

Vedecká rada Fakulty elektrotechniky a informatiky
Slovenskej technickej univerzity v Bratislave

Ing. Marián Precner

Nové skenovacie metódy magnetickej silovej mikroskopie

Autoreferát dizertačnej práce

na získanie vedecko-akademickej hodnosti *philosophiae doctor*
v odbore doktorandského štúdia

5.2.48 Fyzikálne inžinierstvo

Bratislava 2014

Dizertačná práca bola vypracovaná v dennej forme doktorandského štúdia na Elektrotechnickom ústave Slovenskej akadémie vied v Bratislave.

Predkladateľ: Ing. Marián Precner
Oddelenie fyziky nanoštruktúr
Elektrotechnický ústav SAV
Dúbravská cesta 9, 841 04 Bratislava

Školiteľ: RNDr. Vladimír Cambel, DrSc.
Oddelenie fyziky nanoštruktúr
Elektrotechnický ústav SAV
Dúbravská cesta 9, 841 04 Bratislava

Oponenti: **Prof. RNDr. Andrej Plecenik, DrSc.**
FMFI UK, Bratislava

Mgr. Tomáš Samuely, PhD.
UPJŠ, Košice

Obhajoba dizertačnej práce sa koná dňa o hod. pred komisiou pre obhajobu dizertačnej práce v odbore doktorandského štúdia 5.2.48 Fyzikálne inžinierstvo vymenovanou predsedom odborovej komisie na Elektrotechnickom ústave SAV, Dúbravská cesta 9, 841 04 Bratislava.

Predseda spoločnej odborovej komisie:

Prof. Ing. Jozef Sitek DrSc.
Ústav jadrového a fyzikálneho inžinierstva FEI STU,
Ilkovičova 3, 821 19 Bratislava

Úvod

V súčasnej dobe je veľmi rozšírená povrchová analýza pomocou atómového silového mikroskopu (Atomic Force Microscopy, AFM), ktorý umožňuje mapovať aj nevodivé vzorky. Rozlíšenie AFM sa pohybuje na atomárnej úrovni, čo nám umožňuje dôkladne skúmať povrch vzorky. Na analýzu magnetických vlastností materiálov bola vyvinutá podskupina AFM, tzv. magnetická silová mikroskopia (Magnetic Force Microscopy, MFM), ktorá je obľúbená pre relatívne vysoké rozlíšenie (~ 30 nm) v porovnaní s ostatnými technikami používanými na mapovanie magnetického poľa. Najpoužívanější metóda v MFM na získanie rozloženia magnetických domén je tzv. dvojkrovová metóda (two-pass method). V prvom kroku sa zmeria magnetickým hrotom topografia povrchu, potom sa hrot vzdialí do tzv. „lift“ vzdialenosti, v ktorej predpokladáme nulové atomárne sily, a kopíruje povrch vzorky v konštantnej vzdialenosti. Pomocou týchto dvoch krokov sa vypočíta rozloženie magnetického poľa vzorky. Nevýhod, ktoré so sebou prináša táto metóda, je mnoho, napr.:

- rozlíšenie je limitované vzdialenosťou hrotu od vzorky,
- redukcia vzdialenosti zvyšuje miešanie magnetických a atomárnych síl,
- ide o invazívnu metódu - počas skenovania topografie hrot pôsobí na vzorku veľkou magnetickou silou (pole hrotu vo vzdialenosti 1 nm môže byť aj ~ 1 T [1]),
- magnetické pole hrotu sa počas skenovania mení pôsobením vzorky, jeho magnetizácia je nestabilná, z času na čas je ho treba znova „namagnetovať“ vo vonkajšom magnetickom poli.

Spomínané nedostatky MFM je možné vyriešiť vývojom nových skenovacích techník. Práca má za úlohu vyvinúť magnetickú silovú mikroskopiu s prepínanou magnetizáciou (Switching magnetization MFM, SM-MFM) a duálnu magnetickú silovú mikroskopiu (Dual-tip MFM, DT-MFM).

SM-MFM metóda je založená na prepínaní magnetizácie hrotu počas skenovania vzorky. Ak zmapujeme tú istú oblasť vzorky s oboma orientáciami magnetizácie hrotu, potom rozdiel týchto máp dá obraz magnetických síl a ich súčet dá obraz van der Waalsových síl. Vyvinutá metóda:

- úplne oddelí atomárne a magnetické sily a zobrazí ich,

- prebieha v „lift“ móde vo vzdialenosti hrot/vzorka 1 – 20 nm, vďaka čomu môže byť použitý hrot so slabou magnetizáciou a metóda tak bude slabo invazívna,
- magnetizácia hrotu je vytvorená magnetizáciou objektu (trojuholníka) v jednodoménovom magnetickom stave, je preto konštantná a presne definovaná, pričom jej smer sa dá prepínať pomocou vonkajšieho magnetického poľa.

DT-MFM metóda je založená na odstránení magnetickej interakcie v prvom kroku medzi magnetickým hrotom a vzorkou za pomoci využitia duálneho hrotu, pričom každý hrot využívame na rôzne účely. Využitím nemagnetického hrotu zisťujeme topografiu povrchu a druhým, magnetickým hrotom, meriame magnetické sily. Vyvinutá metóda má tieto vlastnosti:

- odstraňuje magnetickú interakciu v prvom kroku, keď je hrot v priamom kontakte so vzorkou,
- meranie topografie prebieha využitím nemagnetického hrotu,
- magnetický moment hrotu je vytvorený magnetizáciou objektu (trojuholníka) v jednodoménovom magnetickom stave, je preto konštantný a presne definovaný.

Tézy dizertačnej práce

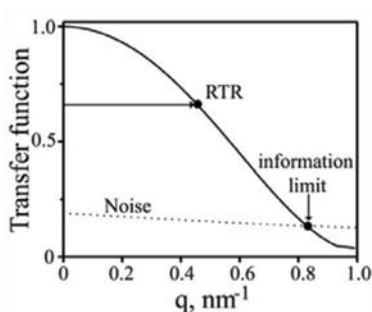
Na základe súčasného stavu problematiky v MFM technike boli stanovené nasledujúce ciele dizertačnej práce:

- 1.) Optimalizácia magnetických vlastností hrotov pre magnetickú silovú mikroskopiu s prepínanou magnetizáciou. Výber rôznych magnetických a nemagnetických materiálov, nájdenie vhodných hrúbok vrstiev, spôsobu a smeru nanášania vrstiev.
- 2.) Porovnanie komerčných magnetických hrotov s vyvinutím SM-MFM hrotom na magnetických pamätiach s vysokou hustotou zápisu dát. Analýza citlivosti týchto hrotov a ich priestorového rozlíšenia.
- 3.) Návrh a výroba magnetickej mäkkej vzorky pre analýzu invazívnosti magnetickej silovej mikroskopie. Vyšetrenie príčiny invazívnosti magnetickej silovej mikroskopie. Redukcia invazívnosti magnetického mapovania využitím MFM techniky s využitím dvojitého hrotu, návrh a výroba dvojitého hrotov pre túto techniku.

- 4.) Porovnanie komerčných magnetických hrotov s vyvinutým dvojitém hrotom na magneticky mäkkých vzorkách. Porovnanie invazívnosti komerčných hrotov s vysokým a nízkym momentom s vyvinutými dvojími hrotmi.

Priestorové rozlíšenie

Pre vývoj novej skenovacej metódy a jej porovnanie s komerčnou metódou je potrebné vopred zadefinovať priestorové rozlíšenie. Z prenosovej funkcie zobrazenej na Obr. 1 vidíme dve formulácie rozlíšenia [2]. Prvá definícia vychádza z Rayleighho kritéria, ktoré je založené na rozpoznaní minimálnej separácií medzi dvoma rozlíšiteľnými objektovými bodmi. Rayleighho dvojbodové rozlíšenie (Rayleigh two-point resolution, RTR) - predstavuje konzervatívnu definíciu rozlíšenia, pretože je stále možné merať značné zmeny kontrastu v medzere medzi dvoma rozlíšiteľnými bodmi. Preto sa vo svete používa alternatívna definícia tzv. informačný limit, ktorý je definovaný ako minimálna veľkosť častice ktorá ešte môže byť detekovaná za prítomnosti šumu. Priestorové rozlíšenie sa následne vypočíta ako polovica prevrátenej hodnoty prislúchajúcej v lnovej dĺžke.

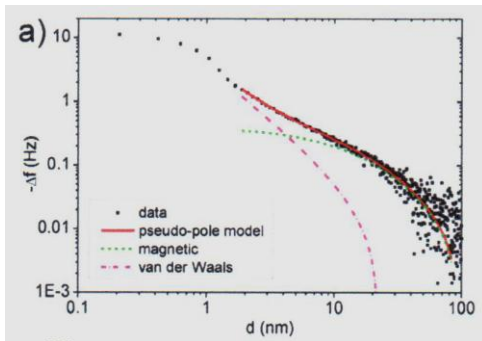


Obr. 1 Definícia priestorového rozlíšenia SPM techniky. Prvá definícia je Rayleigho dvojbodové rozlíšenie (RTR) a druhá je informačný limit [2].

Miešanie magnetických a van der Waalsových síl

MFM je dvojkroková metóda, pričom v prvom kroku sa odmeria topografia povrchu a následne sa hrot vzdialí do konštantnej vzdialenosti, a v nej sa merajú magnetické sily. V publikácii [3] ukázali autori miešanie van der Waalsových a magnetických síl. Pokiaľ chceme zabezpečiť, aby sme merali len obraz čistých magnetických síl, musí byť separačná výška medzi hrotom a vzorkou viac ako 20 nm (Obr. 2). Tým zabezpečíme, že krátkodosahové van der Waalsove sily nebudú ovplyvňovať meranie magnetických síl. Táto skutočnosť má za následok zníženie priestorového

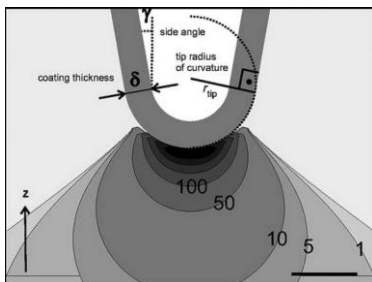
rozlíšenia. Pokiaľ chceme priestorové rozlíšenie zvýšiť, je treba znížiť separačnú výšku, a merať v oblasti, kde sú tieto sily zmiešané. Následne je ale potrebné vedieť tieto sily od seba odseparovať, čo rieši vyvinutá metóda SM-MFM.



Obr. 2 Miešanie d'alekodosahových magnetických a krátkodosahových van der Waalsových síl. Pre dosiahnutie merania čistých magnetických síl je potreba zvýšiť separačnú výšku nad 20 nm kde sú van der Waalsove sily nulové [3].

Veľkosť magnetického poľa v okolí MFM hrotu

Pri skenovaní magneticky mäkkých vzoriek môže magnetický hrot meniť magnetizáciu štruktúry. Zmiernenie invazívnosti je možné dosiahnuť použitým hrotom so slabou magnetizáciou a zväčšeným separačnej vzdialenosti hrot/vzorka. To však nezmení fakt, že rozptylové pole hrotu vo vzdialenosti 1 nm dosahuje hodnotu ~ 1 T [1]. Pri meraní topografie v prvom kroku je hrot v priamom kontakte s povrchom vzorky, a vtedy môže rozptylové pole hrotu narušiť magnetickú štruktúru vzorky. Na Obr. 3 môžeme vidieť rozptylové pole vytvorené hrotom kužeľovitého tvaru s hrúbkou magnetickej vrstvy 40 nm a polomerom 100 nm. Vidno, že pole dosahuje v blízkosti špičky obrovské hodnoty. Je teda potreba redukovať invazívnosť takýchto hrotov použitých na magneticky mäkké vzorky.



Obr. 3 Geometrický model kužeľového hrotu s uhlom $\gamma=10^\circ$, hrúbkou magnetickej vrstvy $\delta=40$ nm a polomerom $r_{tip}=100$ nm. Vypočítané hodnoty rozptylového poľa hrotu sú zobrazené v mT po vrstevniciach. Bar v pravej dolnej časti reprezentuje dĺžku 100 nm.

Zhrnutie dosiahnutých výsledkov

V experimentálnej časti prezentujeme vlastné výsledky, ktoré boli získané na Elektrotechnickom ústave Slovenskej akadémie vied. Vyvinuté boli dve nové metódy na mapovanie magnetických vzoriek. Prvou je magnetická silová mikroskopia so spínanou magnetizáciou (Switching Magnetization Magnetic Force Microscopy, SM-MFM), ktorá zvyšuje priestorové rozlíšenie MFM. Druhá technika s názvom magnetická silová mikroskopia s dvojíťm hrotom (Dual-tip Magnetic Force Microscopy, DT-MFM) redukuje invazivitu MFM pre magneticky mäkké vzorky.

Magnetická silová mikroskopia s prepínanou magnetizáciou (SM-MFM)

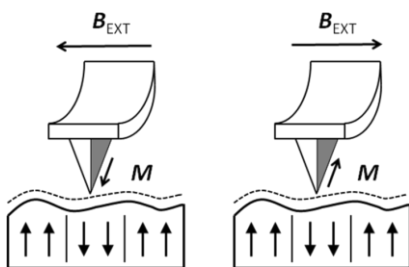
Nová technika je slabo invazívna, oddeľuje magnetické a van der Waalove sily, vykazuje konštantnú magnetizáciu a vysoké priestorové rozlíšenie. Nová technika môže viesť k novej generácii meracích systémov, k veľmi presnému zobrazovaniu magnetického poľa a k jeho aplikácii vo fyzike, biológii, medicíne a informatike. Metóda funguje na princípe prepínania magnetizácie hrotu počas skenovania vzorky vo vzdialenosti hrot/vzorka iba 1 až 20 nm, čo zvyšuje jej priestorové rozlíšenie a umožňuje použiť hrot so slabou magnetizáciou. Magnetizácia hrotu je vďaka jeho jednodoménoému magnetickému stavu konštantná [4].

SM-MFM rieši nasledujúce nedostatky štandardnej MFM metódy:

- úplne oddeľuje atomárne a magnetické sily a zobrazuje ich,
- SM-MFM skenovanie prebieha v „lift“ móde vo vzdialenosti hrotu od vzorky 1 – 20 nm, kde prestávajú prevládať van der Waalove sily a vyrovnávajú sa s magnetickými silami: navyše môže byť použitý hrot so slabým magnetickým momentom a metóda je tak slabo invazívna,
- magnetický moment hrotu je konštantný a presne definovaný (jednodoménoový stav), pričom jeho smer sa dá prepínať pomocou vonkajšieho magnetického poľa.

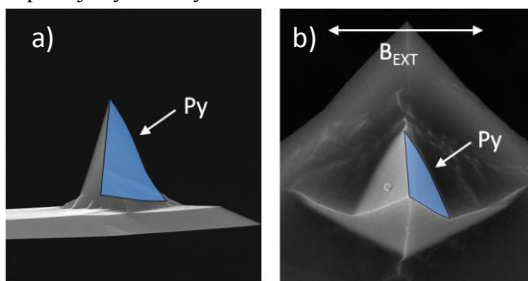
Podstatou metódy je separácia magnetických a van der Waalových síl v nanometrovej úrovni pomocou hrotu s prepínanou magnetizáciou. Metóda separácie síl vychádza z dvoch skenov magnetického poľa tej istej oblasti, pričom moment magnetického hrotu je medzi týmito skenmi prepnutý do opačnej polarizácie (Obr. 4). V rámci tejto techniky potom

súčet nasnímaných dát s opačnými polaritami hrotu zobrazuje lokálne van der Waalsove sily (topografia vzorky) a ich rozdiel mapuje lokálne magnetické sily. V rámci novej metódy sme vyvinuli špeciálne magnetické hroty, ktorých magnetizácia je prepínaná počas skenovania externým magnetickým poľom nízkej úrovne do stavu opáčnej polarity. Technológia výroby magnetického hrotu pozostáva z naparenia magnetického materiálu iba na jednu stranu štandardného hrotu pre atómovú silovú mikroskopiu. V takomto prípade sa na hrote vytvorí trojuholník z magnetického materiálu, ktorý je v jednodoménovom stave (Obr. 4 vyfarbená časť hrotu).



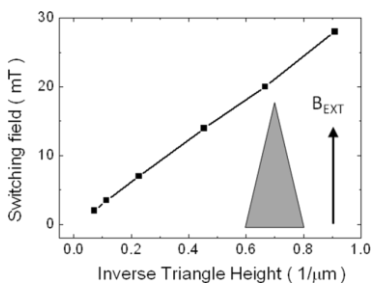
Obr. 4 Princíp skenovania magnetickej silovej mikroskopie s prepínanou magnetizáciou. Skenovanie prebieha v „lift“ móde vo vzdialenosti hrotu od vzorky 1 – 20 nm, pričom sa medzi skenmi prepína orientácia magnetizácie hrotu. Prepínanie magnetizácie hrotu prebieha externým magnetickým poľom.

Návrh na výrobu hrotov pre SM-MFM je veľmi jednoduchý a je založený na naparení permaloya z boku pod špecifickým uhlom. Na Obr. 5b môžeme vidieť charakteristický tvar vyleptaného kremíkového hrotu, ktorý pozostáva zo štyroch trojuholníkových stien. Využitím tejto skutočnosti sme schopní pomocou techniky naparovania zaistiť, že na hrote vytvoríme trojuholník z magnetického materiálu (Obr. 5 vyznačené modrou farbou), ktorý sa bude nachádzať v jednodoménovom stave. Orientáciu magnetizácie objektu budeme prepínať pomocou vonkajšieho magnetického poľa. Smer prepínacieho poľa je vyznačený na Obr. 5b.



Obr. 5 Snímka z elektrónového mikroskopu pohľad a) z boku a b) z vrchu. Načrtnutie naparenej časti AFM hrotu a vytvorenie trojuholníka.

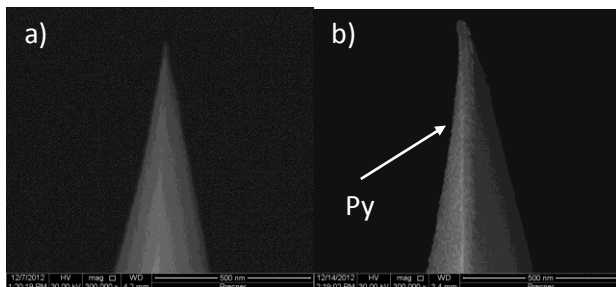
Veľkosť prepínacieho poľa musí byť čo najnižšia, aby sme ním neovplyvňovali meranú vzorku. Preto sme veľkosť prepínacieho poľa simulovali teoreticky. V tejto práci boli teoretické výsledky dosiahnuté numerickým riešením LLG rovnice pomocou programu OOMMF [5]. Cieľom výpočtu je optimalizovať tvar a rozmery feromagnetického objektu tak, aby sme dosiahli prepínanie jeho polarizácie pri použití čo najmenšieho vonkajšieho magnetického poľa. Na Obr. 6 vidíme, že veľkosť prepínacieho poľa je nepriamo úmerná výške trojuholníka. Táto závislosť bola počítaná pre permaloyový trojuholník s hrúbkou 20 nm a veľkosťou uhla pri vrchole 36° .



Obr. 6 Závislosť prepínacieho magnetického poľa od prevrátenej hodnoty výšky P_y trojuholníka s hrúbkou 20 nm a uhlom pri vrchole 36° vypočítaná simuláciou v programe OOMMF.

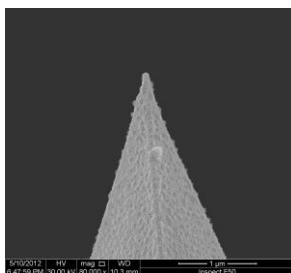
Permaloy hrúbky 20 nm sme naparili na bočnú stenu hrotu tak, ako je to znázornené na Obr. 5. Materiál sme odparovali zväzkom elektrónov vo vákuu 5×10^{-8} Torr využitím aparatury na nanášanie kovov Orion 8E (AJA International, Inc.). Naparovaciu rýchlosť sme udržiavali na hodnote $1 \text{ \AA/s}$, pričom vzdialenosť vzorky od odparovaného materiálu bola 25 cm.

Na Obr. 7a môžeme vidieť ako vyzerá hrot NSG03 [6] pred naparením v elektrónovom mikroskope, pričom priemer špičky hrotu je $\sim 5 \text{ nm}$. Po naparení permaloya na bočnú stenu hrotu nám vznikne trojuholník s výškou $14 \mu\text{m}$, ktorý zvierá uhol zo základnou $\sim 72^\circ$. Tento trojuholník je v jednodoménovom stave a jeho magnetickú orientáciu je možné ľahko prepínať vonkajším magnetickým poľom paralelným so vzorkou o veľkosti $\sim 15 \text{ mT}$ (Obr. 5). Veľkosť prepínacieho poľa je dostatočne malá na to, aby neovplyvňovala väčšinu skúmaných vzoriek. Vektor magnetického poľa v smere výšky trojuholníka je $2,6 \text{ mT}$, čo je v zhode s teoretickým výpočtom uskutočneným pomocou softvéru OOMMF (Obr. 6). Výsledný hrot po naparení je zobrazený na Obr. 7b, pričom priemer špičky hrotu je $\sim 35 \text{ nm}$.



Obr. 7 Snímky z elektrónového mikroskopu hrotu NSG03 a) pred naparením a b) po naparení 20 nm hrubej vrstvy permaloya na bočnú stranu hrotu.

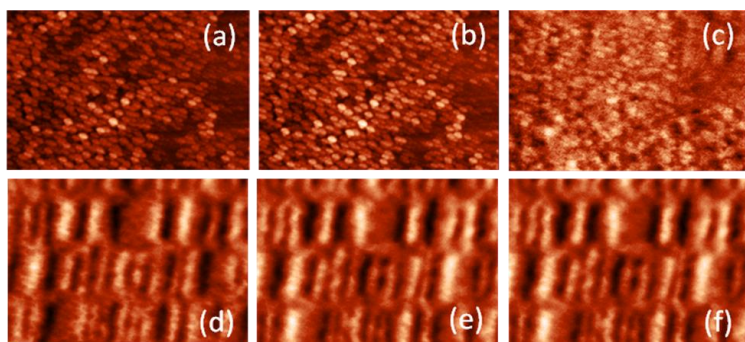
Pri vyhodnocovaní výsledkov sme porovnávali náš SM-MFM hrot s komerčným MFM hrotom využitím SPM prístroja NTegra SPM (od firmy NT-MDT). Tento prístroj má zabudované vonkajšie magnetické pole orientované v rovine vzorky, ktoré môžeme kontrolovane nastavovať do hodnoty 100 mT. Pre porovnanie využijeme komerčný MFM hrot MESP (Obr. 8) od firmy Bruker so štandardným magnetickým momentom, silovou konštantou 2,8 N/m a rezonančnou frekvenciou 75 kHz [7]. Všetky hroty boli pred použitím prvýkrát namagnetované vo vonkajšom magnetickom poli (100 mT) s orientáciou pozdĺž osi (výšky) hrotu.



Obr. 8 Snímok z elektrónového mikroskopu typického MFM hrotu od firmy Bruker typu MESP s priemer špičky hrotu ~ 70 nm.

SM-MFM metódu sme prvýkrát odskúšali na magnetických pamätiach s pozdĺžnym zápisom (HDD LMR) s hustotou 30 Gbit/inch². Na Obr. 9 môžeme vidieť topografiu povrchu (a), b)) a fázový posun zodpovedajúci magnetickým silám (d), e)) jednotlivých bitov zapísaných na HDD LMR. Topografia je snímaná v semikontaktnom móde. Magnetické sily sú zaznamenávané vo výške 10 nm od povrchu vzorky. Na Obr. 9 sú zobrazené fázové posuny tej istej oblasti s kladnou (d)) a zápornou (e)) polaritou SM-MFM hrotu. Topografia HDD LMR mala drsnosť povrchu v oboch prípadoch (a), b)) 15 nm. Pri rozdielnych polaritách hrotu boli

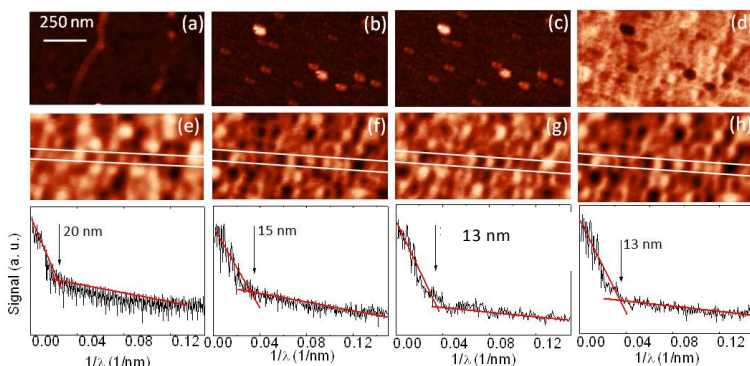
vytvorené dva fázové obrázky (d), e)), ktorých sčítaním sme dostali čistú topografiu (c)). Obr. 9c), teda zobrazuje mapu príťažlivých van der Waalsových síl vo vzdialenosti hrot/vzorka 10 nm. Preto vypočítaná topografia (c) v porovnaní s topografiou získanou v semikontaktnom móde (a), b)) vykazuje nižší kontrast. Odčítaním dvoch fázových obrázkov d), e) sme vypočítali čistý magnetický signál vo vzdialenosti hrot/vzorka 10 nm. Tento signál je očistený o iné krátkodosahové a ďalekodosahové sily a vykazuje nižší šum než Obr. 9 d), e) [4].



Obr. 9 Na obrázkoch a), b) je zobrazená topografia povrchu zaznamenaná v semikontaktnom móde SM-MFM hrotom, ku ktorým prislúchajú fázové posuny magnetických síl d) s pozitívnu a e) s negatívnu orientáciou magnetizácie SM-MFM hrotu zodpovedajúce zapísaným bitom v magnetickom médiu s pozdĺžnym zápisom (LMR HDD) s vysokou hustotou (30 Gbit/inch²) vykonané vo vzdialenosti hrot/vzorka 10 nm. Šírka skenovanej oblasti je 2 μm , drsnosť povrchu je 15 nm a fázový kontrast 2°. Obrázok c) je vypočítaný sčítaním fázových posunov rozdielnych orientácií magnetizácií hrotu d), e) a obrázok f) je rozdiel fázových posunov d), e) [4].

Priestorové rozlíšenie komerčného MESP hrotu a SM-MFM hrotu sme porovnali na magnetickom médiu s kolmou magnetickou anizotropiou záznamu (PMR HDD). Na Obr. 10 je zobrazená topografia povrchu s drsnosťou 7 nm, získaná v semikontaktnom móde komerčným MESP hrotom (a)) a SM-MFM hrotom (b), c)). Magnetický signál pamäťového média s kolmým zápisom s vysokou hustotou (625Gbit/inch²) získaný vo výške 5 nm od povrchu vzorky pomocou komerčného MESP hrotu (e)) a SM-MFM hrotu (f), g)) je zobrazený na Obr. 10. Magnetická orientácia SM-MFM hrotu bola prepnutá z kladnej (b), f)) na zápornú (c), g)) polaritu pomocou vonkajšieho magnetického poľa (± 15 mT). Pri porovnaní fázového posunu získaného pomocou komerčného MESP (e)) a SM-MFM hrotu (f),

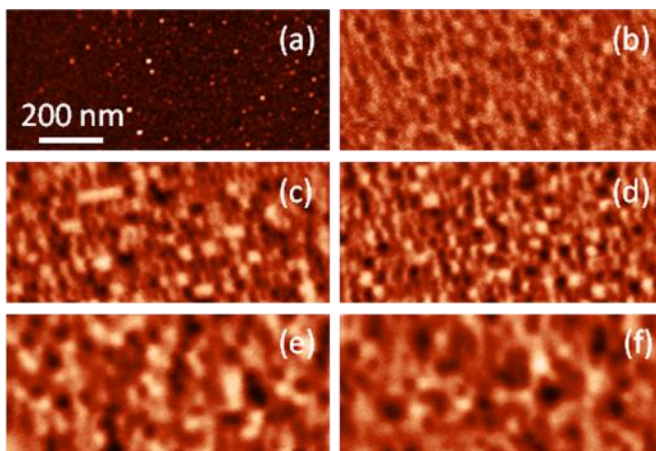
g)) je jasne vidieť zlepšenie kontrastu a priestorového rozlíšenia použitím SM-MFM hrotu. Následne sme urobili matematické operácie, aby sme oddelili jednotlivé sily. Sčítaním obrázkov s kladnou (f)) a zápornou (g)) polaritou magnetizácie hrotu sme zrekonštruovali topografiu povrchu HDD PMR (h)), ktorá odpovedala pôsobeniu príťažlivých van der Waalsových síl vo vzdialenosti 5 nm od povrchu vzorky. Pri porovnaní topografie získanej v semikontaktnom móde (a), b), c)) a vypočítanej (h)) je vidieť znížený kontrast pri vypočítanej topografii, čo je spôsobené, že príťažlivé van der Waalsove sily sú krátkodosahové. Odčítaním obrázkov s kladnou (f)) a zápornou (g)) polaritou magnetizácie hrotu sme získali obraz čistých magnetických síl (h)), pričom sme odstránili mixovanie ostatných pôsobiacich síl [4].



Obr. 10 Na obrázkoch a), b), c) je zobrazená topografia povrchu zaznamenaná v semikontaktnom móde komerčným MESP hrotom a) a SM-MFM hrotom b), c), ku ktorým prislúchajú fázové posuny magnetických síl získané MESP hrotom e) a SM-MFM hrotom f) s pozitívnu a g) s negatívnu orientáciou magnetizácie zodpovedajúce zapísaným bitom v magnetickom médiu s kolmým zápisom (PMR HDD) s vysokou hustotou (625 Gbit/inch²) vykonané vo vzdialenosti hrot/vzorka 5 nm. Veľkosť skenovanej oblasti je 1x0,6 μm² s drsnosť povrchu 1 nm. Obrázok d) je vypočítaný sčítaním fázových posunov rozdielnych orientácií magnetizácií hrotu f), g) a obrázok h) je rozdiel fázových posunov d), e). V poslednom rade sú zobrazené grafy ktoré určujú priestorové rozlíšenie vypočítané z označenej oblasti na obrázkoch e), f), g), h) vypočítané pomocou Fourierovej transformácie (FFT) [4].

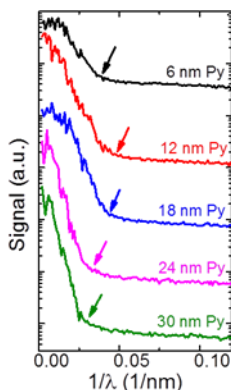
Pre porovnanie rozlíšenia komerčného MESP hrotu a SM-MFM hrotu sme urobili rýchlu Fourierovú transformáciu (FFT, [8], [9], [2]) vyznačených oblastí v Obr. 10 e), f), g), h) (jeden riadok zapísaných bitov), ktorá je zobrazená v poslednom rade na Obr. 10. Priestorové rozlíšenie bude definované ako informačný limit použitej metódy [2], teda frekvencia pri ktorej signál začína dominovať nad bielym šumom, čo je reprezentované ako koleno FFT signálu. Fourierovú analýzu sme počítali pomocou programu Image Analysis 3.5, kde výsledné priestorové rozlíšenie je definované ako polovica z prevrátenej hodnoty vlnovej dĺžky. Na Obr. 10 môžeme vidieť, že komerčný MESP hrot dosahuje priestorové rozlíšenie ~ 20 nm, v porovnaní s SM-MFM hrotom, je vidieť zlepšenie priestorového rozlíšenia na ~ 13 nm [4]. Prezentované výsledky boli publikované v karentovanom vedeckom časopise Applied Physics Letters začiatkom roku 2013 [4].

Jeden z hlavných parametrov vplývajúcich na priestorové rozlíšenie SM-MFM techniky je hrúbka nanesej magnetickej vrstvy na MFM hrote. Jej optimalizácií sme sa venovali v nasledovnej publikácii [10]. Preto sme na jednu stenu hrotov naparili pod špecifickým uhlom Py rôznej hrúbky (6, 12, 18, 24, 30 nm) a vytvorili tak znova magnetické trojuholníky, ktoré sa nachádzajú v jednodomérovom stave. Technológiu výroby hrotov sme vylepšili využitím zárodočnej vrstvy (5 nm Au), čím sme dosiahli lepšiu adhéziu a eliminovali tým napätie medzi Py vrstvou a hrotom. Materiál bol odparovaný zväzkom elektrónov vo vákuu 5×10^{-8} Torr, pričom naparovaciu rýchlosť sme udržiavali konštantnú na hodnote $1 \text{ \AA/s}$. Rozlíšenie SM-MFM techniky sme znova vyhodnocovali pomocou skenovacieho systému NTegra (od firmy NT-MDT Co.), ktorý má implementované externé magnetické pole orientované paralelne so vzorkou. Pomocou vonkajšieho magnetického poľa sme mohli magnetizáciu hrotu jednoducho preorientovať počas skenovania. Priestorové rozlíšenie SM-MFM hrotov sme vyhodnocovali pomocou rýchlej Furierovej analýzy (FFT), ktoré je definované ako informačný limit vyvinutej metódy [2].



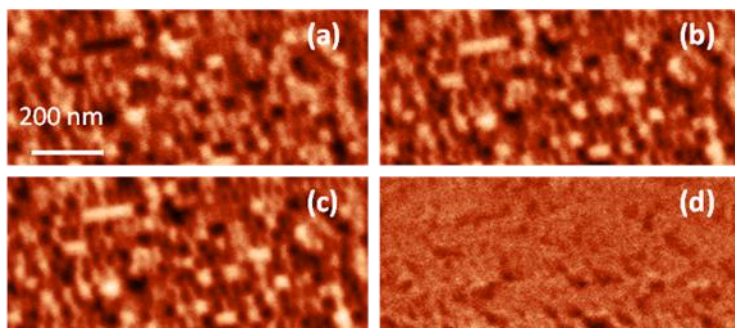
Obr. 11 Typická topografia magnetickej pamäte HDD a). Magnetický obraz pamäťového média HDD s kolmým zápisom na platňu s hustotou 625 Gbit/inch² skenovaný v separačnej vzdialenosti 5 nm vyhodnotený SM-MFM metódou použitím špeciálnych hrotov s hrúbkou Py vrstvy 6 nm b), 12 nm c), 18 nm d), 24 nm e), 30 nm f).

Priestorové rozlíšenie SM-MFM hrotov sme demonštrovali na magnetickej pamäti HDD s kolmým zápisom na platňu (PMR) o hustote 625 Gbit/inch². Typická topografia použitej pamäte je znázornená na Obr. 11a s drsnosťou ~ 1 nm. Magnetické skeny fázových posunov HDD pamäte pre rôzne hrúbky Py vrstvy (6, 12, 18, 24, 30 nm) sú znázornené na Obr. 11b-f. Detailným pozorovaním už voľným okom vidieť, že najlepšie priestorové rozlíšenie vychádza pre hrúbky 12 nm (Obr. 11c) a 18 nm (Obr. 11d). Použitím FFT (Obr. 12) sme vypočítali priestorové rozlíšenie fázového posunu z Obr. 11 pre jednotlivé hrúbky. Najlepšie priestorové rozlíšenie 10 nm a 11 nm bolo vypočítané pre hrúbky Py vrstvy 12 nm a 18 nm. Na Obr. 12 je šípkou vyznačené miesto, pre ktoré signál z FFT začína dominovať nad bielym šumom (koleno reprezentuje informačný limit). Priestorové rozlíšenie je počítané ako polovica z λ_{koleno} . Horšie priestorové rozlíšenie (13, 14 a 16 nm) bolo vypočítané pre Py hrúbky 6, 24 a 30 nm. Taktiež si na Obr. 12 môžeme všimnúť zvyšujúcu sa intenzitu nízko frekvenčného signálu z FFT zo zväčšujúcou hrúbkou Py vrstvy, čo dokumentuje zvyšovanie magnetického momentu jednotlivých hrotov.



Obr. 12 Rýchla Furierová analýza (FFT) vypočítaná z fázového posunu na Obr. 11 pre jednotlivé hrúbky Py vrstvy. Priestorové rozlíšenie je počítané ako polovica λ z miesta, kde nízko frekvenčný signál z FFT začína dominovať nad bielym šumom (indikuje šípka). Pre lepšiu ilustráciu boli jednotlivé krivky posunuté v y-lonovej osi.

Pre demonštráciu SM-MFM techniky sme ukázali dva obrázky získané s pozitívnou (Obr. 13a) a negatívnou (Obr. 13b) polaritou magnetizácie hrotu v separačnej vzdialenosti hrot/vzorka 5 nm. Rozdiel týchto dvoch skenov nám dal čisté magnetické sily (Obr. 13c) a ich súčet van der Waalsove sily vo vzdialenosti 5 nm (Obr. 13d). Prezentované výsledky v tejto časti boli publikované v karentovanom vedeckom časopise Acta Physica Polonica A začiatkom roka 2014.



Obr. 13 Magnetický obraz pamäťového média s kolmým zápisom (HDD PMR) zobrazený SM-MFM technikou s kladnou a), a zápornou b) polaritou SM-MFM hrotu v separačnej vzdialenosti hrot/vzorka 5 nm. Vypočítané čisté magnetické sily c) = a) – b) a van der Waalsove sily d) = a) + b) vo vzdialenosti 5 nm od vzorky.

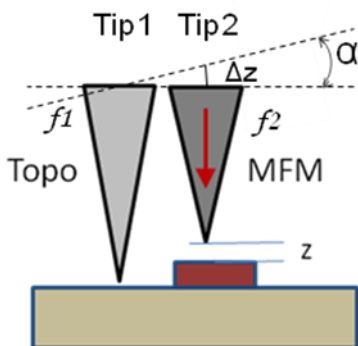
Magnetická silová mikroskopia s dvojítm hrotom (DT-MFM)

Technika redukuje invazivnosť MFM metódy pre skenovanie magneticky mäkkých vzoriek tým, že využíva nemagnetický hrot na mapovanie topografie, čím nedochádza k priamemu kontaktu magnetického hrotu s meraním objektom [11]. Pre túto skenovaciu metódu sme vyvinuli špeciálne dvojité hroty.

DT-MFM technika odstráni nasledujúce nedostatky MFM :

- odstráni magnetickú interakciu v prvom kroku, keď je hrot v priamom kontakte zo vzorkou,
- meranie topografie využíva nemagnetický hrot,
- magnetický moment hrotu je vytvorený momentom objektu (trojuholníka) v jednodoménovom magnetickom stave, je preto konštantný a presne definovaný.

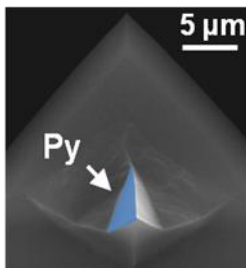
Podstatou vyvíjanej dvojkrokovej metódy je oddelené skenovanie topografie a magnetizácie objektu. Technika je znázornená na Obr. 14 a spočíva na využití dvoch nosníkov s rozdielnymi rezonančnými frekvenciami (topografia - f_1 , pre magnetický obraz f_2), na konci ktorých je nemagnetický (Tip1, vľavo) a magnetický (Tip2, vpravo) hrot. Skenovanie topografie v prvom kroku (hrot je v priamom dotyku so vzorkou) je merané nemagnetickým hrotom, ktorý je dlhší, aby nedošlo k ovplyvňovaniu magneticky mäkkých objektov pri skenovaní topografie okolia. Následne sa hroty vzdialia a v konštantnej výške bude meraný fázový posun rezonančnej frekvencie f_2 nosníka s magnetickým hrotom (magnetický signál).



Obr. 14 Princíp DT-MFM techniky. Topografia je meraná nemagnetickým hrotom (Tip1) s rezonančnou frekvenciou f_1 , magnetický obraz bude vyhodnotený magnetickým hrotom (Tip2) prislúchajúci fázovému posunu rezonančnej frekvencie f_2 . Vzdialenosť medzi magnetickým hrotom a vzorkou sa bude dať nastavovať naklonením (α). Magnetický hrot bude od nemagnetického kratší o ~ 100 nm [11].

Vyvinutá dvojkroková DT-MFM metóda [11] bola otestovaná na skenovacom systéme NTegra (NT-MDT Co.). V systéme sme nastavili pre skenovanie topografie rezonančnú frekvenciu (f_1). V druhom kroku sme nastavili pre meranie magnetického signálu rezonančnú frekvenciu (f_2). Z fázového posunu rezonančnej frekvencie (f_2) druhého nosníka s magnetickým hrotom je vyhodnotený magnetický signál.

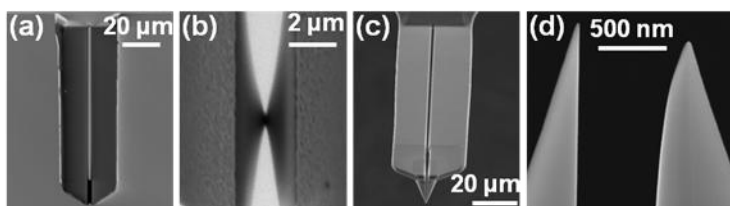
Dvojitý hrot sme vyrábali nasledujúcim spôsobom. Najprv sme na jednu stranu hrotu (NSC35, [12]) naparili pod špecifickým uhlom magnetický materiál (Py, na naparovanie sme vyrobili špeciálny držiak). Využitím skutočnosti, že hrot pozostáva zo štyroch trojuholníkov, sme naparovacím procesom vytvorili na hrote Py trojuholník. Ten sa nachádzal v jednodoménovom magnetickom stave. Detailné umiestnenie môžeme vidieť na SEM snímke (Obr. 15) kde je vyznačený modrou farbou a šípka ukazuje smer naparenia. Permaloy rôznych hrúbok (23 nm a 37 nm) sme odparovali elektrónovým zväzkom vo vákuu 5×10^{-8} Torr vo vzdialenosti 25 cm od hrotu, pričom sme udržiavali konštantnú odparovaciu rýchlosť 1 Å/s. Pre eliminovanie stresu medzi hrotom a napareným Py sme použili ako zárodočnú vrstvu 5 nm Au. Využili sme na to aparátúru na nanášanie kovov Orion 8E (AJA International, Inc.). Vytvorili sme tak hrot s veľkým (hrúbka vrstvy Py je 37 nm) a malým (hrúbka vrstvy Py je 23 nm) magnetickým momentom.



Obr. 15 SEM snímka ukazujúca uhol naparovania magnetickej vrstvy Py (23 nm a 37 nm) pod špecifickým uhlom na bočnú stenu komerčného AFM hrotu.

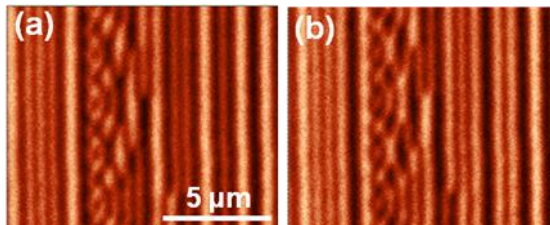
V ďalšom kroku sme potrebovali vytvoriť dva samostatné nosníky s rôznymi rezonančným frekvenciami, pričom jeden z nich sa využíva na meranie topografie a druhý na meranie magnetického poľa. Využili sme na to mikroskop s dvojitým zväzkom (elektrónovým a iónovým), pomocou ktorého sme dokázali rozdeliť nosník a hrot na dve samostatné časti. Nosník a hrot sme rezali zo zadnej strany (Obr. 16a), aby sme predišli degradovaniu magnetickej vrstvy Ga^+ iónmi, ktoré by sa zabudovali do mriežky a vrstva by stratila svoje magnetické vlastnosti [13]. Najprv sme prerezali celý nosník

prúdom 5 nA pri urýchľovacom napätí 30 kV, pričom sme vytvorili dva nosníky s medzerou širokou 1 μm (Obr. 16a). Následne sme sa zamerali na časť, kde sa nachádza hrot (Obr. 16a, šípka ukazuje, na ktorom mieste sa pod nosníkom nachádza hrot). Túto časť sme vymieľali zmenšeným prúdom. Na Obr. 16b je zobrazený hrot tesne pred rozdelením, ktoré sme realizovali čiarovým profilom s prúdom 50 pA. Kompletne vytvarovaný hrot pre DT-MFM metódu môžeme vidieť na Obr. 16c a detailný záber na špičky nových hrotov na Obr. 16d. Magnetický hrot, nachádzajúci sa na Obr. 16d vpravo, je o ~ 100 nm kratší a vzdialený od topografického ~ 850 nm. Tieto rozmery vieme pri výrobe dvojitého hrotu nastavovať na požadovanú veľkosť s presnosťou ± 30 nm.



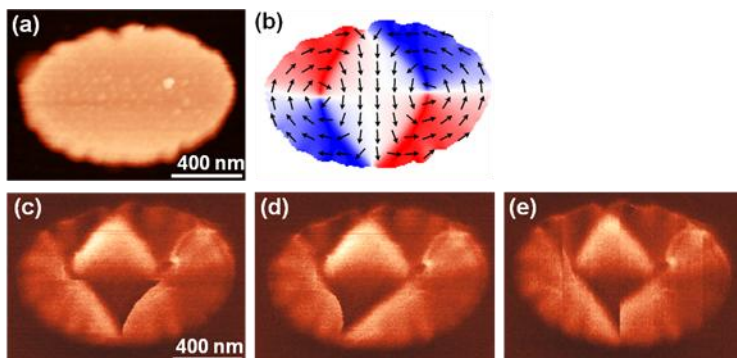
Obr. 16 SEM snímky ukazujúce výrobný proces DT-MFM hrotu. Snímka zobrazuje zadnú stranu nosníka po rozdelení, kde šípka ukazuje umiestenie hrotu a), hrot tesne pred finálnym rozdelením b), nosník a hrot rozdelený pomocou FIB c), detail rozdelených hrotov, vľavo nemagnetický a vpravo magnetický o ~ 100 nm kratší (vzdialenosť hrot-hrot ~ 850 nm d).

V predchádzajúcej časti sme konštatovali, že trojuholník vytvarovaný na magnetickom hrote je v jednodoménovom stave. Teoretické výpočty realizované pomocou programu OOMMF boli diskutované v časti o výrobe SM-MFM hrotu, kde bolo výpočtom určená veľkosť prepínacie magnetického poľa. Experimentálne sme jednodoménový stav overili tak, že sme najprv hrot namagnetovali vo vonkajšom magnetickom poli 0,1 T a potom sme skenovali magnetický disk (HDD) (Obr. 17a). Následným aplikovaním vonkajšieho magnetického poľa (15 mT) orientovaným proti magnetizácii hrotu a paralelne so vzorkou sme prepli magnetizáciu hrotu a tú istú oblasť HDD sme skenovali (Obr. 17b) s opačnou polaritou hrotu. Získali sme obrázok s rovnakým kontrastom, no opačnou polaritou. To je jasný dôkaz toho, že hrot sa nachádza v jednodoménovom stave, pretože inak by nebolo možné prepnúť polaritu hrotu aplikovaním iba 15 mT.



Obr. 17 Experimentálny dôkaz že DT-MFM sa nachádza v jednodoménovom stave. MFM obrázok magnetickej pamäte (HDD) skenovaný DT-MFM hrotom s kladnou polaritou a). Po aplikovaní externého vonkajšieho magnetického poľa 15 mT (orientovaného paralelne so vzorkou) sme prepili magnetický moment hrotu a skenovali tú istú oblasť b). Signál je reverzný a kontrast ostal rovnaký.

Pred použitím DT-MFM metódy musíme najprv dôkladne preskúmať invazivitu komerčných hrotov na magneticky mäkkých štruktúrach. Pre tento účel sme vyrobili pomocou elektrónovej litografie permaloyové elipsy. Štruktúry sme zadefinovali do stenčeného pozitívneho rezistu PMMA 950K, na ktorý sme pomocou elektrónového zväzku naparili 40 nm Py, následným lift-off procesom sme elipsy vytvarovali. Vytvorili sme tak elipsy s dvoma magnetickými vírmi a štyrmi doménovými stenami prichytenými k defektom na okrajoch štruktúry. Na Obr. 18a môžeme vidieť topografiu skúmanej štruktúry zobrazenú pomocou AFM, ktorú sme využili v simuláciách pre zobrazenie lokálnej magnetizácie pomocou softvéru OOMMF [5]. Ten využíva Landau-Lifshitz-Gilbertovú rovnicu pre mikromagnetické výpočty. Pokiaľ elipsa obsahuje dva magnetické víry môžeme rozloženie jej lokálnej magnetizácie vidieť na Obr. 18b, kde je farebne zobrazená x -sová zložka lokálneho magnetického poľa. V strednej časti elipsy môžeme vidieť štyri $\pi/2$ doménové steny. Lokálna magnetizácia ukazuje orientáciu vírov v smere hodinových ručičiek (v ľavej časti elipsy) a proti smeru hodinových ručičiek (v pravej časti elipsy).

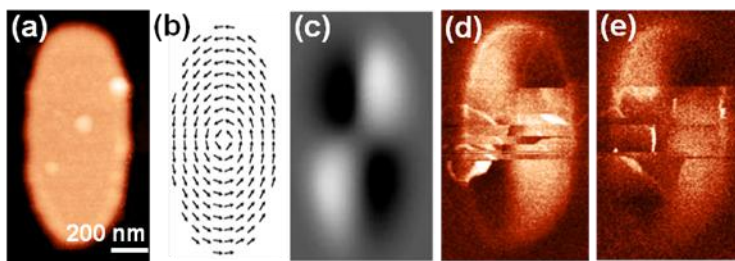


Obr. 18 Interakcia MESP hrotu s doménovými stenami. AFM topografia Py elipsy (hrúbka 40 nm) (a), magnetický stav vypočítaný pomocou softvéru OOMMF (b). Šípky ukazujú orientáciu lokálnych magnetických momentov, pričom obrázok je vyfarbený x-sovou zložkou magnetického poľa. Na obrázku môžeme vidieť štyri $\pi/2$ doménové steny. MFM skeny v horizontálnom (c, d) a vertikálnom (e) smere skenovania v separačnej výške 30 nm. Smer zberu MFM dát z ľavej časti elipsy do pravej (c) a z pravej časti elipsy do ľavej (d). Posun doménových stien v spodnej časti zodpovedá smeru skenovania. Pre vertikálny smer zo spodnej časti elipsy do vrchnej (e) nám hrot potiahol doménové steny do strednej časti elipsy.

Pomocou štandardného MFM hrotu (MESP MFM tip, [7]) sme vyšetrovali jeho pôsobenie na uvedenú magnetickú elipsu. Separačnú výšku pre druhý krok sme nastavili na 30 nm. Na Obr. 18c,d,e vidíme pôsobenie magnetického hrotu pri skenovaní v horizontálnom (Obr. 18c,d) a vertikálnom (Obr. 18e) smere. V strede elipsy môžeme vidieť štyri $\pi/2$ doménové steny, takže magnetizácia objektu by mala korešpondovať s vypočítanou pomocou softvéru OOMMF (Obr. 18b). Rozdiely medzi simuláciou a MFM meraním nastali dôsledku magnetickej interakcie hrotu so vzorkou. Doménové steny v hornej časti elipsy sú dobre fixované a ich pozícia odpovedá simulovanému stavu. Pozícia doménových stien v spodnej časti elipsy je silne závislá od smeru posledného skenovania magnetickým hrotom. Pre smer skenovania z ľavej časti do pravej sú magnetické domény posunuté vpravo (Obr. 18c) a pre opačný smer vľavo (Obr. 18d). V prípade vertikálneho skenovanie zo spodnej časti do vrchnej nám hrot posunul doménové steny nahor (Obr. 18e). V týchto prípadoch, keď bola separačná výška 30 nm, bol výsledný stav závislý od smeru skenovania v druhom kroku pri meraní fázového posunu.

V tejto časti rozoberieme, ako ovplyvňuje MESP hrot elipsu s jedným magnetickým vírom. Na Obr. 19a je znázornená topografia meranej Py elipsy s hrúbkou 40 nm. Lokálna magnetizácia elipsy s jedným vírom vypočítaná pomocou softvéru OOMMF je zobrazovaná na Obr. 19b a vypočítaný MFM kontrast, ktorý má byť detekovaný hrotom ukazuje Obr. 19c. Polarita signálu závisí od polarity magnetického momentu hrotu a chiralít magnetického víru. Použitím štandardného MESP hrotu sme túto elipsu zmerali pomocou dvojkrokovej metódy v separačnej výške 70 nm (Obr. 19d) a 150 nm (Obr. 19e). Zistili sme, že ani zvýšenie separačnej výšky u elipsy s jedným vírom nestačí na zmiernenie invazivity hrotu v strednej časti objektu. Je to dôsledok toho, že silná interakcia medzi hrotom a vzorkou prebieha v prvom kroku pri meraní topografie, keď je hrot v priamom kontakte so vzorkou. Magnetický hrot v tomto prípade zachytí magnetický vír a ťahá ho alebo tlačí naprieč štruktúrou až na okraj. Na Obr. 19d,e môžeme vidieť, že skutočný magnetický stav elipsy nie je možné zmerať technikou MFM.

Z uvedených meraní vyplýva, že elipsa s jedným magnetickým vírom je citlivejšia na magnetický hrot ako elipsa s dvoma magnetickými vírmi.



Obr. 19 Topografia Py elipsy s hrúbkou 40 nm (a) a jej lokálna magnetizácia s jedným magnetickým vírom vypočítaná softvérom OOMMF (b). Vypočítaný kontrast MFM pre elipsu s jedným vírom (c). MFM meranie pre separačnú výšku 70 nm (d) a 150 nm (e). Invazivita hrotu je v oboch prípadoch veľmi silná a nezávislá na veľkosti separačnej výšky.

Preto sme vyvinutú dvojkrovú DT-MFM metódu testovali na elipsách s jedným magnetickým vírom. Pre metódu DT-MFM sme vyrobili množstvo hrotov a v tejto práci prezentujeme dva z nich. Prvý má magnetický moment podobný hrotu MESP a druhý hrotu MESP-LM s malým magnetickým momentom. DT-MFM hroty boli vyrobené pre skenovací systém NTegra, ktorý podporuje nastavenie rôznej rezonančnej

frekvencie pre prvý krok (topografia) a druhý krok (magnetické skenovanie). Pri skenovaní treba najprv nastaviť stopu laserového lúča tak, aby súčasne svietila na obidva nosníky. Následne sa nastaví rezonančná frekvencia pre nosník s nemagnetickým hrotom (topografia, 383 kHz) a nosník s magnetickým hrotom (magnetické meranie, 341 kHz). Rezonančné frekvencie sú od seba vzdialené o 42 kHz čo nám zaručuje, že počas merania nerozskmitáme oba hroty naraz. Rozdiel medzi rezonančnými frekvenciami vieme jednoducho nastaviť počas rezania jednotlivých nosníkov na FIBe (hrúbka, dĺžka a šírka nosníka).

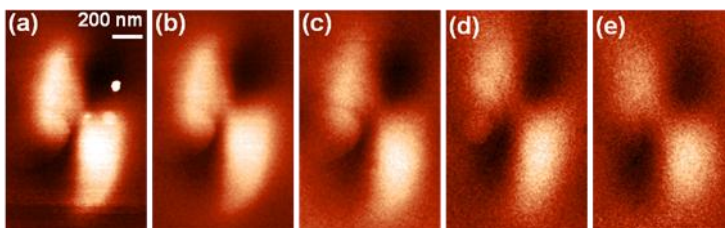
Je dôležité vedieť kontrolované nastaviť separačnú výšku medzi magnetickým hrotom a vzorkou, aby nedochádzalo počas merania k nežiaducim nárazom hrotov a vzorkou. Separačná výška medzi magnetickým hrotom a meranou vzorkou je závislá od rôznych parametrov (Obr. 14):

- a) Rozdielnej výšky hrotov (Tip1 a Tip2) zadefinovanou pomocou FIB procesu.
- b) Profilu meranej vzorky (hrúbkou, v našom prípade elipsa s hrúbkou 40 nm).
- c) Separačnej výšky „z“ nastavovanú pomocou softvéru Nova.
- d) Veľkosti oscilačnej amplitúdy pre Tip1 a Tip2 nastavovanej pomocou softvéru Nova (vieme nastaviť veľkosť amplitúdy do 120 nm).
- e) Od uhlu „ α “ zmeníme výšku o „ Δz “, pričom $\Delta z = \Delta x \cdot \sin(\alpha)$, kde „ Δx “ je vzdialenosť medzi hrotmi (rozptyl $\alpha \pm 10^\circ$).

Akokoľvek sa nastavenie separačnej výšky zdá komplikované, v reálnom experimente je to veľmi jednoduché. Najprv zmenšíme výškový rozdiel (100 nm) medzi hrotmi a vzorkou naklonením o uhol „ α “ tak, aby sme ich rozdiel redukovali na malé hodnoty (napr. 10 nm). Následným nastavením amplitúdy v rozmedzí od 5 do 120 nm zaručíme, aby sa pri meraní hrot, ktorý práve nie je v rezonancii, nedostal do kontaktu s meraním objektom.

V samotnom meraní musíme najprv nájsť pomocou softvéru najnižšiu separačnú výšku, pri ktorej sa magnetický hrot dostane do kontaktu so vzorkou, a tú nastavíme ako novú nulu. Pre porovnanie DT-MFM metódy so štandardnou MFM metódou skenujeme rovnakú elipsu s jedným magnetickým vírom v strede (Obr. 19). V nasledujúcom experimente využijeme DT-MFM metódu s DT-MFM hrotom a hrúbkou Py 37 nm, ktorý

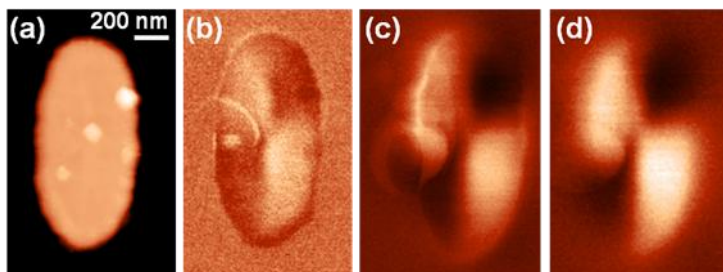
ma porovnateľný magnetický moment ako štandardný MESP hrot. Na Obr. 20 môžeme vidieť skeny elipsy získané využitím DT-MFM metódy pre rôzne separačné výšky. Pre výšku 10 nm môžeme na Obr. 20a vidieť kontakt magnetického hrotu s topografiou elipsy (biely bod v strednej časti). Ďalej sme separačnú výšku postupne zvyšovali na 20 nm, 50 nm, 100 nm, 150 nm (Obr. 20b-e). Redukcia invazivity u našej metódy je v porovnaní so štandardnou MFM metódou (Obr. 19) jasne viditeľné. Na Obr. 20 môžeme vidieť korektne zobrazený magnetický signál pre všetky vzdialenosti.



Obr. 20 Magnetické skeny merané pomocou DT-MFM metódy pri rôznych separačných výškach. Pri výške 10 nm sa hrot dotýkal na jednom mieste povrchu (biely bod) (a). Vzdialenosť medzi hrotom a vzorkou bola postupne zväčšovaná na 20 nm (b), 50 nm (c), 100 nm (d) a 150 nm (e). Obráz magnetických síl bol pri všetkých vzdialenostiach korektne zobrazený.

V nasledujúcej časti ukazujeme výsledky získané DT-MFM hrotom so slabou magnetizáciou (hrúbka Py vrstvy je 23 nm) a porovnávame komerčnú MFM metódu s DT-MFM metódou. Skenujeme rovnakú elipsu s jedným magnetickým vírom pomocou dvoch metód a využitím dvoch rôznych hrotov. V prvom rade použijeme štandardnú dvojkrovovú MFM metódu, pričom využijeme štandardný hrot so slabou magnetizáciou (MESP-LM, [14]) a magnetický DT-MFM hrot. Následne získané magnetické mapy porovnáme s mapami získanými použitím DT-MFM metódy s využitím DT-MFM hrotu. Vyvinutá metóda odstraňuje interakciu magnetického hrotu so vzorkou v prvom kroku pri meraní topografie, keď je hrot v priamom kontakte s meraním objektom. Tým výrazne redukovujeme invazivitu MFM metódy. Topografia meranej elipsy je znázornená na Obr. 21a. Separačnú výšku sme nastavili pre všetky prípady na 30 nm. Na Obr. 21b je magnetické meranie realizované štandardnou MFM metódou využitím MESP-LM hrotu. Na ľavej strane obrázku vidíme artefakt spôsobený interakciou magnetického hrotu so vzorkou. Na ďalšom obrázku sme použili len magnetický DT-MFM hrot a meranie sme realizovali štandardnou dvojkrovovou MFM metódou (to

znamená že aj topografia bola meraná magnetickým hrotom). Na Obr. 21c, môžeme vidieť rovnaký artefakt ako pri MESP-LM hrote. V poslednej fáze sme skenovali elipsu DT-MFM metódou s DT-MFM hrotom (Obr. 21d), pričom sa magnetický hrot počas merania topografie nedotýkal meraného objektu. Pri porovnaní Obr. 21c a Obr. 21d, ktoré boli merané rovnakým hrotom ale rôznymi metódami, je vidieť veľký rozdiel v invazivite. Hlavnou výhodou novej metódy je využitie nemagnetického hrotu pre meranie topografie v prvom kroku. Tento fakt sa uplatní ešte viac, pokiaľ zvýšime magnetický moment hrotu.

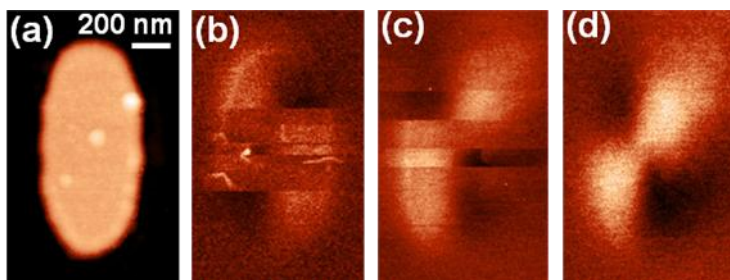


Obr. 21 Topografia Py elipsy s hrúbkou 40 nm (a). Magnetický obraz elipsy skenovaný hrotom s malým magnetickým momentom (b), a magnetický DT-MFM hrotom (c) štandardnou dvojkrokovou MFM metódou. Magnetický obraz elipsy skenovaný DT-MFM hrotom využitím DT-MFM metódy (d). Všetky skeny boli zhotovené pri separačnej výške 30 nm.

Druhý DT-MFM hrot sme pripravili s väčším magnetickým momentom naparením 37 nm hrubej vrstvy Py. Tento hrot porovnáваме so štandardným MESP hrotom. Opäť využijeme obidva hroty, ktorými skenuje štruktúru štandardnou dvojkrokovou MFM metódou a porovnáme ju s vyvinutou DT-MFM metódou. Separačnú výšku v druhom kroku sme nastavovali od 70 nm po 200 nm, pričom sme dostávali rovnaké výsledky. Prezentačné výsledky ukážeme pre hodnoty 150 nm pre všetky prípady. Topografiu meranej elipsy môžeme vidieť na Obr. 22a. V prvom prípade sme použili štandardnú MFM metódu a štandardný MESP hrot (Obr. 22b). Vidno, že magnetický signál je veľmi narušený. Na Obr. 22b môžeme vidieť, že vrchná a spodná časť elipsy je narušená hrotom len veľmi slabou, no v strednej časti bol magnetický obraz úplne zničený. To pravdepodobne spôsobila silná interakcia medzi hrotom a jadrom magnetického víru v prvom kroku pri meraní topografie, keď magnetický hrot ťahal jadro magnetického víru až na okraj štruktúry. Chiralita meranej elipsy pritom

ostala nezmenená, čo je evidentné so signálu na vrchnej a spodnej časti objektu. V ďalšom experimente sme použili náš magnetický DT-MFM hrot a merali sme magnetické sily štandardnou dvojkrokovou MFM metódou (Obr. 22c). Výsledok bol rovnaký ako pri použití MESP hrotu, kde vrchná a spodná časť elipsy bola ovplyvnená len veľmi slabou a stredná časť elipsy s jadrom magnetického víru úplne zmenená. Toto opäť spôsobila interakcia medzi magnetickým hrotom a jadrom magnetického víru v prvom kroku pri meraní topografie, znovu hrot ťahal jadro víru na okraj elipsy. Nakoniec je rozloženie magnetického poľa na vzorke získané DT-MFM metódou s DT-MFM hrotom (Obr. 22d). Meraní fázový posun dosiahnutý nami vyvinutou metódou (Obr. 22d) je takmer identický s obrázkom vypočítaného magnetického kontrastu (Obr. 19c).

Ako vidíme, DT-MFM metódou sme dosiahli obrovský pokrok v mapovaní magnetického poľa na magneticky mäkkých vzorkách. Dosiahli sme to zabránením kontaktu magnetického hrotu so vzorkou, čím sme schopný mapovať magnetické pole na podobných objektoch bez význačných problémov. Prezintované výsledky ohľadne DT-MFM techniky boli odoslané do karentovaného vedeckého časopisu *Nanotechnology* koncom roku 2014.



Obr. 22 Topografia Py elipsy s hrúbkou 40 nm (a). Magnetický obraz elipsy skenovaný MESP hrotom (b), a magnetickým DT-MFM hrotom (c) štandardnou dvojkrokovou MFM metódou. Magnetický obraz elipsy skenovaný DT-MFM hrotom využitím DT-MFM metódy (d). Jedine posledná kombinácia dáva korektný výsledok. Všetky skeny boli zhotovené v separačnej výške 150 nm.

Záver

Práca je zameraná na vývoj magnetickej silovej mikroskopie s prepínanou magnetizáciou (Switching Magnetization Magnetic Force Microscopy, SM-MFM) a magnetickej silovej mikroskopie s dvojitým hrotom (Dual-tip Magnetic Force Microscopy, DT-MFM). Pre tieto metódy sme vyrobili špeciálne hroty.

SM-MFM metódu sme testovali na magnetických pamätiach s paralelnou a kolmou magnetizáciou. Výsledky ukázali, že metóda je vhodná minimálne na dva rôzne experimenty: prvý, sa zaoberá skenovaním neplanárnych magnetických vzoriek, pre ktoré magnetické a van der Waalove sily môžu byť jednoducho odseparované pomocou operácii vykonaných na skenoch s rozdielnou orientáciou magnetizácie hrotu; druhý experiment sa zaoberá skenovaním hladkých vzoriek, pre ktoré je potreba zvýšiť priestorové rozlíšenie na hodnotu 5 nm. V práci sme optimalizovali hrúbku magnetickej vrstvy pre SM-MFM hroty. Priestorové rozlíšenie 10 nm sme dosiahli pre permaloyovú vrstvu s hrúbkou 12 nm. Najväčším prínosom metódy je separácia van der Waalsových síl, elektrostatických síl a magnetických síl, čo nám umožňuje mapovanie magnetického poľa v tesnej blízkosti povrchu vzorky (1 – 20 nm).

Namiesto využitia jedného hrotu pre meranie topografie a magnetického poľa sme v DT-MFM metóde využili dvojitý hrot s rozdielnymi funkciami – jeden z hrotov je použitý na meranie topografie a druhý na skenovanie magnetického signálu. Metóda je založená na špeciálnych dvojitých hrotoch, ktoré sú umiestnené na dvojitom nosníku a sú vyrobené z komerčných hrotov pomocou mikro-obrábania fokusovaným iónovým zväzkom. Magnetický hrot obsahuje feromagnetický trojuholník z permaloya, ktorý sa nachádza v jednodomérovom magnetickom stave. Magnetická vrstva je naparená na hrot pred procesom rozdelenia hrotu. Vlastnosti dvojitého hrotu (magnetický moment) a jeho rozmery (rozstup špičiek hrotov) vieme nastavovať pomocou technologických procesov.

DT-MFM hroty sme testovali na konvenčnom skenovacom systéme. Zistili sme, že pomocou DT-MFM metódy vieme redukovať invazivitu štandardného skenovacieho módu. Metóda je navrhnutá tak, aby sa magnetický hrot nedostal do kontaktu s povrchom vzorky. Pomocou vyvinutej metódy sme dokázali korektne zobraziť magnetický stav permaloyvej elipsy s jedným magnetickým vírom.

Prezentované SM-MFM a DT-MFM metódy môžu byť použité pri vývoji nových magnetických pamätí, v biomedicíne a v mnohých ďalších aplikáciách vzhľadom na ich vysokú priestorovú rozlišovaciu schopnosť a redukovanú invazivitu skenovacieho procesu.

Summary

We have developed the switching magnetization magnetic force microscopy (SM-MFM) method and the dual-tip magnetic force microscopy (DT-MFM) method. We have fabricated special probes for these methods.

We have tested the SM-MFM method on high-density parallel and perpendicular magnetic media. The results show that the method is useful at least for two kinds of experiments: first, for non-planar magnetic samples, for which the magnetic and van der Waals forces can be separated by simple operations with data obtain for opposite probe moments; and second, for flat samples when high spatial resolution on the level of 5 nm at ambient conditions is needed. We have optimized a magnetic layer thickness for the SM-MFM tips. For permalloy layer thickness 12 nm a spatial resolution of 10 nm was achieved. Moreover, the SM-MFM technique separates van der Waals forces, electrostatic forces and magnetic forces and allow magnetic field mapping in close proximity to the sample (1 – 20 nm).

In DT-MFM method, instead of using one tip for both, topography and magnetic scanning, we use dual-tip with separated functionalities – one of the tips is for the topography and the second one for the magnetic signal. The method is based on novel dual-tips located on dual-cantilever, which are micro-machined by focused ion-beam technique from commercial tips. The magnetic tip is equipped with ferromagnetic permalloy triangle in magnetic single-domain state. The magnetic layer is evaporated onto the tip prior to the tip cutting. The dual-tip properties (magnetic moment) and dimensions (i.e. distance between the tip apexes) can be tuned in the technological process.

We have tested the DT-MFM tips in conventional scanning probe system. It is shown that the main distortions, introduced by the standard scanning procedure, are strongly reduced by the DT-MFM method. Within the method the magnetic tip completely avoids surface touching. The method depicts correctly the magnetic state of the permalloy ellipse with one vortex.

Therefore, the SM-MFM and the DT-MFM methods can be used for the development of novel magnetic memories, in biomedicine, and several other applications due to their high spatial resolution and reduced invasiveness of the scanning process.

Zoznam publikácií

Publikácie evidované v CC databáze:

1. *Cambel, V., Precner, M., Fedor, J., Šoltýs, J., Tó bik, J., Ščepka, T., and Karapetrov, G.: High resolution switching magnetization magnetic force microscopy, Applied Phys. Lett. 102 (2013) 062405.*
2. *Cambel, V., Tó bik, J., Šoltýs, J., Fedor, J., **Precner, M.**, Gaži, Š., and Karapetrov, G.: The influence of shape anisotropy on vortex nucleation in Pacman-like nanomagnets, J. Magnetism Magnetic Mater. **336** (2013) 29-36.*
3. *Šoltýs, J., Gaži, Š., Fedor, J., Tó bik, J., **Precner, M.**, and Cambel, V.: Magnetic nanostructures for non-volatile memories, Microelectr. Engn. 110 (2013) 474-478.*
4. *Ščepka, T., Šoltýs, J., **Precner, M.**, Fedor, J., Tó bik, J., Gregušová, D., Gucmann, F., Kúdela, R., and Cambel, V.: Vortex dynamics in ferromagnetic nanoelements observed by micro-hall probes, Acta Phys. Polonica A **126** (2014) 390-391.*
5. ***Precner, M.**, Fedor, J., Tó bik, J., Šoltýs, J., and Cambel, V.: High resolution tips for switching magnetization MFM, Acta Phys. Polonica A **126** (2014) 386-387.*
6. ***M. Precner**, J. Fedor, J. Šoltýs, V. Cambel, Dual-tip magnetic force microscopy with suppressed influence on magnetically soft samples, send to Nanotechnology (2014)*

Zborníky medzinárodných konferencií evidované v databáze SCOPUS :

1. ***Precner, M.**, Gregušová, D., Šoltýs, J., Fedor, J., Gucmann, F., Tó bik, J., Kúdela, R., and Cambel, V.: Nucleation and annihilation of magnetic vortices in Pacman-like nanodots observed by micro-Hall probes. In: ASDAM 2012. Eds. Š. Haščík, J. Osvald. Piscataway: IEEE 2012. ISBN 978-1-4673-1195-3. P. 87-90.*

Ostatné:

1. *Šoltýs, J., Gaži, Š., Fedor, J., Tó bik, J., **Precner, M.**, Cambel, V.: Magnetic nanostructures for non-volatile memories. In: 38th Inter. Micro & Nano Engn. Conf. – MNE 2012. Toulouse 2012. Výveska.*
2. *Cambel, V., **Precner, M.**, Fedor, J., Šoltýs, J., Tó bik, J., and Karapetrov, G.: High resolution magnetic force microscopy based*

- on switching tip magnetization. In: *MRS Spring Meetings & Exhibits. Symp. Y: Advan. in Scanning Probe Microscopy for Imaging Functionality on the Nanoscale. San Francisco 2013.*
3. Šoltýs, J., **Precner, M.**,: Možnosti skvalitnenia vlastností SPM hrotov. In: *Letní škola SPM mikroskopie. Brno 2013.*
 4. Ščepka, T., Šoltýs, J., **Precner, M.**, Fedor, J., Tóbiš, J., Gregušová, D., Guemann, F., Kúdela, R., and Cambel, V.: *Vortex dynamics in ferromagnetic nanoelements observed by micro-hall probes.* In: *15th Czech and Slovak Conf. on Magnetism - CSMAG 2013. Košice 2013. Výveska.*
 5. **Precner, M.**, Fedor, J., Tóbiš, J., Šoltýs, J., and Cambel, V.: *Highresolution tips for switching magnetization MFM.* In: *15th Czech and Slovak Conf. on Magnetism - CSMAG 2013. Košice 2013. Výveska.*
 6. Fedor, J., **Precner, M.**, Šoltýs, J., Tóbiš, J., Cambel, V., and Karapetrov, G.: *Force separation in MFM based on switching tip magnetization.* In: *Scanning Probe Microscopy Inter. Conf. Dijon 2013.*
 7. Cambel, V., **Precner, M.**, Fedor, J., Šoltýs, J., Tóbiš, J., and Karapetrov, G.: *Nanomagnetism – actual problems.* In: *20. Konferencia slovenských fyzikov. Bratislava 2013. Pozvaná prednáška.*
 8. Cambel, V., Tóbiš, J., Ščepka, T., Polakovič, T., **Precner, M.**, Fedor, J., and Šoltýs, J.: *Vortex dynamics in ferromagnetic nanodots with broken symmetry.* In: *MSnows 2014. Nancy 2014. Výveska.*
 9. Ščepka, T., Šoltýs, J., Tóbiš, J., **Precner, M.**, Polakovič, T., Fedor, J., and Cambel, V.: *Magnetization reversal of ferromagnetic nanoelements observed by micro-Hall probe magnetometry.* In: *MSnows 2014. Nancy 2014. Výveska.*

Použitá literatura

- [1] R. Engel-Herbert, D.M. Schaadt and T. Hesjedal, *Analytical and numerical calculation of the magnetic force microscopy response: A comparison*, *Journal of Applied Physics* 99, 113905 (2006)
- [2] S.V. Kalinin, S. Jesse, B.J. Rodriguez, J. Shin, A.P. Baddorf, H.N. Lee, A. Borisevich, S.J. Pennycook, *Spatial resolution, information limit, and contrast transfer in piezoresponse force microscopy*, *Nanotechnology* 17, (2006), 3040
- [3] T. Haberle, F. Haering, H. Pfeifer, L. Han, B. Kuerbanjiang, U. Wiedwald, U. Herr, B. Koslowski, *Towards quantitative magnetic force microscopy theory and experiment*, *New Journal of Physics* 14, (2012), 043044
- [4] V. Cambel, M. Precner, J. Fedor, J. Šoltýs, J. Tóbiš, T. Ščepka, G. Karapetrov, *High Resolution Switching Magnetization Magnetic Force Microscopy*, *Applied Physics Letters* 102, (2013), 062405
- [5] <http://math.nist.gov/oommf/>, (2013)
- [6] NTMDT, NSG03, Probe general information, <http://ntmdt-tips.com/products/view/nsg03>
- [7] Bruker, MESP, <http://www.brukerafmprobes.com/p-3309-mesp.aspx>
- [8] S. Porthun, L. Abelman, S.J.L. Vellekoop, J.C. Lodder and H.J. Hug, *Appl. Phys. A* 66, S1185 (1998)
- [9] L. Gao, L.P. Yue, T. Yokota, R. Skomski, H. Liou, H. Takahashi, H. Saito and H. Ishio, *IEEE Trans. Magn.* 40, 2194 (2004)
- [10] M. Precner, J. Fedor, J. Tóbiš, J. Šoltýs, V. Cambel, *High resolution tips for switching magnetization MFM*, *Acta Physica Polonica A* 126, (2014), 386
- [11] M. Precner, J. Fedor, J. Šoltýs, V. Cambel, *Dual-tip magnetic force microscopy with suppressed influence on magnetically soft samples*, *sent to Nanotechnology* (2014)
- [12] *umasch, HQ: NSC35*, <http://www.spm-tips.com/afm-tip-hq-nsc35-no-al>
- [13] D. McGrouther, *Supervisors: J.N. Chapman, S. McVitie, Effects of Focused Ion Beam irradiation on thin ferromagnetic films*, PhD thesis, University of Glasgow, (2004)
- [14] Bruker, MESP-LM, <http://www.brukerafmprobes.com/p-3315-mesp-lm.aspx>