



**ΕΛΛΗΝΙΚΗ ΔΗΜΟΚΡΑΤΙΑ
ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΙΩΑΝΝΙΝΩΝ
ΠΟΛΥΤΕΧΝΙΚΗ ΣΧΟΛΗ
ΤΜΗΜΑ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΕΠΙΣΤΗΜΗΣ ΥΛΙΚΩΝ
ΔΙΑΤΜΗΜΑΤΙΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΩΝ ΣΠΟΥΔΩΝ
“ΧΗΜΕΙΑ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΤΩΝ ΥΛΙΚΩΝ”**

**ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΗ ΔΙΑΤΡΙΒΗ
ΝΙΑΠΟΣ ΕΛΕΥΘΕΡΙΟΣ**

Εναπόθεση και Χαρακτηρισμός Λεπτών Υμενίων Co/W

Επιβλέπων: Καθηγητής Παναγιωτόπουλος Ιωάννης
Καθηγητής Πολυτεχνικής Σχολής του Τμήματος Μ.Ε.Υ. του Πανεπιστημίου Ιωαννίνων

Ιωάννινα, Φεβρουάριος 2020

Μέλη τριμελούς εξεταστικής επιτροπής:

Παναγιωτόπουλος Ιωάννης, Καθηγητής Πολυτεχνικής Σχολής του Τμήματος Μ.Ε.Υ. του Π.Ι.

Μπέλτσιος Κωνσταντίνος, Καθηγητής Πολυτεχνικής Σχολής του Τμήματος Μ.Ε.Υ. του Π.Ι.

Γεργίδης Λεωνίδας, Αναπληρωτής Καθηγητής του Τμήματος Μ.Ε.Υ. του Π.Ι.

Περίληψη

Στα πλαίσια αυτής της εργασίας μελετήθηκε η σχέση της δομής των λεπτών υμενίων Co/W με τη μαγνήτιση που αυτά εμφανίζουν. Διερευνήθηκε αν διατηρείται η πολυστρωματική τους δομή, το είδος της εξάρτησής τους των μαγνητικών τους ιδιοτήτων από τα πάχη των στρωμάτων και η σύνδεση της επιφανειακής τραχύτητας, όπως επίσης και του επιφανειακού μαγνητικά νεκρού στρώματος με το ρυθμό απόθεσης. Ένα μέρος της μελέτης έγινε στο Εργαστήριο Μαγνητικών Υλικών του Τμήματος Επιστήμης Υλικών, ένα μέρος στο Εργαστήριο XRR του Τμήματος Επιστήμης Υλικών και ένα μέρος στο Α' Εργαστήριο Φυσικής του Τμήματος Φυσικής Ιωαννίνων.

Στο Εργαστήριο Μαγνητικών Υλικών πραγματοποιήθηκε η εναπόθεση των λεπτών υμενίων Co/W και στο Εργαστήριο XRR έγινε η ανάλυση της επιφάνειάς τους. Στο Α' Εργαστήριο Φυσικής έγινε ο μαγνητικός χαρακτηρισμός των παραχθέντων μαγνητικών υμενίων.

ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ

Η εκπόνηση της συγκεκριμένης εργασίας πραγματοποιήθηκε στο Εργαστήριο Μαγνητικών Μετρήσεων, Εργαστήριο XRR και στο Εργαστήριο Επιστήμης Υλικών, υπό την επίβλεψη του Καθηγητή Παναγιωτόπουλου Ιωάννη τον οποίο ευχαριστώ θερμά για τις πολύτιμες συμβουλές του και την καθοδήγησή του κατά τη διάρκεια της εργασίας.

Επίσης, θα ήθελα να ευχαριστήσω τον υποψήφιο διδάκτορα Μούρκα Άγγελο για την βοήθειά του κατά την διεξαγωγή των μετρήσεων.

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

ΕΙΣΑΓΩΓΗ

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1

Κρυσταλλικές Μορφές και Ιδιότητες Βολφραμίου

1.1 Σχετικά με το Βολφράμιο.....	2
1.2 Κρυσταλλικές μορφές.....	2
1.3 Το Φαινόμενο Spin-Hall.....	4
1.4 SHE και λεπτά υμένια β-W.....	5

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2

Πολυστρωματικά υμένια Co με W και άλλα στοιχεία όπως Mo, Ta

2.1 Refractory metals.....	8
2.2 Λεπτά υμένια Co/Mo.....	8
2.3 Λεπτά υμένια Co/Ta.....	11

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3

Σχηματισμός λεπτών υμενίων και μηχανισμοί διάχυσης

3.1: Σχετικά με τα λεπτά υμένια.....	14
3.2: Μηχανισμοί ανάπτυξης λεπτών υμενίων.....	15
3.3: Προσρόφηση στο υπόστρωμα.....	19
3.4: Παράγοντες που επηρεάζουν την εναπόθεση.....	20
3.5: Διάχυση και κινητικές διεργασίες κατά την πυρηνοποίηση και ανάπτυξης.....	22

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4

Μαγνητική ανισοτροπία – Ο ρόλος του σχήματος και της διεπιφάνειας

4.1 Μαγνητική ανισοτροπία.....	25
4.2 Ενέργεια μαγνητικής ανισοτροπίας.....	26
4.3 Ανισοτροπία σε λεπτά υμένια.....	27

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5

Τεχνικές Sputtering, XRR, VSM

5.1 Τεχνική Χαρακτηρισμού XRR.....	31
5.1.1 Ακτίνες X.....	31
5.1.2 Διάδοση Ακτίνων X.....	32
5.1.3 Ανακλωμετρία Ακτίνων X (XRR).....	34
5.1.4 Ιστορική Εξέλιξη της Τεχνικής.....	34
5.1.5 Φυσικός Μηχανισμός.....	35
5.1.6 Κατοπτρική Ανάκλαση.....	36
5.1.7 Ανάκλαση Fresnel.....	36
5.1.8 Ανάκλαση Fresnel σε πολλές διεπιφάνειες.....	39
5.1.9 Διεπιφάνειες με Τραχύτητα.....	41
5.1.10 Ανάλυση Σήματος XRR.....	42
5.2 Τεχνική Χαρακτηρισμού VSM.....	43
5.2.1 Μαγνητικές Μετρήσεις.....	43
5.2.2 Τύποι Μαγνητισμού.....	43
5.2.3 Πεδία Απομαγνήτισης.....	44
5.2.4 Καμπύλη Μαγνήτισης και Υστέρησης.....	45
5.2.5 Μετρήσεις σε Λεπτά Υμένια.....	46
5.2.6 Δημιουργία Πεδίου.....	46
5.2.7 Μαγνητόμετρο Παλλόμενου Δείγματος (VSM Vibrating Sample Magnetometer).....	47
5.2.8 Φυσικός Μηχανισμός.....	48
5.3 Sputtering.....	49
5.3.1 Τρόποι Παραγωγής Λεπτών Υμενίων.....	49
5.3.2 Sputtering (Ιοντοβολή).....	49
5.3.3 Διεργασίες Sputtering.....	50
5.3.4 DC Sputtering.....	51
5.3.5 Magnetron Sputtering.....	51
5.3.6 Ικανότητα Sputtering.....	52

5.3.7 Αλληλεπιδράσεις Ιόντων-Επιφανειών.....	53
--	----

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 6

Αποτελέσματα

6.1 Εναπόθεση λεπτών υμενίων Co/W.....	55
6.2 Πειραματικά αποτελέσματα XRR και σύγκριση του fitting από GenX.....	57
6.3 Αποτελέσματα από τη μέτρηση της μαγνήτισης.....	75

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 7

Συμπεράσματα.....	84
-------------------	----

ΛΙΣΤΑ ΕΙΚΟΝΩΝ /ΛΙΣΤΑ ΠΙΝΑΚΩΝ

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Στην παρούσα εργασία μελετήθηκε η σχέση της δομής της επιφάνειας των λεπτών υμενίων Co/W με την μαγνητική συμπεριφορά που εμφανίζουν. Το ενδιαφέρον της μελέτης των λεπτών υμενίων Co/W έγκειται στο ότι τα χαρακτηρίζει ένα γιγαντιαίο φαινόμενο spin-Hall, γεγονός που τα κάνει καλό υποψήφιο στο να γίνουν η βάση για την κατασκευή διάφορων σπιντρονικών συσκευών.

Η παραγωγή των λεπτών υμενίων έγινε με τη μέθοδο της κάθετης ιοντοβολής. Η δομή της επιφάνειας μελετήθηκε με τη μέθοδο της ανάκλασης ακτίνων X και ο μαγνητικός χαρακτηρισμός έγινε με ένα μαγνητόμετρο παλλόμενου δείγματος.

Κεφάλαιο 1

Κρυσταλλικές μορφές και ιδιότητες Βολφραμίου

1.1 Σχετικά με το Βολφράμιο

Το Βολφράμιο (αγγλ. Tungsten, συντ. W) είναι ένα μέταλλο, εντοπισμένο στην 5η σειρά (3η σειρά στοιχείων μετάπτωσης) και 5η ομάδα του Περιοδικού Πίνακα. Το όνομά του προέρχεται από την πρώην σουηδική



Εικόνα 1.1: Βολφράμιο

ονομασία του βολφραμιούχου ορυκτού σεελίτη, tung sten που μεταφράζεται ως βαριά πέτρα.^[1] Η ταυτοποίησή του ως νέου, για τότε, χημικού στοιχείου έγινε το 1871 από τον Torbern Bergman και η απομόνωση του ως μέταλλο επιτεύχθηκε αρχικά το 1873 από τους Juan José Elhuyar και Fausto Elhuyar. Η ηλεκτρονιακή του διαμόρφωση είναι η $[Xe]4f^{14}5d^46s^2$. Λόγω αυτού, αναμένεται να εμφανίζει πόλωση spin και ισχυρή σύζευξη spin-στροφορμής. Ο ατομικός του αριθμός είναι 74.

Το βολφράμιο, ως ελεύθερο στοιχείο, έχει αξιοσημείωτη αντοχή και υψηλή θερμοκρασία τήξης στους 3422°C, την υψηλότερη θερμοκρασία τήξης από όλα τα στοιχεία του Περιοδικού Πίνακα. Εμφανίζει, επίσης, το υψηλότερο σημείο βρασμού, 5930°C, και η πυκνότητα του είναι 19,3kg/m³, συγκρίσιμη με αυτή του χρυσού και του ουρανίου. Το καθαρό μονοκρυσταλλικό βολφράμιο είναι ελατό, ενώ το πολυκρυσταλλικό βολφράμιο είναι εύθραυστο και σκληρό, ένας συνδυασμός που το κάνει δύσκολο στην κατεργασία του.

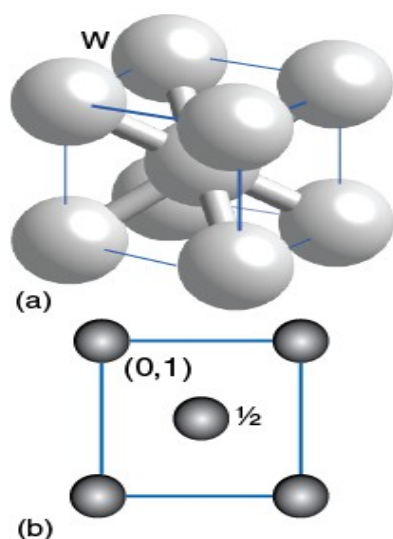
1.2 Κρυσταλλικές Μορφές

Το βολφράμιο εμφανίζει δύο φάσεις.

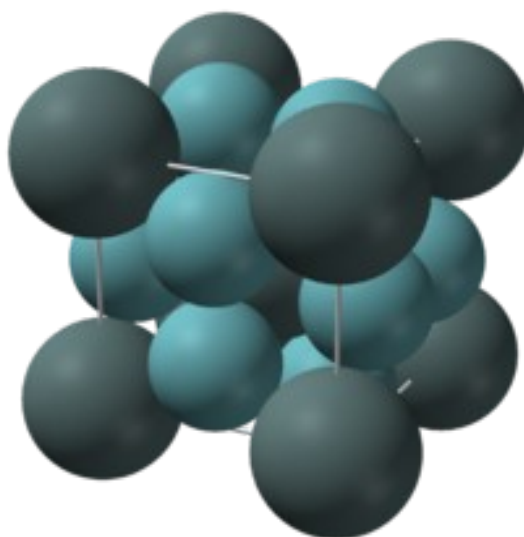
- a) Η πρώτη φάση λέγεται α-W και κρυσταλλώνεται σε χωροκεντρωμένη κυβική (bcc) δομή^[2]. Είναι η πιο σταθερή μορφή από τις δύο. Οι πιο συνήθεις εφαρμογές αυτής της φάσης είναι η χρήση τους σε ενδοστρωματικές ηλεκτρικές επαφές μεταξύ γειτονικών επιπέδων μετάλλων χωριζόμενων με ένα διηλεκτρικό στρώμα. Επιπρόσθετα, έχει τα παρακάτω πλεονεκτήματα στην βιομηχανική παραγωγή ηλεκτρονικών συσκευών:
 - i) δεν απαιτείται λιθογραφικός σχεδιασμός για την επιλεκτική εναπόθεσή του
 - ii) η χάραξη του γίνεται απευθείας με τεχνολογία στεγνού ή υγρού etching

iii) τα λεπτά υμένιά του που παράγονται με CVD μέθοδο έχουν μεγάλη αντίσταση στην ηλεκτρομεταφορά και στην ενδοδιάχυση^[3].

- b) Η δεύτερη φάση λέγεται β-W και κρυσταλλώνεται σε δομή A-15 κυβική. Αποτελεί μετασταθή φάση και μπορεί να συνυπάρξει με την α-W εισάγοντας ατέλειες και/ή παράγοντας το υμένιο με εναπόθεση μέσω ιοντοβολής. Ανακαλύφθηκε πριν από 60 χρόνια και μέχρι στιγμής δεν είναι ξεκάθαρος ο μηχανισμός σχηματισμού της. Παρόλα αυτά, έχειδειχθεί ότι εξαρτάται από τις παραμέτρους της εναπόθεσης, όπως το πάχος^[4], την πίεση του αερίου^[5], και την παρουσία ατελειών οξυγόνου^[6]. Η μεγαλύτερη ειδική αντίσταση που την χαρακτηρίζει κάνει την β φάση ανεπιθύμητη για πολλές εφαρμογές^[7] και απαιτείται η μετατροπή της σε α φάση μέσω ανόπτησης σε υψηλές θερμοκρασίες.



Εικόνα 1.2: Η bcc δομή της α φάσης



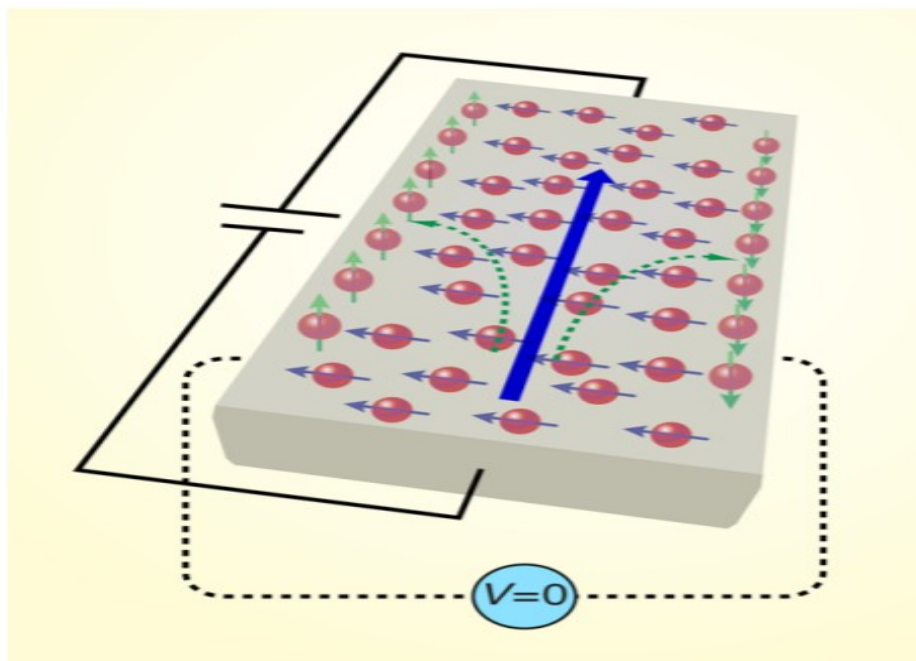
Εικόνα 1.3: Η A-15 δομή της β φάσης

Η πιο ενδιαφέρουσα, ίσως, εφαρμογή αυτής της φάσης του βολφραμίου είναι η χρήση της σε σπιντρονικές εφαρμογές (spintronics), καθώς πρόσφατα ανακαλύφθηκε πως στα λεπτά υμένια β-W λαμβάνει χώρα ένα γιγαντιαίο φαινόμενο spin-Hall^[4].

1.3 Το Φαινόμενο Spin-Hall

Σ' αυτό το σημείο αξίζει να γίνει μια σύντομη περιγραφή του φαινομένου για να γίνει σαφές το γιατί η β φάση του βολφραμίου είναι μια πολλά υποσχόμενη επιλογή.

Το φαινόμενο Spin-Hall (SHE) αναφέρεται σε μια ομάδα από σπιν-εξαρτώμενα φαινόμενα μεταφοράς που προκαλείται από τη σύζευξη σπιν-τροχιάς στα υλικά. Εξαιτίας της αλληλεπίδρασης του σπιν και της τροχιακής στροφορμής στα ελεύθερα ηλεκτρόνια, η πόλωση του σπιν στα ηλεκτρόνια αγωγιμότητας δεν είναι πλέον ανεξάρτητη από την ορμή και την τροχιακή στροφορμή^[8]. Αυτό που συμβαίνει είναι ότι τα ηλεκτρόνια που έχουν αντίθετο σπιν κινούνται πλέον σε διαφορετικές κατευθύνσεις. Το αποτέλεσμα του φαινομένου Spin-Hall είναι ότι παράγεται ένα ρεύμα σπιν χωρίς την εφαρμογή εξωτερικού μαγνητικού πεδίου ή την παρουσία κάποιου σιδηρομαγνητικού υλικού, εφόσον όμως το υμένιο διαρρέεται από ηλεκτρικό ρεύμα^{[9],[10],[11]}. Προκύπτει, λοιπόν, ότι



Εικόνα 1.4: Σχηματικό διάγραμμα του φαινομένου Spin-Hall σε λεπτό υμένιο. Ηλεκτρικά “εκχυμένα” ηλεκτρόνια αποκτούν πόλωση σπιν. Τα ηλεκτρόνια με σπιν “πάνω” και “κάτω” εμφανίζουν ανιστροπική σκέδαση σπιν παρουσία της σύζευξης σπιν-τροχιάς.

μέσω ενός ηλεκτρικού πεδίου μπορεί να ελεγχθεί ένα ρεύμα πολωμένων σπιν εφόσον αυτά παρήχθησαν με το φαινόμενο Spin-Hall.

Υπάρχουν δύο λόγοι δημιουργίας της σύζευξης σπιν-τροχιάς υπεύθυνης για το φαινόμενο Spin-Hall.

- i) Ο πρώτος χαρακτηρίζεται ως εξωγενής, καθώς δεν παρατηρείται στα καθαρά από ατέλειες μέταλλα. Τα ηλεκτρόνια με αντίθετη πόλωση σπιν σκεδάζονται λοξά σε διάφορες κατευθύνσεις λόγω της σκέδασης παρουσία ατελειών^{[10],[11]}.
- ii) Ο δεύτερος δεν απαιτεί την παρουσία ατελειών ως κέντρων σκέδασης, γι' αυτό και χαρακτηρίζεται ενδογενής. Το ίδιο το υλικό παρουσιάζει μια δομή ενεργειακών ζωνών με σύζευξη σπιν-τροχιάς και έτσι εμφανίζονται στο υμένιο οι τροχιές των ηλεκτρονίων που εξαρτώνται από το σπιν^{[12],[13]}.

1.4 SHE και λεπτά υμένια β-W

Έχει αποδειχθεί ότι το εγκάρσιο ρεύμα σπιν υπολογίζεται από την σχέση^[4] [1.1]

$$J_S = \theta_{SH} (\sigma \times J_e) \quad [1.1]$$

,όπου η γωνία Spin-Hall θ_{SH} είναι χαρακτηριστική για κάθε υλικό, σ το διάνυσμα της πόλωσης σπιν και J_e η πυκνότητα του ηλεκτρικού ρεύματος. Έπεται ότι ο λόγος της πυκνότητας ρεύματος σπιν προς την πυκνότητα του ηλεκτρικού ρεύματος δίνει το μέγεθος της γωνίας Spin-Hall.

$$\theta_{SH} = |J_S / J_e| \quad [1.2]$$

Το μέγεθος της γωνίας αποτελεί ένα καλό δείκτη εκτίμησης για την απόδοση της μετατροπής του ηλεκτρικού ρεύματος σε ρεύμα σπιν. Στην πράξη, ωστόσο, η πειραματική μέτρηση του ρεύματος σπιν είναι μια αρκετά επίπονη διαδικασία. Έτσι, προτάθηκε από τον Hirsch^[9] ο εξής τρόπος. Ένα ρεύμα σπιν παράγει ένα ηλεκτρικό ρεύμα όπως μπορούμε να υποθέσουμε από την σχέση [1.2] με απόδοση που μπορεί να εκτιμηθεί από την γωνία Spin-Hall. Η τελευταία είναι δυνατόν να μετρηθεί με αρκετά μεγάλη ακρίβεια. Το φαινόμενο κατά το οποίο ένα ρεύμα σπιν παράγει ένα ηλεκτρικό ρεύμα ονομάζεται ανεστραμμένο φαινόμενο Spin-Hall (I-SHE). Αντίθετα, όμως, με το φαινόμενο Spin-Hall που μπορεί να επιτευχθεί με μια σιδηρομαγνητική επαφή και να δώσει ένα ρεύμα σπιν μεγάλης έντασης, το ανεστραμμένο φαινόμενο δίνει ηλεκτρικό ρεύμα πολύ μικρότερης έντασης σε σύγκριση με το αρχικό. Η λύση για να πάρουμε το μέγιστο δυνατό ρεύμα στο I-SHE είναι να χρησιμοποιήσουμε ρεύμα σπιν στο οποίο τα πολωμένα σπιν που θα ακολουθούν αντίθετες κατευθύνσεις θα έχουν την ίδια ένταση. Αυτό το ρεύμα σπιν πειραματικά επιτυγχάνεται με αντλίες σπιν^[14].

Προκειμένου να κατασκευαστούν σπιντρονικές συσκευές με την μέγιστη απόδοση, είναι απαραίτητο να επιτύχουμε πολύ μεγάλες γωνίες Spin-Hall. Στον παρακάτω πίνακα φαίνονται οι γωνίες από διάφορα υλικά. Διακρίνεται ότι το β -W εμφανίζει τη μεγαλύτερη γωνία Spin-Hall από τα μέταλλα που έχουν ερευνηθεί. Η α φάση του βολφραμίου εμφανίζει μικρότερη γωνία Spin-Hall, και από την στιγμή που τα λεπτά υμένια βολφραμίου στην ουσία είναι ένας συνδυασμός των δύο φάσεων, οι παράμετροι κατά την απόθεση του β -W θα πρέπει να μελετηθούν.

Υλικό	Γωνία Spin-Hall (%)	Αναφορά
Al	0.032	Valenzuela et al, 2006 ^[15]
Au	1.6	Hung et al, 2013 ^[16]
Ag	0.7	Wang et al, 2014 ^[17]
Cu	0.32	Wang et al, 2014 ^[17]
Mo	-0.05	Mosendz et al, 2010 ^[18]
Pt	5.6	Rojas-Sánchez et al, 2014 ^[19]
Ta	-12	Liu et al, 2012 ^[20]
α -W	-14	Wang et al, 2014 ^[21]
β -W	-33	Pai et al, 2012 ^[4]

Πίνακας 1.1: Διάφορα υλικά με τις αντίστοιχες γωνίες Spin-Hall που εμφανίζουν

Κεφάλαιο 2

Πολυστρωματικά υμένια Co με W και άλλα στοιχεία όπως Mo, Ta

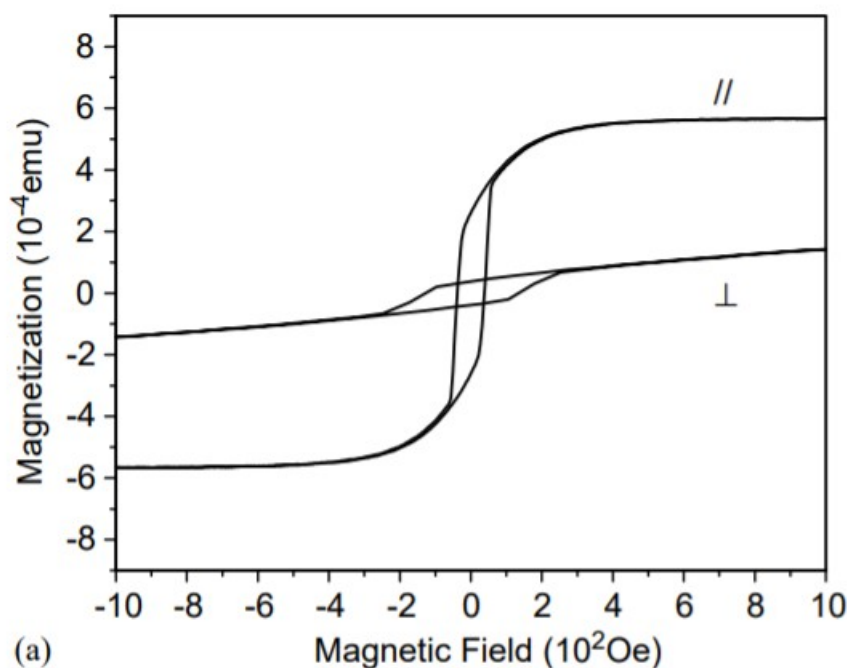
2.1 Refractory Metals

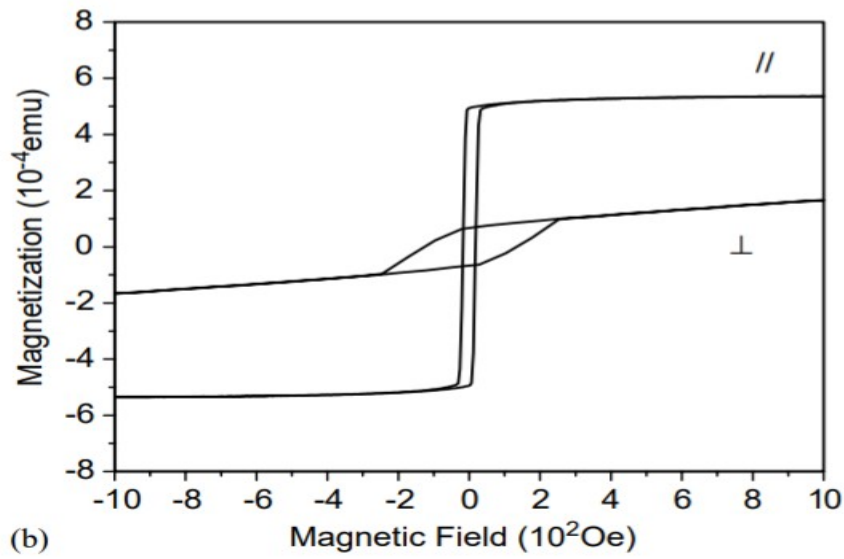
Το Βολφράμιο ομαδοποιείται σε μια κατηγορία μετάλλων που χαρακτηρίζονται από μεγάλη αντοχή στη θερμότητα και στην τριβή (refractory metals). Τα μέταλλα που αποτελούν την κατηγορία αυτή, πέρα από το Βολφράμιο, είναι τα Μολυβδαίνιο (Mo), Ταντάλιο (Ta), Νιόβιο (Nb), και Ρήνιο (Re). Είναι σκόπιμο, λοιπόν, από τη στιγμή που εμφανίζουν παραπλήσιες ιδιότητες με το Βολφράμιο, να παρουσιαστεί η επίδρασή τους στα πολυστρωματικά υμένια παρουσία του Co. Από τη στιγμή που τα λεπτά υμένια έχουν ενδογενώς μετασταθή παρουσία στην νανοκλίμακα, η εναλλαγή του αριθμού των στρωμάτων ή του σχετικού πάχους των μαγνητικών και μη-μαγνητικών στρωμάτων θα καταλήξει σε διάφορες ιδιότητες, ευαίσθητες σε μικροδομές.

2.2 Λεπτά υμένια Co/Mo

Το Μολυβδαίνιο έχει ατομικό αριθμό 42 και ατομικό βάρος 95,94 gr/mol. Εμφανίζει σημείο τήξης στους 2617°C και σημείο βρασμού στους 4612°C. Η πυκνότητά του είναι 10,28 gr/cm³ και είναι παραμαγνητικό υλικό.

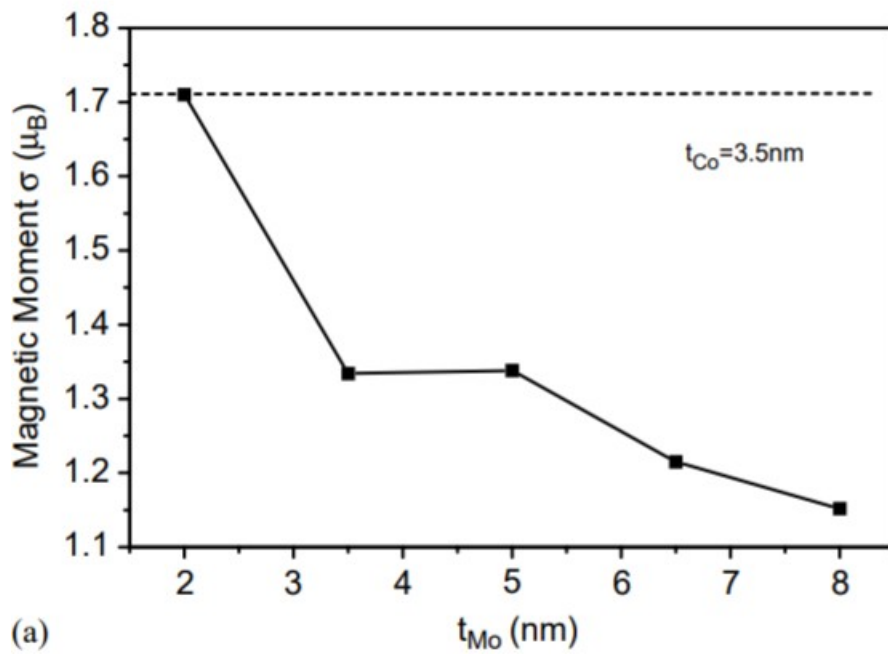
Πειράματα σε πολυστρωματικά υμένια Co/Mo^[21] έχουν δείξει πως τα υμένια εμφανίζουν μια μαλακή σιδηρομαγνητική συμπεριφορά, με έναν εύκολο άξονα μαγνήτισης. Τα αποτελέσματα της σιδηρομαγνητικής σύζευξης μεταξύ των γειτονικών μαγνητικών στρωμάτων πάνω στις μαγνητικές ιδιότητες αλλάζουν με το πάχος των στρωμάτων που τα αποτελούν.

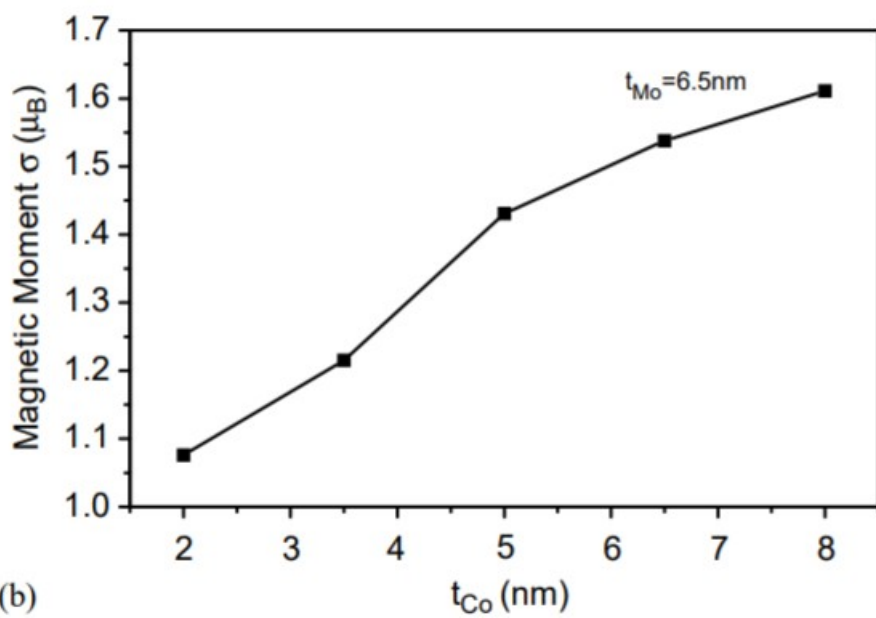




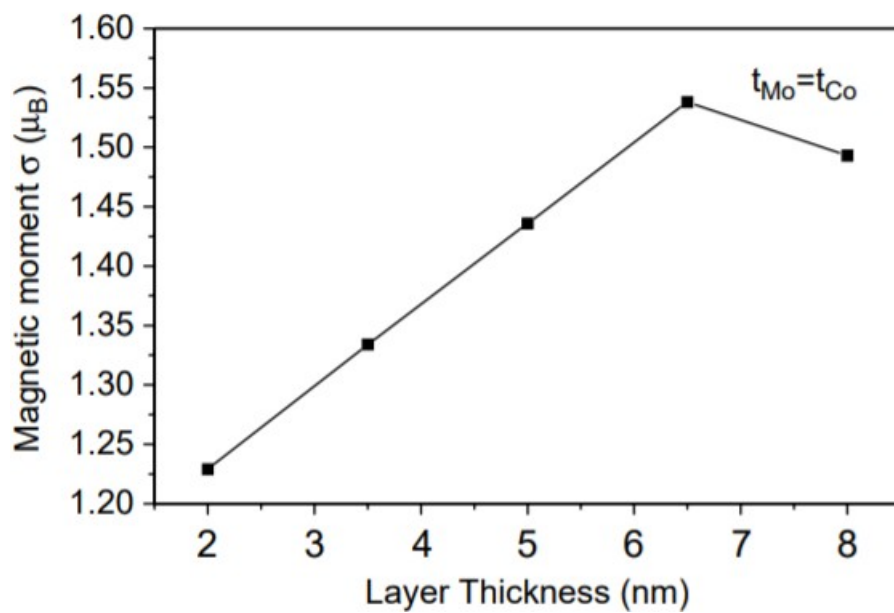
Εικόνα 2.1: Τυπικοί βρόχοι υστέρησης για πολυστρωματικά υμένα Co/Mo α) $[Co(6.5nm)Mo(6.5nm)]_8$ και β) $Mo [Co(2.0nm)Mo(2.0nm)]_{25}$

Επίσης, έχει δειχθεί ότι η μαγνητική ροπή ανά άτομο Co εξαρτάται ισχυρά από τα πάχος του κάθε στρώματος Co και Mo. Φαίνεται ότι η μαγνητική ροπή μειώνεται μη γραμμικά καθώς το πάχος του Mo αυξάνεται και για ένα οριακό σημείο (ίδιο πάχος Co και Mo) η επίδραση του Mo παύει.





Εικόνα 2.2: Η μέση μαγνητική ροπή ανά άτομο Co σε πολυστρωματικά υμένα Co/Mo σε συνάρτηση με το πάχος των στρωμάτων.

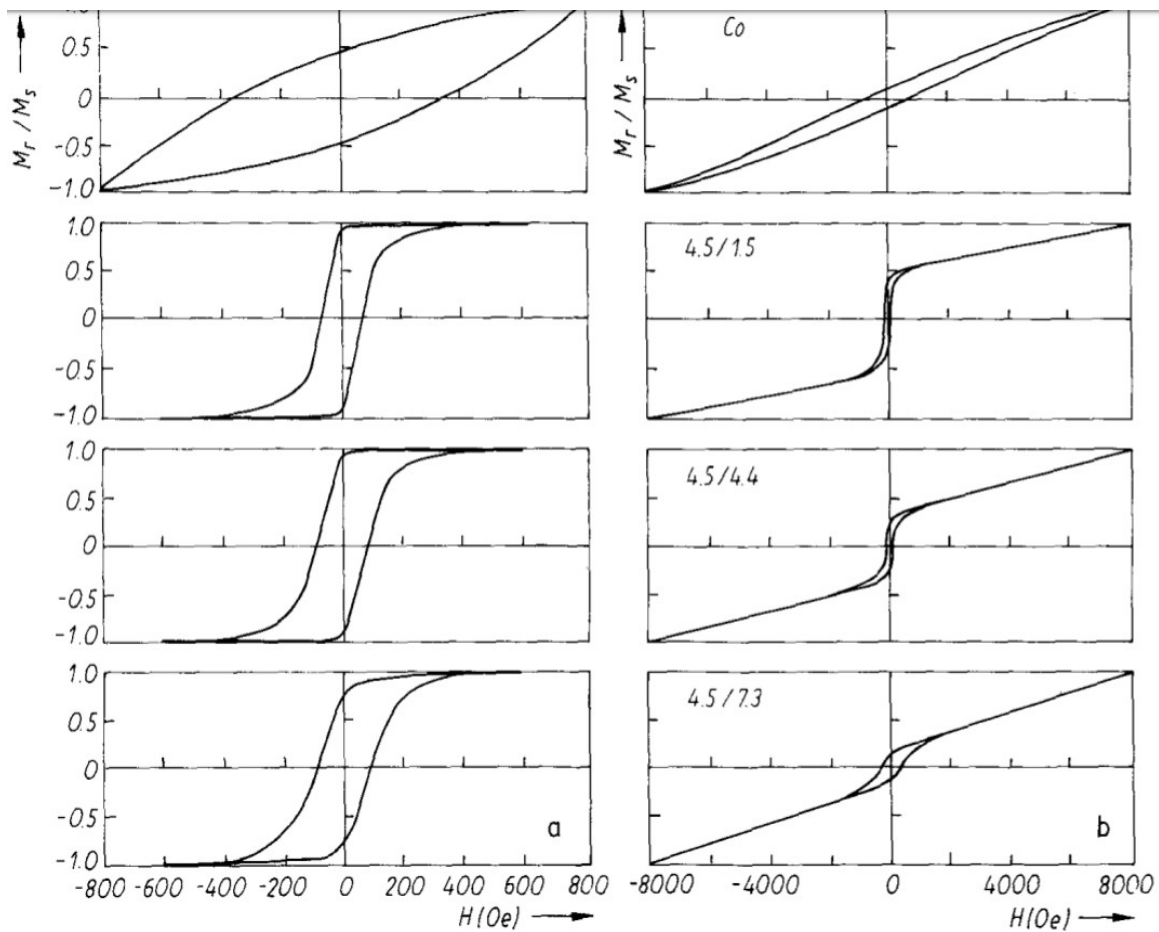


Εικόνα 2.3: Η μέση μαγνητική ροπή ανά άτομο Co για ίσα πάχη Co και Mo.

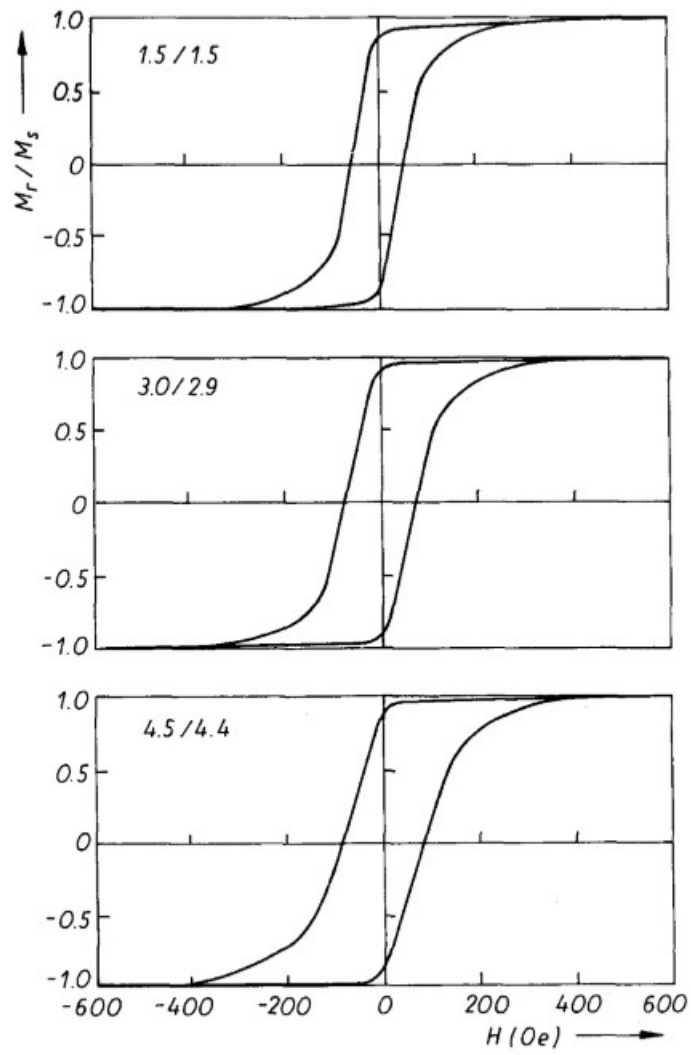
2.3 Λεπτά υμένα Co/Ta

Το Ταντάλιο έχει ατομικό αριθμό 73 και ατομικό βάρος 180,95 gr/mol. Εμφανίζει σημείο τήξης στους 2996°C και σημείο βρασμού 5425°C. Η πυκνότητά του είναι 16,69mgr/cm³ και είναι παραμαγνητικό υλικό.

Όπως και τα πολυστρωματικά υμένα Co/Mo έτσι και τα πολυστρωματικά υμένα Co/Ta έχουν μελετηθεί ως προς τις μαγνητικές τους ιδιότητες^[22] Από τα αποτελέσματα φαίνεται πως η μαγνητική ροπή αυξάνεται με τη μείωση του πάχους του μη-μαγνητικού μετάλλου. Καθώς μειώνεται το πάχος του Ta εμφανίζεται και μια κάθετη μαγνητική ανισοτροπία.



Εικόνα 2.4: Μαγνητικοί βρόχοι υστέρησης Co(x)/Ta(y) (σε nm) με το μαγνητικό πεδίο σε α) παράλληλη και β) κάθετη κατεύθυνση σε σχέση με το επίπεδο του υμενίου. Στην πρώτη σειρά δίνονται οι μαγνητικοί βρόχοι υστέρησης του Co για σύγκριση.



Εικόνα 2.5: Μαγνητικοί βρόχοι υστέρησης $\text{Co}(x)/\text{Ta}(y)$ μετρημένοι σε μαγνητικό πεδίο παράλληλο στο επίπεδο του υμενίου.

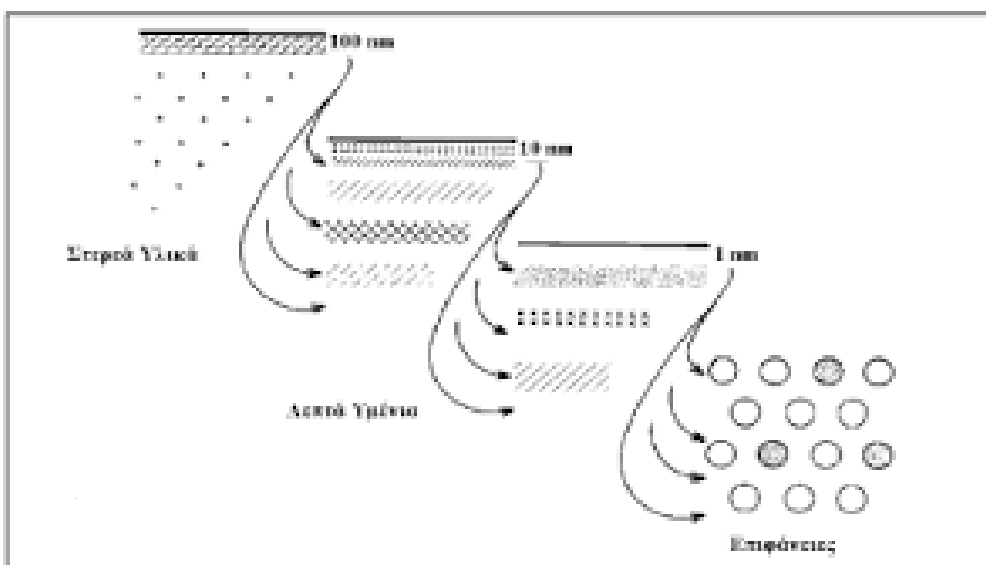
Κεφάλαιο 3

Σχηματισμός λεπτών υμενίων και μηχανισμοί διάχυσης

3.1 Σχετικά με τα λεπτά υμένια^[23]

Λεπτά υμένια καλούνται οι μικροδομές που δημιουργούνται καθώς στρώματα (layers) ατόμων ενός υλικού – εναποθέτη τοποθετούνται πάνω στην επιφάνεια στερεού (bulk) υλικού. Η μία διάσταση του πρέπει να είναι τάξεις μεγέθους μικρότερη από τις άλλες δύο. Συχνά χαρακτηρίζονται ως μια ενδιάμεση δομή μεταξύ της δισδιάστατης και τρισδιάστατης, επειδή εμφανίζουν ιδιότητες που διαφέρουν εν γενώς από αυτές των επιφανειών και των στερεών υλικών. Το πάχος τους κυμαίνεται μεταξύ κάποιων Å και μερικών μm (Εικόνα 3.1). Ανάλογα με το πάχος τους χωρίζονται στις παρακάτω κατηγορίες:

- Παχιά υμένια (ή επικαλύψεις) με πάχος μεγαλύτερο των 0,5 μm
- Συνήθη λεπτά υμένια με πάχος από 0,5 μm έως 5 nm
- Υπέρ-λεπτα υμένια με πάχος μικρότερο των 5 nm



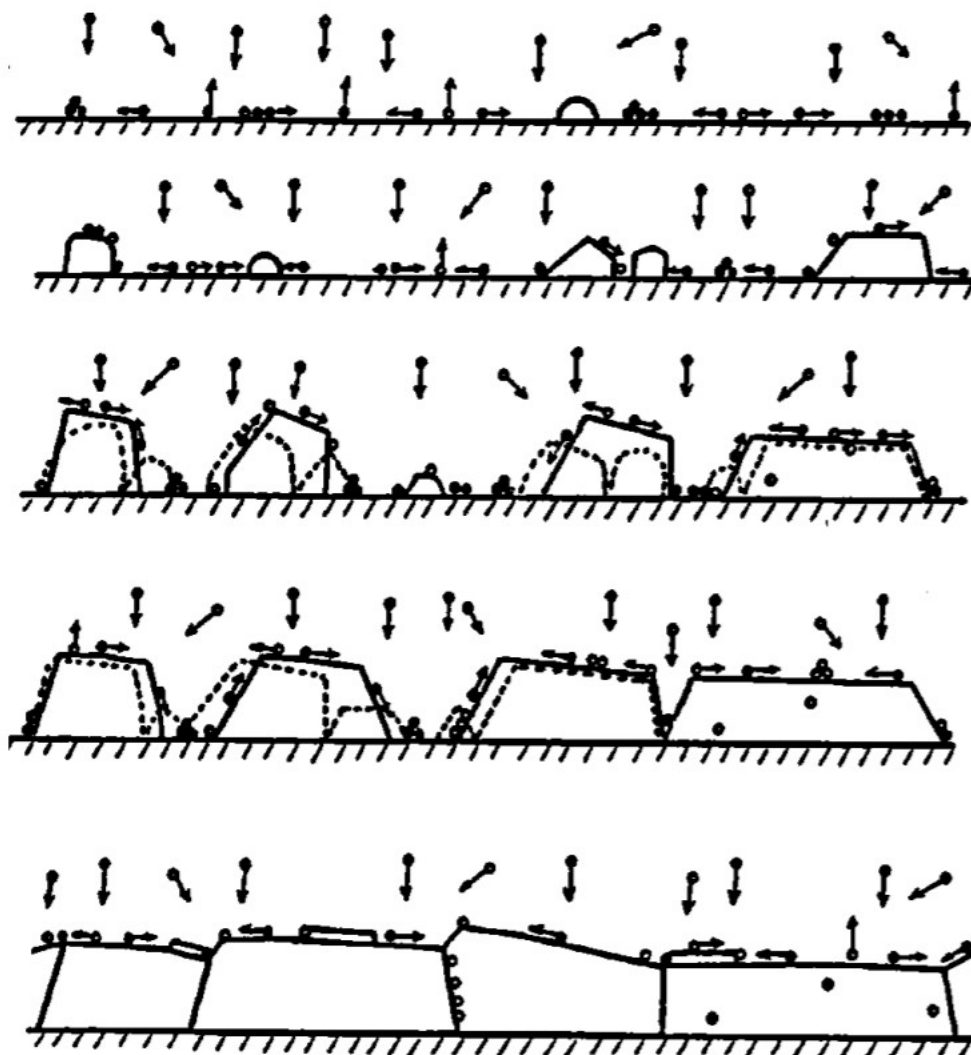
Εικόνα 3.1: Σχέση των διαστάσεων στερεών υλικών (bulk), λεπτών υμενίων και επιφανειών

Τα λεπτά υμένια παίζουν σήμερα ένα πολύ σημαντικό ρόλο σε ένα μεγάλο και ποικίλο φάσμα πεδίων και τεχνολογιών, όπως η μικροηλεκτρονική, η οπτική, η επιφανειακή κατεργασία, η προστασία κ.α. Η τεχνολογία των λεπτών υμενίων έχει γίνει το μέσο και το κατάλληλο εργαλείο για την παραγωγή νέων προηγμένων υλικών και συστημάτων, που παρουσιάζουν νέες, άγνωστες μέχρι σήμερα ιδιότητες και συμπεριφορά, αλλά και σε πολλές περιπτώσεις δίνουν την δυνατότητα να αναδειχθούν και παρατηρηθούν νέα φαινόμενα. Αυτές οι νέες ιδιότητες και τα χαρακτηριστικά με τη σειρά τους

βρίσκουν καινούριες επιστημονικές και τεχνολογικές εφαρμογές. Οι διαφοροποιήσεις των φυσικών και μηχανικών ιδιοτήτων ανάμεσα στα λεπτά υμένια και τα bulk υλικά γίνονται εντονότερες όταν τα πάχη των λεπτών υμενίων είναι πολύ μικρά ή κατά τα πρώτα στάδια ανάπτυξής τους. Οι διαφορές αυτές κατά κύριο λόγο οφείλονται στη μικροδομική συγκρότηση και συσσωμάτωση που λαμβάνει χώρα κατά τη διάρκεια του μετασχηματισμού των ελευθέρων ατόμων που εναποτίθενται σε μια στερεά φάση. Στην πλειοψηφία των τεχνικών εναποθέσεων, τα υμένια εναποτίθενται στην επιφάνεια ενός υλικού σε θερμοκρασίες πολύ μικρότερες από το μισό της θερμοκρασίας τήξεως του αντίστοιχου στερεού υλικού, ενώ η ανάπτυξη των υμενίων γίνεται κάτω από συνθήκες πολύ μακριά από την θερμοδυναμική ισορροπία. Αυτές ακριβώς οι συνθήκες είναι υπεύθυνες για το σχηματισμό διαφόρων μετασταθών φάσεων, αμόρφων και νανοδομικών υλικών, το σχηματισμό πόρων, πλεγματικών ατελειών κλπ.

3.2 Μηχανισμοί ανάπτυξης λεπτών υμενίων

Τα πρώτα στάδια σχηματισμού ενός υμενίου αναφέρονται σαν κατάσταση πυρηνοποίησης (nucleation stage). Κατά την κατάσταση της πυρηνοποίησης, άτομα, μόρια ή και ιόντα που εναποτίθενται και βρίσκονται σε συνεχή κίνηση, συμπυκνώνονται και σχηματίζουν μια ομοιόμορφη κατανομή από συσσωματώματα (clusters). Τα συσσωματώματα συνεχίζουν να αναπτύσσονται σε μέγεθος και πυκνότητα, καθώς νέα μόρια φτάνουν συνεχώς από τον στόχο στο υπόστρωμα, μέχρι να φτάσουν σε μια κρίσιμη ακτίνα στην οποία ο σχηματισμός των πυρήνων θα είναι θερμοδυναμικά ευεσταθής. Στην πορεία, με την προσρόφιση νέων μορίων, λαμβάνει χώρα ένα φαινόμενο συνένωσης των συσσωματωμάτων σε νησίδες. Λόγω της συνένωσης η επιφάνεια του υποστρώματος απογυμνώνεται με αποτέλεσμα να είναι δυνατή η επανάληψη τις διαδικασίας στον κενό χώρο και να συνεχιστεί μ' αυτό τον τρόπο η πυρηνοποίηση. Έτσι, σχηματίζεται ένα δίκτυο από νησίδες ανάμεσα από τις οποίες υπάρχουν κενά. Όταν τα κενά αυτά καλυφθούν έχουμε πλέον ένα υμένιο με τη συμπεριφορά συνεχούς μέσου.^[24]



Εικόνα 3.2: Διάγραμμα με τα στάδια ανάπτυξης ενός υμενίου: πυρηνοποίηση, ανάπτυξη νησίδων, σχηματισμός πολυκρυσταλλικού υμενίου, κάλυψη των κενών

Μέχρι τα μέσα του 20ου αιώνα, η κατανόηση της ανάπτυξης των υμενίων που περιγράφηκε προηγουμένως διαιρούνταν σε τρεις σχολές σκέψης. Ο Frank van der Merwe χρησιμοποίησε την θεωρία της ελαστικότητας για να περιγράψει ένα στρωματικό μοντέλο ανάπτυξης.^{[25],[26],[27]} Οι Volmer και Weber ξεκινώντας από την θεωρία της πυρηνοποίησης, υπέθεσαν την ανάπτυξη κρυσταλλικών υμενίων από τρισδιάστατους πυρήνες στο υπόστρωμα, ο ρυθμός ανάπτυξης των οποίων καθοριζόταν από τις ελεύθερες ενέργειες υποστρώματος και διεπιφανειών^[28]. Ένα τρίτο μοντέλο αναπτύχθηκε από τους Stranski-Krastanov οι οποίοι αρχικά υπέθεσαν τον σχηματισμό διδιάστατου στρώματος πάνω στο

οποίο κρύσταλλοι με την φυσική πλεγματική τους σταθερά θα αναπτυχθούν. Το μοντέλο βασίστηκε σε ατομικούς υπολογισμούς. [29]

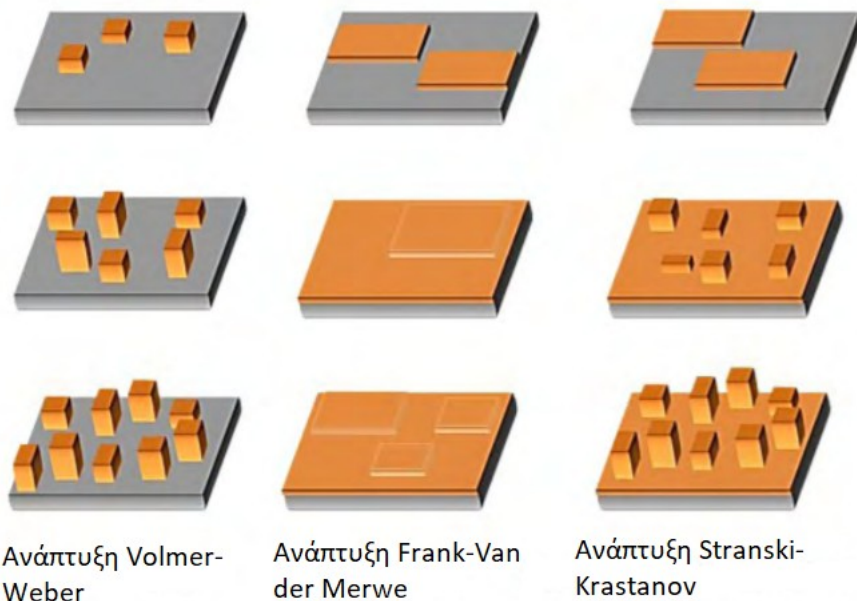
Η ανάπτυξη τύπου Frank-Van der Merwe περιγράφει τον σχηματισμό επίπεδων και παράλληλων φυλλοειδών δομών, καθώς οι αρχικοί πυρήνες αναπτύσσονται μόνο σε δύο κατευθύνσεις. Τα άτομα/μόρια που αποτελούν τα υμένια συνδέονται λιγότερο ισχυρά μεταξύ τους και περισσότερο ισχυρά με την επιφάνεια του υποστρώματος (ή τις διεπιφάνειες). Έτσι, κάθε ολοκληρωμένο μονόστρωμα καλύπτεται από ένα δεύτερο, πιο χαλαρά συνδεδεμένο με το πρώτο και καθώς το πάχος του υμενίου μεγαλώνει, η στρωματική ανάπτυξη διατηρείται.

A) Ανάπτυξη τύπου Volmer-Weber

Στην περίπτωση που τα άτομα/μόρια του στόχου σχηματίζουν πιο ισχυρούς δεσμούς μεταξύ τους απ' ό,τι με την επιφάνεια του υποστρώματος ξεκινάει μια διαδικασία πυρηνοποίησης σε 3 διαστάσεις. Η διαδικασία αυτή καταλήγει στην ανάπτυξη νησίδων από μικρότερα συσσωματώματα.

B) Ανάπτυξη τύπου Stranski-Krastanov

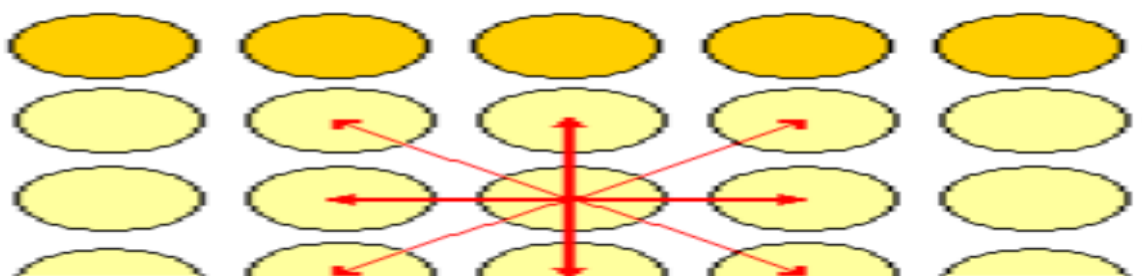
Ο τύπος ανάπτυξης Stranski-Krastanov συνδυάζει τους δύο προηγούμενους τρόπους ανάπτυξης. Το υμένιο ξεκινάει να σχηματίζεται στρωματικά. Στην πορεία ο τρόπος αυτός παύει να είναι ενεργειακά προτιμητέος οπότε συνεχίζεται η ανάπτυξη σε νησίδες. Παρατηρείται συνήθως σε συστήματα μετάλλου-μετάλλου και μετάλλου-ημιαγωγού.



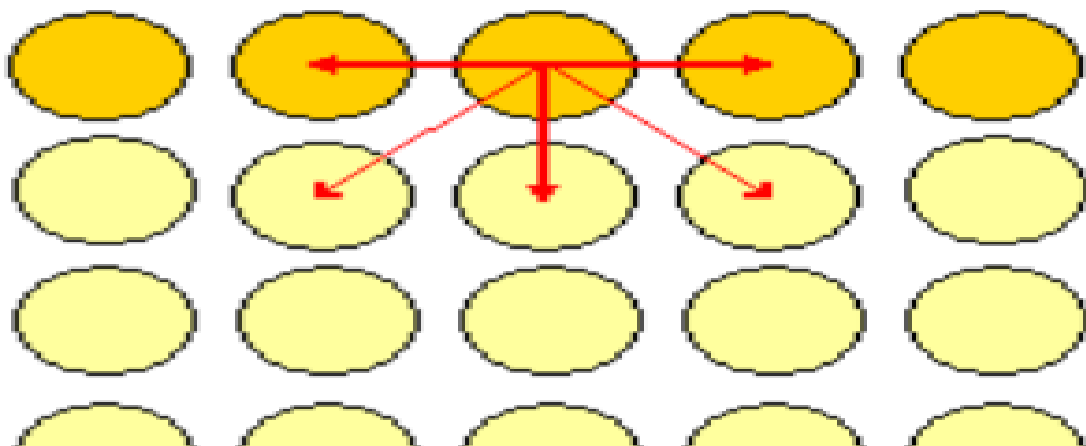
Εικόνα 3.3: Οι τρεις τύποι ανάπτυξης υμενίων σε τρισδιάστατη απεικόνιση

Γίνεται εύκολα κατανοητό, από την περιγραφή των παραπάνω τρόπων ανάπτυξης, ότι ο ρόλος που παίζει η επιφάνεια του υποστρώματος στον σχηματισμό των υμενίων είναι μεγάλος. Είναι απαραίτητο, λοιπόν, να έχουμε ξεκάθαρο το τι εννοούμε σε κάθε περίπτωση επιφάνεια και ποιες μηχανικές διεργασίες λαμβάνουν χώρα σ' αυτήν ώστε να καταστήσουν τον εκάστοτε τύπο ανάπτυξης ενεργειακά προτιμητέο.

Με τον όρο επιφάνεια, σε ατομικό επίπεδο, εννοούμε τα ανώτερα ατομικά στρωματικά επίπεδα του υποστρώματος. Λόγω της έλλειψης άλλων ατόμων πάνω από αυτά, η συμμετρία των δυνάμεων που δρουν στα άτομα της επιφάνειας “σπάει” και έτσι αυτά τα στρωματικά επίπεδα είναι ισχυρότερα συνδεδεμένα μεταξύ τους.



Εικόνα 3.4: Οι δυνάμεις που ασκεί ένα άτομο του εσωτερικού του υλικού. Με ανοιχτή απόχρωση τα εσωτερικά άτομα και με σκούρα τα επιφανειακά.



Εικόνα 3.5: Οι δυνάμεις που ασκεί ένα επιφανειακό άτομο. Με ανοιχτή απόχρωση τα άτομα στο εσωτερικό του υλικού και με σκούρα τα άτομα της επιφάνειας.

Στις Εικόνες 3.4 και 3.5 φαίνεται καθαρά το πως αλλάζει η συμμετρία στο πεδίο των δυνάμεων και κατ' επέκταση η ισχυρή/χαλαρή σύνδεση των ατομικών στρωμάτων. Πολύ σημαντικό, επίσης, είναι το κατά πόσο έχει μολυνθεί η επιφάνεια με άτομα του περιβάλλοντος χώρου, για παράδειγμα με

άτομα οξυγόνου, όταν αυτή έρθει σε επαφή με την ατμόσφαιρα. Η έκθεση στην ατμόσφαιρα θα οδηγήσει σε πιθανές αντιδράσεις τα επιφανειακά στρώματα του υλικού, πιθανότατα σε οξείδωση. Τα οξειδωμένα αυτά στρώματα θα γίνουν η βάση πάνω στην οποία θα σχηματιστούν τα υμένα. Οπότε, ορθότερο θα ήταν να θεωρήσουμε ως επιφάνεια την διεπιφάνεια μεταξύ των συμπυκνωμένων στρωμάτων του υποστρώματος με των ατόμων που βρίσκονται στην αέρια φάση.^[30]

3.3 Προσρόφηση στο υπόστρωμα

Ο πρώτος μηχανισμός που λαμβάνει χώρα, όταν τα άτομα/μόρια του στόχου φτάσουν στο υπόστρωμα είναι η επιφανειακή προσρόφηση (adsorption). Με τον όρο “επιφανειακή προσρόφηση” περιγράφεται ο σχηματισμός μορίων στην επιφάνεια του υποστρώματος από την αλληλεπίδραση των ατόμων του στόχου και της επιφάνειας. Αν τα μόρια που θα σχηματιστούν είναι συνδεδεμένα με χαλαρούς δεσμούς Van der Waals, τότε η προσρόφηση χαρακτηρίζεται φυσική. Αν τα μόρια είναι συνδεδεμένα με ιοντικούς ή ομοιοπολικούς δεσμούς, οι οποίοι σαφώς χαρακτηρίζονται από μεγαλύτερη ενέργεια, η προσρόφηση χαρακτηρίζεται χημική.

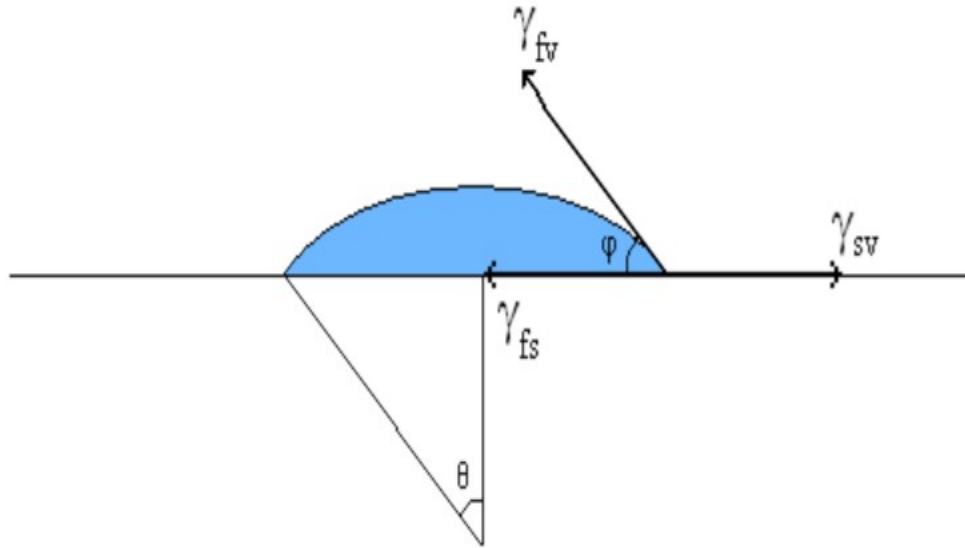
Η παραπάνω διαδικασία περιγράφεται ενεργειακά με τις επιφανειακές τάσεις (ενέργειες) που αναπτύσσονται μεταξύ της επιφάνειας, του υμενίου και των ατόμων σε αέρια φάση. Οι μονάδα της επιφανειακής τάσης είναι το J/m² αλλά χρησιμοποιείται επίσης και το N/m. Στην περίπτωση της ετερογενούς πυρηνοποίησης, όπου ατμοί μετάλλου επικάθονται στο υπόστρωμα, θερμοδυναμικά το σύστημα περιγράφεται με την σχέση του Young κατά την μηχανική ισορροπία:

$$\gamma_{sv} = \gamma_{fs} + \gamma_{fv} \cos \theta \quad [3.1]$$

με γ_{sv} : η ενέργεια υποστρώματος-ατμού

γ_{fs} : η ενέργεια υμενίου-υποστρώματος

γ_{fv} : η ενέργεια υμενίου-ατμού



Εικόνα 3.6: Η στερεοποίηση περιγραφόμενη από τη σχέση του Young σε όρους επιφανειακής τάσης.

Για την ανάπτυξη τύπου Frank-Van der Merwe, η διαβροχή των αποτιθέμενων ατόμων στην επιφάνεια του υποστρώματος μηδενίζει την γωνία θ . Άρα, η σχέση του Young παίρνει την ανισωτική μορφή:

$$\gamma_{sv} \geq \gamma_{fs} + \gamma_{fv} \quad [3.2]$$

Στην υποπερίπτωση της απόθεσης μετάλλου σε μέταλλο (ομοεπιταξία), η επιφανειακή τάση υμενίου-υποστρώματος μηδενίζεται. Συμπερασματικά, η ανάπτυξη Frank-Van der Merwe ευνοείται, όταν η επιφανειακή ενέργεια του υποστρώματος ισούται ή ξεπερνά την επιφανειακή ενέργεια του υμενίου.

Για την ανάπτυξη τύπου Volmer-Weber, η γωνία θ πρέπει να είναι μη μηδενική ώστε να έχουμε σχηματισμό νησίδων και η σχέση του Young παίρνει την ανισωτική μορφή:

$$\gamma_{sv} < \gamma_{fs} + \gamma_{fv} \quad [3.3]$$

Ξανά, στην υποπερίπτωση της ομοεπιταξίας, οι νησίδες σχηματίζονται όταν η επιφανειακή ενέργεια του υποστρώματος ξεπεραστεί από την επιφανειακή ενέργεια του υμενίου.

Για την ανάπτυξη τύπου Stranski-Krastanov, η επιφανειακή ενέργεια του υποστρώματος πρέπει ξεκάθαρα να ξεπερνά την επιφανειακή ενέργεια του υμενίου, όποτε έχουμε:

$$\gamma_{sv} > \gamma_{fs} + \gamma_{fv} \quad [3.4]$$

Το πέρασμα από την ανάπτυξη στρωματικά σε ανάπτυξη νησίδων απαιτεί τη δημιουργία πρώτα κάποιων στρωμάτων. Το γιατί δεν είναι ακόμα ξεκάθαρο. Πιθανόν, ο διαφορετικός προσανατολισμός υμενίου και υποστρώματος αποτρέπει ένα τέλειο ταίριασμα. Επίσης, η ανάμιξη των διαφορετικών συστατικών στην διεπιφάνεια να παίζει και αυτή ρόλο.

3.4 Παράγοντες που επηρεάζουν την εναπόθεση

Η διαδικασία της εναπόθεσης επηρεάζεται κατά κύριο λόγο από δύο παράγοντες. Ο πρώτος είναι η θερμοκρασία που έχει το υπόστρωμα και ο δεύτερος είναι η ταχύτητα με την οποία τα άτομα του στόχου φτάνουν στο υπόστρωμα. Και οι δυο παράγοντες παίζουν μεγάλο ρόλο στον καθορισμό της κρίσιμης ακτίνας που απαιτείται για να είναι θερμοδυναμικά ευσταθής ο πυρήνας όπως και στην ελεύθερη ενέργεια Gibbs.

Για το σύστημα υμένιο-υπόστρωμα, η ελεύθερη ενέργεια Gibbs είναι:

$$\Delta G = c r^3 \Delta G_v + a r^2 \gamma_{fv} + b r^2 \gamma_{fs} - c r^2 \gamma_{sv} \quad [3.5]$$

,όπου

$$a = 2\pi [1 - \cos(\theta)]$$

$$b = \pi \sin(\theta)^2$$

$$c = \pi [2 - 3\cos(\theta) - \cos(\theta)^3]$$

και ο ΔG_v μετριέται σε J/m³.

Ο πρώτος όρος της σχέσης της ελεύθερης ενέργειας Gibbs περιγράφει την ελεύθερη ενέργεια του όγκου της “σταγόνας”, και ο δεύτερος, τρίτος και τέταρτος όρος την ελεύθερη ενέργεια της διεπιφάνειας υμενίου-ατμών, υμενίου-υποστρώματος και υποστρώματος-ατμών αντίστοιχα.

Όταν η ελεύθερη ενέργεια Gibbs παίρνει την μέγιστη τιμή της, τότε επιτυγχάνεται η κατάσταση θερμοδυναμικής ισορροπίας. Για να υπολογίσουμε την κρίσιμη ακτίνα στην οποία συμβαίνει αυτό πρέπει να πάρουμε την παράγωγο της ελεύθερης ενέργειας Gibbs ως προς την ακτίνα r και να υπολογίσουμε την τιμή της ακτίνας στην περίπτωση του μηδενισμού της παραγώγου. Τελικά έχουμε:

$$r^o = -2(a\gamma_{fv} + b\gamma_{fs} - a\gamma_{sv}) / (3c^3 \Delta G_v) \quad [3.6]$$

Προκειμένου να ελέγξουμε την επίδραση της θερμοκρασίας του υποστρώματος T και της ταχύτητας της εναπόθεσης v στο σχηματισμό των υμενίων παίρνουμε την μερική παράγωγο των μεγεθών της κρίσιμης ακτίνας και της ελεύθερης ενέργειας Gibbs. Καταλήγουμε στις παρακάτω σχέσεις:

$$\left(\frac{\partial r^o}{\partial T}\right)_v > 0 \quad [3.7]$$

$$\left(\frac{\partial r^o}{\partial v}\right)_T < 0 \quad [3.8]$$

$$\left(\frac{\partial \Delta G^o}{\partial T}\right)_v > 0 \quad [3.9]$$

Από τις τρεις αυτές ανισώσεις μπορούμε να συμπεράνουμε τα εξής

1. Από την [3.7] βλέπουμε πως με αύξηση της θερμοκρασίας T έχουμε αύξηση της κρίσιμης ακτίνας. Επίσης, στις υψηλότερες θερμοκρασίες ευνοείται η ανάπτυξη Volmer-Weber, ενώ στις χαμηλότερες όχι.
2. Από την [3.8] βλέπουμε πως με αύξηση της ταχύτητας εναπόθεσης έχουμε μείωση της κρίσιμης ακτίνας.
3. Από την [3.9] βλέπουμε πως η κρίσιμη ελεύθερη ενέργεια Gibbs μειώνεται με την αύξηση της θερμοκρασίας υποστρώματος. Εφόσον το πλήθος των σχηματιζόμενων πυρήνων έχει άμεση εκθετική σχέση με την κρίσιμη ελεύθερη ενέργεια Gibbs ($N^o = n_s e^{-\Delta G^o / k_B T}$), τότε με την αύξηση της θερμοκρασίας θα μειώνεται και το πλήθος των πυρήνων που σχηματίζονται. Είναι προφανές πως αυτό θα προκαλεί αύξηση και στο χρόνο που χρειάζεται για να σχηματιστεί και ένα συνεχές υμένιο.^[31]

3.5 Διάχυση και κινητικές διεργασίες κατά την πυρηνοποίηση και ανάπτυξη

Τα άτομα του στόχου κατά την πρόσπτωσή τους στο υπόστρωμα διασκορπίζονται/διαχέονται εξαιτίας του ότι κινούνται με μεγάλη ταχύτητα και η πιθανότητα να σχηματίσουν πυρήνες ελαττώνεται. Κάποια από τα άτομα του στόχου, καθώς προσκρούουν στην επιφάνεια, επιστρέφουν στην αέρια φάση μετά από το πέρας ενός ελάχιστου χρόνου t_s . Ο χρόνος αυτός υπολογίζεται από τον τύπο:

$$t_s = \frac{1}{f} e^{E_d / k_B T} \quad [3.10]$$

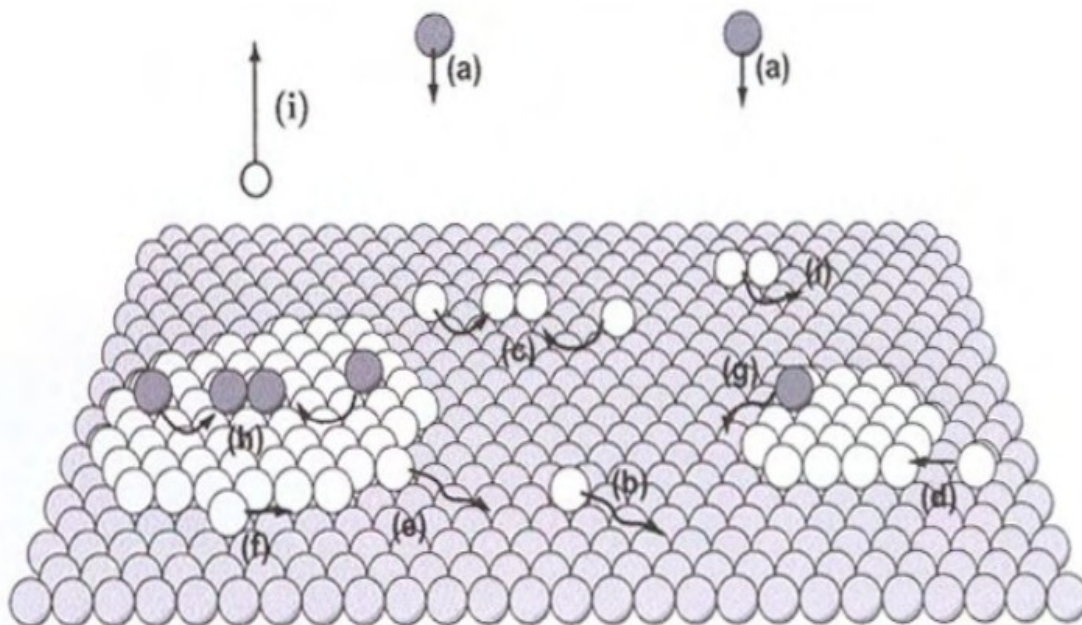
,όπου

- f είναι η συχνότητα δόνησης ενός προσροφημένου ατόμου στην επιφάνεια
- E_d η ενέργεια που απαιτείται για α επιστρέψει ένα άτομο στην αέρια φάση
- T η θερμοκρασία του υποστρώματος

Τα εναποθεθέντα άτομα είτε διαχέονται τυχαία πάνω στο υπόστρωμα και σχηματίζουν ζεύγη με άλλα άτομα, είτε προσκολλώνται σε συσσωματώματα. Αυτές οι περιπτώσεις είναι δεσμευτικές για τα άτομα και είναι αδύνατον στην συνέχεια να επιστρέψουν στην αέρια φάση. Επίσης, είναι αρκετά συχνές όταν η επιφάνεια εμφανίζει κάποιες ατέλειες όπως ρωγμές, δυσμορφίες κλπ. Αυτό σημαίνει πως αυξάνεται σαν μέγεθος και η E_d , οπότε εμφανίζεται και μεγαλύτερη συγκέντρωση σχηματιζόμενων πυρήνων.

Υπάρχουν διάφορες διεργασίες με τις οποίες τα άτομα αναλώνονται κατά τη διάχυσή τους στην επιφάνεια. Αυτές είναι πιθανή διάλυση πάνω στο υπόστρωμα, αιχμαλωσία στις ατέλειες της επιφάνειας, πυρηνοποίηση/απορρόφηση σε συσσωματώματα, και φυσικά επιστροφή στην αέρια φάση.

Σε μια ιδανική επιφάνεια οι ατέλειες δεν θα υπήρχαν. Στην πραγματικότητα, όμως, είναι δεδομένο πως θα υπάρχουν και η συμμετοχή τους στο σχηματισμό των υμενίων πρέπει να λαμβάνεται υπόψη. Από τη στιγμή που καθορίζουν την πρόσδεση του ατόμων και των συσσωματωμάτων στο υπόστρωμα παρεμβαίνουν στις διαδικασίες προσρόφησης, διάχυσης και πυρηνοποίησης. Κατά την ανάπτυξη Frank-Van der Merwe επιδιώκεται η δημιουργία ενός συνεχούς “σκαλοπατιού” για να ξεπεραστεί το εμπόδιο του ενεργειακού φράγματος πυρηνοποίησης. Κατά την ανάπτυξη Volmer-Weber, στην οποία το ενεργειακό φράγμα υπάρχει εκ των πραγμάτων, η παρουσία ατελειών που δεσμεύουν τα άτομα χαμηλώνει την τιμή του κρόνου διευκολύνοντας το σχηματισμό των νησίδων.



Εικόνα 3.7: Σχηματική απεικόνιση των διαδικασιών που υφίστανται τα άτομα κατά την ανάπτυξη υμενίων σε επιφάνειες. (α) Πρόσπτωση ατόμων, (β) διάχυση μονομερών, (γ) σχηματισμός διμερών, (δ) προσάρτηση μονομερών σε νησιά ή ακμές, (ε) απομάκρυνση ατόμων από νησιά ή ακμές, (ς) διάχυση ατόμων κατά μήκος ακμών, (ζ) πτώση στην επιφάνεια, (η) σχηματισμός διμερών πάνω στα νησιά, (θ) επιστροφή ατόμων στην αέρια φάση σε υψηλές θερμοκρασίες.

Ένα μέγεθος ενδεικτικό της διάχυσης που λαμβάνει μέρος σε ένα λεπτό υμένιο είναι η τραχύτητα του κάθε υποστρώματος. Έχει αποδειχθεί ότι ο τύπος που συσχετίζει την τραχύτητα με το χρόνο εναπόθεσης του κάθε μονοστρώματος :

$$R = \sqrt{D} 2 \sqrt{t} \quad [3.11]$$

από τον οποίο μπορούμε να εξάγουμε τον τύπο που θα μας δώσει το συντελεστή διάχυσης στο λεπτό υμένιο :

$$D = R^2 / 4t \quad [3.12]$$

Συνοψίζοντας το μηχανισμό εναπόθεσης και διάχυσης των ατόμων πάνω σε επιφάνεια:

Τα άτομα του στόχου, σε αέρια φάση, προσκρούουν στην επιφάνεια. Μετά την προσρόφησή τους σε αυτήν, διαχέονται με μια σταθερά διάχυσης D . Σ' αυτό το σημείο δημιουργούνται διμερή μετά την συνένωση με άλλα άτομα ή συσσωματώματα με την προσκόλληση σε υπάρχουσες νησίδες. Έπειτα, μπορούν να αποκολληθούν από αυτές και να διαχυθούν κατά μήκος των γραμμών αυτών ή να διαλυθούν στο υπόστρωμα. Τέλος, εφόσον είναι ενεργειακά επιτρεπτό μπορούν να επιστρέψουν στην αέρια φάση.

Ο αριθμός των πυρήνων θα αυξάνεται καθώς περνά ο χρόνος μέχρι το σημείο που θα αρχίσει το φαινόμενο της συνένωσης αφού οι πυρήνες θα έρθουν σε επαφή.

Κεφάλαιο 4

Μαγνητική ανισοτροπία – Ο ρόλος του σχήματος και της διεπιφάνειας

4.1 Μαγνητική Ανισοτροπία

Αν και θεωρητικά θα περίμενε κανείς πως η μαγνητική ροπή θα ευθυγραμμιζόταν με τις γραμμές του εξωτερικά εφαρμοζόμενου μαγνητικού πεδίου είναι γνωστό πως αυτό δεν συμβαίνει πάντα και τα μαγνητικά υλικά εμφανίζουν φαινόμενα υστέρησης. Η εξήγηση βρίσκεται στην ισχυρή εξάρτηση που έχει η ελεύθερη ενέργεια από την διεύθυνση της μαγνήτισης σε σχέση με κάποιον άξονα. Ο προτιμητέος άξονας προσανατολισμού ονομάζεται *άξονας εύκολης μαγνήτισης* (χαμηλή ενέργεια ανισοτροπίας), και αντίστοιχα υπάρχουν οι *άξονες δύσκολες μαγνήτισης* (υψηλή ενέργεια ανισοτροπίας). Η εξάρτηση αυτή καλείται μαγνητική ανισοτροπία, συνδέεται άμεσα με την ύπαρξη συνεκτικού πεδίου και καθορίζει σε μεγάλο βαθμό την καταλληλότητα του υλικού για διάφορες εφαρμογές.

Η προέλευση της ανισοτροπίας δεν είναι μαγνητοστατική αλλά ηλεκτροστατική και εξηγείται με βάση τη κβαντομηχανική (όπως και η ενέργεια ανταλλαγής). Η μαγνητική ανισοτροπία οφείλεται στη σύζευξη μεταξύ του ηλεκτρονικού spin, που καθορίζει κυρίως τη μαγνητική ροπή και της κατανομής των ηλεκτρονικών φορτίων (τροχιάς). Η κατανομή των ηλεκτρονικών φορτίων επηρεάζεται από το κρυσταλλικό πεδίο των γειτονικών ατόμων (σύζευξη τροχιάς-πλέγματος). Όταν ένα εξωτερικό πεδίο προσπαθεί να αλλάξει τη κατεύθυνση του spin ενός ηλεκτρονίου, η τροχιά τείνει επίσης να αλλάξει κατεύθυνση, όμως εξαιτίας της ισχυρής σύζευξης με το πλέγμα, αντιστέκεται στη προσπάθεια στροφής του spin. Η ενέργεια ανισοτροπίας για τη περιστροφή του spin μακριά από τον εύκολο άξονα είναι επομένως η ενέργεια που οφείλεται στη σύζευξη spin-τροχιάς.

Η μαγνητική ανισοτροπία διακρίνεται σε τέσσερις κατηγορίες:

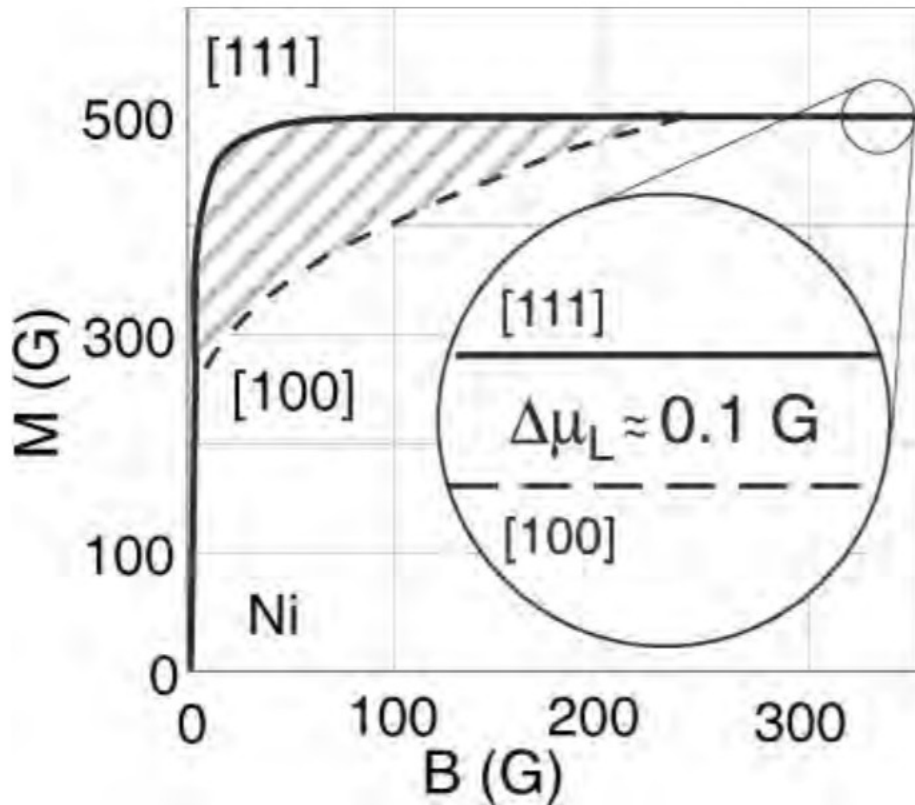
1. Μαγνητοκρυσταλλική Ανισοτροπία
2. Ανισοτροπία Σχήματος
3. Μαγνητοελαστική Ανισοτροπία:
4. Επιφανειακή Ανισοτροπία:

Παρακάτω γίνεται αναφορά στην ενέργεια προσανατολισμού της μαγνήτισης.

4.2 Ενέργεια Μαγνητικής Ανισοτροπίας

Η ενέργεια που προσανατολίζει τη μαγνήτιση κατά μήκος συγκεκριμένων κρυσταλλογραφικών αξόνων στους σιδηρομαγνητικούς κρυστάλλους ονομάζεται Ενέργεια Μαγνητικής Ανισοτροπίας. Σε ατομικό επίπεδο, για την περίπτωση του σιδηρομαγνητικού νικελίου fcc, ένας τρόπος υπολογισμού αυτής της ποσότητας περιλαμβάνει την καμπύλη υστέρησης (Εικόνα 4.1) και είναι ο εξής:

$$E_{M.A.} \approx (1/2) \Delta M \Delta B \approx (1/2) 200 \cdot 200 \text{ G}^2 \approx 0.2 \text{ } \mu\text{eV} / \text{άτομο} \quad [4.1]$$



Εικόνα 4.1: Καμπύλες μαγνήτισης για το καθαρό Ni. Εύκολος άξονας: [111]
Δύσκολος άξονας [100]

Αυτή η τιμή της ενέργειας είναι δύο τάξης μεγέθους περίπου μικρότερη από την ολική ενέργεια ανά άτομο στα στερεά (περίπου 10eV), και δεν γίνεται να αγνοηθεί. Επίσης, η Ενέργεια Μαγνητικής Ανισοτροπίας είναι ανάλογη με την ανισοτροπία της τροχιακής ροπής σύμφωνα με την σχέση^[32]:

$$E_{M.A.} = a \frac{\xi}{4\mu_B} \Delta\mu_L \quad [4.2]$$

,όπου

ξ είναι η παράμετρος σύζευξης σπιν-τροχιάς

μ_L είναι η τροχιακή ροπή (μεγιστοποιείται στην διεύθυνση του εύκολου άξονα)

Για κυβικούς κρυστάλλους η μεγάλη συμμετρία οδηγεί σε χαμηλή ανισοτροπία (περίπου $0.0001\mu_B/\text{άτομο}$), πράγμα που σημαίνει ότι και η Ενέργεια Μαγνητικής Ανισοτροπίας θα είναι μικρή. Οι διαφορές στις τροχιακές ροπές δηλώνουν και διαφορά στη μαγνήτιση κόρου μεταξύ του εύκολου και του δύσκολου άξονα. Άρα, σε σιδηρομαγνητικούς κρυστάλλους (Fe, Co, Ni) η μαγνήτιση κόρου θα εξαρτάται από τον κρυσταλλογραφικό άξονα στη διεύθυνση του οποίου έγινε η μέτρηση.

4.3 Ανισοτροπία σε λεπτά υμένια

Για τον προσδιορισμό της ανισοτροπίας στα λεπτά υμένια, πρέπει να ξεκινήσουμε από την πυκνότητα της ολικής ελεύθερης ενέργειας. Για μια μαγνητική περιοχή και για την περίπτωση πχ της κυλινδρικής συμμετρίας^[33], παίρνουμε:

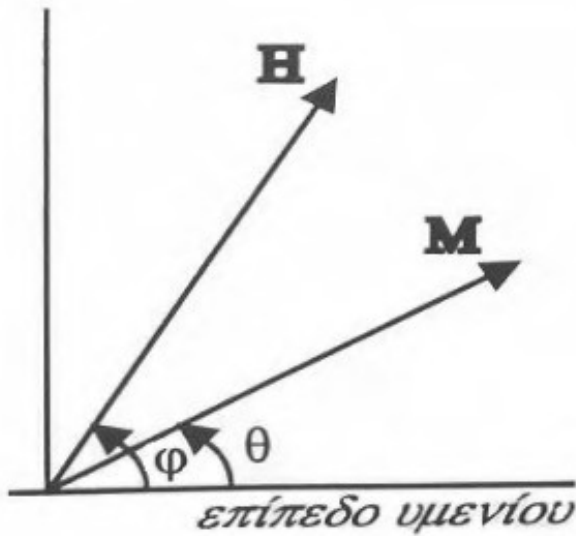
$$F = F_A + F_D + F_S \quad [4.3]$$

, όπου $F_A = K_{ul} \sin^2 \theta + K_{ul} \sin^4 \theta$ είναι η Ενέργεια Μαγνητικής Ανισοτροπίας

$F_D = 2\pi M_s^2 \sin^2 \theta$ είναι η Ενέργεια Απομαγνητισμού

$F_S = -M_s H \cos(\varphi - \theta)$ είναι η Ενέργεια λόγω Πεδίου (όρος Zeeman)

Η γωνία φ είναι η γωνία που σχηματίζει το μαγνητικό πεδίο H με το επίπεδο του υμενίου και η θ είναι αντίστοιχα η γωνία μεταξύ της μαγνήτισης κόρου M_s και του επιπέδου του υμενίου. Η ανάλυση μπορεί να γίνει λαμβάνοντας τις γωνίες φ και θ σε σχέση με την κάθετο στο επίπεδο του δείγματος και οι σχέσεις έχουν τη μορφή που δίνεται στον παρακάτω πίνακα.



Εικόνα 4.2: Αναπαράσταση της μαγνήτισης M_s ενός μαγνητικού πεδίου εντός μαγνητικού πεδίου

Σε κατάσταση ισορροπίας, η ελεύθερη ενέργεια δεν μεταβάλλεται σε σχέση με την γωνία, δηλαδή

$$\frac{dF}{d\theta} = 0$$

και με παραγωγή της [4.3],

$$(K_{u1} + K_{u2} + 2\pi M_s^2) \sin 2\theta - \frac{1}{2} K_{u2} \sin 4\theta - M_s H \sin(\varphi - \theta) = 0 \quad [4.4]$$

όπου $K = K_{u1} + K_{u2} + 2\pi M_s$

είναι η σταθερά φαινόμενης ανισοτροπίας (effective anisotropy constant). Όταν η υστέρηση είναι μικρή, η σταθερά αυτή αντιστοιχεί στο εμβαδόν περικλείεται ανάμεσα στους βρόχους υστέρησης για πεδίο παράλληλο και κάθετο στον “εύκολο” άξονα.

Μέτρηση από το επίπεδο	Μέτρηση από την κάθετο
$K^p = K_{u1}^p + K_{u2}^p + 2\pi M^2$	$K^n = K_{u1}^n + K_{u2}^n - 2\pi M^2$
$K^p > 0$ παράλληλη ανισοτροπία	$K^n > 0$ κάθετη ανισοτροπία
$K^p < 0$ κάθετη ανισοτροπία	$K^n < 0$ παράλληλη ανισοτροπία
$F^p = K_{u1}^p \sin^2 \theta^p + K_{u2}^p \sin^4 \theta^p + 2\pi M^2 \sin^2 \theta^p - MH \cos(\varphi^p - \theta^p)$	$F^n = K_{u1}^n \sin^2 \theta^n + K_{u2}^n \sin^4 \theta^n + 2\pi M^2 \sin^2 \theta^n - MH \cos(\varphi^n - \theta^n)$
$\theta^p = -\theta^n$	
$K^p = -K^n$	
$K_{u2}^p = K_{u2}^n$	
$K_{u1}^p = -(K_{u1}^n + 2K_{u2}^n)$	
$L^p = -L^n$	
$F^p = -(K_{u1}^n + K_{u2}^n) + F^n$	

Πίνακας 4.1: Σχέση βασικών μεγεθών σε δύο συστήματα αναφοράς, όπου η μέτρηση των γωνιών γίνεται από το επίπεδο του υμενίου ή κάθετα από αυτό

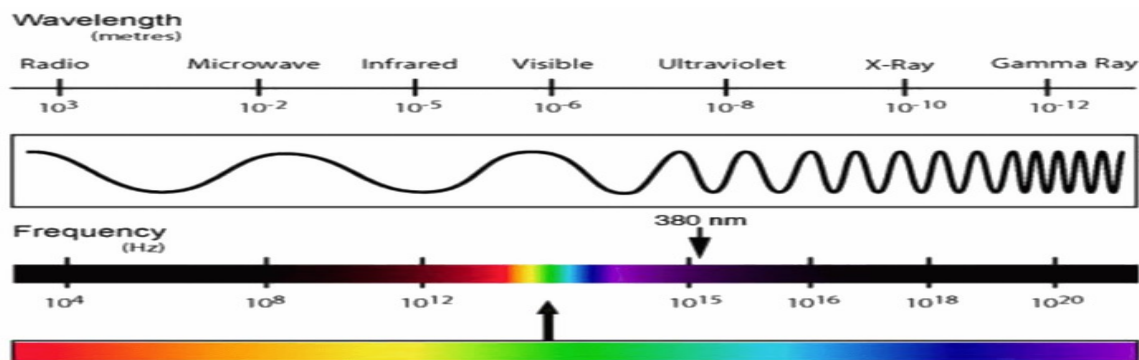
Κεφάλαιο 5

Τεχνικές XRR, VSM και Sputtering

5.1 Τεχνική Χαρακτηρισμού XRR

5.1.1 Ακτίνες X

Οι ακτίνες X (X-rays) αποτελούν κομμάτι της ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας. Λόγω του μήκους κύματος που τις χαρακτηρίζει (0.01-20nm) είναι αόρατες στο γυμνό μάτι, αλλά μπορούν να διεισδύσουν σε πολλά υλικά αδιαφανή στο φως. Η διαφάνεια των διάφορων υλικών βρέθηκε ότι είχε εξάρτηση από τις ατομικές ιδιότητές τους, το πάχος τους, τις πυκνότητές τους και σε ένα μεγάλο βαθμό από την διεισδυτική δύναμη των ακτίνων.



Εικόνα 5.1: Το φάσμα της Η/Μ ακτινοβολίας

Παίρνοντας υπόψη τη θεωρία του de Broglie για το κυματοσωματιδιακό δυϊσμό της ύλης^[34], μπορούμε να θεωρήσουμε ότι οι ακτίνες X εμφανίζουν τόσο κυματική συμπεριφορά όσο και σωματιδιακή ως διακριτά και ασυνεχή ποσά ή “κβάντα” ενέργειας. Χρησιμοποιώντας, λοιπόν, την πρόταση του Planck^[35] ότι η ενέργεια ακτινοβολίας εκπέμπεται σε διακριτά ποσά με τιμή

$$E = hf \quad ,$$

όπου h =η σταθερά του Planck

f =η συχνότητα της ακτινοβολίας

και $c = \lambda f$,

όπου c =η ταχύτητα του φωτός στο κενό

λ =το μήκος κύματος της ακτινοβολίας

παίρνουμε την σχέση

$$E = \frac{hc}{\lambda}$$

από την οποία μπορούμε να υπολογίσουμε την ενέργεια που αντιστοιχεί σε κάθε μήκος κύματος.

Με βάση το μήκος κύματος ή την ενέργεια, οι ακτίνες X κατατάσσονται στις παρακάτω κατηγορίες κατάλληλες για διάφορες εφαρμογές:

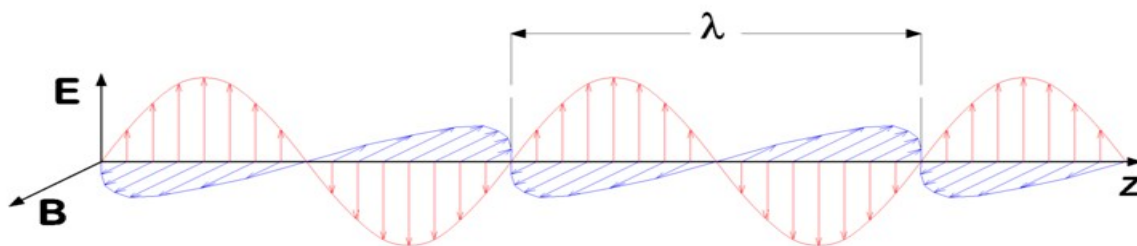
200-100	0.062-0.12	Πολύ Μαλακές ακτίνες X	Ολογραφία, Μοριακή Φυσική, Λιθογραφία
100-10	0.12-1.2	Μαλακές ακτίνες X	Ατομική Φυσική, Φυσική Στερεών
10-2	1.2-6	Σχεδόν Μαλακές ακτίνες X	Ατομική Φυσική, Φυσική επιφανειών
2-0.5	6-25	Κανονικές, συνήθεις ή Κρυσταλλογραφικές	Κρυσταλλογραφία, Τοπογραφία, Ατομική Φυσική
0.5-0.1	25-120	Σκληρές ακτίνες X	Ατομική Φυσική, Φυσική στερεών, Ακτινοδιαγνωστική Ιατρική
0.1-	120	Πολύ Σκληρές ακτίνες X	Μεταλλουργία, Ακτινοθεραπευτική

Πίνακας 5.1: Ακτίνες X

Ανάλογα με την εφαρμογή στην οποία στοχεύουμε, έχουν αναπτυχθεί μια πληθώρα τεχνικών βασισμένες στις ακτίνες X. Κάποιες από αυτές είναι οι: κρυσταλλογραφία ακτίνων X (X-ray crystallography), ανακλωμετρία ακτίνων X (X-ray reflectometry, XRR).

5.1.2 Διάδοση ακτίνων X

Το 1864, ο J.C. Maxwell παρουσίασε μια εργασία στην οποία περιέγραφε τη διάδοση μεταβαλλόμενων ηλεκτρικών και μαγνητικών πεδίων στο κενό ή σε υλικό μέσο και τη συσχέτιζε με τη διάδοση ακτινοβολίας. Η υπόθεση αυτή αποδείχτηκε το 1887 από τον Heinrich Hertz. Ο τελευταίος έδειξε επίσης ότι η ακτινοβολία και το φως εμφανίζουν πολλές κοινές ιδιότητες, π.χ. ανάκλαση και διάθλαση.



Εικόνα 5.2: Διαδιδόμενο ΗΜ κύμα (εγκάρσιο)

Ξεκινώντας από τις εξ. Maxwell απουσία ελεύθερων φορτίων και ρευμάτων:

$$\bullet \quad \nabla \cdot \mathbf{E} = 0 \quad [5.1]$$

$$\bullet \quad \nabla \times \mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} \quad [5.2]$$

$$\bullet \quad \nabla \cdot \mathbf{B} = 0 \quad [5.3]$$

$$\bullet \quad \nabla \times \mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{E} + \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial \mathbf{E}}{\partial t} \quad [5.4]$$

και παίρνοντας τον στροβιλισμό της [5.2] και της [5.4] καταλήγουμε στις:

$$\nabla^2 \mathbf{E} - \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial^2 \mathbf{E}}{\partial t^2} = 0 \quad [5.5]$$

και

$$\nabla^2 \mathbf{B} - \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial^2 \mathbf{B}}{\partial t^2} = 0 \quad [5.6]$$

οπότε το ηλεκτρικό πεδίο $\mathbf{E}$ και το μαγνητικό πεδίο $\mathbf{B}$ ικανοποιούν ξεχωριστά την ίδια εξίσωση.

Έτσι, αν $\psi(\mathbf{r}, t)$ είναι οποιαδήποτε από τις 6 κάθετες συνιστώσες ($E_x, E_y, E_z, B_x, B_y, B_z$) των $\mathbf{E}$ και $\mathbf{B}$, τότε

$$\nabla^2 \psi - \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial^2 \psi}{\partial t^2} = 0 \quad [5.7]$$

Στην περίπτωση της διάδοσης σε μη αγωγίμο μέσο $\sigma=0$, παίρνουμε την τρισδιάστατη κυματική εξίσωση

$$\nabla^2 \psi - \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial^2 \psi}{\partial t^2} = 0 \quad [5.8]$$

Αν αναζητήσουμε λύση για την ειδική περίπτωση του επίπεδου κύματος δηλ για την περίπτωση που το κύμα διαδίδεται στη μια κατεύθυνση (πχ στην z) και η ψ είναι συνεχώς σταθερή στο επίπεδο xy , τότε η [5.8] γίνεται:

$$\frac{\partial^2 \psi}{\partial z^2} - \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial^2 \psi}{\partial t^2} = 0$$

Θεωρώντας πως το κύμα διαδίδεται και προς τα θετικά και προς τα αρνητικά της z διεύθυνσης αποδεικνύεται πως $v = \sqrt{\mu_0 \epsilon_0}$, άρα

$$\frac{\partial^2 \psi}{\partial z^2} - \frac{1}{v^2} \frac{\partial^2 \psi}{\partial t^2} = 0 \quad [5.9]$$

Η λύση της [5.9] δίνεται με τη μέθοδο των χωριζομένων μεταβλητών

$$\psi(z, t) = \psi_0 e^{i(kz - \omega t)} \quad [5.10] \text{, όπου } \psi_0 \text{ μια σταθερά και } k = \eta \text{ σταθερά διάδοσης με}$$

$$k^2 = \frac{\omega^2}{v^2} \text{ και } \omega = \eta \text{ γωνιακή συχνότητα}$$

Από τη στιγμή που η ψ περιγράφει μια συνιστώσα του $\mathbf{E}$ ή του $\mathbf{B}$ είναι φυσική ποσότητα και θα πρέπει να είναι πραγματικός αριθμός. Οπότε

$$\psi_{\text{physical}} = \Re \psi$$

Για τη διάδοση των πεδίων σε μία διάσταση:

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}_0 e^{i(kz - \omega t)} \text{ και } \mathbf{B} = \mathbf{B}_0 e^{i(kz - \omega t)} \quad [5.11].$$

Για να γενικεύσουμε το παραπάνω αποτέλεσμα θεωρούμε πως το επίπεδο κύμα πλέον διαδίδεται σε μια αυθαίρετη κατεύθυνση σε αντιστοιχία με ένα σει συντεταγμένων αξόνων. Εκφράζοντας το μαθηματικά, η ψ πρέπει να έχει εξάρτηση μόνο από το t και την απόσταση ζ ενός δοσμένου επιπέδου από την αρχή των αξόνων, έτσι ώστε $\psi = \psi(\zeta, t)$. Αν η κατεύθυνση του επιπέδου περιγράφεται από το κάθετο διάνυσμα $\hat{n}$ και το $\mathbf{r}$ είναι το διάνυσμα θέσης ενός αυθαίρετου σημείου στο επίπεδο, τότε η εξίσωση του επιπέδου είναι $\zeta = \hat{n} \cdot \mathbf{r}$ και

$$\psi = \psi_0 e^{i(k\zeta - \omega t)} = \psi_0 e^{i(k\hat{n} \cdot \mathbf{r} - \omega t)}.$$

Εφόσον το κάθετο διάνυσμα βρίσκεται πάντα στην κατεύθυνση της διάδοσης του κύματος, μπορούμε να πάρουμε το k θετικό και να ορίσουμε ένα διάνυσμα διάδοσης $\mathbf{k}$ ως $\hat{k} = k\hat{n} = k\hat{k}$, ώστε να μπορούμε να γράψουμε $\psi = \psi_0 e^{i(\mathbf{k} \cdot \mathbf{r} - \omega t)}$.

Αφού, εξ αρχής η ψ μπορεί να είναι μια συνιστώσα του $\mathbf{E}$ ή του $\mathbf{B}$, η γενίκευση των [5.11] θα είναι

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}_0 e^{i(\mathbf{k} \cdot \mathbf{r} - \omega t)} \quad \text{και} \quad \mathbf{B} = \mathbf{B}_0 e^{i(\mathbf{k} \cdot \mathbf{r} - \omega t)} \quad [5.12]^{[36]}$$

5.1.3 Ανακλομετρία Ακτίνων X (XRR)

Η ανακλομετρία ακτίνων X (X-Ray Reflectometry) είναι μια αναλυτική, μη καταστρεπτική τεχνική για τη διερεύνηση επιφανειών και περιοχών κοντά στην επιφάνεια διάφορων συστημάτων δειγμάτων. Τα δείγματα αυτά μπορούν να είναι: α) μονοκρυσταλλοί, πολυκρυσταλλοί και άμορφα, β) πολυμερή, οργανικά (Langmuir, Blodget κ.α.), υγρά. Η μέθοδος στηρίζεται στην ανάκλαση δέσμης ακτίνων X πάνω σε επιφάνειες-διεπιφάνειες.

5.1.4 Ιστορική εξέλιξη της τεχνικής

1895: Ο W. C. Röntgen ανακαλύπτει τις ακτίνες X^[37]

1923: Ο A. H. Compton κάνει την πρώτη μέτρηση βασισμένη σε ανάκλαση ακτίνων X. Το δείγμα είναι στερεό με λεία επιφάνεια. Ανακαλύπτει την κρίσιμη γωνία στην περίπτωση της ολικής ανάκλασης^[38]

1931: Ο H. Kiessig παρατηρεί ταλαντώσεις στην ένταση της ανακλώμενης δέσμης των ακτίνων X ενός λεπτού στρώματος σε υπόστρωμα. Οι θέσεις αυτών των ταλαντώσεων σχετίζονται με το πάχος των λεπτών υμενίων και είναι γνωστές ως “κροσσοί Kiessig” (Kiessig-fringes)^[39]

1940: Οι DuMont και Youtz κάνουν μετρήσεις XRR σε πολυστρωματικά υμένια και βρίσκουν κορυφές αντίστοιχες με τις κορυφές Bragg σε κρυστάλλους^[40]

1954: Ο Parrat δημοσιεύει έναν αναδρομικό τύπο για τον υπολογισμό των κλίσεων ανακλαστικότητας βασισμένο στους συντελεστές Fresnel για την ανάκλαση και την διάδοση.^[41]

1964: Ο Y. Yoneda εντοπίζει κορυφές διαχεόμενα σκεδαζόμενης ακτινοβολίας, γνωστές ως “πτέρυγες Yoneda” (Yoneda wings). Ο κορυφές θεωρήθηκε ότι εμφανίζονταν λόγω της τραχύτητας του στρώματος, και αν και η ερμηνεία αυτή αποδείχτηκε λανθασμένη, υπήρξε εξαιρετικού ενδιαφέροντος για την άντληση πληροφοριών όσον αφορά in-plane παραμέτρους της τραχύτητας^[42]

1979: Ο W. C. Marra κάνει τις πρώτες μετρήσεις περίθλασης ακτίνων X υπό τη συνθήκη ολικής εξωτερικής ανάκλασης^[43]

1980: Οι L. Nénot και P. Croce εισάγουν ένα συντελεστή Debye-Waller στην θεωρία Fresnel για την ποσοτική περιγραφή της επίδρασης της τραχύτητας στην κατοπτρική ανάκλαση^[44]

1988: Οι S. K. Sinha κ.α. αναπτύσσουν μια θεωρία για ανάκλαση διαχεόμενων ακτίνων X^[45]

1993: Το πρώτο εμπορικά διαθέσιμο ανακλασιόμετρο ακτίνων X στη βάση του D5000 (Siemens Röntgenanalytik, Karlsruhe)

Σήμερα: Ευρεία χρήση της ανακλασιομετρίας ακτίνων X στην έρευνα και τη βιομηχανία

5.1.5 Φυσικός Μηχανισμός

Όταν ακτίνες X πέσουν πάνω σε ένα δείγμα, διάφοροι τύποι αλληλεπίδρασης μπορούν να συμβούν: φωτοηλεκτρικό φαινόμενο, φθορισμός, παραγωγή ηλεκτρονίων Auger, σκέδαση Compton, συνεκτική σκέδαση. Από αυτές, μόνο η τελευταία μπορεί να οδηγήσει σε φαινόμενο σκέδασης. Αυτό που συμβαίνει είναι μια τέλεια ελαστική κρούση ανάμεσα σε ένα φωτόνιο και ένα ηλεκτρόνιο το οποίο οδηγεί στην αλλαγή της κατεύθυνσης του φωτονίου διατηρώντας την ενέργεια και την φάση του.

Προφανώς οι σκεδαζόμενες ακτίνες που παρατηρούνται δεν προέρχονται μόνο από μια σκέδαση ενός φωτονίου σε ένα ηλεκτρόνιο, αλλά από τις σκεδάσεις μια ομάδας φωτονίων σε μια ομάδα ηλεκτρονίων. Άρα πρέπει να πάρουμε υπόψιν την ύπαρξη ενός αριθμού ηλεκτρονίων σ' ένα άτομο. Από μηδενική γωνία παρατήρησης, όλα τα σκεδαζόμενα κύματα βρίσκονται στην ίδια φάση και δίνουν ίδια ένταση. Αυξάνοντας, ωστόσο, την γωνία, τα σκεδαζόμενα κύματα ακολουθούν όλο και μεγαλύτερα μήκη για να φτάσουν στον ανιχνευτή. Αυτό οδηγεί σε μερικώς καταστρεπτική συμβολή των κυμάτων και επομένως μικρότερη ένταση. Αναγκάζομαστε, λοιπόν, να εισάγουμε ένα παράγοντα για κάθε τύπο ατόμου, τον παράγοντα ατομικής σκέδασης f_0 . Ο παράγοντας αυτός παίρνει την μέγιστη τιμή του, τον αριθμό των ηλεκτρονίων στο άτομο, για γωνία 0° , ενώ για μεγαλύτερες γωνίες φθίνει γρήγορα σαν συνάρτηση του $\frac{\sin(\theta)}{\lambda}$. Οι ακριβείς τιμές του f_0 εξάγονται αν ολοκληρώσουμε τα σκεδαζόμενα κύματα στην ηλεκτρονιακή κατανομή πέριξ του ατόμου.

Η θεώρηση αυτή υποθέτει ένα ηλεκτρόνιο ελεύθερο να κινείται μόνο λόγω της κινητικής του ενέργειας. Ωστόσο, ως κομμάτι ενός ατόμου, το ηλεκτρόνιο βρίσκεται κάτω από την επίδραση ενός δυναμικού πεδίου. Αυτό σημαίνει ότι προϋπόθεση για διέγερση σε μια υψηλότερη ενεργειακή κατάσταση είναι να βρίσκεται το μήκος κύματος της ακτινοβολίας μέσα στα όρια απορρόφησης του ατόμου. Κατά τη διαδικασία της αποδιέγερσης στη βασική κατάσταση, ένα φωτόνιο με αντίστοιχη ενέργεια εκπέμπεται. Το εκπεμπόμενο φωτόνιο, όμως, έχει μια καθυστέρηση φάσης σε σχέση με το σκεδαζόμενο φωτόνιο. Γι' αυτό, ο ατομικός παράγοντας σκέδασης πρέπει να διορθωθεί εισάγοντας έναν πραγματικό ($\Delta f'$) και έναν φανταστικό ($\Delta f''$) όρο. Οι όροι αυτοί λέγονται διορθώσεις ανώμαλης διασποράς και πλέον η ενεργός σκέδαση δίνεται από τη σχέση:

$$f = f_0 + \Delta f' + \Delta f''$$

Άλλος ένας παράγοντας είναι οι δονήσεις του πλέγματος, μέρος του οποίου είναι το άτομο. Οι δονήσεις εξαρτώνται από τη θερμοκρασία, την ατομική μάζα και τις δονήσεις που συγκρατούν το πλέγμα. Γι' αυτό το λόγο εισάγεται ο θερμοκρασιακός παράγοντας Debye-Waller B, $B = 8\pi^2 U^2$, που λειτουργεί αποσβεστικά στην κλίση του f ,

$$f = f_0 \exp\left(\frac{-B \sin^2 \theta}{\lambda^2}\right)$$

Προκειμένου να σχηματίσουμε εικόνα από όλα τα διακριτά άτομα του κρυσταλλικού πλέγματος πρέπει να αθροίσουμε τα σκεδαζόμενα κύματα από τις διάφορες πλεγματικές θέσεις, συμπεριλαμβάνοντας τον ατομικό παράγοντα σκέδασης f_i και τον παράγοντα φάσης Φ_i . Παίρνουμε, έτσι, τον παράγοντα δομής F_{hkl} , για κάθε σετ των επιπέδων hkl:

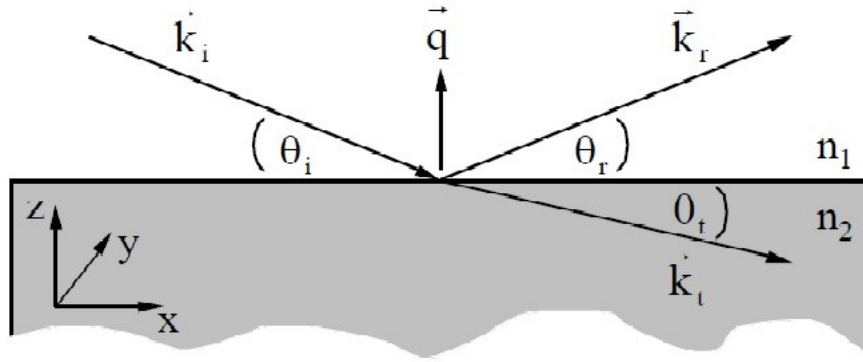
$$F_{hkl} = \sum_{j=1}^N (f_j \cdot \Phi_j) = \sum_{j=1}^N f_j \exp(2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j))$$
, όπου N ο αριθμός όλων των ατόμων στην μοναδιαία κυψελίδα.

5.1.6 Κατοπτρική Ανάκλαση

Η κατοπτρική ανάκλαση, σε αντίθεση με την μη-κατοπτρική, απαιτεί μόνο μια οπτική θεωρία για να περιγραφεί λόγω του ότι η κρυσταλλικότητα του υλικού, από την επιφάνεια του οποίου ανακλώνται οι ακτίνες X, μπορεί να αγνοηθεί. Αυτό οφείλεται στο ότι ο παράγοντας δομής F_{hkl} σ' αυτήν την περίπτωση είναι το άθροισμα της ηλεκτρονιακής πυκνότητας για την ανάκλαση από το επίπεδο (000). Δηλαδή, εφόσον οι διατομικές αποστάσεις είναι μικρότερες του όρου $\frac{\lambda}{\sin(\theta_i)}$, (Footprint effect) όπου λ το μήκος κύματος της προσπίπτουσας ακτινοβολίας και θ_i η γωνία πρόσπτωσης, η κρυσταλλική δομή μπορεί να μην λαμβάνεται υπόψιν.^[46]

5.1.7 Ανάκλαση Fresnel

Αρχικά μελετάμε την ανάκλαση και τη διάδοση επίπεδου ηλεκτρομαγνητικού κύματος σε μια ομαλή διεπιφάνεια δύο υλικών 1 και 2 με διαφορετικούς δείκτες διάθλασης n_1 και n_2 αντίστοιχα, όπως φαίνεται στην Εικόνα 5.3



Εικόνα 5.3: Ανάκλαση και Διάθλαση μιας ακτίνας X από ομαλή διεπιφάνεια

Προηγουμένως (σχέσεις [5.12]), αποδείξαμε τις σχέσεις που περιγράφουν την διάδοση της ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας. Βασιζόμενοι σ' αυτές, συμπεραίνουμε πως οι εξισώσεις για το προσπίπτον, ανακλώμενο και διαθλώμενο κύμα θα είναι $E_i = E_0 e^{i(k_i \cdot r - \omega_i t)}$, $E_r = E_0 e^{i(k_r \cdot r - \omega_r t)}$ και $E_t = E_0 e^{i(k_t \cdot r - \omega_t t)}$ αντίστοιχα. Με τον ίδιο τρόπο εξάγεται και το μαγνητικό πεδίο για την

προσπίπτουσα, ανακλώμενη και διαθλώμενη ακτίνα. Επίσης, $k_i = k_r = \frac{2\pi}{\lambda}$, $k_t = \frac{2\pi}{\lambda'}$,

$$k_i^2 = \left(\frac{\omega_i}{v_1}\right)^2 = \left(\frac{n_1 \omega_i}{c}\right)^2, \quad k_r^2 = \left(\frac{\omega_r}{v_1}\right)^2 = \left(\frac{n_1 \omega_r}{c}\right)^2 \quad \text{και} \quad k_t^2 = \left(\frac{\omega_t}{v_2}\right)^2 = \left(\frac{n_2 \omega_t}{c}\right)^2 \quad \text{και από την Εικόνα 5.3 τα}$$

$$\text{διανύσματά τους} \quad \mathbf{k}_i = k_i \begin{pmatrix} \cos \theta_i \\ 0 \\ -\sin \theta_i \end{pmatrix}, \quad \mathbf{k}_r = k_r \begin{pmatrix} \cos \theta_r \\ 0 \\ \sin \theta_r \end{pmatrix}, \quad \mathbf{k}_t = k_t \begin{pmatrix} \cos \theta_t \\ 0 \\ -\sin \theta_t \end{pmatrix}.$$

Καθώς εδώ θεωρούμε κατοπτρική γεωμετρία σκέδασης, $\theta_i = \theta_r$. Ακόμα, οι συνοριακές συνθήκες της θεωρίας του Maxwell για το ηλεκτρομαγνητικό κύμα απαιτούν στην διεπιφάνεια οι εφαπτομενικές συνιστώσες να είναι συνεχείς δηλ $k_{i,x} = k_{t,x}$.

Παίρνοντας υπόψιν τα παραπάνω, οι εξισώσεις του Fresnel για την ανάκλαση και την διάθλαση παίρνουν την μορφή^[47]

$$r = \frac{E_r}{E_i} = \frac{k_{i,z} - k_{t,z}}{k_{i,z} + k_{t,z}} = \frac{-k_i \sin \theta_i + k_t \sin \theta_t}{-k_i \sin \theta_i - k_t \sin \theta_t} \quad [5.13]$$

$$t = \frac{E_t}{E_i} = \frac{2k_{i,z}}{k_{i,z} + k_{t,z}} = \frac{2k_i \sin \theta_i}{-k_i \sin \theta_i - k_t \sin \theta_t} \quad [5.14]$$

Ο δείκτης διάθλασης ορίζεται ως $\lambda = n_2 \lambda'$, οπότε $k_t = n_2 k_i$ και ο νόμος της διάθλασης $\cos \theta_i = n_2 \cos \theta_t$ [5.15].

Έτσι, οι σχέσεις (13) και (14) γίνονται

$$r = -\frac{\sin \theta_i \cos \theta_t - \sin \theta_t \cos \theta_i}{\sin \theta_i \cos \theta_i + \sin \theta_t \cos \theta_i} \quad [5.16]$$

$$t = -\frac{2 \sin \theta_i}{\sin \theta_i \cos \theta_i + \sin \theta_t \cos \theta_i} \quad [5.17]$$

Επειδή, εξ ορισμού στην ανακλωμετρία, οι γωνίες πρόσπτωσης και διάθλασης είναι πολύ μικρές και χρησιμοποιώντας το θεώρημα άθροισης τριγωνομετρικών αριθμών παίρνουμε:

$$r = -\frac{\sin(\theta_i - \theta_t)}{\sin(\theta_i + \theta_t)} \approx -\frac{\theta_i - \theta_t}{\theta_i + \theta_t} \quad [5.18]$$

$$t = \frac{2 \sin \theta_i \cos \theta_t}{\sin(\theta_i + \theta_t)} \approx \frac{2 \theta_i}{\theta_i + \theta_t} \quad [5.19]$$

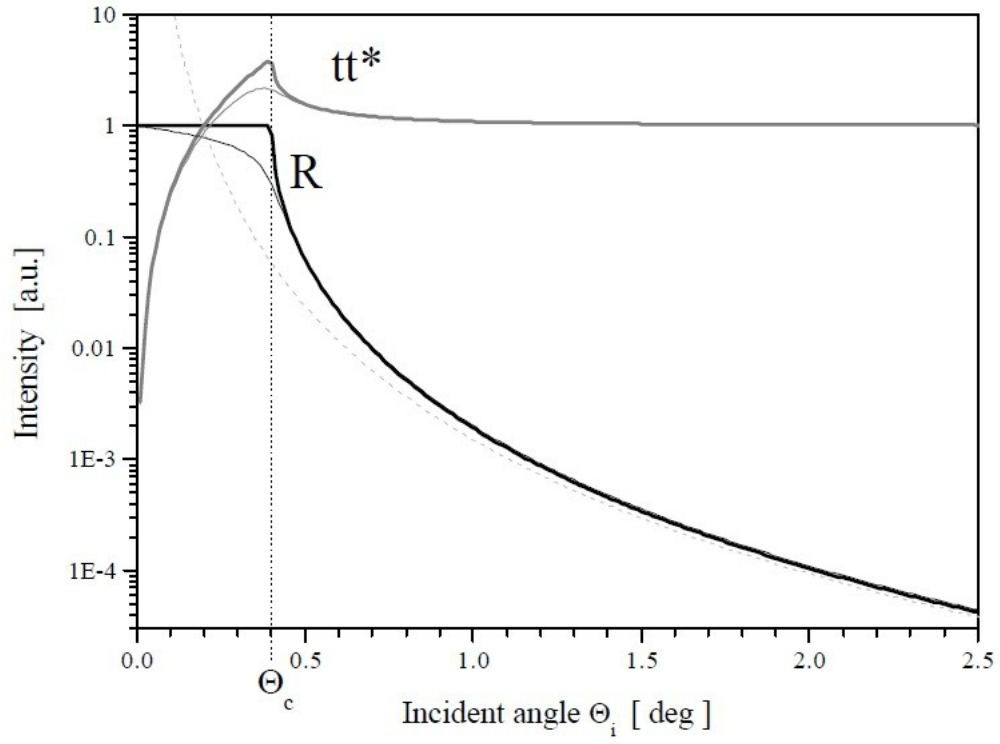
Η ανακλαστικότητα R ορίζεται ως ο λόγος της έντασης ανακλώμενης δέσμης προς την ένταση της προσπίπτουσας δέσμης. Μπορεί να υπολογιστεί μέσω του συντελεστή ανάκλασης ως εξής:

$$R = \left| \frac{E_r}{E_i} \right|^2 = |r|^2$$

Για τη διαπερατότητα T, από τη σχέση R+T=1, παίρνουμε

$$T = \left(\frac{k_{t,z}}{k_{i,z}} \right) \left| \frac{E_t}{E_i} \right|^2 = \left(\frac{k_{t,z}}{k_{i,z}} \right) |t|^2$$

ο παράγοντας $\frac{k_{t,z}}{k_{i,z}}$ εμφανίζεται, γιατί η διερχόμενη από το μέσο ακτίνα διαθλάται, ενώ η ανακλώμενη όχι.



Εικόνα 5.4: Υπολογισμένη ανακλαστικότητα R (μαύρο) και συντελεστής μετάδοσης tt^* (γκρι) για $\delta_2 = \delta_{Cu} = 2.4437 \cdot 10^{-5}$. Έντονες γραμμές: $\beta_2 = 0$, λεπτές γραμμές: $\beta_2 = 10$ $\beta_{Cu} = 5.4962 \cdot 10^{-6}$. Η διακεκομμένη γκρι γραμμή αντιστοιχεί σε θ_i^{-4}

Στην Εικόνα 5.4, φαίνονται η ανακλαστικότητα R και ο συντελεστής διάδοσης $|t|^2$ στην περίπτωση κατοπτρικής ανάκλασης ακτίνων X σε ομαλή επιφάνεια. Η διαπερατότητα T δεν απεικονίζεται καθώς προκύπτει εύκολα από τον τύπο $T=R-1$ και δεν μας δίνει επιπρόσθετες πληροφορίες.

Για γωνίες θ_i μικρότερες της κρίσιμης γωνίας θ_c και στην περίπτωση μηδενικής απορρόφησης, η ανακλαστικότητα είναι σταθερά $R=1$. Αυτό σημαίνει πως βρισκόμαστε στην περιοχή της ολικής ανάκλασης. Για μη μηδενική απορρόφηση και $\theta_i \leq \theta_c$, η ανακλαστικότητα γίνεται μικρότερη της μονάδας. Καθώς η γωνία αυξάνει, η ανακλαστικότητα φθίνει ανάλογα με την τιμή θ_i^{-4} , ενώ ο συντελεστής διαπερατότητας τείνει στην τιμή 1. Αυτό σημαίνει πως οι ακτίνες X διεισδύουν στο μέσο ανεμπόδιστες. Όσον αφορά το συντελεστή διάδοσης, στην περίπτωση της μηδενικής απορρόφησης, εμφανίζει μια ευδιάκριτη κορυφή όταν $\theta_i = \theta_c$. Στην περίπτωση της μη μηδενικής απορρόφησης, η κορυφή γίνεται πιο ομαλή και μικρότερης έντασης. Το μέγιστο της συνάρτησης διάδοσης καθορίζεται από μια ενισχυτική συμβολή του προσπίπτοντος κύματος και ενός προσωρινού κύματος εντοπισμένου κοντά στην επιφάνεια.

Για γωνίες μικρότερες της κρίσιμης γωνίας, το βάθος διείσδυσης είναι τυπικά $50\text{\AA}$, το οποίο καθορίζει και την επιφανειακή ευαισθησία των ακτίνων X σε μικρές γωνίες. Για γωνίες μεγαλύτερες της κρίσιμης γωνίας, το βάθος διείσδυσης αυξάνει στην τάξη των 10^{-6} . Στην τεχνική GID (Grazing Incidence Diffraction) η γωνία πρόσπτωσης κρατείται κοντά στην κρίσιμη γωνία, για να κάνουμε χρήση αυτού του φαινομένου αλλά και για να γίνει αισθητό στην περίπτωση των λεπτών υμενίων.

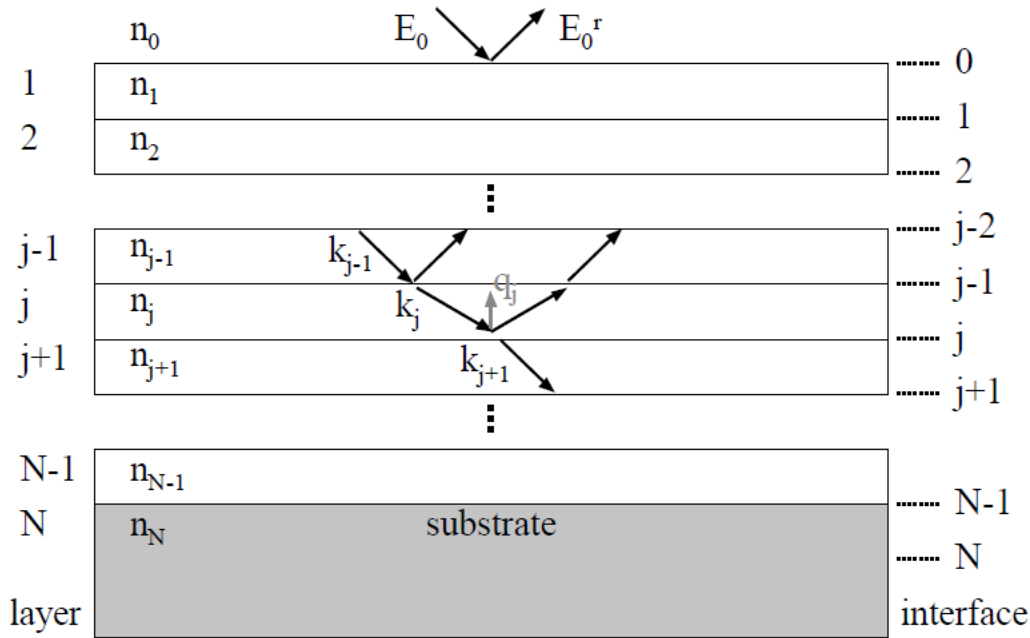
Η κρίσιμη γωνία θ_c της ολικής ανάκλασης καθορίζεται μέσω του νόμου της διάθλασης (εξ. 15), με $\theta_i=0$. Οπότε, $\cos\theta_c = n_2 \approx 1 - \delta_2 = (2\delta)^{1/2}$, έχοντας αγνοήσει την απορρόφηση. Τελικά,

$$\theta_c = \sqrt{2\delta} = \sqrt{\frac{N_A r_e \lambda^2 \rho}{\pi M} (f_0 + \Delta f')} \quad [5.20]$$

Εξαιτίας αυτού, η κρίσιμη γωνία της ολικής ανάκλασης εξαρτάται από την πυκνότητα του υλικού, το οποίο σημαίνει ότι πειραματικά η πυκνότητα του υλικού μπορεί να υπολογιστεί μετρώντας την κρίσιμη γωνία.

5.1.8 Ανάκλαση Fresnel σε πολλές διεπιφάνειες

Μέχρι στιγμής, έχουμε υποθέσει την ύπαρξη μόνο μίας λείας επιφάνειας, αλλά στην περίπτωση ενός λεπτού υμενίου πάνω σε υπόστρωμα υπάρχουν τουλάχιστον δύο διεπιφάνειες. Αν το λεπτό υμένιο είναι μεταλλικό κατά πάσα πιθανότητα θα υπάρχουν τουλάχιστον τρεις, λόγω του σχηματισμού οξειδίου στην επιφάνειά του. Η ανάλυση της ανάκλασης και διάδοσης ακτίνων X σε πολλές διεπιφάνειες στηρίζεται στον αναδρομικό τύπο που εξήγαγε ο Parrat το 1954.



Εικόνα 5.5: Ανάκλαση και Διάδοση ακτίνων X σε πολλαπλά στρώματα

Στην Εικόνα 5.5 θεωρούμε μια ομάδα πολλαπλών στρωμάτων με N μονοστρώματα, συμπεριλαμβανομένου του υποστρώματος, τα οποία αριθμούμε ξεκινώντας από το ανώτερο στρώμα. Το πάχος κάθε στρώματος j συμβολίζεται ως d_j και ο δείκτης διάθλασης n_j . Τα πλάτη του διαθλώμενου και του ανακλώμενου ηλεκτρικού πεδίου σε στρώμα j ως E_j^i και E_j^r αντίστοιχα. Έτσι, σε κάθε διεπιφάνεια $(j-1, j)$ οι εφαπτομενικές συνιστώσες των διανυσμάτων του ηλεκτρικού και μαγνητικού πεδίου πρέπει να είναι συνεχείς και οι λύσεις των αντίστοιχων εξισώσεων γράφονται με τη μορφή του αναδρομικού τύπου:

$$X_{j-1} = a_{j-1}^4 \left(\frac{R_{(j-1),j} + X_j}{1 + R_{(j-1),j} X_j} \right) \quad [5.21]$$

,όπου

$$X_j = a_j^2 \frac{E_j^r}{E_j^i} \quad [5.22]$$

$$R_{(j-1),j} = \frac{k_{(j-1),z} - k_{j,z}}{k_{(j-1),z} + k_{j,z}} \quad [5.23]$$

και

$$a_j = \exp(iq_j d_j / 2) \quad [5.24]$$

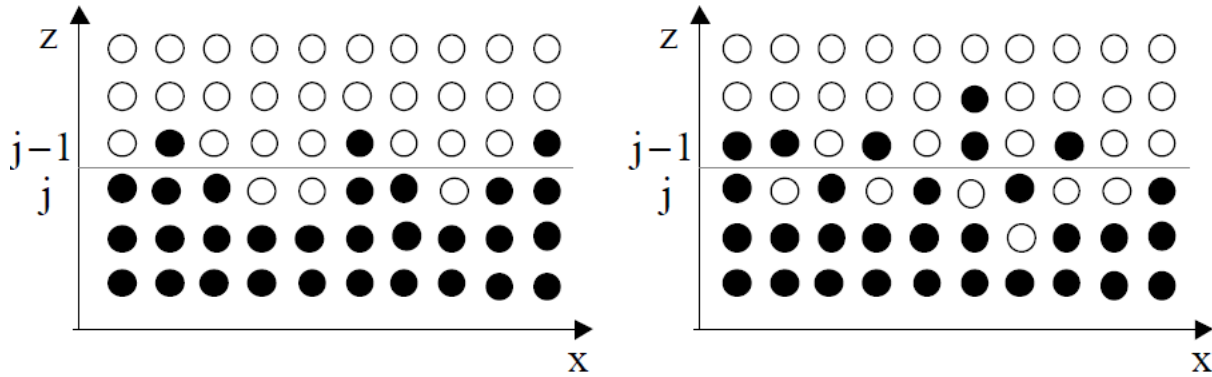
Ο όρος X_j μπορεί να θεωρηθεί ως η γενικευμένη ανακλαστικότητα Fresnel για την διεπιφάνεια $(j, j+1)$ και ο όρος $R_{j-1,j}$ είναι ο συντελεστής Fresnel για την ανάκλαση στην λεία διεπιφάνεια μεταξύ των στρωμάτων $j-1$ και j , ισοδύναμος με την εξίσωση [5.13]. Ο όρος a_j είναι ένας παράγοντας φάσης του ηλεκτρικού πεδίου ανάμεσα σε δύο διεπιφάνειες, ενώ ο q_j είναι το διάνυσμα σκέδασης στο στρώμα j . Επομένως, το πάχος του στρώματος d_j πρέπει να ληφθεί υπόψη, αφού προκαλείται συμβολή των κροσσών Kiessig.

Η αναδρομή ξεκινάει από την κατώτατη διεπιφάνεια, δηλαδή την διεπιφάνεια ανάμεσα στο υπόστρωμα και το πρώτο στρώμα που εναποτίθεται πάνω σ' αυτήν. Για το υπόστρωμα υποθέτουμε $X_N=0$, καθώς λόγω του μεγάλου πάχους του ($d_0 \approx \infty$) δεν συμβαίνει καμία ανάκλαση στην κάτω πλευρά του. Τότε, οι όροι X_{j-1} υπολογίζονται από κάτω προς την κορυφή για κάθε διεπιφάνεια, καταλήγοντας στον X_0 , ο οποίος δίνει το λόγο της ανακλώμενης έντασης I_R προς την ένταση της προσπίπτουσας έντασης I_0 :

$$|X_0|^2 = \left| \frac{E_0^r}{E_0} \right|^2 = \frac{I_R}{I_0} \quad [5.25]$$

5.1.9 Διεπιφάνειες Με Τραχύτητα

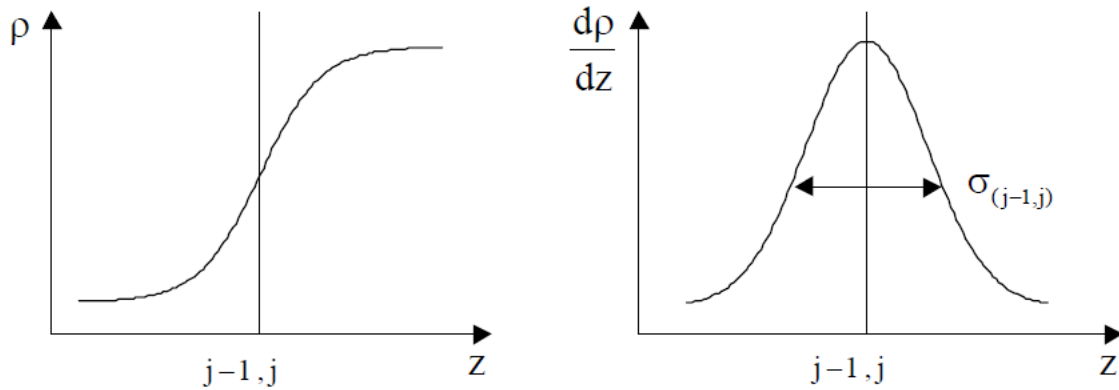
Στην ιδανική περίπτωση της λείας επιφάνειας, η ανακλαστικότητα φθίνει ως θ_i^{-4} . Στην πραγματικότητα, ωστόσο, η ανακλαστικότητα φθίνει πολύ πιο γρήγορα. Αυτό οφείλεται στο ότι κάθε πραγματική επιφάνεια και διεπιφάνεια χαρακτηρίζεται σε μικρότερο ή μεγαλύτερο βαθμό από ένα είδος τραχύτητας ή ενδοδιάχυσης σε ατομική κλίμακα. Η διαφορά των δύο έγκειται γίνεται προφανής στην κλίση της τοπικής πυκνότητας, η όποια είναι τοπικά έντονη στην τραχύτητα όχι όμως και στην ενδοδιάχυση, όπως φαίνεται στην Εικόνα 5.6



Εικόνα 5.6: Διεπιφάνεια δύο υλικών $j-1$ και j με τραχύτητα (αριστερά) και ενδοδιάχυση (δεξιά).

Η ιδέα της τραχύτητας στην ανακλομετρία ακτίνων X οφείλεται στην προσπάθεια να εγκαταλείψουμε ένα προφίλ διακριτών πυκνοτήτων και να υιοθετήσουμε ένα πιο συνεχές. Ένα βολικό μοντέλο τραχύτητας αποτελεί μια συνάρτηση λάθους στην ηλεκτρονική πυκνότητα της διεπιφάνειας ($j-1, j$). Η πρώτη παράγωγος του προφίλ πυκνότητας δίνει την κατανομή ύψους της διεπιφάνειας και στην περίπτωση της συνάρτησης λάθους, η κατανομή ύψους παίρνει τη μορφή μιας Γκαουσιανής καμπύλης με εύρος $\sigma_{(j-1),j}$ (Εικόνα 5.7). Επομένως, η απόκλιση σ αποτελεί ένα μέτρο για την μέση κάθετη τραχύτητα και μπορεί να αποδοθεί στην τραχύτητα RMS. Σύμφωνα με τους Νένοι και Croce, ο συντελεστής Fresnel $R_{(j-1),j}(0)$ για την ανάκλαση σε λεία διεπιφάνεια ($j-1,j$) πρέπει να πολλαπλασιαστεί με ένα παράγοντα παρόμοιο με τον Debye Waller προκειμένου να υπολογιστεί η τραχύτητα:

$$R_{(j-1),j}(\sigma) = R_{(j-1),j}(0) e^{-2k_{(j-1),j} \sigma^2}$$



Εικόνα 5.7: Προφίλ τραχύτητας σε μια διεπιφάνεια: Συνάρτηση λάθους της ηλεκτρονικής πυκνότητας (αριστερά) και η παράγωγός της, η Γκαουσιανή συνάρτηση (δεξιά) με εύρος σ που αντιστοιχεί στην τραχύτητα RMS

Ο παράγοντας αυτός θα λειτουργήσει ως αποσβένων όρος στις κάθετα ανακλώμενες ακτίνες X και δείχνει ότι στην πραγματικότητα η ανακλαστικότητα φθίνει γρηγορότερα από θ_i^{-4} στην περίπτωση της τραχύτητας ή της ενδοδιάχυσης.^[48]

5.1.10 Ανάλυση Σήματος XRR

Η ανάκλαση ακτίνων X δίνει σήμα με φθίνουσα ένταση ακτινοβολίας. Από την τιμή της κρίσιμης γωνίας παίρνουμε πληροφορία για την πυκνότητα των στρωμάτων, από την απόσταση των κροσών Kiessig πληροφορία για το πάχος των διστρωμάτων, ενώ από το τρόπο με τον οποίο φθίνει η ένταση πληροφορία για την τραχύτητα των διεπιφανειών.

Τα αποτελέσματα από την ανακλωμετρία ακτίνων X αναλύθηκαν κάνοντας αντιστοίχιση των πειραματικών δεδομένων με τις αναμενόμενες τιμές από ένα θεωρητικό μοντέλο των δειγμάτων. Η αντιστοίχιση έγινε με το πρόγραμμα GenX.

Το GenX είναι ένα πρόγραμμα που χρησιμοποιεί ένα διαφορικό εξελικτικό αλγόριθμο, ο οποίος αντιστοιχεί θεωρητικά αναμενόμενα δεδομένα με πειραματικά δεδομένα από ανάκλαση ακτίνων X και νετρονίων. Χρησιμοποιεί τον αναδρομικό τύπο του Parrat για να αναπαραστήσει την κατοπτρική ανάκλαση. Το πρόγραμμα επιτρέπει στον χρήστη να εισάγει τα δικά του μοντέλα. Είναι χρήσιμο για αντιστοίχιση δεδομένων από άλλα πειράματα σκέδασης, ή για οποιοδήποτε άλλο πρόβλημα ελαχιστοποίησης διαφορών το οποίο έχει πολύ μεγάλο αριθμό εισαγόμενων παραμέτρων ή/και περιέχει πολλά τοπικά ελάχιστα, όπου ο διαφορικός εξελικτικός αλγόριθμος ταιριάζει. Επιπρόσθετα, το GenX μπορεί να αντιστοιχεί ένα αυθαίρετο αριθμό σετ δεδομένων ταυτόχρονα. Το πρόγραμμα κυκλοφορεί υπό την GNU General Public License.^[49]

5.2 Τεχνική Χαρακτηρισμού VSM

5.2.1 Μαγνητικές Μετρήσεις

Ο Hans Christian Oersted ανακάλυψε πειραματικά τη σχέση ηλεκτρισμού-μαγνητισμού τον Ιούνιο του 1820. Παρατήρησε ότι ένα σύρμα λευκόχρυσου που διαρρέεται από ηλεκτρικό ρεύμα, τοποθετημένο κοντά σε μια βελόνα μαγνητικής πυξίδας, αλλάζει την ένδειξη της πυξίδας. Μέχρι το Σεπτέμβριο του ίδιου έτους, ο Andre-Marie Ampère είχε ήδη εξάγει τον ποσοτικό νόμο του ηλεκτρομαγνητισμού. Λίγο αργότερα, ο Michael Faraday ανακάλυψε την ηλεκτρομαγνητική επαγωγή το 1831. Αυτό το γεγονός σηματοδότησε την έναρξη της ανάπτυξης της τεχνολογίας των μαγνητικών μετρήσεων και κατ'επέκταση του μαγνητικού χαρακτηρισμού.

Ο μαγνητικός χαρακτηρισμός των υλικών μπορεί να κατευθυνθεί και προς τη μέτρηση ενδογενών ιδιοτήτων, όπως η μαγνήτιση κόρου, η μαγνητική ανισοτροπία και η θερμοκρασία Curie αλλά και προς τον καθορισμό της μαγνητικής απόκρισης όπως εμφανίζεται στις καμπύλες μαγνήτισης και στα σχετικά φαινόμενα υστέρησης. Όσον αφορά το δεύτερο, το οποίο σχετίζεται με το αντικείμενο της παρούσας εργασίας, οι μαγνητικές τεχνικές ταξινομούνται με κριτήριο το ειδικό φυσικό φαινόμενο στο οποίο στηρίζονται για να αποκαλυφθεί η μαγνητική κατάσταση του υλικού.

- *Τεχνικές Δύναμης:* Ένα κομμάτι μαγνητισμένου υλικού υπόκειται σε ροπή όταν τοποθετηθεί σε ομογενές μαγνητικό πεδίο και σε μια επιπλέον δύναμη όταν το πεδίο είναι ανομοιογενές.
- *Τεχνικές Μέτρησης Ροής:* Ένα πηνίο συνδεδεμένο με το δείγμα είναι το πεδίο εμφάνισης μιας ηλεκτρεγερτικής δύναμης έπειτα από μια αλλαγή στη μαγνήτιση του υλικού οφειλόμενη στην εφαρμογή ενός μαγνητικού πεδίου. Η μαγνήτιση καθορίζεται ολοκληρώνοντας την επαγόμενη τάση.
- *Μαγνητομετρικές Τεχνικές:* Οι γραμμές του μαγνητικού πεδίου που δημιουργείται από το δείγμα ανιχνεύονται και συσχετίζονται με τη μαγνήτιση του υλικού.
- *Μαγνητοοπτικές Τεχνικές:* Η μαγνητική κατάσταση του υλικού καθορίζεται από την ποσοτική παρατήρηση μέσω του φαινομένου Kerr στην επιφάνειά του.
- *Τεχνικές Μαγνητοσυστολής:* Η μέθοδος αυτή στηρίζεται στην μέτρηση των αλλαγών των διαστάσεων του δείγματος που ακολουθεί την εξέλιξη της μαγνήτισής του.
- *Μέθοδοι Μαγνητικού Συντονισμού:* Η σιδηρομαγνητική συχνότητα συντονισμού σχετίζεται ανάλογα με το σχήμα του δείγματος με την μαγνήτιση κόρου και την μαγνητική ανισοτροπία του υλικού.

5.2.2 Τύποι Μαγνητισμού

Η κλασική μικροσκοπική περιγραφή ενός υλικού από μαγνητική σκοπιά έγκειται στον προσδιορισμό του ρόλου που παίζουν τα ρεύματα και οι κλειστές τροχιές τους. Οι τροχιές αυτές, στηριζόμενοι στο θεώρημα του Ampère, θεωρούμε ότι εμφανίζουν μαγνητική ροπή. Παρόλο που τα ρεύματα είναι κβαντομηχανικής φύσεως, η περιγραφή τους μπορεί να γίνει μέσω της κλασικής ηλεκτρομαγνητικής θεωρίας για ένα συνεχές μέσο, όπου ορίζουμε την *μαγνητική ροπή ανά μονάδα όγκου* $M(r)$ σχετιζόμενη με την πυκνότητα $j_M(r)$ του ρεύματος, ημιτονοειδής στην μορφή, σύμφωνα με την έκφραση $j_M(r) = \nabla \times M_r$. Η ποσότητα M λέγεται *μαγνήτιση*. Σύμφωνα με την κλασική ερμηνεία, η $j_M(r)$ σε συνδυασμό με την εξωτερικά εφαρμοσμένη πυκνότητα $j_e(r)$ παράγει την μαγνητική επαγωγή B στο υλικό. Εισάγοντας στο νόμο Biot-Savart το άθροισμα των εξωτερικών και εσωτερικών ρευμάτων παίρνουμε $\vec{\nabla} \times \vec{B} = \mu_0 (\vec{j}_e + \vec{j}_M)$, όπου $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \text{ NA}^{-2}$ είναι η

μαγνητική σταθερά (γνωστή και ως μαγνητική διαπερατότητα του κενού). Το διάνυσμα του μαγνητικού πεδίου $\vec{H}$ ορίζεται επομένως μέσα από την εξίσωση:

$$\vec{\nabla} \times \left(\frac{\vec{B}}{\mu_0} - \vec{M} \right) = \vec{\nabla} \times \vec{H} = \vec{j}_e \quad [5.26]$$

Το πεδίο $\vec{H}$ είναι η ποσότητα που βρίσκεται σε απευθείας έλεγχο μέσω των εξωτερικών ρευμάτων. Προκύπτει από την εξίσωση [5.26] ότι παρουσία ενός υλικού, η μαγνητική επαγωγή γίνεται:

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H} + \mu_0 \vec{M} \quad [5.27]$$

Για την επαγωγή B , μονάδα μέτρησης στο S.I. είναι το (T) ενώ για τις H και M είναι το (Am^{-1}). Απουσία κάποιου μέσου, έχουμε $\vec{M} = 0$, $\vec{B} = \mu_0 \vec{H}$ και το B -πεδίο είναι ισοδύναμη ποσότητα με το H -πεδίο. Διάφορα μαγνητικά υλικά συχνά χρησιμοποιούνται σε εφαρμογές που εκμεταλλεύονται τον νόμο της επαγωγής Faraday-Maxwell $\vec{\nabla} \times \vec{E} = -\partial \vec{B} / \partial t$ για να προκαλέσουν μια δραματική αύξηση του ηλεκτρικού πεδίου $\vec{E}$ μέσα από τη συνεισφορά της ποσότητας $\mu_0 \vec{M}$ στο B -πεδίο. Καλούμε τη συνεισφορά $\vec{J} = \mu_0 \vec{M}$ *μαγνητική πόλωση*, μια ποσότητα εκφρασμένη σε (T) και μπορούμε να ξαναγράψουμε την εξίσωση (2) ως $\vec{B} = \mu_0 \vec{H} + \vec{J}$.

Ένα υλικό χαρακτηρίζεται μαγνητικά από την μορφή της σχέσης $\vec{M}(\vec{H})$ (ή, ισοδύναμα $\vec{J}(\vec{H})$). Αφήνοντας στην άκρη το πολύ αδύναμο φαινόμενο του *διαμαγνητισμού*, μια ασθενής απόκριση των ηλεκτρονίων σε εφαρμοζόμενο μαγνητικό πεδίο, σύνθετες σε όλα τα υλικά, χρειάζεται να διακρίνουμε τις περιπτώσεις στις οποίες οι μαγνητικές ροπές συμπεριφέρονται ανεξάρτητα (*παραμαγνητισμός*) και στις περιπτώσεις που αλληλεπιδρούν μέσω ενός κβαντομηχανικού μηχανισμού ανταλλαγής μεγάλης εμβέλειας (*σιδηρομαγνητισμός*). Στην πρώτη περίπτωση, η αναγνώριση μιας μακροσκοπικής μαγνητικής κατάστασης υπόκειται στους συνήθεις νόμους της στατιστικής μηχανικής και μπορούμε να γράψουμε $\vec{M}(\vec{H}) = \chi \vec{H}$, όπου η ευαισθησία χ είναι μια αδιάστατη θετική ποσότητα που κυμαίνεται μεταξύ των τιμών 10^{-3} και 10^{-6} . Ορίζοντας τη σχετική διαπερατότητα $\mu_r = B / \mu_0 H$, έχουμε από την εξίσωση [5.27] $\mu_r = 1 + \chi$. Στην δεύτερη περίπτωση, παρατηρούμε την ύπαρξη αυθόρμητης μαγνήτισης και υστέρησης. Η σχέση $\vec{M}(\vec{H})$ γίνεται ιδιαίτερα περίπλοκη και εξαρτάται πλέον από την ιστορία του υλικού, ωστόσο είναι θεμελιακού ενδιαφέροντος για τις εφαρμογές. Είναι αξιοσημείωτο ότι η αλληλεπίδραση ανταλλαγής ανάμεσα στις μαγνητικές ροπές (ειδικά οι ροπές spin στα 3d ηλεκτρόνια των στοιχείων Fe, Co, Ni) μπορούν να είναι αντισιδηρομαγνητικού τύπου, πράγμα που μακροσκοπικά δίνει μηδενική αυθόρμητη μαγνήτιση. Οι τέλει αντισιδηρομαγνήτες έχουν μικρό πρακτικό ενδιαφέρον (αν και παίζουν ρόλο κλειδί στα τεχνητά υπερπλέγματα σε σπιντρονικές εφαρμογές)^[50]. Τα υλικά, όμως, στα οποία οι αντισιδηρομαγνητικά συζευγμένες ροπές δεν είναι ίδιας έντασης παρουσιάζουν ένα πλέγμα μαγνήτισης έχουν ένα σχετικό πρακτικό ενδιαφέρον. Σ' αυτήν την περίπτωση μιλάμε για *σιδηριμαγνητισμό*, ένα φαινόμενο θεωρητικά μελετημένο από τον Néel^[51]. Επειδή φαινομενολογικά η σχέση $\vec{M}(\vec{H})$ στα σιδηρομαγνητικά και σιδηριμαγνητικά υλικά είναι ίδια, γι' αυτό είναι ίδιες και οι μέθοδοι χαρακτηρισμού τους.

5.2.3 Πεδία Απομαγνήτισης

Η παρουσία υστέρησης στους σιδηρομαγνήτες υπονοεί την ύπαρξη μόνιμης μαγνήτισης σε απουσία εξωτερικά εφαρμοζόμενου πεδίου. Εφόσον τότε $\vec{j}_e = 0$, συμπεραίνουμε από τις προηγούμενες εξισώσεις ότι ένα μαγνητικό πεδίο μπορεί να υπάρξει σύμφωνα με τη σχέση $\vec{\nabla} \times \vec{H} = 0$. Την ίδια στιγμή, όπως υπολογίζεται από το νόμο Biot-Savart, $\vec{\nabla} \cdot \vec{B} = 0$ και σύμφωνα

με την εξίσωση (1) $\vec{\nabla} \cdot \vec{H} = -\vec{\nabla} \cdot \vec{M}$. Υπάρχει ένα πεδίο $\vec{H}$, συντηρητικής φύσεως, που εμφανίζεται σε πλήρη αναλογία με το ηλεκτροστατικό πεδίο, κάθε φορά που μια ασυνέχεια εμφανίζεται στην μαγνήτιση του δείγματος (δηλαδή όποτε $\vec{\nabla} \cdot \vec{M} \neq 0$). Τέτοιες ασυνέχειες εμφανώς συμβαίνουν στην επιφάνεια ενός δείγματος (υμένιο, ράβδος, σφαίρα κλπ) και το σχετιζόμενο πεδίο λέγεται *πεδίο απομαγνήτισης*, γιατί έχει κατεύθυνση αντίθετη της μαγνήτισης. Τέτοιο πεδίο μπορεί να εξαχθεί με συμβατικές μεθόδους ηλεκτροστατικής, όπως η κλίση ενός βαθμωτού δυναμικού. Προκύπτει ότι $\vec{H}_d = -\|N_d\| \vec{M}$, όπου ο όρος $\|N_d\|$ είναι ένας τανυστής, ο οποίος παίρνει διαγώνια μορφή στην περίπτωση ενός ομοιόμορφα μαγνητισμένου ελλειψοειδούς δείγματος.

Ένας μαγνήτης σε μηδενικό εξωτερικό μαγνητικό πεδίο (δηλαδή όταν εκδηλώνεται η παραμένουσα μαγνήτιση), σε αναλογία με την ηλεκτροστατική, μπορεί να θεωρηθεί ως μια περιοχή κατανομής μαγνητικών φορτίων αντίθετου προσήμου, με την απαραίτητη δαπάνη ενέργειας. Μέρος αυτής της ενέργειας περιέχεται στο δείγμα και μέρος αυτής σχετίζεται με το πεδίο απομαγνήτισης. Κάτω από πολύ γενικούς όρους, μπορούμε να γράψουμε την *μαγνητοστατική ενέργεια* ως

$$U_{ms} = \frac{1}{2} \mu_0 \int H_d^2 dV, \quad [5.28]$$

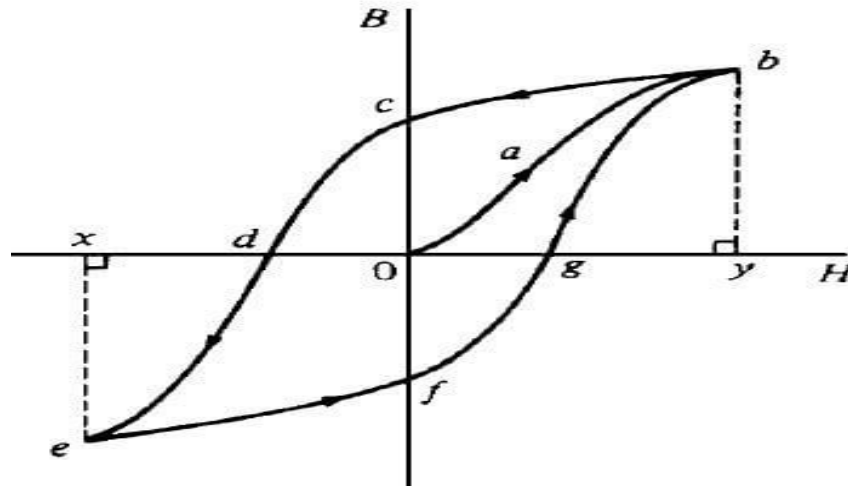
με την ολοκλήρωση να γίνεται σε όλο τον χώρο. Μπορούμε ισοδύναμα να εκφράσουμε την U_{ms} με όρους αλληλεπίδρασης της μαγνήτισης και του απομαγνητίζοντος πεδίου:

$$U_{ms} = \frac{1}{2} \mu_0 \int_V \vec{H}_d \cdot \vec{M} dV, \quad [5.29]$$

όπου η ολοκλήρωση γίνεται πάνω στον όγκο του δείγματος και ο παράγοντας 1/2 δηλώνει το γεγονός ότι μαγνητικές ροπές είναι οι ίδιες η πηγή του πεδίου με το οποίο αλληλεπιδρούν.

5.2.4 Καμπύλη Μαγνήτισης και Υστέρηση

Ο χαρακτηρισμός ενός υλικού, βασικά, υπαγορεύει τον καθορισμό της σχέσης $\vec{J}(\vec{H})$ (δηλαδή της $\vec{M}(\vec{H})$). Αυτό είναι το μακροσκοπικό αποτέλεσμα μιας εξαιρετικά σύνθετης ακολουθίας μικροσκοπικών διεργασιών, όπου μέσω των μετατοπίσεων των ορίων των μαγνητικών περιοχών, της επαναδιάταξης της δομής των περιοχών, και των περιστροφών των μαγνητικών ροπών, το σύστημα ανταποκρίνεται στην αλλαγή του εφαρμοζόμενου πεδίου $\vec{H}$. Η απόκριση γίνεται με μια διαδοχή μετασταθών ενεργειακών καταστάσεων. Οι διεργασίες είναι μη αναστρέψιμες και χαρακτηρίζονται από ενεργειακές απώλειες, και από μια μεγάλη ποικιλία συμπεριφορών υστέρησης $\vec{J}(\vec{H})$. Εξαιτίας της υστέρησης, μπορούμε να περάσουμε από κάθε σημείο του επιπέδου (J, H) με ένα άπειρο αριθμό διαδρομών σχετικά πάντα με την ιστορία του δείγματος. Η πειραματική έρευνα, όμως, απαιτεί ένα είδος αναφοράς. Δύο καταστάσεις μπορούν να χρησιμοποιηθούν ως τέτοιες. Η κατάσταση όπου επιτυγχάνεται η μαγνήτιση κόρου (οι μαγνητικές περιοχές εξαφανίζονται καθώς οι μαγνητικές περιοχές προσανατολίζονται στο μέγιστο βαθμό προς την ίδια κατεύθυνση) και η κατάσταση απομαγνήτισης (H=0, J=0). Η τελευταία επιτυγχάνεται είτε ξεκινώντας από την κατάσταση κόρου και μειώνοντας την ένταση του εξωτερικά εφαρμοζόμενου πεδίου μέχρι την τιμή 0, είτε ψυχραίνοντας το δείγμα κάτω από την θερμοκρασία Curie απουσία πεδίου. Η καμπύλη μετά την θερμική απομαγνήτιση λέγεται *παρθενική καμπύλη* (*virgin curve*). Είναι πιο συχνό, ωστόσο, η απομαγνήτιση να επιτυγχάνεται με αλλαγή της έντασης του πεδίου και έτσι να παίρνουμε την *αρχική καμπύλη μαγνήτισης* (*initial magnetization curve*). Ένα παράδειγμα καμπύλης μαγνήτισης φαίνεται στην Εικόνα 5.8.^[53]



Εικόνα 5.8: Καμπύλη Μαγνήτισης. Η διαδρομή *a* αποτελεί την αρχική καμπύλη μαγνήτισης, στο σημείο *b* επιτυγχάνεται η μαγνήτιση κόρου, στο σημείο *c* έχουμε την παραμένουσα μαγνήτιση ενώ στα *x* και *y* εντοπίζεται το συνεκτικό πεδίο.

5.2.5 Μετρήσεις Σε Λεπτά Υμένια

Οι ιδιότητες των μαγνητικών λεπτών υμενίων είναι ελκυστικές για πολλές εφαρμογές υψηλών συχνοτήτων. Τα λεπτά υμένια χαρακτηρίζονται από μικρά ρεύματα σε μορφή δύνης, διείσδυση όλης της ροής του πεδίου, ασθενή φαινόμενα απομαγνήτισης και μπορούν να ενσωματωθούν σε μικροσκοπικές συσκευές. Οι ολοένα και αυξανόμενες εφαρμογές τους σε συσκευές UHF (όπως κινητά τηλέφωνα, ακουστικά κλπ) υποκινούν την ανάπτυξη μεθόδων κατασκευής για λειτουργία σε συχνότητες μερικών gigahertz.

5.2.6 Δημιουργία Πεδίου

Βασική προϋπόθεση για μαγνητικές μετρήσεις είναι η δημιουργία μαγνητικού πεδίου. Μαγνητικό πεδίο δημιουργείται από την προσανατολισμένη κίνηση ηλεκτρικών φορτίων. Αν και η διαδικασία φαίνεται αρκετά απλή, στην πράξη εμφανίζονται διάφορα προβλήματα κάτω από ελεγχόμενες συνθήκες:

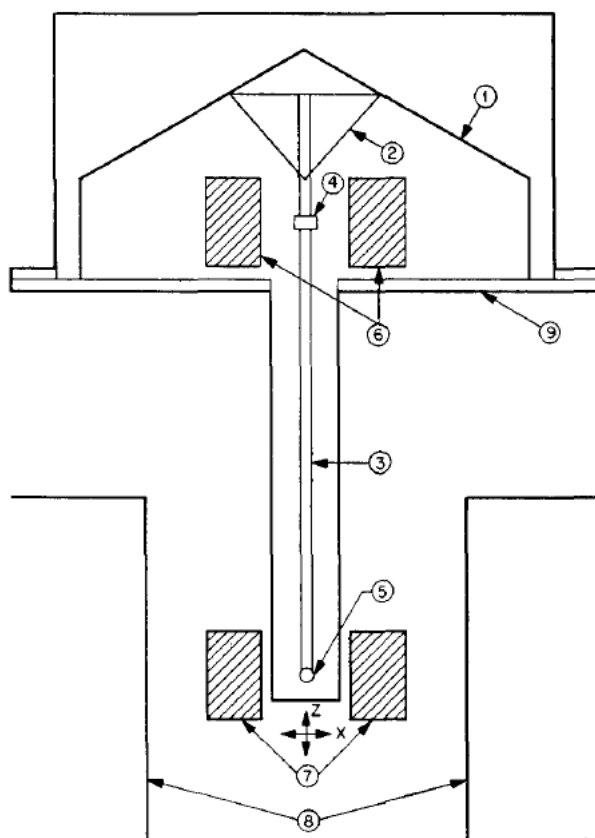
- Απαιτείται μεγάλος βαθμός ομοιογένειας του μαγνητικού πεδίου στον ωφέλιμο χώρο του μαγνήτη
- Απαιτείται σταθερότητα του πεδίου τουλάχιστον για το χρονικό διάστημα που διεξάγονται οι μετρήσεις
- Στα πηνία του μαγνήτη παρατηρείται αύξηση της θερμοκρασίας (φαινόμενο Joule). Το μαγνητικό πεδίο πρέπει να φτάνει σε υψηλή τιμή χωρίς ωστόσο να αναπτύσσονται μη διαχειρίσιμες δυσκολίες από την έκλυση θερμότητας.

5.2.7 Μαγνητόμετρο Παλλόμενου Δείγματος (VSM Vibrating Sample Magnetometer)

Αναρίθμητες έμμεσες τεχνικές για μέτρηση της μαγνητικής ροπής περιλαμβάνουν μέτρηση του φαινομένου Faraday, ανάλυση γαλβανομαγνητικών φαινομένων όπως το σιδηρομαγνητικό φαινόμενο Hall, μετρήσεις σιδηρομαγνητικού συντονισμού σε συχνότητες μικροκυμάτων. Το γενικό πρόβλημα αυτών των έμμεσων μετρήσεων είναι το ότι είναι περιορισμένες σε συγκεκριμένα φυσικά φαινόμενα που είναι παρατηρήσιμα σε κάποιες ομάδες υλικών και για τα οποία προαπαιτείται λεπτομερέστατη γνώση για το καθένα ξεχωριστά. Παρά τους περιορισμούς, οι τεχνικές αυτές, σε συγκεκριμένες περιπτώσεις, εμφανίζουν εξαιρετικά μεγάλη ευαισθησία.

Όλες οι μετρήσεις μαγνητικής επαγωγής περιλαμβάνουν την παρατήρηση τάσης επαγόμενης σε ένα πηνίο ανίχνευσης από μια αλλαγή στη ροή όταν το εφαρμοζόμενο πεδίο, η θέση του πηνίου ή η θέση του δείγματος αλλάζει. Πολλές διαφορετικές πειραματικές διατάξεις έχουν εφαρμοστεί προκειμένου να ταιριάζουν σε κάθε ξεχωριστή περίπτωση. Επίσης, έχουν αναπτυχθεί τεχνικές περιστρεφόμενου πεδίου/ παλλόμενου δείγματος προκειμένου να μετρηθεί η μαγνήτιση δείγματος χρησιμοποιώντας κύκλωμα ac. Όλες αυτές οι τεχνικές περιλαμβάνουν μια διάταξη στην οποία το πηνίο τοποθετείται με τέτοιο τρόπο ώστε να βρίσκεται συμμετρικά γύρω από το δείγμα με τον άξονα του πηνίου ανίχνευσης παράλληλα στο εφαρμοζόμενο πεδίο. Το βασικό μειονέκτημα αυτής της μεθόδου είναι ότι στις περισσότερες περιπτώσεις ο μαγνήτης που χρησιμοποιείται στο εργαστήριο θα πρέπει να τροποποιηθεί. Στην πιο συνηθισμένη διάταξη που χρησιμοποιείται, το δείγμα ή το πηνίο ανίχνευσης οδηγείται με τη βοήθεια μιας ράβδου μέσα από το μαγνήτη. Μια ιδιαίτερα επιτυχημένη τεχνική περιστρεφόμενου πηνίου σχεδίασε ο D.O. Smith το 1956^[54]. Μ' αυτόν τον τρόπο, ήταν απαραίτητη η εφαρμογή εξαιρετικά ομογενούς πεδίου και ακόμα και αν αυτό επιτυγχανόταν χρειαζόνταν μεγάλες διορθώσεις στις μετρήσεις λόγω των μαγνητικών φαινομένων που αναπτύσσονταν γύρω από το στατικό δείγμα.

Το 1959 ο Foner S. περιέγραψε ένα μαγνητόμετρο παλλόμενου δείγματος με δύο καινοτόμα στοιχεία. 1. κίνηση του δείγματος κάθετα στο εφαρμοζόμενο πεδίο και 2. διάταξη του πηνίου ανίχνευσης έτσι ώστε η κατανομή της επιφάνειας στην οποία δρα να έχει μη συμμετρική κατανομή γύρω από τον άξονα δόνησης.



Εικόνα 5.9: Απλοποιημένο σχήμα μαγνητόμετρου παλλόμενου δείγματος. (1) μετασχηματιστής μεγαφώνου, (2) κωνικό χάρτινο κύπελο υποστήριξης, (3) ράβδος που φέρει το δείγμα, (4) δείγμα αναφοράς, (5) δείγμα, (6) πηνία αναφοράς, (7) πηνία, (8) πόλοι μαγνήτη, (9) μεταλικό δοχείο

Στην Εικόνα 5.9 φαίνονται τα βασικά μέρη ενός μαγνητόμετρου παλλόμενου δείγματος. Το δείγμα (5) δονείται κάθετα στο εφαρμοζόμενο μαγνητικό πεδίο με τη βοήθεια ενός συστήματος μεγαφώνων (1), (2) και (4). Το ταλαντώμενο μαγνητικό πεδίο που παράγει το δονούμενο δείγμα επάγει μια τάση στα σταθερά πηνία (7), και μετρώντας αυτήν την τάση εξάγουμε συμπέρασμα για τις μαγνητικές ιδιότητες του δείγματος. Μια δεύτερη τάση επάγεται στα επίσης σταθερά πηνία αναφοράς, η οποία προέρχεται από το μαγνητικό πεδίο του δείγματος αναφοράς. Το δείγμα αναφοράς μπορεί να είναι ένας μόνιμος μαγνήτης ή ένας ηλεκτρομαγνήτης. Από την στιγμή που το δείγμα και το δείγμα αναφοράς δονούνται ταυτόχρονα από ένα κοινό μέλος, η φάση και η ένταση των τάσεων που εμφανίζονται σχετίζονται άμεσα. Η γνωστή τιμή της τάσης στα (6), η οποία βρίσκεται σε ισορροπία φάσης με την τάση στα (7), είναι ανάλογη της μαγνητικής ροπής του δείγματος. Με αυτήν την διαδικασία, οι μετρήσεις μπορούν να γίνουν ανεπηρέαστες από τις αλλαγές στην ένταση της δόνησης, από τις μικρές αστάθειες του μαγνητικού πεδίου, την ανομοιογένεια του μαγνητικού πεδίου, την απόδοση και την γραμμικότητα του ενισχυτή.

Επιπρόσθετα με τα παραπάνω, το μαγνητόμετρο παλλόμενου δείγματος εκμηδενίζει ή ελαχιστοποιεί πολλές από τις πηγές των λαθών που υπάρχουν σε άλλες μεθόδους. Είναι απλό, μικρού κόστους, αρκετά ευέλικτο και ωστόσο επιτρέπει ακριβείς μετρήσεις της μαγνητικής ροπής σε ομογενές πεδίο συναρτήσει της θερμοκρασίας, του πεδίου μαγνήτισης και του κρυσταλλογραφικού προσανατολισμού. Η ευαισθησία είναι εξαιρετικά υψηλή. Είναι δυνατόν να ανιχνευθούν διαφορές της τάξης των 5×10^{-5} με 5×10^{-6} emu. Ακόμα, έχει παρατηρηθεί μια μέση σταθερότητα ανάμεσα στα σήματα σε ισορροπία μεγαλύτερη του 1 στα 10^4 . Ο συνδυασμός υψηλής ευαισθησίας και υψηλής σταθερότητας μας επιτρέπει να κάνουμε μετρήσεις σε ασθενή μαγνητικά υλικά και διαφορικές μετρήσεις σε πολύ μικρές αλλαγές της μαγνητικής ροπής. Αυτά τα χαρακτηριστικά είναι χρήσιμα, γιατί η τεχνική του παλλόμενου δείγματος δεν ανιχνεύει στατικές ανομοιογένειες του πεδίου εξαιτίας του μαγνήτη ή του μέσου που περιβάλλει το δείγμα. Εδώ βρίσκεται και μια βασική διαφορά ανάμεσα στις τεχνικές του παλλόμενου δείγματος και του περοστρεφόμενου πηνίου. Οι τεχνικές δεν είναι ισοδύναμες εκτός και αν το πηνίο ανιχνεύσης, ο μαγνήτης που παράγει το πεδίο και το μέσο που περιβάλλει το δείγμα κινούνται σαν μια μονάδα, όταν το δείγμα παραμένει στατικό. Η παραπάνω διαδικασία, όμως, δεν είναι καθόλου πρακτική και δεν εφαρμόζεται γενικά σε μεθόδους κινούμενου πηνίου.^[55]

5.2.8 Φυσικός Μηχανισμός

Ο φυσικός μηχανισμός στον οποίο στηρίζεται η τεχνική περιγράφεται από τον νόμο του Faraday κατά τον οποίο ένα μαγνητικό πεδίο αλληλεπιδρά με ένα ηλεκτρικό κύκλωμα για να παραχθεί τάση. Η μαθηματική έκφραση του νόμου σε διαφορική μορφή αποτελεί τον δεύτερο νόμο του Maxwell

$\nabla \times \mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t}$ και σε ολοκληρωτική μορφή χρησιμοποιώντας το θεώρημα Kelvin-Stokes γίνεται $\oint_{\partial \Sigma} \vec{E} \cdot d\vec{l} = - \int_{\Sigma} \frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \cdot d\vec{A}$, όπου Σ είναι η επιφάνεια που περικλείεται από τον κλειστό βρόχο $\partial \Sigma$, $\vec{E}$ και $\vec{B}$ το ηλεκτρικό και μαγνητικό πεδίο αντίστοιχα, $d\vec{l}$ το απειροστό μήκος του βρόχου $\partial \Sigma$ και $d\vec{A}$ το απειροστό κομμάτι της επιφάνειας Σ . Ορίζοντας την μαγνητική ροή μέσα από μια υποθετική επιφάνεια ως το επιφανειακό ολοκλήρωμα $\Phi_B = \iint_{\Sigma(t)} \vec{B}(\vec{r}, t) \cdot d\vec{A}$, ο νόμος του Faraday προβλέπει την εμφάνιση τάσης (ιστορικά αναφερόμενη λάθος ως ηλεκτρεγερτική δύναμη - electromotive force, emf) καθώς η ροή μεταβάλλεται με το χρόνο $\varepsilon = -\frac{d\Phi_B}{dt}$.

5.3 Sputtering

5.3.1 Τρόποι Παραγωγής Λεπτών Υμενίων

Ο σχηματισμός των λεπτών υμενίων επιτυγχάνεται εργαστηριακά με διάφορους τρόπους που κατηγοριοποιούνται σε δύο μεγάλες ομάδες. Στις χημικές και στις φυσικές μεθόδους. Όπως αντιλαμβάνεται κανείς εύκολα από τον χαρακτηρισμό “χημικές/φυσικές”, η ειδοποιός διαφορά βρίσκεται στον μηχανισμό που χρησιμοποιούν οι μέθοδοι αυτές. Οι πρώτες χρησιμοποιούν κατά βάση μια πρόδρομη ένωση η οποία προκαλεί μια χημική αντίδραση στην επιφάνεια του στερεού με αποτέλεσμα το σχηματισμού του λεπτού υμενίου. Ανάλογα με την φάση στην οποία βρίσκεται η πρόδρομη ένωση, οι χημικές μέθοδοι χωρίζονται σε:

- Επιμετάλλωση (plating)
- Χημική Εναπόθεση Διαλύματος (chemical solution deposition, CSD) ή Χημική Εναπόθεση Λουτρού (chemical bath deposition, CBD)
- Μέθοδος Langmuir-Blodgett
- Επίστρωση με Περιστροφή (spin coating)
- Εμβάπτιση (dip coating)
- Χημική Εναπόθεση με Εξάτμιση (chemical vapor deposition, CVD)
- Χημική Εναπόθεση με Εξάτμιση Ενισχυμένου Πλάσματος (plasma enhanced CVD)
- Εναπόθεση ατομικού στρώματος (atomic layer deposition)

Από την άλλη, οι φυσικές μέθοδοι χρησιμοποιούν μηχανικά, ηλεκτρομηχανικά, θερμοδυναμικά μέσα για την παραγωγή λεπτών υμενίων. Παραδείγματα φυσικής εναπόθεσης είναι:

- Εξάτμιση με Θέρμανση από Αντίσταση (Thermal Evaporation)
- Εξάτμιση με Θέρμανση Μεταλλικών Φύλλων
 - Εξάχνωση (Evaporation)
 - Εξάτμιση Πολλών Συνιστωσών
 - Εξάτμιση από Αναλαμπή (Flash Evaporation)
 - Εξάτμιση Τόξου (Arc Evaporation)
 - Τεχνική με Έκρηξη Σύρματος (Exploding wire)
 - Εξάτμιση με Laser (Pulsed Laser Deposition)
 - Επαγωγική Θέρμανση
 - Εξάτμιση με Θέρμανση του Υλικού μετά από Βομβαρδισμό με Ηλεκτρόνια (Electron-Bombardment Heating)
 - Καθοδική Εξαγωγή (Cathodic Sputtering)

Η τεχνική που αναλύεται παρακάτω είναι αυτή με την οποία παρασκευάστηκαν τα λεπτά υμένια στην παρούσα εργασία.

5.3.2 Sputtering (Ιοντοβολή)^[55]

(Το ρήμα “to sputter” προέρχεται από την λατινική λέξη “Sputare” που σημαίνει “πτύω με θόρυβο”. Το 1970, ο Peter J. Clarke κατασκεύασε το πρώτο “Sputter Gun” και εκτίναξε την βιομηχανία ημιαγωγών επιτρέποντας ακριβή και αξιόπιστη εναπόθεση υλικών σε ατομικό επίπεδο, χρησιμοποιώντας πλάσμα ηλεκτρονίων και ιόντων σε περιβάλλον κενού)

Το Sputtering είναι μια φυσική μέθοδος εναπόθεσης λεπτών υμενίων μέσω εξάτμισης. Είναι η κύρια μέθοδος βιομηχανικής παραγωγής ημιαγωγών, disc drives, CDs, οπτικών συσκευών. Σε ατομικό

επίπεδο, είναι η διαδικασία κατά την οποία εκπέμπονται άτομα από ένα υλικό στόχο/πηγή, ώστε να αποτεθούν σε ένα υπόστρωμα, ως αποτέλεσμα του βομβαρδισμού από τον στόχο με ιόντα αδρανούς αερίου υψηλής ενέργειας.

Η ανάπτυξη υμενίων με χημική σύσταση παρόμοια του στόχου σε χαμηλές θερμοκρασίες υποστρώματος και η εφαρμογή σε μεγάλη γκάμα από υλικών, όπως μέταλλα, ημιαγωγούς και μονωτές αποτελεί το μεγάλο πλεονέκτημα της μεθόδου.

Κατά τη διαδικασία αυτή, ένα αέριο φορτισμένων σωματιδίων βρίσκεται πάνω από το στόχο, ο οποίος διατηρείται σε αρνητική τάση μερικών εκατοντάδων Volt. Ο στόχος παίζει τον ρόλο μιας καθόδου, οπότε βομβαρδίζεται από τα θετικά ιόντα των αερίων, που αποτελούν το πλάσμα. Έτσι, τα άτομα του στόχου αποκτούν αρκετή ενέργεια, ώστε να διαφύγουν από το στόχο στο θάλαμο. Τα ελεύθερα πλέον άτομα, βρίσκονται είτε αυτούσια είτε σε μορφή ενώσεων με το αέριο του πλάσματος. Μερικά από τα ελεύθερα άτομα ξαναγυρνάνε στον στόχο, άλλα αποτίθενται στις εσωτερικές επιφάνειες του θαλάμου ενώ τα υπόλοιπα αποτίθενται στο υπόστρωμα και συμπυκνώνονται σχηματίζοντας το λεπτό υμένιο.

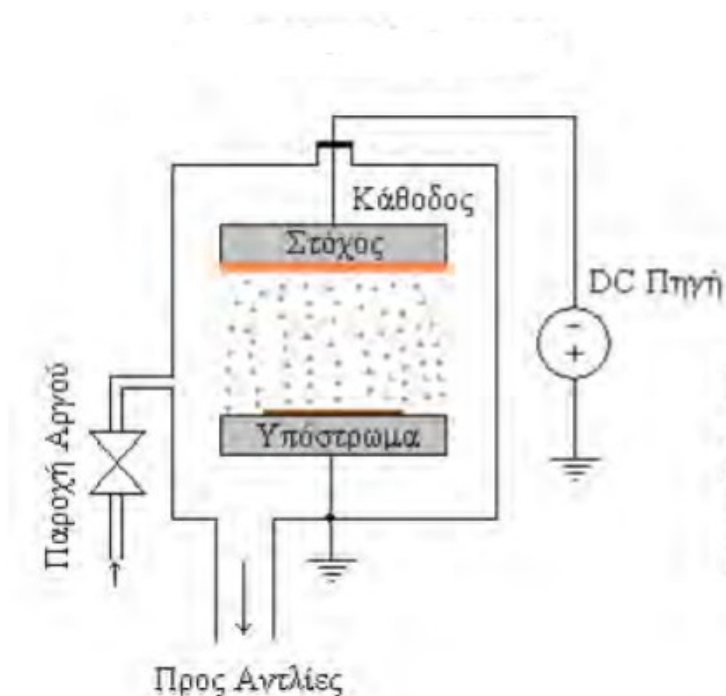
Για να αποφύγουμε το σχηματισμό ενώσεων αν αυτές δεν είναι επιθυμητές, χρησιμοποιούμε ένα ευγενές στοιχείο ως αέριο πλάσματος, τις περισσότερες φορές Ar. Ένα ακόμα πλεονέκτημα του Ar στη χρήση του ως αέριο πλάσματος είναι το ότι τα άτομά του έχουν συγκρίσιμο μέγεθος με τα άτομα των περισσότερων μετάλλων. Επιπλέον υπάρχει σε μεγάλες ποσότητες και είναι σχετικά φθινό. Καθώς τα ιόντα του Ar προσκρούουν στην επιφάνεια του στόχου, ουδετεροποιούνται προσλαμβάνοντας ηλεκτρόνια και μερικά θάβονται στην επιφάνεια του στόχου, ενώ τα περισσότερα επιστρέφουν προς τα πίσω και επαναϊοντίζονται. Μ' αυτόν τον τρόπο η όλη διαδικασία είναι αυτοσυντηρούμενη.

5.3.3 Διεργασίες Sputtering

Χωρίζουμε τις διεργασίες Sputtering σε 4 κατηγορίες. (1) dc, (2) RF, (3) magnetron, (4) reactive. Εντούτοις, αναγνωρίζουμε πως υπάρχουν σημαντικές παραλλαγές μέσα σε κάθε κατηγορία (πχ. δυναμικό πόλωσης dc), ακόμα και συνδυασμοί αυτών των κατηγοριών (reactive RF). Στόχοι απ' όλα τα πρακτικώς σημαντικά υλικά είναι εμπορικά διαθέσιμοι για χρήση στις διεργασίες sputtering. Ένας επιλεγμένος αριθμός στόχων που αναπαριστούν τις σημαντικές τάξεις των στερεών δίνεται στον Πίνακα 2 μαζί με τις εφαρμογές για τις οποίες χρησιμοποιούνται συνήθως.

Γενικά, στόχοι από μέταλλα και κράματα μετάλλων παράγονται με τήξη είτε σε κενό είτε σε ελεγχόμενη ατμόσφαιρα και ακολουθεί θερμοδυναμική κατεργασία. Στόχοι, από κράματα μετάλλων δύστηκτων και ανθεκτικών στη φθορά (πχ. Ti-W) περνάνε από κατεργασία που εντάσσεται στην μεταλλουργία σκόνης. Μη μεταλλικοί στόχοι προετοιμάζονται με παρόμοιο τρόπο. Οι στοιχειακοί και μεταλλικοί στόχοι τείνουν να έχουν καθαρότητα 99,99% ή μεγαλύτερη, ενώ οι μη μεταλλικοί μικρότερη- 99,9%. Επιπρόσθετα, μέσω της κατεργασίας με σκόνη επιτυγχάνονται πυκνότητες μικρότερες των θεωρητικών. Αυτά αντανakλώνται τις περισσότερες φορές στην εκπομπή σωματιδίων, στην απελευθέρωση παγιδευμένων αερίων, στην μη ομογενή διάβρωση του στόχου και στα εναποτιθέμενα υμένια ανώτερης ποιότητας. Στόχοι είναι διαθέσιμοι σε διάφορα σχήματα και μεγέθη. Πριν τη χρήση, πρέπει να τοποθετηθούν σε ένα ψυχρό επίπεδο για να αποφευχθεί η δημιουργία ρωγμών λόγω θέρμανσης. Υλικά, υψηλής θερμικής αγωγιμότητας, κατασκευασμένα από εποξειδικό τσιμέντο ενισχυμένα με μέταλλο (metal-filled epoxy cement) χρησιμοποιούνται γι' αυτό τον σκοπό.

5.3.4 DC Sputtering



Εικόνα 5.10: Απλοποιημένο διάγραμμα DC Sputtering

Η τεχνική του DC Sputtering χρησιμοποιείται για την παρασκευή δειγμάτων που είναι ηλεκτρικώς αγώγιμα (κατά κύριο λόγο μέταλλα) επειδή οι DC μονάδες δρουν σαν πυκνωτές. Η τάση του ρεύματος είναι συνεχής. Στην περίπτωση που ο στόχος είναι μονωτής, το αγώγιμο ηλεκτρόδιο της καθόδου, που βρίσκεται πίσω από αυτόν, έλκει αρχικά τα θετικά ιόντα του Ar, τα οποία συσσωρεύονται στην επιφάνεια του στόχου. Η συσσώρευση του φορτίου γίνεται σε τέτοιο βαθμό ώστε η διαδικασία διακόπτεται εντελώς και καταλήγουμε σε ένα πλήρως φορτισμένο πυκνωτή. Για να επανεκκινηθεί η διαδικασία, θα πρέπει να εξουδετερωθεί το συσσωρευμένο θετικό φορτίο στην επιφάνεια του στόχου. Αυτό επιτυγχάνεται με την αναστροφή της πολικότητας της πηγής, ώστε η άνοδος να γίνει κάθοδος και να έλξει αρκετά ηλεκτρόνια. Τα ηλεκτρόνια επιταχύνονται πολύ πιο γρήγορα από τα θετικά ιόντα αφού έχουν συγκριτικά μικρότερη μάζα. Για να μην προλάβουν τα ιόντα να αλλάξουν κατεύθυνση από το ανάστροφο πεδίο, αφού αυτό τα απομακρύνει από το στόχο, θα πρέπει η συχνότητα που θα εφαρμόσουμε να είναι της τάξης των MHz.

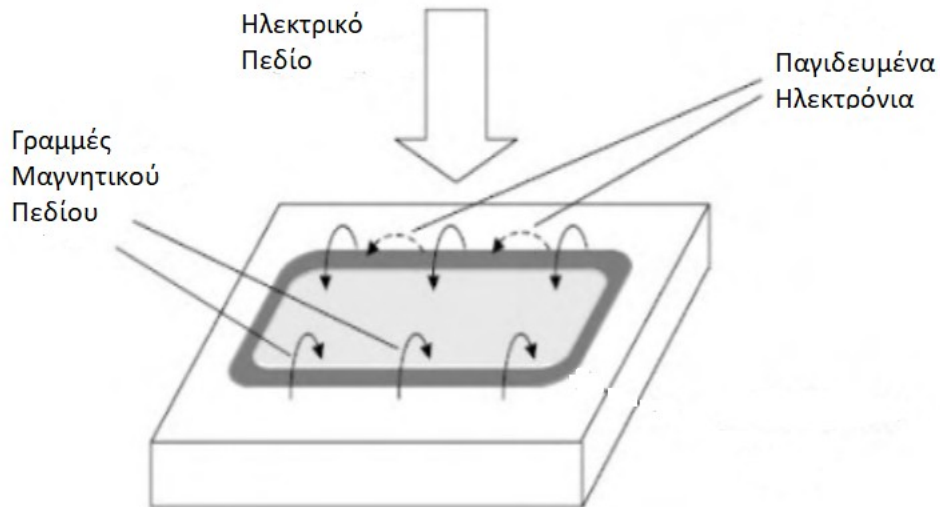
5.3.5 Magnetron Sputtering

Παρά τα πλεονεκτήματα της μεθόδου, υπάρχουν αρκετά σημεία στα οποία το sputtering υστερεί. Μεγάλο μέρος της ενέργειας του Ar μεταφέρεται στον στόχο με τη μορφή θερμότητας και μόνο το 10% της ολικής ενέργειάς του χρησιμοποιείται για να αποκολληθούν τα άτομα από τον στόχο. Γι' αυτό το λόγο θεωρείται απαραίτητη η ψύξη του συστήματος με νερό.

Ένα ακόμα πρόβλημα είναι το ότι ρυθμός εναπόθεσης στην επιφάνεια του υποστρώματος είναι χαμηλός και η ποιότητα της μικροδομής των παραγόμενων υμενίων είναι φτωχή. Η διαδικασία δημιουργίας πλάσματος δεν είναι δυνατό να αυτοσυντηρείται και αποτυγχάνει, εκτός κι αν γίνεται σε συνθήκες μεγάλων πιέσεων, της τάξης των 10 Pascal περίπου. Η αύξηση της πίεσης, ωστόσο, θα οδηγήσει και σε αύξηση του αριθμού των συγκρούσεων μεταξύ των ατόμων του αερίου.

Προκειμένου να εστιαστεί το πλάσμα στο στόχο και να ξεπεραστούν τα παραπάνω προβλήματα, εφαρμόζονται μαγνητικά πεδία. Η διαδικασία του magnetron sputtering έχει τα παρακάτω πλεονεκτήματα

- Η τάση λειτουργίας είναι χαμηλότερη
- Το μέσο μήκος ελεύθερης διαδρομής των ηλεκτρονίων που κινούνται σε κυκλοειδείς τροχιές είναι μεγαλύτερο
- Ο ρυθμός εναπόθεσης αυξάνεται
- Η ικανότητα ιονισμού και η πυκνότητα των ιόντων είναι μεγαλύτερη
- Τα ηλεκτρόνια παγιδεύονται κοντά στον στόχο και κρατούνται μακριά από τα εσωτερικά τοιχώματα του θαλάμου



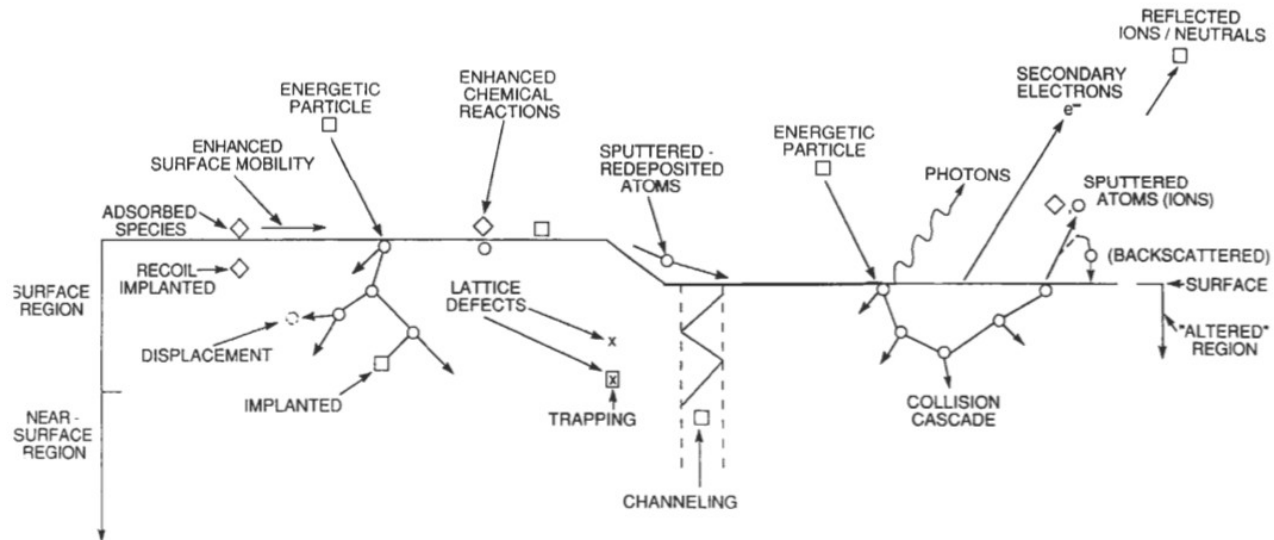
Εικόνα 5.11: Συνδυασμός Ηλεκτρικού και Μαγνητικού Πεδίου στο Magnetron Sputtering

5.3.6 Ικανότητα Sputtering

Σχηματικά, το Sputtering προσομοιάζει με την εικόνα του μπιλιάρδου. Όπως ο παίκτης με τη βοήθεια μιας μπάλας χτυπάει μια ομάδα από μπάλες στο κέντρο του τραπέζιου, έτσι και στο Sputtering το ιόν Ar^+ (μαύρη μπάλα) χτυπάει τον στόχο μεταφέροντας κινητική ενέργεια στα άτομά του (ομάδα από μπάλες) και κάποια από αυτά εκτοξεύονται προς το υπόστρωμα (μπάλες που κινούνται προς το ημιεπίπεδο του παίκτη). Η ικανότητα Sputtering S ορίζεται ως ο αριθμός των ατόμων που εκτοξεύονται από τον στόχο ανά ιόν που προσπίπτει και είναι μέγεθος εκτίμησης της απόδοσης της διαδικασίας. Πειραματικά παίρνει τιμές από 10^{-5} έως 10^3 .

5.3.7 Αλληλεπιδράσεις Ιόντων-Επιφανειών

Η κατανόηση του τι συμβαίνει όταν ιόντα συγκρούονται με επιφάνειες είναι κρίσιμη για την ανάλυση και τον σχεδιασμό των διεργασιών του Sputtering. Κάποιες από τις διεργασίες που συμβαίνουν φαίνονται στην Εικόνα 5.12.



Εικόνα 5.12: Απεικόνιση των φαινομένων που παίρνουν μέρος όταν επιφάνεια βομβαρδίζεται με σωματίδια υψηλής ενέργειας και η ανάπτυξη υμενίων

Κάθε αλληλεπίδραση εξαρτάται από τον τύπο των ιόντων (μάζα, φορτίο), την φύση των των επιφανειακών ατόμων που παίρνουν μέρος και την ενέργεια των ιόντων. Κάποιες από αυτές τις αλληλεπιδράσεις χρησιμοποιούνται ευρέως στις διεργασίες λεπτών υμενίων, στην εναπόθεση και σε τεχνικές χαρακτηρισμού. Για παράδειγμα, η εμφύτευση ιόντων περιλαμβάνει “θάψιμο” ιόντων κάτω από την επιφάνεια του στόχου. Η εμφύτευση ιόντων B, P, As σε Si με ενέργειες ιόντων που κυμαίνονται από δεκάδες με 100keV είναι βασική στην κατασκευή συσκευών με μεγάλη κλίμακα ολοκληρωμένων κυκλωμάτων (VLSI). Σε αντίθεση, τεχνικές φασματοσκοπίας σκέδασης ιόντων απαιτούν τα προσπίπτοντα ιόντα να επανεκπεμπούν ώστε να χρησιμοποιηθούν σε μετρήσεις απώλειας ενέργειας.

Κεφάλαιο 6

Αποτελέσματα

6.1 Εναπόθεση λεπτών υμενίων Co/W

Σ' αυτό το κεφάλαιο θα παρουσιαστούν τα αποτελέσματα της εναπόθεσης των λεπτών υμενίων Co/W. Τα δείγματα παρασκευάστηκαν με την τεχνική sputtering και χωρίζονται σε δύο κατηγορίες. Η πρώτη αποτελείται από δείγματα με σταθερό επαναλαμβανόμενο αριθμό στρωμάτων Co και W και με αλλαγές στο πάχος των στρωμάτων. Η δεύτερη σειρά αποτελείται από δείγματα με σταθερό αριθμό επαναλαμβανόμενων στρωμάτων και ίδιο πάχος αλλά παρασκευασμένα με διαφορετικό ρυθμό απόθεσης.

Το υπόστρωμα που χρησιμοποιήθηκε στην εναπόθεση είναι Si στην επιφάνεια του οποίου έχει σχηματιστεί ένα στρώμα SiO₂ λόγω της επαφής του με τον ατμοσφαιρικό αέρα. Επίσης, ένα οξείδιο σχηματίζεται στην επιφάνεια του υμενίου, συγκεκριμένα WO₂. Πριν την εναπόθεση, η πίεση του θαλάμου ήταν περίπου 8×10^{-7} Torr ενώ κατά την εναπόθεση ανέβαινε στην τάξη των mTorr με παροχή Ar 18.5 sccm.

Δείγμα	Αριθμός επαναλήψεων	Πάχος Co (Å)	Πάχος W (Å)	Ρυθμός Απόθεσης (Å/s)	Ισχύς W Co
<i>Σειρά 1</i>					
W ₄₅ (Co ₁₀ W ₁₀) ₈ (Sp685)	8	10.0	10.0	W:0.251 Co:0.366	120WRF 57WDC
W ₄₅ (Co ₃₀ /W ₃₀) ₈ (Sp686)	8	29.8	30.1	W:0.251 Co:0.366	120WRF 57WDC
W ₄₅ (Co ₁₅ /W ₁₅) ₉ (Sp689)	9	14.9	14.4	W:0.251 Co:0.366	120WRF 57WDC
W ₄₅ (Co ₁₅ /W ₁₅) ₈ (Sp690)	8	14.9	14.4	W:0.251 Co:0.366	120WRF 57WDC
W ₄₅ (Co ₁₂ /W ₁₂) ₈ (Sp693)	8	11.9	12.0	W:0.251 Co:0.366	120WRF 57WDC
<i>Σειρά 2</i>					
W ₄₅ (Co ₁₅ /W ₁₅) ₈ (Sp782)	8	15.0	15.0	0.129	80WRF 20WDC
W ₄₅ (Co ₁₅ /W ₁₅) ₈ (Sp783)	8	15.0	15.0	0.605	32WRF 60WDC
W ₄₅ (Co ₁₅ /W ₁₅) ₈ (Sp784)	8	15.0	15.0	0.807	55WRF 80WDC

Η μονάδα καθοδικής ιοντοβολής με την οποία έγινε η εναπόθεση είναι του οίκου MANTIS. Αποτελείται από ένα ημισφαιρικό θάλαμο κενού, από ανοξείδωτο χάλυβα 316, με διάμετρο 500 mm και συμβατό με τεχνολογία υπερυψηλού κενού, το οποίο αντλείται από τεχνολογία στροβίλου (ταχύτητα άντλησης αζώτου 250l/s), υποστηριζόμενη από μηχανική αντλία τύπου-scroll με ταχύτητα άντλησης 12.6m³/h. Διαθέτει τρεις πηγές καθοδικής ιοντοβολής τύπου Magnetron-Sputtering (οι δύο από αυτές είναι τριών ιντσών και η μία διαμέτρου δύο ιντσών) σε συνεστιακή γεωμετρία. Η τροφοδοσία γίνεται από δύο τροφοδοτικά RF/DC. Οι πηγές διαθέτουν ελεγχόμενα διαφράγματα, με αυτοματοποιημένο χρονικό έλεγχο που επιτρέπει την εναπόθεση πολυστρωματικών διατάξεων.

Λόγω των φαινομένων διάχυσης που αναπτύσσονται μεταξύ των μονοστρωμάτων Co και W, το πάχος των μονοστρωμάτων αλλάζει. Για τον υπολογισμό του πάχους και της τραχύτητας της επιφάνειας και των διεπιφανειών χρησιμοποιήθηκε η τεχνική της ανάκλασης ακτίνων X, όπως περιγράφηκε στο Κεφάλαιο 5. Η πυκνότητα του μήκους σκέδασης (Scattering Length Density, SLD) δίνει πληροφορία για το αν η μορφή των πολυστρωματικών υμενίων έχει διατηρηθεί παρά τη διάχυση που έχει λάβει μέρος. Το πρόγραμμα που χρησιμοποιήθηκε για τον θεωρητικό υπολογισμό και την σύγκριση με τα πειραματικά αποτελέσματα είναι το GenX-2.4.10.

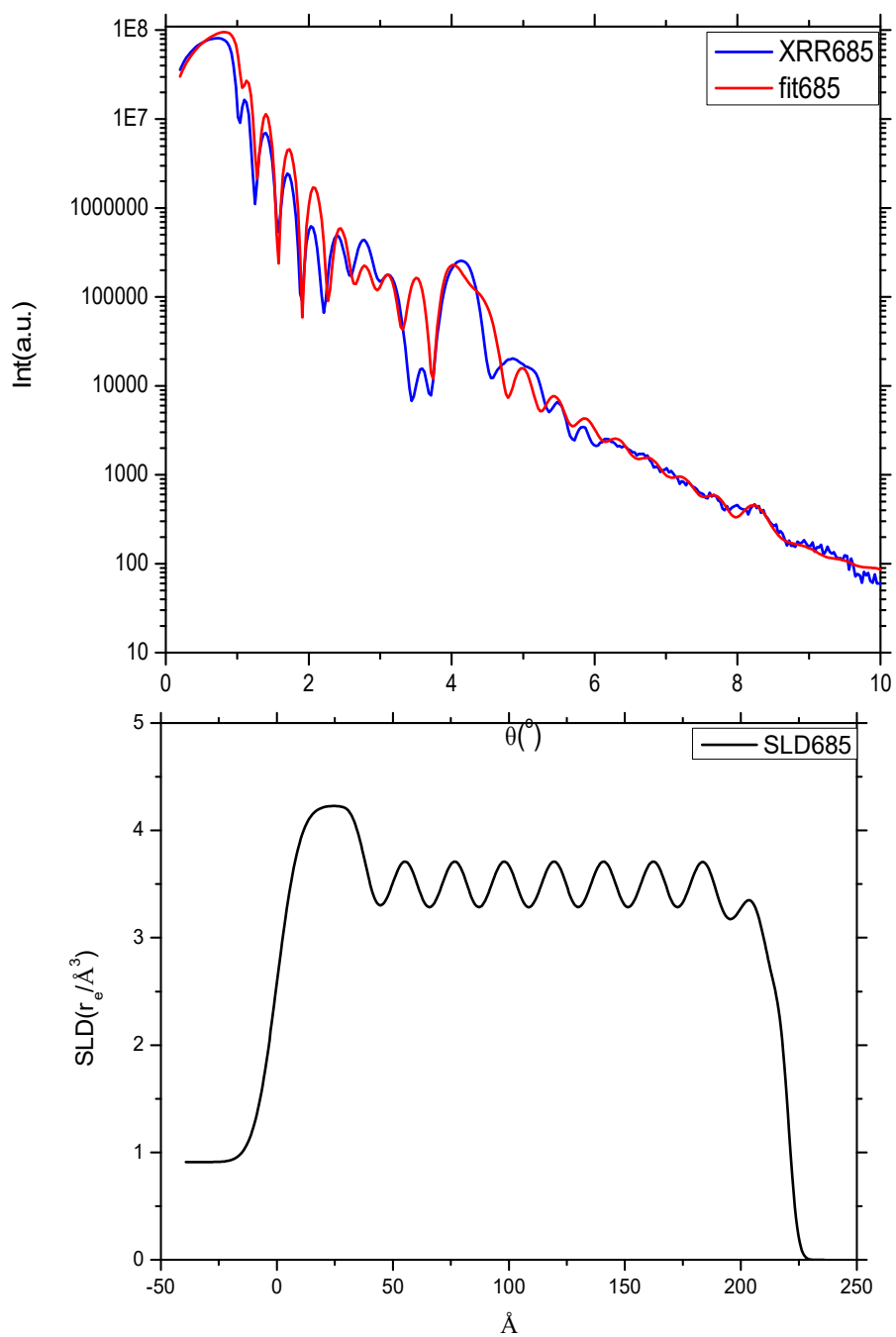
Η μελέτη της μαγνήτισης που εμφάνιζαν τα λεπτά υμένια Co/W έγινε με μαγνητόμετρο παλλόμενου δείγματος. Οι μετρήσεις γίνανε πρώτα σε κάθετο και μετά σε παράλληλο προσανατολισμό και σε εύρος μαγνητικού πεδίου -15 έως 15 kOe. Το δείγμα τοποθετήθηκε σε διαμαγνητικό συγκρατητή (holder).

Η μέθοδος της ανάκλασης ακτίνων X καθώς και η μέτρηση της μαγνήτισης έδωσε τα παρακάτω αποτελέσματα.

6.2 Πειραματικά αποτελέσματα XRR και σύγκριση του fitting από GenX

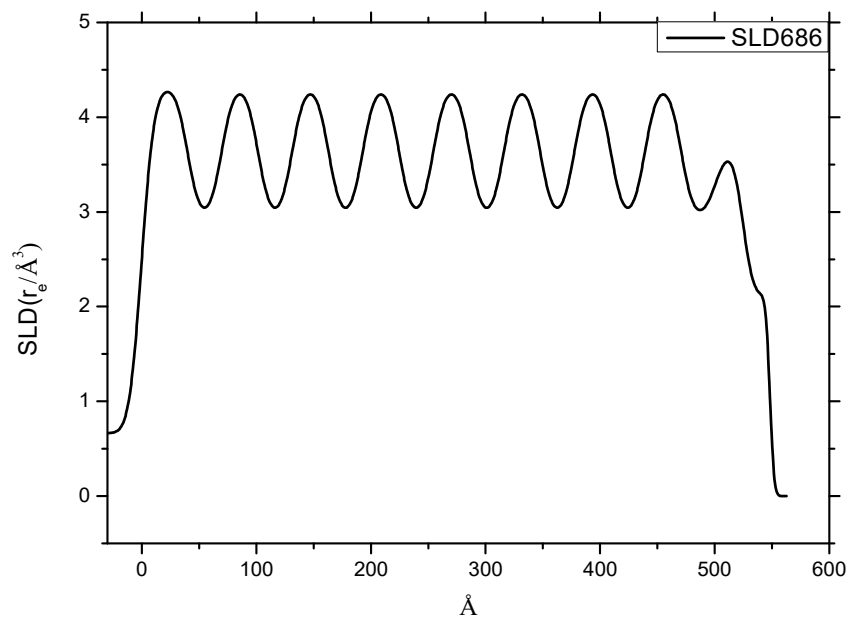
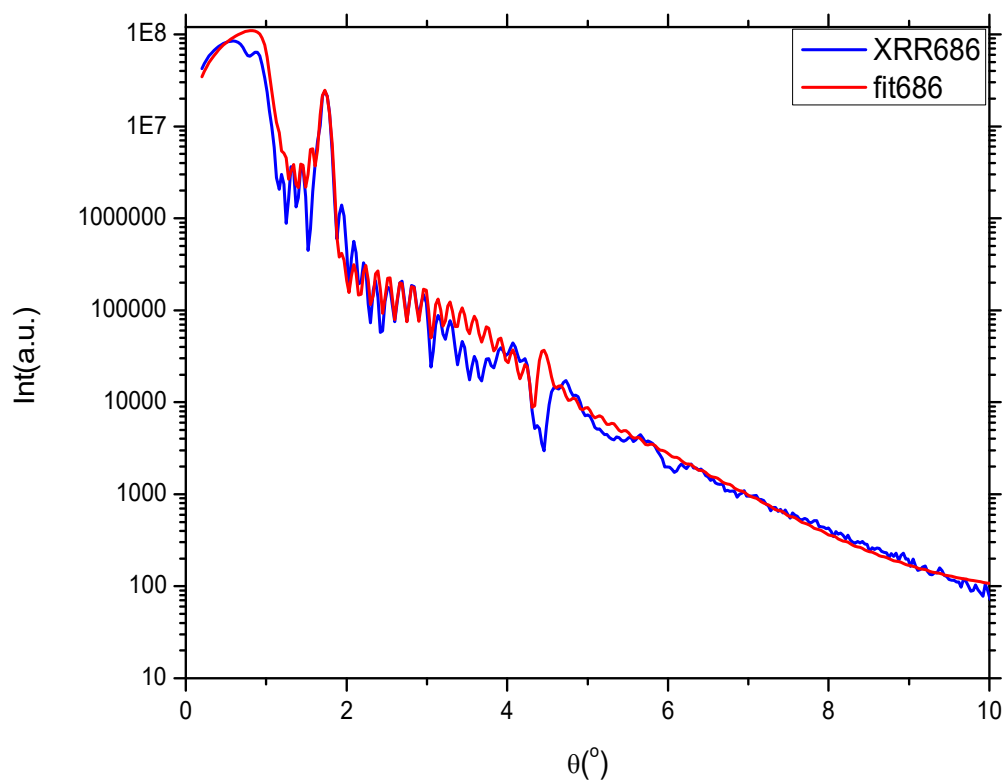
Σειρά 1

Δείγμα $W_{45}(Co_{10}W_{10})_8$ (Sp685)



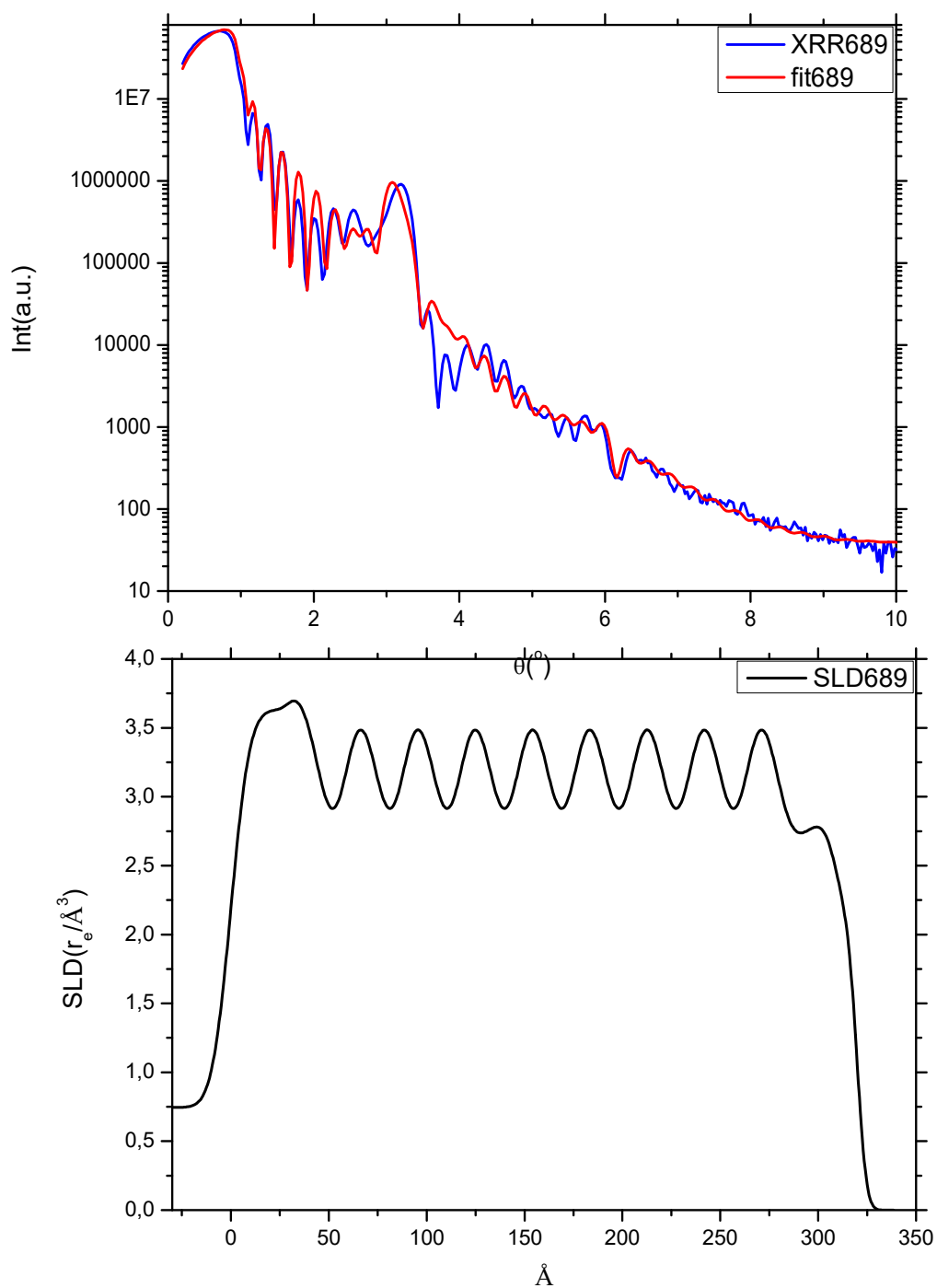
Layer	Πυκνότητα (unit/Å ³)	Πάχος (Å)	Τραχύτητα (Å)
WO ₂	0.029	11.12	3.10
Wsurf	0.055	9.42	4.42
Co	0.117	11.49	6.89
W	0.062	9.91	4.50
Wund	0.062	29.00	1.90
SiO ₂	0.03	∞	7.83

Δείγμα $W_{45}(Co_{30}/W_{30})_8$ (Sp686)



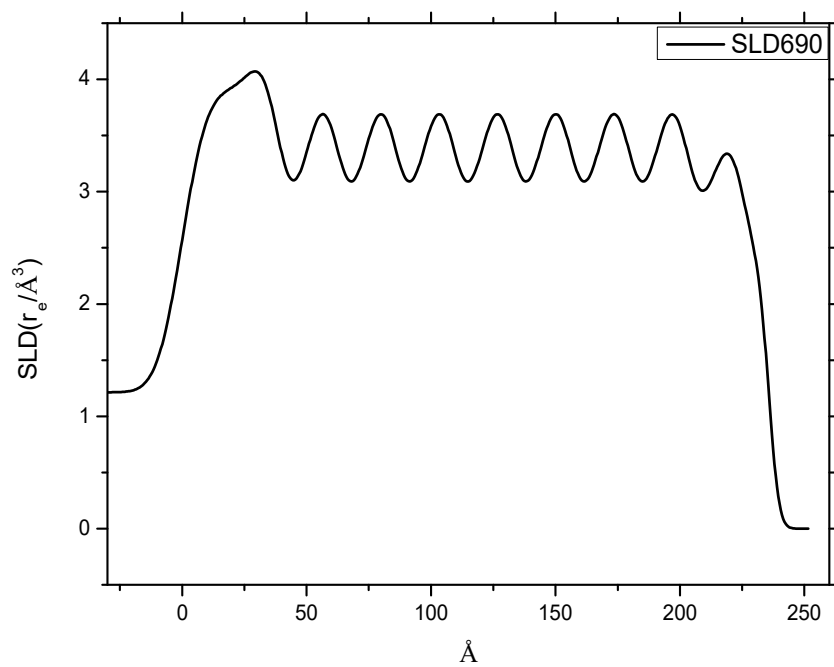
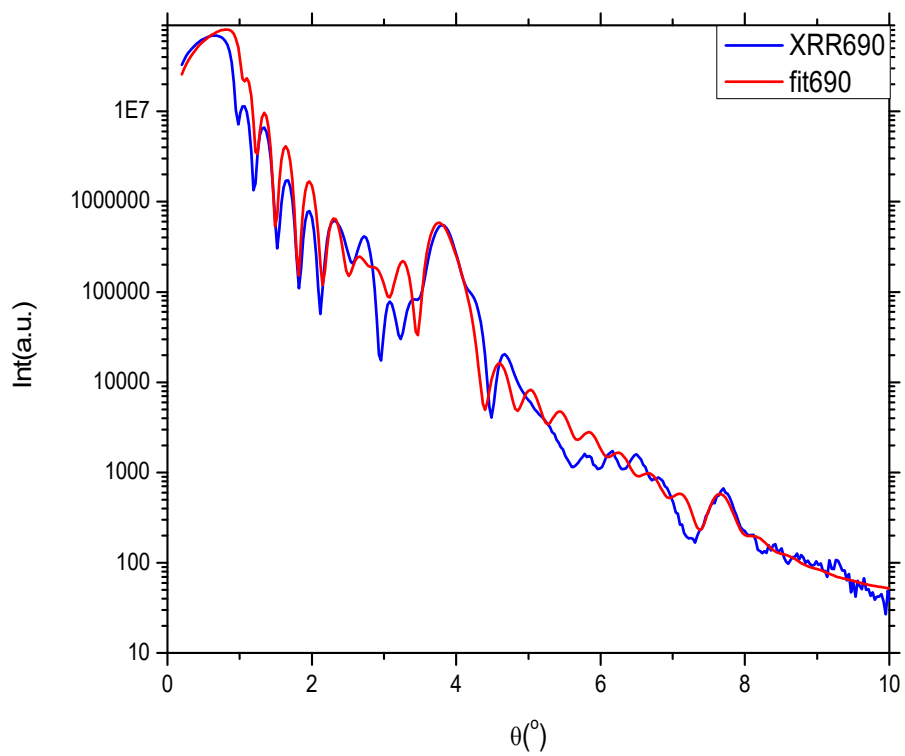
Layer	Πυκνότητα (unit/Å ³)	Πάχος (Å)	Τραχύτητα (Å)
WO ₂	0.025	23.40	2.93
Wsurf	0.053	24.13	7.00
Co	0.122	29.79	7.98
W	0.063	31.78	7.96
Wund	0.063	8.06	3.32
SiO ₂	0.022	∞	8.67

Δείγμα W₄₅(Co₁₅/W₁₅)₉ (Sp689)



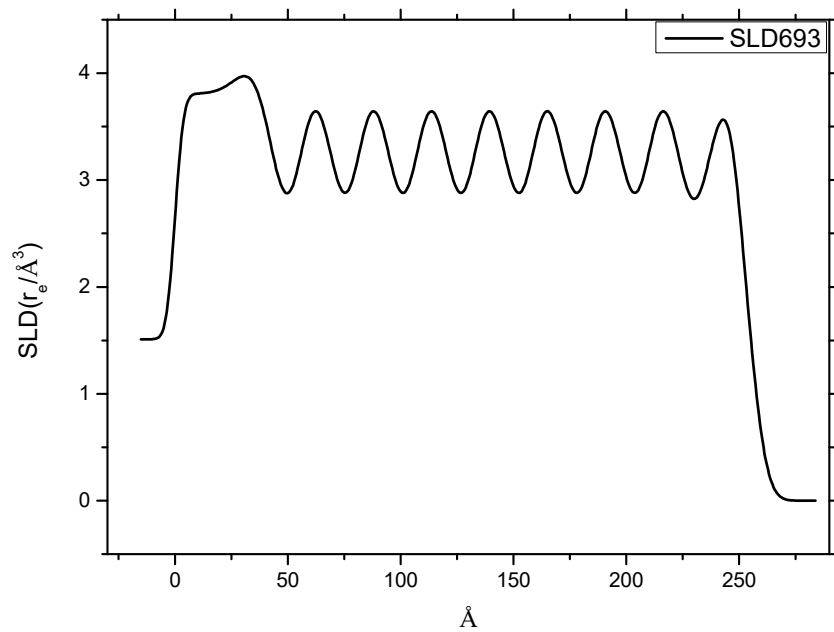
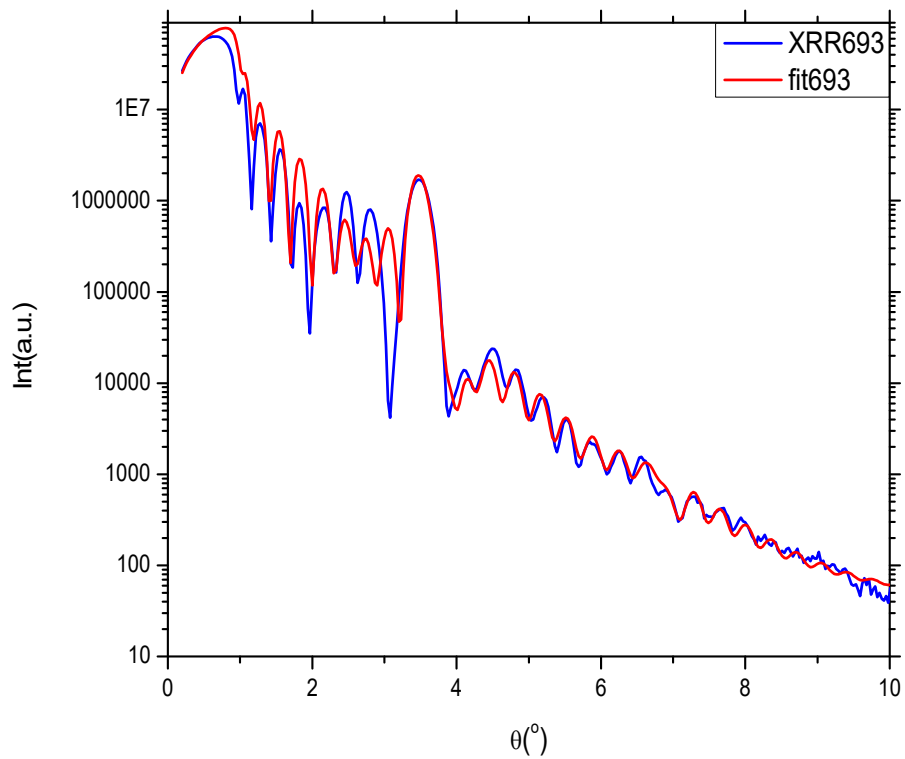
Layer	Πυκνότητα (unit/Å ³)	Πάχος (Å)	Τραχύτητα (Å)
WO ₂	0.024	10.53	3.71
Wsurf	0.041	16.30	4.98
Co	0.108	14.65	5.99
W	0.055	14.60	6.75
Wund	0.053	29.90	3.50
SiO ₂	0.025	∞	7.60

Δείγμα $W_{45}(Co_{15}/W_{15})_8$ (Sp690)



Layer	Πυκνότητα (unit/Å ³)	Πάχος (Å)	Τραχύτητα (Å)
WO ₂	0.027	10.78	3.19
Wsurf	0.056	10.86	5.08
Co	0.104	11.50	6.93
W	0.062	11.90	5.17
Wund	0.057	27.01	5.00
SiO ₂	0.040	∞	8.00

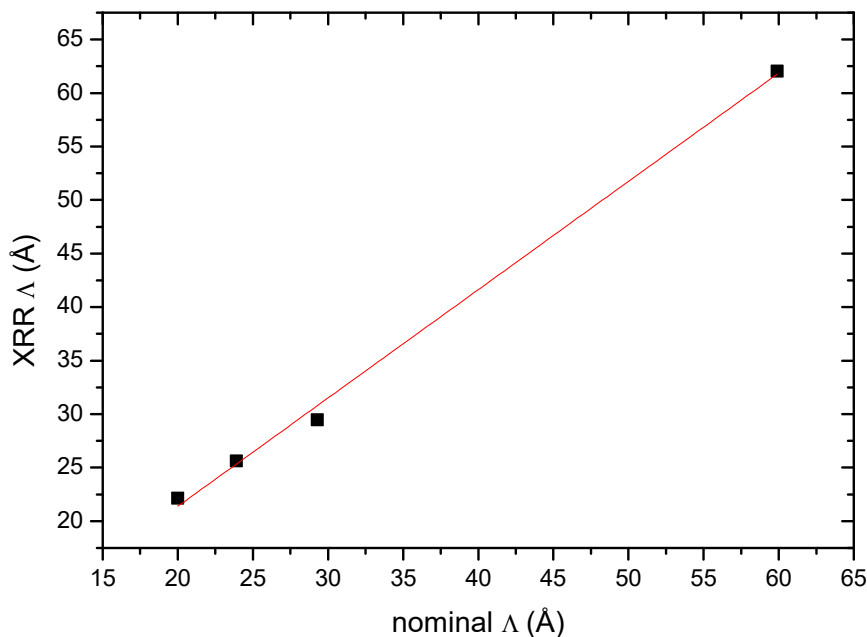
Δείγμα $W_{45}(Co_{12}/W_{12})_8$ (Sp693)



Layer	Πυκνότητα (unit/Å ³)	Πάχος (Å)	Τραχύτητα (Å)
WO ₂	0.027	6.50	5.57
Wsurf	0.056	13.94	4.35
Co	0.095	13.25	5.79
W	0.062	12.43	6.84
Wund	0.055	30.46	7.98
SiO ₂	0.050	∞	3.04

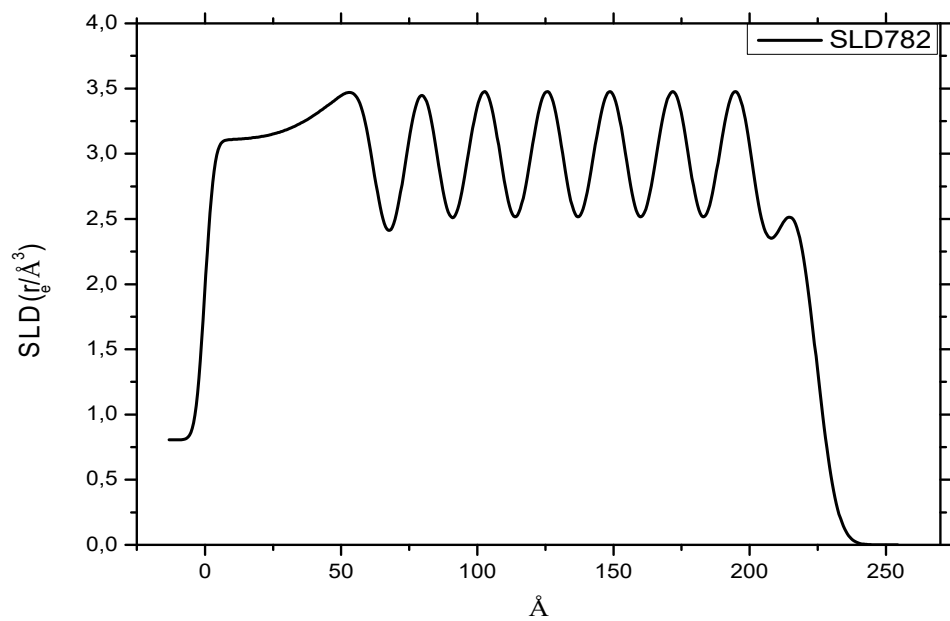
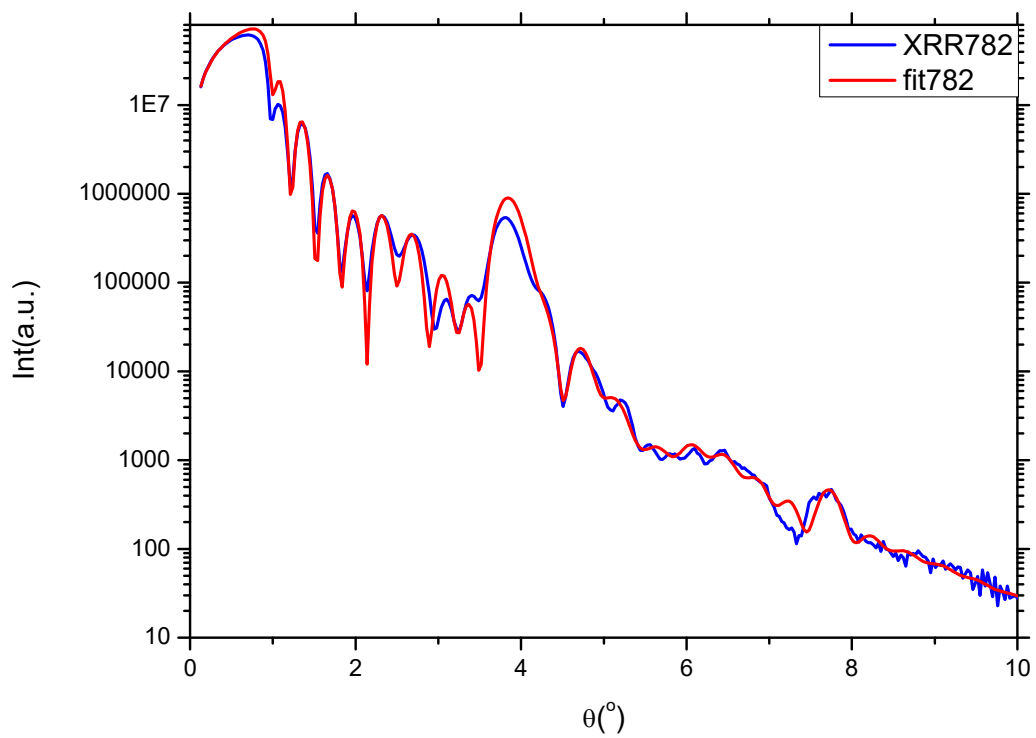
Στα διαγράμματα που προέκυψαν από την ανάλυση του XRR παρατηρούμε πως εμφανίζονται κορυφές Bragg, επιβεβαιώνοντας την ύπαρξη πολυστρωματικής δομής στα παρασκευασμένα υμένια. Την ίδια πληροφορία μπορούμε να πάρουμε και από την μορφή του διαγράμματος της πυκνότητας μήκους σκέδασης SLD. Η πληροφορία για το πάχος των στρωμάτων προήλθε από την απόσταση των κροσσών Kiessig, για την πυκνότητα από την τιμή της κρίσιμης γωνίας ενώ για την τραχύτητα από τον τρόπο με το οποίο φθίνει το σήμα. Καθώς όμως οι τιμές της τραχύτητας είναι μεγάλες σχετικά με τις αντίστοιχες τιμές του πάχους των στρωμάτων, δεν μπορούμε να μιλάμε για τέλειες διεπιφάνειες.

Στο παρακάτω διάγραμμα, γίνεται σύγκριση της ονομαστικής τιμής των διστρωμάτων με την τιμή που πήραμε από την ανάλυση από το XRR. Η κλίση της ευθείας είναι 1.01 ± 0.04 και τέμνει τον κάθετο άξονα στην θέση 0. Παρατηρούμε ότι το πάχος του διστρώματος Co/W, το οποίο εμφανίζεται περιοδικά στη δομή των δειγμάτων μας, δεν αλλάζει αισθητά.



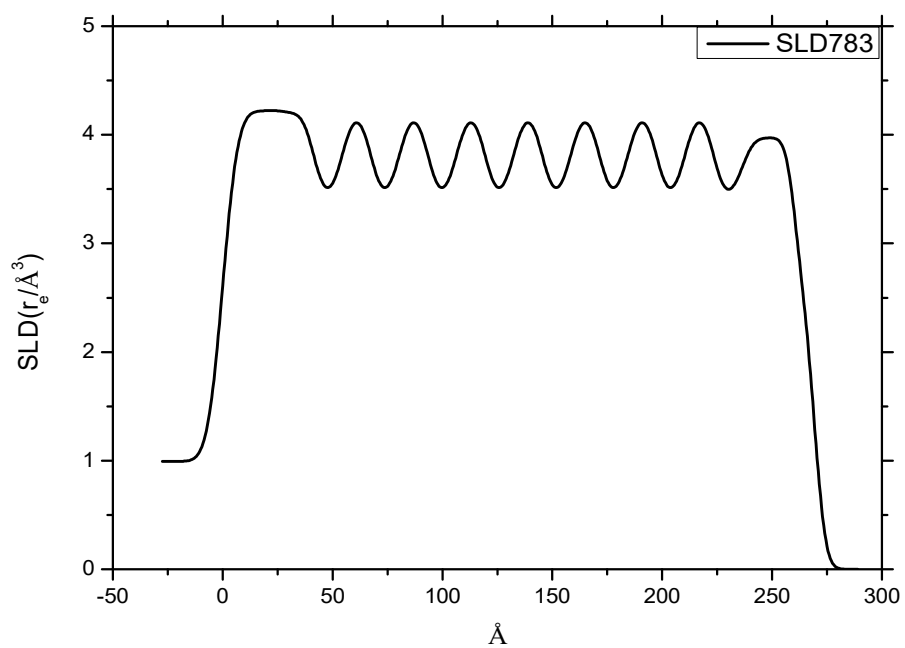
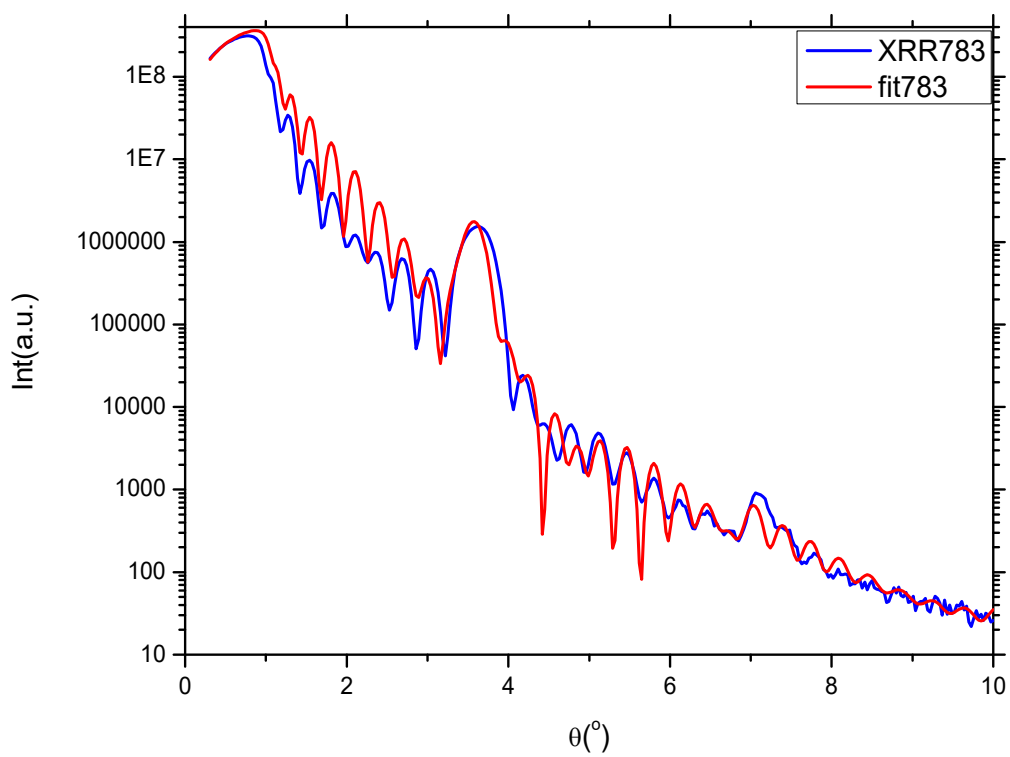
Σειρά 2

Δείγμα $W_{45}(Co_{15}/W_{15})_8$ (Sp782)



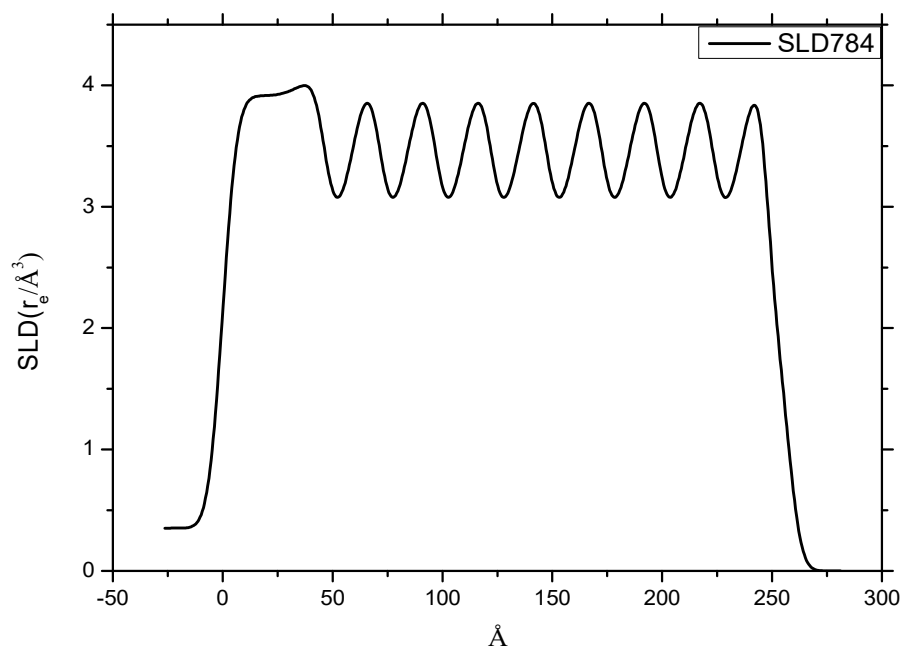
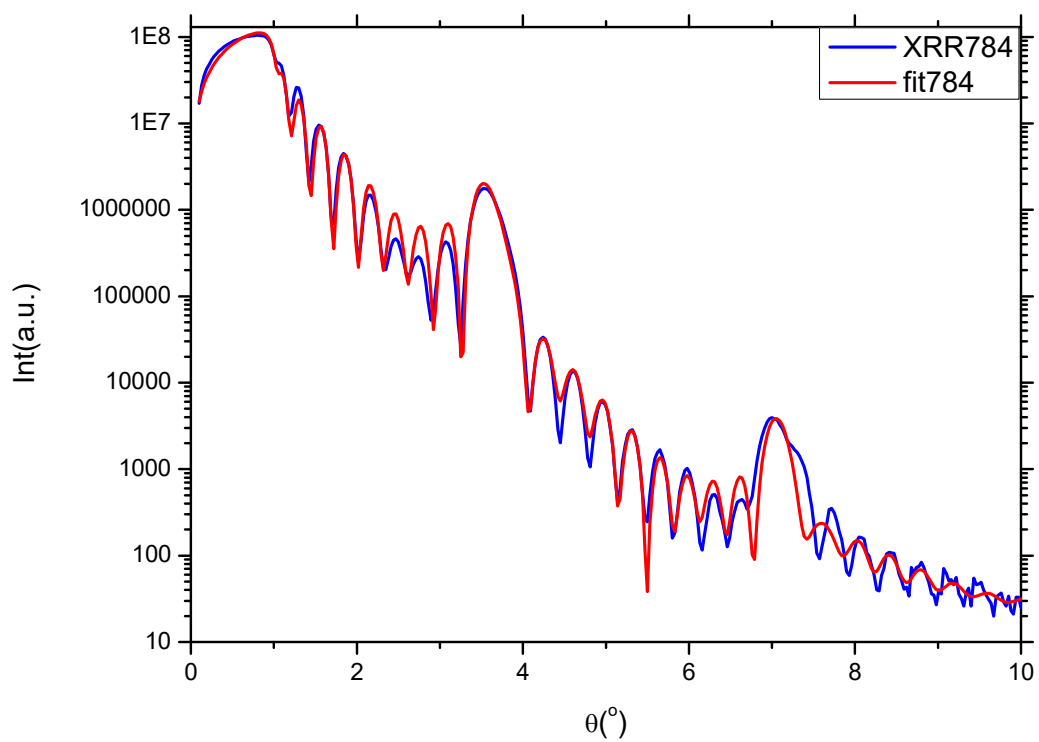
Layer	Πυκνότητα (unit/Å ³)	Πάχος (Å)	Τραχύτητα (Å)
Wsurf	0.042	12.86	6.01
Co	0.086	10.76	5.89
W	0.056	12.29	6.12
Wund	0.045	50.25	17.00
SiO ₂	0.032	∞	2.63

Δείγμα $W_{45}(Co_{15}/W_{15})_8$ (Sp783)



Layer	Ποκνότητα (unit/Å ³)	Πάχος (Å)	Τραχύτητα (Å)
Wsurf	0.058	23.92	3.50
Co	0.141	13.00	3.84
W	0.061	13.00	4.42
Wund	0.061	28.37	2.50
SiO ₂	0.033	∞	5.50

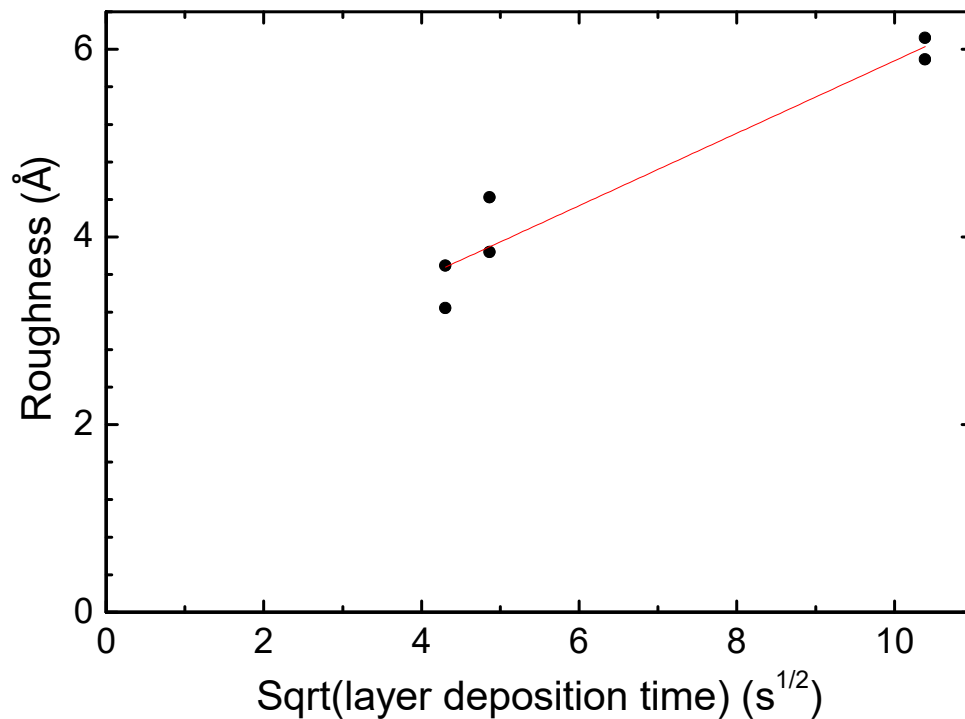
Δείγμα $W_{45}(Co_{15}/W_{15})_8$ (Sp784)



Layer	Πυκνότητα (unit/Å ³)	Πάχος (Å)	Τραχύτητα (Å)
Wsurf	0.059	12.02	9.83
Co	0.119	12.96	3.24
W	0.059	12.27	3.69
Wund	0.057	33.99	6.25
SiO ₂	0.025	∞	5.26

Από την εμφάνιση των κορυφών Bragg αλλά και από την μορφή του διαγράμματος SLD συμπεραίνουμε ότι τα υμένια διατηρούν την πολυστρωματική τους δομή.

Τοποθετώντας σε ένα διάγραμμα τις τιμές της τραχύτητας (Roughness) και της τετραγωνικής ρίζας του χρόνου απόθεσης ($s^{1/2}$) παίρνουμε την παρακάτω γραφική παράσταση. Η κλίση της, όπως προκύπτει από την σχέση τραχύτητας-χρόνου απόθεσης [3.11] μας δίνει την πληροφορία για το συντελεστή διάχυσης του υμενίου.

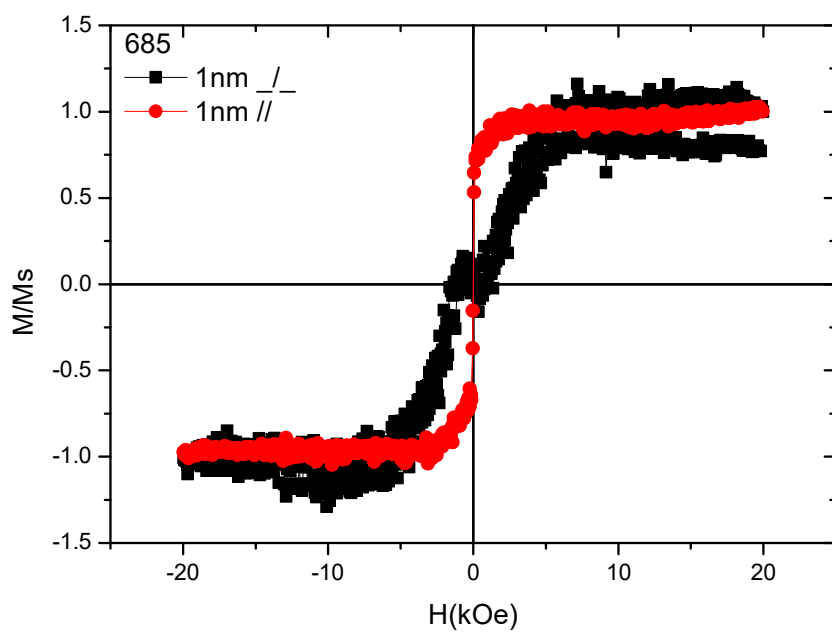


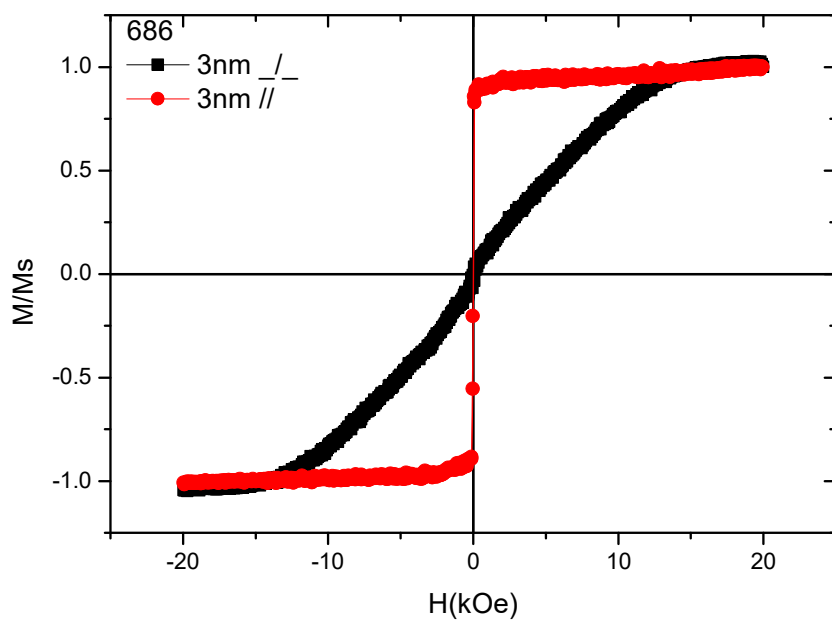
Υπολογίστηκε ο συντελεστής διάχυσης $D = 0.15 \times 10^{-20} \text{ m}^2/\text{s}$. Η ευθεία γραμμή τέμνει τον κάθετο άξονα στο σημείο $R_0 = 2.01 \pm 0.37$. Συμπεραίνουμε πως ακόμα και αν η εναπόθεση γινόταν ακαριαία, η διεπιφάνειες δεν θα ήταν τελείως ομαλές αλλά θα εμφάνιζαν τραχύτητα ανεξάρτητη από τα φαινόμενα διάχυσης.

6.3 Αποτελέσματα από τη μέτρηση της μαγνήτισης

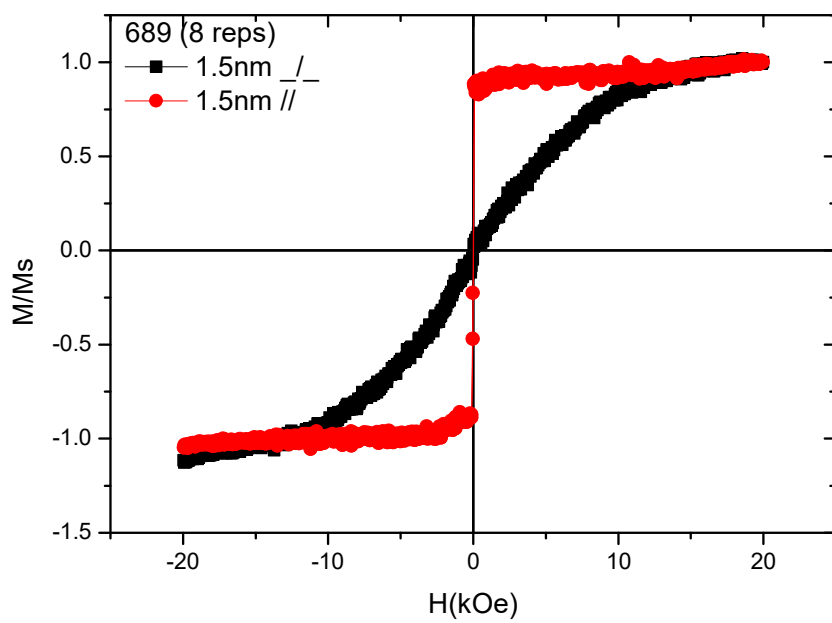
Σειρά 1

Δείγμα $W_{45}(Co_{10}W_{10})_8$ (Sp685)

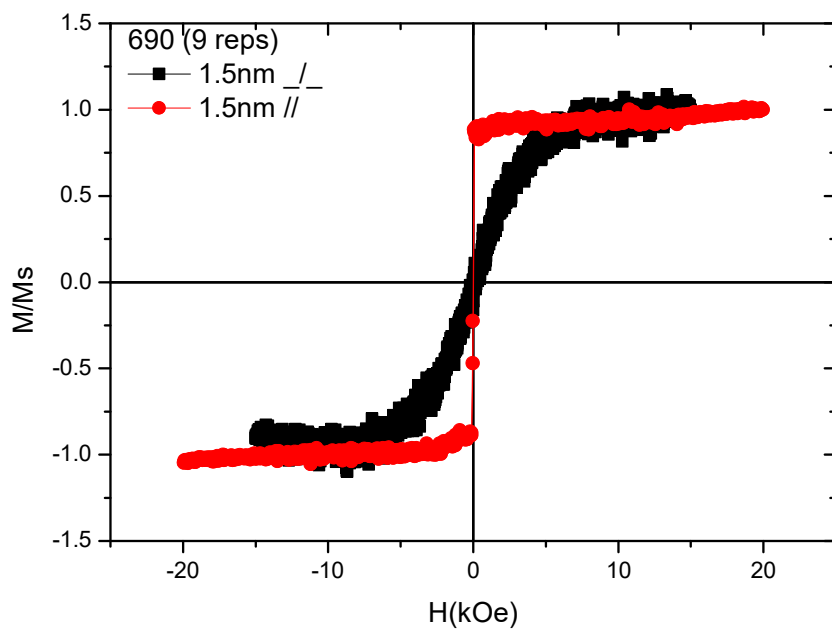




Δείγμα $W_{45}(Co_{15}/W_{15})_9$ (Sp689)

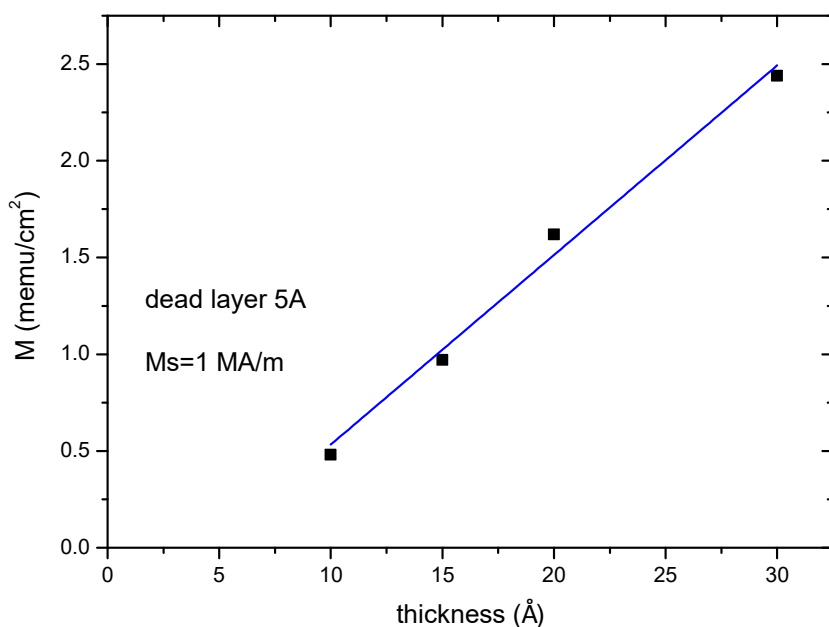


Δείγμα $W_{45}(Co_{15}/W_{15})_8$ (Sp690)



Τα υμένια έχουν εύκολο άξονα μαγνήτισης στο επίπεδο, ενώ όσο μειώνεται το πάχος εμφανίζεται μια τάση προς κάθετη ανισοτροπία.

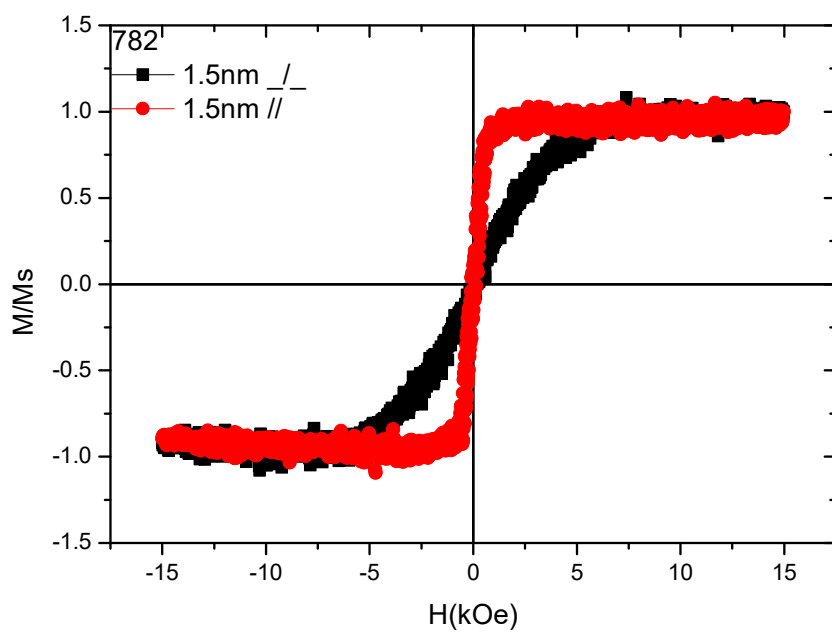
Η εξέλιξη της μαγνητικής ροπής σαν συνάρτηση του πάχους του υμενίου φαίνεται στο παρακάτω διάγραμμα.



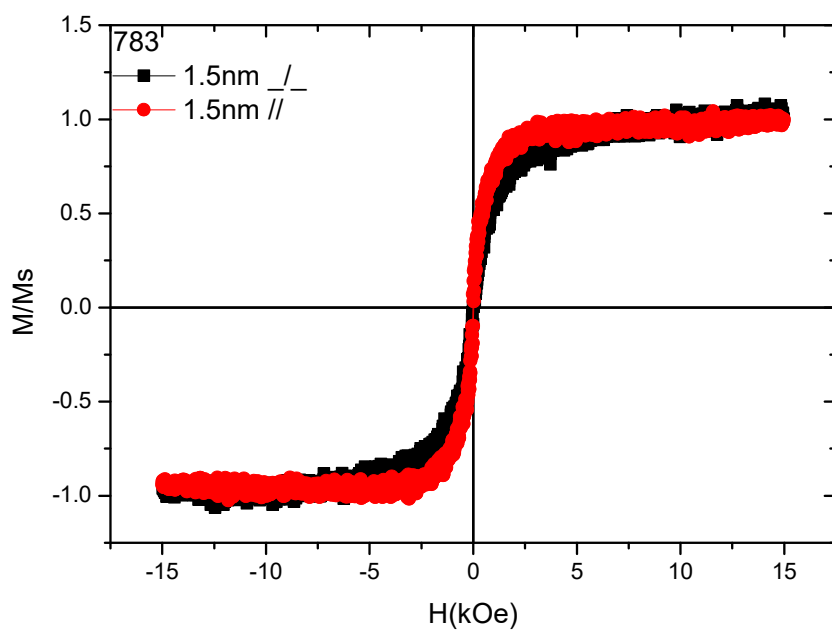
Η κλίση της καμπύλης αντιστοιχεί σε μαγνήτιση 1100 emu/cm^3 . Η γραμμικότητα της συνάρτησης συνεπάγεται ότι η μαγνήτιση κόρου σε όλα τα δείγματα από τα 10 Å έως τα 30 Å παραμένει σταθερή και υπολογίστηκε 1 MA/m . Επίσης, η μαγνήτιση δεν μηδενίζεται στα 0 Å όπως θα αναμενόταν, αλλά περίπου στα 5 Å , σχηματίζεται δηλαδή ένα στρώμα ανενεργό όσον αφορά τις μαγνητικές ιδιότητες (dead layer). Αιτία εμφάνισης ενός τέτοιου στρώματος θα μπορούσε να είναι πολύ πιθανόν ο σχηματισμός στις διεπιφάνειες ενός κράματος W-Co πάχους 5 Å μη μαγνητικού.

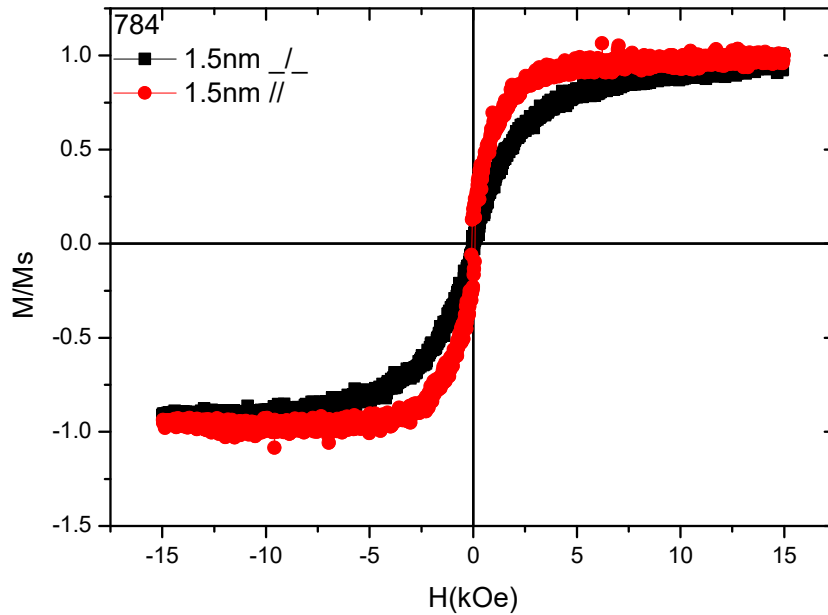
Σειρά 2

Δείγμα $W_{45}(Co_{15}W_{15})_8$ (Sp782)



Δείγμα $W_{45}(Co_{15}/W_{15})_8$ (Sp783)





Παρατηρούμε ότι τα δείγματα που έγιναν με υψηλότερο ρυθμό απόθεσης, δηλαδή αυτά που έχουν καλύτερες διεπιφάνειες, είναι πιο εύκολο να μαγνητιστούν κάθετα στο επίπεδο του υμενίου. Μπορούμε να υποθέσουμε βάσει αυτού ότι η επιφανειακή ανισοτροπία έχει αυξημένη συνεισφορά στην μαγνήτιση των δειγμάτων.

Κεφάλαιο 7

Συμπεράσματα

Από την ανάλυση ανακλαστικότητας ακτίνων-X, επιβεβαιώνεται ότι τα διστρώματα Κοβαλτίου/Βολφραμίου έχουν το πάχος που επιχειρήσαμε να πετύχουμε κατά την εναπόθεση, με βάση την βαθμονόμηση του ρυθμού εναπόθεσης των πηγών. Η ύπαρξη κορυφών Bragg και η μορφή του διαγράμματος SLD δείχνει ότι το υμένιο διατηρεί την πολυστρωματική του δομή. Βέβαια, εφόσον οι τιμές της επιφανειακής τραχύτητας είναι μεγάλες σε σχέση με τα πάχη των στρωμάτων, δεν μπορούμε να μιλήσουμε για τέλειες επίπεδες διεπιφάνειες αλλά για μια διαμορφωμένη ως προς την σύνθεση υπερδομή. Παρατηρούμε ότι οι τιμές της διεπιφανειακής τραχύτητας είναι σαφώς μειωμένες όταν η εναπόθεση γίνεται με αυξημένο ρυθμό. Το γεγονός ότι η ποιότητα των διεπιφανειών βελτιώνεται με την αύξηση του ρυθμού εναπόθεσης δείχνει ότι η τραχύτητα σχετίζεται με φαινόμενα διάχυσης στις διεπιφάνειες. Για να πάρουμε μια προσεγγιστική τιμή του συντελεστή διάχυσης που χαρακτηρίζει αυτή την διαδικασία, σχεδιάσαμε την τραχύτητα σαν συνάρτηση της τετραγωνικής ρίζας του χρόνου εναπόθεσης του διστρώματος: Αυτές δείχνουν να έχουν μια γραμμική εξάρτηση από το ρυθμό απόθεσης. Η κλίση της γραφικής παράστασης δίνει το συντελεστή διάχυσης $D=0.15 \cdot 10^{-20} \text{m}^2/\text{s}$ ενώ η τετμημένη μας δίνει την ύπαρξη επιπλέον τραχύτητας 0.2nm, ανεξάρτητης από τα φαινόμενα διάχυσης.

Η εξάρτηση της μαγνητικής ροπής ανά επιφάνεια από το πάχος δείχνει ότι υπάρχει ένα μαγνητικά ανενεργό στρώμα (dead layer) με πάχος περίπου 5 Å. Αυτό μπορεί να αποδοθεί σε σχηματισμό μη μαγνητικού κράματος από Βολφράμιο-Κοβάλτιο στις διεπιφάνειες. Η κλίση της καμπύλης της μαγνητικής ροπής – πάχους αντιστοιχεί σε μαγνήτιση 1100 emu/cm³ σε σύγκριση με την τιμή 1400 emu/cm³ του μαζικού υλικού. Τα δείγματα έχουν εύκολο άξονα στο επίπεδο με μια τάση προς κάθετη ανισοτροπία στα λεπτότερα στρώματα. Τέλος, τα δείγματα με καλύτερες διεπιφάνειες έχουν υψηλότερη επιφανειακή ανισοτροπία εφόσον φαίνεται να μαγνητίζονται κάπως πιο εύκολα κάθετα στο επίπεδο του υμενίου. Βέβαια, η ύπαρξη μαγνητικά ανενεργού στρώματος στις διεπιφάνειες είναι καταστροφική για την σύζευξη μεταξύ των στρωμάτων. Θα πρέπει τα υμένια να εναποτίθενται με όσο το δυνατό υψηλότερους ρυθμούς βάζοντας την μέγιστη επιτρεπόμενη ισχύ στις πηγές. Επιπλέον μπορεί να μειωθεί η απόσταση πηγής υποστρώματος με κάποια θυσία βέβαια όσον αφορά την ομοιομορφία της εναπόθεσης.

ΛΙΣΤΑ ΕΙΚΟΝΩΝ/ΛΙΣΤΑ ΠΙΝΑΚΩΝ

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1

Εικόνα 1.1: Βολφράμιο, Πηγή: *wikipedia*

Εικόνα 1.2: Δομή της α φάσης, Πηγή: *wikipedia*

Εικόνα 1.3: Δομή της β φάσης, Πηγή: *wikipedia*

Εικόνα 1.4: Σχηματικό διάγραμμα του φαινομένου Spin-Hall σε λεπτό υμένιο. Ηλεκτρικά “εκχυμένα” ηλεκτρόνια αποκτούν πόλωση σπιν. Τα ηλεκτρόνια με σπιν “πάνω” και “κάτω” εμφανίζουν ανισοτροπική σκέδαση σπιν παρουσία της σύζευξης σπιν-τροχιάς, Πηγή: *D. D. Awschalom and N. Samarth, Spintronics without Magnetism, Physics 2, 50 (2009)*

Πίνακας 1.1: Διάφορα υλικά με τις αντίστοιχες γωνίες Spin-Hall που αυτά εμφανίζουν

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2

Εικόνα 2.1: Τυπικοί βρόχοι υστέρησης για πολυστρωματικά υμένα Co/Mo α) $[\text{Co}(6.5\text{nm})\text{Mo}(6.5\text{nm})]_8$ και β) $\text{Mo} [\text{Co}(2.0\text{nm})\text{Mo}(2.0\text{nm})]_{25}$. Πηγή: *G.H. Yang, F. Pan, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 250 (2002) 249-255.*

Εικόνα 2.2: Η μέση μαγνητική ροπή ανά άτομο Co σε πολυστρωματικά υμένα Co/Mo σε συνάρτηση με το πάχος των στρωμάτων. Πηγή: *H. Yang, F. Pan, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 250 (2002) 249-255.*

Εικόνα 2.3: Η μέση μαγνητική ροπή ανά άτομο Co για ίσα πάχη Co και Mo. Πηγή: *H. Yang, F. Pan, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 250 (2002) 249-255.*

Εικόνα 2.4: Μαγνητικοί βρόχοι υστέρησης $\text{Co}(x)/\text{Ta}(y)$ (σε nm) με το μαγνητικό πεδίο σε α) παράλληλη και β) κάθετη κατεύθυνση σε σχέση με το επίπεδο του υμενίου. Στην πρώτη σειρά δίνονται οι μαγνητικοί βρόχοι υστέρησης του Co για σύγκριση. Πηγή: *S.H. Ge et al., phys. stat. sol. (a) 132, 487, (1992)*

Εικόνα 2.5: Μαγνητικοί βρόχοι υστέρησης $\text{Co}(x)/\text{Ta}(y)$ μετρημένοι σε μαγνητικό πεδίο παράλληλο στο επίπεδο του υμενίου. Πηγή: *S.H. Ge et al., phys. stat. sol. (a) 132, 487, (1992)*

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3

Εικόνα 3.1: Σχέση των διαστάσεων στερεών υλικών (bulk), λεπτών υμενίων και επιφανειών, Πηγή: *Π. Πουλόπουλος, Σημειώσεις στο μάθημα Επιστήμη Επιφανειών – Λεπτά Υμένια, Τμήμα Επιστήμης των Υλικών, Πανεπιστήμιο Πατρών, Πάτρα (2004)*

Εικόνα 3.2: Διάγραμμα με τα στάδια ανάπτυξης ενός υμενίου: πυρηνοποίηση, ανάπτυξη νησίδων, σχηματισμός πολυκρυσταλλικού υμενίου, κάλυψη των κενών, Πηγή: *I. Petrov, P. B. Barna, L. Hultman, J. E. Greene, J. Vac. Sci. Technol. A 21, S117, (2003).*

Εικόνα 3.3: Οι τρεις τύποι ανάπτυξης υμενίων σε τρισδιάστατη απεικόνιση, Πηγή: *Γραμματικόπουλος Σπυρίδων, Διδακτορική Διατριβή «Μελέτη, χαρακτηρισμός και ιδιότητες νέων υλικών υψηλής τεχνολογίας», Πανεπιστήμιο Πατρών, Πολυτεχνική Σχολή, Τμήμα Μηχανικών Ηλεκτρονικών Υπολογιστών και Πληροφορικής, (2013)*

Εικόνα 3.4: Οι δυνάμεις που ασκεί ένα άτομο του εσωτερικού του υλικού. Με ανοιχτή απόχρωση τα εσωτερικά άτομα και με σκούρα τα επιφανειακά.

Εικόνα 3.5: Οι δυνάμεις που ασκεί ένα επιφανειακό άτομο. Με ανοιχτή απόχρωση τα άτομα στο εσωτερικό του υλικού και με σκούρα τα άτομα της επιφάνειας.

Εικόνα 3.6: Η στερεοποίηση περιγραφόμενη από τη σχέση του Young σε όρους επιφανειακής τάσης, Πηγή: *Διπλωματική Εργασία Παππά Σπυρίδωνα, ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΜΕ ΤΗ ΜΕΘΟΔΟ SPUTTERING, ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΛΕΠΤΩΝ ΜΑΓΝΗΤΙΚΩΝ ΥΜΕΝΙΩΝ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΟΥ ΕΝΔΙΑΦΕΡΟΝΤΟΣ*

Εικόνα 3.7: Σχηματική απεικόνιση των διαδικασιών που υφίστανται τα άτομα κατά την ανάπτυξη υμενίων σε επιφάνειες. (α) Πρόσπτωση ατόμων, (b) διάχυση μονομερών, (c) σχηματισμός διμερών, (d) προσάρτηση μονομερών σε νησιά ή ακμές, (e) απομάκρυνση ατόμων από νησιά ή ακμές, (f) διάχυση ατόμων κατά μήκος ακμών, (g) πτώση στην επιφάνεια, (h) σχηματισμός διμερών πάνω στα νησιά, (i) επιστροφή ατόμων στην αέρια φάση σε υψηλές θερμοκρασίες, Πηγή: *J. A. Venables, G. D. T. Spiller and M. Hanbuecken, Rep. Prog. Phys. 47, 399 (1984)*

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4

Εικόνα 4.1: Καμπύλες μαγνήτισης για το καθαρό Ni. Εύκολος άξονας: [111] Δύσκολος άξονας [100] Πηγή: *P. Pouloupoulos and K. Baberschke, J. Phys.: Condens. Matter 11, 9495 (1999).*

Εικόνα 4.2: Αναπαράσταση της μαγνήτισης Ms ενός μαγνητικού πεδίου εντός μαγνητικού πεδίου

Πηγή: P. Pouloupoulos, PhD Thesis, Thessaloniki 1996 (unpublished)

Πίνακας 4.1: Σχέση βασικών μεγεθών σε δύο συστήματα αναφοράς, όπου η μέτρηση των γωνιών

γίνεται από το επίπεδο του υμενίου ή κάθετα από αυτό Πηγή: P. Pouloupoulos, PhD Thesis,

Thessaloniki 1996 (unpublished)

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5

Εικόνα 5.1: Το φάσμα της H/M ακτινοβολίας

Εικόνα 5.2: Διαδιδόμενο H/M κύμα (εγκάρσιο)

Εικόνα 5.3: Ανάκλαση και Διάθλαση μιας ακτίνας X από ομαλή διεπιφάνεια

Εικόνα 5.4: Υπολογισμένη ανακλαστικότητα R (μαύρο) και συντελεστής μετάδοσης tt^* (γκρι) για $\delta_2 = \delta_{Cu} = 2.4437 \cdot 10^{-5}$. Έντονες γραμμές: $\beta_2 = 0$, λεπτές γραμμές: $\beta_2 = 10$ $\beta_{Cu} = 5.4962 \cdot 10^{-6}$. Η διακεκομμένη γκρι γραμμή αντιστοιχεί σε θ_i^{-4} , Πηγή: ZHANG, H, COCHRANE, R. W., HUAI, Y. et al. : *Effect of annealing on the giant magnetoresistance of sputtered Co/Cu multilayers. J. Appl. Phys. 75 (1994) 6534 - 6536.*

Εικόνα 5.5: Ανάκλαση και Διάδοση ακτίνων X σε πολλαπλά στρώματα

Εικόνα 5.6: Διεπιφάνεια δύο υλικών j-1 και j με τραχύτητα (αριστερά) και ενδοδιάχυση (δεξιά), Πηγή: H. Zabel: *X-ray and neutron reflectivity analysis of thin films and superlattices. Appl. Phys. A 58 (1994) 159 - 168.*

Εικόνα 5.7: Προφίλ τραχύτητας σε μια διεπιφάνεια: Συνάρτηση λάθους της ηλεκτρονιακής πυκνότητας (αριστερά) και η παράγωγός της, η Γκαουσιανή συνάρτηση (δεξιά) με εύρος σ που αντιστοιχεί στην τραχύτητα RMS

Εικόνα 5.8: Καμπύλη Μαγνήτισης. Η διαδρομή a αποτελεί την αρχική καμπύλη μαγνήτισης, στο σημείο b επιτυγχάνεται η μαγνήτιση κόρου, στο σημείο c έχουμε την παραμένουσα μαγνήτιση ενώ στα x και y εντοπίζεται το συνεκτικό πεδίο.

Εικόνα 5.9: Απλοποιημένη σχήμα μαγνητόμετρου παλλόμενου δείγματος. (1) μετασχηματιστής μεγαφώνου, (2) κωνικό χάρτινο κύπελο υποστήριξης, (3) ράβδος που φέρει το δείγμα, (4) δείγμα αναφοράς, (5) δείγμα, (6) πηνία αναφοράς, (7) πηνία, (8) πόλοι μαγνήτη, (9) μεταλικό δοχείο

Εικόνα 5.10: Απλοποιημένο διάγραμμα DC Sputtering

Εικόνα 5.11: Συνδυασμός Ηλεκτρικού και Μαγνητικού Πεδίου στο Magnetron Sputtering

Εικόνα 5.12: Απεικόνιση των φαινομένων που παίρνουν μέρος όταν η επιφάνεια βομβαρδίζεται με σωματίδια υψηλής ενέργειας και η ανάπτυξη υμενίων

Πίνακας 5.1: Ακτίνες X Πηγή: *ΑΛΕΞΑΝΔΡΟΠΟΥΛΟΥ Ν.Γ., ΘΕΟΔΩΡΙΔΟΥ-ΚΑΡΑΛΗΜΑ ΕΙΡ., συνεργασία ΚΩΤΣΗ Κ. Θ., “Συμπυκνωμένη ύλη και ακτίνες X”, σελ. 57 (1996)*

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 6

Πειραματικά αποτελέσματα

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 7

-

BIBΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

1. “Tungsten”, Oxford English Dictionary (3d edition), Oxford University Press, September 2005
2. Petch N.J., α -Tungsten, *Nature*, **154**, p. 337
3. H. O. Pierson, *Handbook of Chemical Vapor Deposition (CVD) (Second Edition)* (William Andrew Publishing, Norwiche, NY, 1999), p. 367
4. Pai et. Al, *Appl. Phys. Lett.* **101**, 122404, (2012)
5. N. Radić, A. Tonejc, J. Ivkov, P. Dubček, S. Bernstorff, and Z. Medunić, *Sputter-Deposited Amorphous-Like Tungsten*, *Surf. Coat. Technol.* **180-181**, 66 (2004)
6. L. Maillé, C. Sant, C. Le Paven-Thivet, C. Legrand-Buscema, and P. Garnier, *Structure and Morphological Study of Nanometer W and W₃O Thin Films*, *Thin Solid Films* **428**, 237 (2003)
7. J. Antinone, and G. D. Brown, *The Modelling of Resisting Interconnects for Integrated Circuits*, *IEEE, J. Solid-State Circuits* **18**, 200 (1983)
8. G. Dresselhaus, *Spin-Orbit Coupling Effects in Zinc Blende Structures*, *Phys. Rev.* **100**, 580 (1950)
9. J. E. Hirsch, *Spin Hall Effect*, *Phys. Rev. Lett.* **83**, 1834 (1999).
10. S. Zhang, *Spin Hall Effect in the Presence of Spin Diffusion*, *Phys. Rev. Lett.* **85**, 393 (2000)
11. M. I. Dyakonov and V. I. Perel, *Current-Induced Spin Orientation of Electrons in Semiconductors*, *Phys. Lett. A* **35**, 459 (1971)
12. S. Murakami, N. Nagaosa, and S.-C. Zhang, *Dissipationless Quantum Spin Current at Room Temperature*, *Science* **301**, 1348 (2003)
13. J. Sinova, D. Culcer, Q. Niu, N. A. Sinitsyn, T. Jungwirth, and A. H. MacDonald, *Universal Intrinsic Spin Hall Effect*, *Phys. Rev. Lett.* **92**, 126603 (2004)
14. Y. Tserkovnyak, A. Brataas, and G. E. W. Bauer, *Enhanced Gilbert Damping in Thin Ferromagnetic Films*, *Phys. Rev. Lett.* **88**, 117601 (2002)
15. S. O. Valenzuela and M. Tinkham, *Direct Electronic Measurement of the Spin Hall Effect*, *Nature* **442**, 176 (2006)
16. H. Y. Hung, G. Y. Luo, Y. C. Chiu, P. Chang, W. C. Lee, J. G. Lin, S. F. Lee, M. Hong, and J. Kwo, *Detection of Inverse Spin Hall Effect in Epitaxial Ferromagnetic Fe₃Si Films with Normal Metals Au and Pt*, *J. Appl. Phys.* **113**, 17C507 (2013)
17. X. Wang, C. O. Paulyac, and A. Manchon, *Spin-Orbit-Coupled Transport and Spin Torque in a Ferromagnetic Heterostructure*, *Phys. Rev. B* **89**, 054405 (2014)

- 18.O. Mosendz, J. E. Pearson, F. Y. Fradin, G. E. W. Bauer, S. D. Bader, and A. Hoffmann, *Quantifying Spin Hall Angles from Spin Pumping: Experiments and Theory*, Phys. Rev. Lett. **104**, 046601 (2010)
- 19.J. C. Rojas-Sánchez *et al.*, *Spin Pumping and Inverse Spin Hall Effect in Platinum: The Essential Role of Spin-Memory Loss at Metallic Interfaces*, Phys. Rev. Lett. **112**, 106602 (2014)
- 20.L. Liu, C. F. Pai, Y. Li, H. W. Tseng, D. C. Ralph, and R. A. Buhrman, *Spin-Torque Switching with the Giant Spin Hall Effect of Tantalum*, Science **336**, 555
- 21.G.H.Yang, F.Pan, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 250 (2002) 249-255.)
- 22.S.H.Ge *et al.*, *phys. stat. sol. (a)* **132**, 487, (1992).
- 23.Σ. Λογοθετίδης, *Τεχνολογία Λεπτών Υμενίων και Επιφανειών*, Τμήμα Φυσικής, Αριστοτέλειο Πανεπιστήμιο Θεσσαλονίκης, σελ 12.
- 24.D. Magnfält, *Fundamental process in thin film growth. The origin of compressive stress and the dynamics of the early growth stages*, p. 8-13
- 25.Frank, F. C.; van der Merwe, J. H. (1949). "One-Dimensional Dislocations. I. Static Theory". *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*. **198** (1053): 205–216.
- 26.Frank, F. C.; van der Merwe, J. H. (1949). "One-Dimensional Dislocations. II. Misfitting Monolayers and Oriented Overgrowth". *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*. **198** (1053): 216–225.
- 27.Frank, F. C.; van der Merwe, J. H. (1949). "One-Dimensional Dislocations. III. Influence of the Second Harmonic Term in the Potential Representation, on the Properties of the Model". *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*. **200** (1060): 125–134.
- 28.Volmer, M.; Weber, A. (1926). "Keimbildung in übersättigten Gebilden". *Z. Phys. Chem*. **119**: 277–301.
- 29.Stranski, I. N.; Krastanov, L. (1938). "Zur Theorie der orientierten Ausscheidung von Ionenkristallen aufeinander". *Sitzungsber. Akad. Wiss. Wien. Math.-Naturwiss*. **146**: 797–810.
- 30.J. A. Venables, G. D. T. Spiller and M. Hanbuecken, *Rep. Prog. Phys.* **47**, 399 (1984). , C. Ratsch and J. A. Venables, *J. Vac. Sci. Technol. A* 21, S96 (2003).
- 31.Παναγιώτης Πουλόπουλος, «Σημειώσεις στο μάθημα Επιστήμη Επιφανειών - Λεπτά Υμένια», Τμήμα Επιστήμης των Υλικών (2004). , A. Zangwill, 'Physics at Surfaces', Cambridge University Press (1988). , Γραμματικόπουλος Σπυρίδων, Διδακτορική Διατριβή «Μελέτη, χαρακτηρισμός και ιδιότητες νέων υλικών υψηλής τεχνολογίας», Πανεπιστήμιο Πατρών, Πολυτεχνική Σχολή, Τμήμα

- Μηχανικών Ηλεκτρονικών Υπολογιστών και Πληροφορικής, (2013) , Παππάς Σπυρίδων, Διπλωματική Εργασία «Παρασκευή με τη μέθοδο sputtering, χαρακτηρισμός και ιδιότητες λεπτών μαγνητικών υμενίων τεχνολογικού ενδιαφέροντος», Πανεπιστήμιο Πατρών, Πολυτεχνική Σχολή, Τμήμα Ηλεκτρολόγων Μηχανικών και Τεχνολογίας, (2008). , P. R. Willmott, Progress in Surface Science 76, 163 (2004)
- 32.P. Bruno, Phys. Rev. B39, **865** (1989); in Ferienkurse des Forschungszentrum Jülich, Forschungszentrum Jülich, Jülich (1993), vol. 24, S.24.1.
- 33.P. Pouloupoulos, PhD Thesis, Thessaloniki 1996 (unpublished)
- 34.DE BROGLIE, L., “*A tentative theory of light quanta*”, *Phil. Mag.*, **47**, p. 446 (1924)
- 35.PLANCK, M., L., “*Über das Gesetz der Energieverteilung in Normalspectrum*”, *Ann. d. Phys.*, **4**, p. 553 (1901)
- 36.WANGSNES, R. K., “Electromagnetic Fields”, 2nd edition, p. 375-391 (1986)
- 37.W. C. Röntgen, Über eine neue Art von Strahlen, (1896)
- 38.Phil. Mag. Vol. **45** (1923) p. 1121ff)
- 39.H. Kiessig: Interferenz von Röntgenstrahlen an dünnen Schichten. Annalen der Physik 5. Folge, Bd. **10** (1931) 769 – 788
- 40.J. Appl.Phys.Vol. **11** (1940) p. 357ff)
- 41.Phys. Rev. **95**, 2, 1954, 359-369
- 42.Phys. Rev. **131** (1963) 2101 -2013
- 43.J. App. Phys. **50**, 6927 (1979)
- 44.Revue Phys. Appl. **15** (1980) 761)
- 45.Phys. Rev. B **38**, 2297
- 46.HEITMANN, S., “*Cobalt/Copper Multilayers: Interplay of Microstructure and GMR and Recrystallization as the Key Towards Temperature Stability*”, Universität Bielefeld, p.24 (2004)
- 47.13(PRESS, W., TOLAN, M: *Spekuläre und nicht-spekuläre Reflexion von Röntgen- und Neutronenstrahlen. In: Streumethoden zur Untersuchung kondensierter Materie. Vorlesungsskripte des 27. IFF-Ferienkurses. Eds.: Forschungszentrum Jülich GmbH, Institut für Festkörperforschung. Jülich 1996. C11.1 – 36.)*
- 48.Heitmann S., Cobalt/Copper Multilayers: Interplay of Microstructure and GMR and Recrystallization as the Key Towards Temperature Stability, 2004, p. (42-51)

49. Björck M, Andersson G, GenX: an extensible X-ray reflectivity refinement program utilizing differential evolution, *J. of App. Cryst.* **40**, 1174, (2007)
50. Wolf S A, Awschalom D D, Buhrman R A, Daughton J M, von Moln'ar S, Roukes M L, Chtchelkanova A Y and Treger D M 2001 *Science* **294** 1488–95.
51. Néel L 1948 *Ann. Phys.* **3** 137–98.
52. Measurements of magnetic materials, Fiorillo F., *Metrologia*, 47, (2010), S114-S142.
53. D.O. Smith, *Rev. Sci. Instr.* **27**, 161, (1956)
54. Foner S., *Rev. Sci. Instrum.*, **30**, 548, (1959).
55. Kiyotaka Wasa, *Handbook of Sputter Deposition-Fundamentals and Applications for Functional Thin Films Nano Materials and MEMS*, 2nd Edition