup>1</sup>Při nízkých magnetických polích lze kovová skla velmi snadno magnetizovat, což je způsobeno tím, že magnetické domény v těchto materiálech vykazují vysokou pohyblivost, protože jim nejsou kladeny žádné překážky např. ve formě hranic zrn.



20. století, kdy došlo k průmyslovému a komerčnímu využití techniky rovinného lití při výrobě pásků, povlaků či fólií. Na druhé straně při vysokých rychlostech ochlazování se geometrie amorfních slitin omezuje pouze na tenké, úzké profily, které oblast aplikací omezují. Při procesech rychlého ochlazení dochází k mnoha strukturním, fázovým změnám, které umožňují tyto slitiny často různého chemického složení, zpracovat zcela netypickým způsobem (ne klasickými slévárenskými technikami). Využívají se převážně mechanismy založené na rozstříku tavenin pomocí tlakového media, dále pak tvorbě amorfních kovů pomocí rovinného lití, nástřiku taveniny na substrát a natavení tenkých povrchových vrstev. Obecně mají metody



Obr. C.1: Princip metody rovinného lití (VOJTĚCH, D. et al., 2004).

založené na nástřiku taveniny na rotující buben (spin-casting nebo melt-spinning) společný princip (VOJTĚCH, D. et al., 2004). Tavenina v rezervoáru je tlakem vytlačena skrze ústí trysky na rychle se otáčející kolo. Povrchové napětí udržuje nastříkávanou taveninu v mezeře mezi tryskou a povrchem kola, která tuhne a mění se v pásek. Vzdálenost mezi povrchem kotouče a tryskou je řádově v desetinách milimetrů (obr. C.1). Ohřev taveniny ve vsázce je zajištěn elektromagnetickou indukcí (indukční ohřev). Ochrannou atmosféru zajišťuje argon technické čistoty.

Parametry, které se při této metodě sledují jsou obvodová rychlost otáčejícího se kola (dosahuje se rychlostí i  $28 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ ), tlak, kterým je tavenina přiváděna na kolo a také velikost mezery mezi tryskou a povrchem kola (VOJTĚCH, D. et al., 2004). Další nároky jsou kladeny na samotné kolo, které by se mělo vyznačovat vysokou tepelnou vodivostí (chlazení taveniny). Podrobnější informace k dohledání např. (MCKITTRICK, J. and JACOBSON, L. A., 1994).

Appendix D

Příloha–Články s IF