



**ΕΛΛΗΝΙΚΗ ΔΗΜΟΚΡΑΤΙΑ
ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΙΩΑΝΝΙΝΩΝ
ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΩΝ ΣΠΟΥΔΩΝ
«ΠΡΟΗΓΜΕΝΑ ΥΛΙΚΑ»
ΤΜΗΜΑ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΕΠΙΣΤΗΜΗΣ ΥΛΙΚΩΝ
ΣΧΟΛΗ ΘΕΤΙΚΩΝ ΕΠΙΣΤΗΜΩΝ**

ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΗ ΔΙΑΤΡΙΒΗ

Αθανασίου Κολιογιώργου

**ΜΑΓΝΗΤΙΚΕΣ ΝΑΝΟΔΟΜΕΣ – ΜΕΛΕΤΗ ΜΕ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑ
AFM/MFM**

ΙΩΑΝΝΙΝΑ, 2015

Η παρούσα Μεταπτυχιακή Διατριβή εκπονήθηκε στο πλαίσιο των σπουδών για την απόκτηση του Μεταπτυχιακού Διπλώματος Ειδίκευσης στην εξειδίκευση:

Οπτοηλεκτρονικά και Μαγνητικά Υλικά

που απονέμει το Τμήμα Μηχανικών Επιστήμης Υλικών (TMEY) του Πανεπιστημίου Ιωαννίνων.

Εγκρίθηκε την από την εξεταστική επιτροπή.

ΟΝΟΜΑΤΕΠΩΝΥΜΟ

1. Παναγιωτόπουλος Ιωάννης (**Επιβλέπων**)
2. Μπέλτσιος Κωνσταντίνος
3. Γεργίδης Λεωνίδας

ΒΑΘΜΙΑ

Καθηγητής, TMEY
Καθηγητής, TMEY
Επίκουρος Καθηγητής, TMEY

ΥΠΕΥΘΥΝΗ ΔΗΛΩΣΗ

"Δηλώνω υπεύθυνα ότι η παρούσα διατριβή εκπονήθηκε κάτω από τους διεθνείς ηθικούς και ακαδημαϊκούς κανόνες δεοντολογίας και προστασίας της πνευματικής ιδιοκτησίας. Σύμφωνα με τους κανόνες αυτούς, δεν έχω προβεί σε ιδιοποίηση ξένου επιστημονικού έργου και έχω πλήρως αναφέρει τις πηγές που χρησιμοποίησα στην εργασία αυτή."

(Υπογραφή υποψηφίου)

ΠΡΟΛΟΓΟΣ – ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ

Αντικείμενο αυτής της μεταπτυχιακής διατριβής είναι η μελέτη των μαγνητικών μικροδομών και νανοδομών μαγνητικών υλικών μέσω της μικροσκοπίας μαγνητικής δύναμης (Magnetic Force Microscopy, MFM) η οποία αποτελεί παραλλαγή της μικροσκοπίας ατομικής δύναμης (Atomic Force Microscopy, AFM). Η εργασία αυτή εκπονήθηκε στο Τμήμα Μηχανικών Επιστήμης Υλικών (TMEY) του Πανεπιστημίου Ιωαννίνων. Συγκεκριμένα, τα πειράματα και οι μετρήσεις έλαβαν χώρα στο Εργαστήριο Μικροσκοπίας που βρίσκεται στο υπόγειο του Νέου Κτηρίου του TMEY. Χρησιμοποιήθηκαν επίσης για τους σκοπούς της μελέτης και της συλλογής βιβλιογραφικών πηγών ο χώρος του Εργαστηρίου Μαγνητικών Υλικών που βρίσκεται στον πρώτο όροφο του Νέου Κτηρίου του TMEY, καθώς επίσης και οι εγκαταστάσεις της Κεντρικής Βιβλιοθήκης του Πανεπιστημίου Ιωαννίνων.

Η μικροσκοπία ατομικής δύναμης είναι μία εξαιρετικά ακριβής αλλά και ταυτόχρονα περίπλοκη και επίπονη τεχνική μελέτης και χαρακτηρισμού υλικών, μία μέθοδος με την οποία ο γράφων δεν είχε πρότερη εμπειρία πριν από αυτό το πρόγραμμα μεταπτυχιακών σπουδών. Καθοριστικό ρόλο στην εκμάθηση αυτής της τεχνικής, και επομένως στην διεκπεραίωση αυτής καθ' αυτής της εργασίας, είχε ο επιβλέπων καθηγητής μου, Καθηγητής κος Ιωάννης Παναγιωτόπουλος, τον οποίο και ευχαριστώ ιδιαίτερος για την υπομονή του και την ανεκτίμητη βοήθειά του καθ' όλα τα στάδια της πειραματικής διαδικασίας καθώς και της συγγραφής της διατριβής αυτής.

Θέλω επίσης να ευχαριστήσω το προσωπικό της Γραμματείας του τμήματος, και ιδιαίτερα την κα. Κων/να Κόκκαλη, για την υποστήριξή της σε ό,τι χρειάστηκε κατά τη διάρκεια των πειραμάτων και της συγγραφής. Ευχαριστώ επίσης τον Καθηγητή κο. Απόστολο Αυγερόπουλο, πρόεδρο του προγράμματος μεταπτυχιακών σπουδών «Προηγμένα Υλικά» την περίοδο που ήμουν σε αυτό το πρόγραμμα, για την γενικότερη βοήθεια και ενθάρρυνσή του.

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Η μικροσκοπία ατομικής δύναμης (Atomic Force Microscopy, AFM) και η παραλλαγή της, μικροσκοπία μαγνητικής δύναμης (Magnetic Force Microscopy, MFM) ανήκουν στην οικογένεια των μεθόδων παρατήρησης σάρωσης ακίδας (Scanning Probe Microscopy, SPM). Οι τεχνικές αυτές χρησιμοποιούν την αλληλεπίδραση μεταξύ των ατόμων της επιφάνειας ενός δοκιμίου και μιας ακίδας που σαρώνει το δείγμα για να παράγει μία εικόνα της επιφάνειας του υλικού. Πρόκειται για τεχνικές που κάνουν δυνατή τη μελέτη ενός υλικού στην νανοκλίμακα, ακόμη και στην ατομική κλίμακα. Αυτή η δυνατότητα τις καθιστά ιδιαίτερα χρήσιμες στην μελέτη μικροδομημένων και νανοδομημένων μαγνητικών υλικών τα οποία χρησιμοποιούνται, μεταξύ άλλων, σε εφαρμογές όπως σπιντρονική, μαγνητικές μνήμες, μαγνητική εγγραφή αλλά ακόμη και ως μόνιμοι ή ημι-μόνιμοι μαγνήτες.

Στο 1^ο κεφάλαιο της εργασίας αυτής γίνεται μια εισαγωγή στη μικροσκοπία ατομικής δύναμης. Περιλαμβάνεται ανάλυση των αρχών λειτουργίας της, των μερών που αποτελούν ένα μικροσκόπιο ατομικής δύναμης, καθώς και των υλικών που χρησιμοποιούνται για την ακίδα

Στο 2^ο κεφάλαιο, αναλύονται οι αρχές λειτουργίας της μικροσκοπίας μαγνητικής δύναμης, που αποτελεί και την μέθοδο με την οποία έγιναν οι πειραματικές μελέτες. Αναφέρονται επίσης παραδείγματα χρήσης της τεχνικής αυτής από την πρόσφατη βιβλιογραφία.

Στο 3^ο κεφάλαιο, περιγράφεται αναλυτικά η λειτουργία του μικροσκοπίου ατομικής δύναμης AutoProbe CP-R της εταιρίας Veeco Metrology Group, με το οποίο έλαβαν χώρα οι μετρήσεις της εργασίας. Έμφαση δίνεται στις παραμέτρους λειτουργίας που χρησιμοποιήθηκαν για τις ανάγκες της εργασίας.

Στο 4^ο κεφάλαιο, γίνεται μια εισαγωγή στις μαγνητικές δομές, με ιδιαίτερη έμφαση στην έννοια της μαγνητικής περιοχής. Δίνονται παραδείγματα υλικών που παρουσιάζουν μαγνητικές νανοδομές, και παρατήρησης μαγνητικών περιοχών μέσω της μικροσκοπίας μαγνητικής δύναμης από την πρόσφατη βιβλιογραφία. Η παρατήρηση των μαγνητικών δομών αποτελεί έναν από τους κύριους σκοπούς που γίναν οι μετρήσεις αυτής της εργασίας.

Στο 5^ο κεφάλαιο παρουσιάζονται τα υλικά που μελετήθηκαν σε αυτή την εργασία και οι εικόνες που λήφθηκαν για το καθένα από αυτά με το μικροσκόπιο ατομικής δύναμης. Περιλαμβάνεται μια σύντομη αναφορά στη μέθοδο σύνθεσης λεπτών υμενίων γνωστή ως “sputtering”, με την οποία παρασκευάστηκαν τα υλικά αυτά. Σχολιάζονται οι εικόνες μικροσκοπίας μαγνητικής δύναμης που λήφθηκαν ως προς τις δομές που αποκαλύπτουν ή ως προς την έλλειψη αυτών. Ιδιαίτερη έμφαση δίνεται στις περιπτώσεις όπου φαίνονται οι μαγνητικές περιοχές των δειγμάτων. Γίνεται επίσης αναφορά στο πώς οι διαφοροποιήσεις στις παραμέτρους του μικροσκοπίου αλλάζουν την εικόνα που λαμβάνεται.

Στο 6^ο κεφάλαιο γίνεται μια τελική συζήτηση για τα αποτελέσματα αυτής της εργασίας, και τα συμπεράσματα που προκύπτουν τόσο από τα θετικά ευρήματα των μετρήσεων, όσο και από τα ελλειμματικά ευρήματα. Αναφέρονται τρόποι βελτίωσης των μεθόδων παρατήρησης, και προοπτικές που υπάρχουν στον χαρακτηρισμό μαγνητικών υλικών, αλλά και γενικότερα της μελλοντικής χρήσης μαγνητικών υλικών στην τεχνολογία του μέλλοντος.

Στο τέλος της εργασίας αναφέρονται όλες οι βιβλιογραφικές πηγές που χρησιμοποιήθηκαν ή συνέβαλαν στη συγγραφή της διατριβής αυτής, χωρισμένες σε τρεις κατηγορίες: συγγράμματα (και σημειώσεις διαλέξεων), σειρές άρθρων ή πρακτικών συνεδρίων, και δημοσιεύσεις επιστημονικών περιοδικών. Οι βιβλιογραφικές αναφορές σε κάθε κατηγορία παρατίθενται με αλφαβητική σειρά, σύμφωνα με το επώνυμο του πρώτου συγγραφέα.

ABSTRACT

Atomic Force Microscopy (AFM), and Magnetic Force Microscopy (MFM), are part of the Scanning Probe Microscopy (SPM) methods. Those characterization techniques use the force between atoms of a sample surface and a tip scanning the sample to produce an image of the surface. They are methods for imaging a material on the nanoscale, or even on the atomic scale. That outstanding characteristic makes those techniques exceptionally useful in studying microfabricated and nanofabricated magnetic materials which are used in various state-of-the-art applications, such as spintronics, magnetic RAM, but also in magnetic recording or even permanent or semi-permanent magnets.

The first chapter of the thesis covers an introduction to Atomic Force Microscopy. It reviews the physical principles that are involved in the method, the operational parts of the atomic force microscope, and materials that are used for the tip.

The second chapter follows an analysis of the Magnetic Force Microscopy (MFM), which is the technique that was used in the experiments of this thesis.

The operation of the microscope used in this thesis, AutoProbe CP-R of Veeco Metrology Group, is described in the third chapter. Emphasis is put on the very parameters which were used in the experiments.

An introduction to magnetic nanostructures and magnetic domains is presented in the fourth chapter. Examples of materials that exhibit magnetic nanostructures are included, as well as examples of MFM images of magnetic materials, taken from recent bibliography. Observing magnetic domains is one of the main objects of this thesis.

The materials that were observed in the experiments are presented in chapter five, along with the MFM images that were acquired with the AutoProbe microscope. A brief

review of the sputtering method, with which the materials were synthesized, is included. The MFM images are presented and analyzed as to the magnetic structures and properties that reveal, or as to the lack of them. Attention is drawn to the cases where magnetic domains were revealed. Included are comments accompanying images which show how changes in the parameters of the microscope affect the acquired image.

The sixth chapter follows a final discussion regarding the results of the experiments. Conclusions are drawn from the images that reveal significant structures and properties, as well as from images that lack such qualities. Ways of improving the acquired images are discussed, concluding with future prospects of magnetic force imaging and nanomagnetic materials in general.

All the references and sources that were used in the writing of this thesis are included in the final pages, separated in three categories: books and lecture notes, series of articles and/or conference proceedings, and scientific papers. References in each category are alphabetically listed.

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

ΠΡΟΛΟΓΟΣ – ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ	iii
ΠΕΡΙΛΗΨΗ.....	iv
ABSTRACT	vi
0. ΕΙΣΑΓΩΓΗ	1
1. ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑ ΑΤΟΜΙΚΗΣ ΔΥΝΑΜΗΣ	4
1.1.Εισαγωγή	4
1.2.Οργανολογία μικροσκοπίου AFM.....	8
1.2.1. Βάση-σαρωτής.....	9
1.2.2. Πιεζοηλεκτρικά στοιχεία	10
1.2.3. Αισθητήρες	11
1.2.4. Κίνηση στον άξονα z και στο επίπεδο.....	13
1.2.5. Ηλεκτρονικά μέρη	14
1.2.6. Βραχίονας και ακίδα.....	14
1.3.Τύποι λειτουργίας AFM	18
1.3.1. Λειτουργία επαφής (contact mode)	18
1.3.2. Λειτουργία μη επαφής (non-contact mode).....	20
2. ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑ ΜΑΓΝΗΤΙΚΗΣ ΔΥΝΑΜΗΣ	22
2.1.Εισαγωγή	22
2.2.Αρχές λειτουργίας MFM	24
2.2.1. Στατική και δυναμική λειτουργία	24
2.2.2. Δυνάμεις ακίδας-δείγματος	27
2.2.3. Καμπύλη δυνάμεων-απόστασης.....	30
2.3.Ακίδες MFM.....	32
2.3.1. Γενικά χαρακτηριστικά.....	32
2.3.2. Δομή ακίδας MFM	33
2.4.Εφαρμογές MFM.....	36
3. ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΟ AUTOPROBE CP-R.....	39
3.1.Περιγραφή του μικροσκοπίου	39
3.2.Έναρξη λειτουργίας.....	42

3.3.Προετοιμασία για λήψη εικόνας.....	45
3.3.1. Ρύθμιση συχνότητας και πλάτους μετάδοσης	45
3.3.2. Άλλες ρυθμίσεις και παράμετροι.....	48
4. ΜΑΓΝΗΤΙΚΕΣ ΠΕΡΙΟΧΕΣ	53
4.1.Βασικές έννοιες	53
4.1.1. Μαγνήτιση	53
4.1.2. Μαγνητικό πεδίο.....	53
4.2.Εισαγωγή στις μαγνητικές περιοχές	56
4.3.Αρχές μαγνητικών περιοχών	58
4.3.1. Ελάχιστη ενέργεια	58
4.3.2. Ανισοτροπία.....	59
4.3.3. Τοιχώματα Bloch.....	59
4.4.Παραδείγματα περιοχών	61
5. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΥΛΙΚΩΝ – ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ.....	63
5.1.Τεχνική σύνθεσης sputtering.....	63
5.1.1. DC sputtering.....	64
5.1.2. RF sputtering	65
5.1.3. Magnetron sputtering.....	66
5.2.Πολυστρωματικό Co/Pt-Ni/Pt.....	66
5.3.Υμένιο κράματος CoW.....	67
5.4.Πολυστρωματικό Si/Pt/(Co/Pt)x20	69
5.5.Πολυστρωματικό υμένιο Si/PDMS/Pt/(Co/Pt)x20.....	73
5.6.Πολυστρωματικά υμένια Co/Pt.....	76
5.6.1. Υμένιο [Co(1nm)/Pt(2nm)] ₈	76
5.6.2. Υμένιο [Co(0.6nm)/Pt(2nm)] ₄ /[Co(1nm)/Pt(2nm)] ₄	77
5.6.3. Υμένιο [Co(0.6nm)/Pt(2nm)] ₈ /[Co(1nm)/Pt(2nm)] ₈	78
5.6.4. Πολυστρωματικό [Co(x _i)/Pt] ₁₆	80
6. ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ	82
ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ	84

0. ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Τα πρόσφατα χρόνια, έχει γίνει φανερό πως η νανοτεχνολογία θα είναι η επιστήμη του 21^{ου} αιώνα. Ο σχεδιασμός ενός υλικού στη νανοκλίμακα, κοντά δηλαδή στην ατομική κλίμακα, αναδεικνύει νέες ιδιότητες που διαφέρουν από το ίδιο υλικό σχεδιασμένο σε μακροσκοπική κλίμακα. Αν και θεωρητικά η ανάδυση νέων ιδιοτήτων στην νανοκλίμακα είχε γίνει ήδη από το 1959, με την πασίγνωστη πλέον ομιλία του Richard Feynman “There’s plenty of room at the bottom” («Υπάρχει πολύς χώρος στον πυθμένα», δηλαδή στις ατομικές διαστάσεις όπου τα κβαντικά φαινόμενα κυριαρχούν, δίνοντας έτσι νέες ιδιότητες σε ένα υλικό που είναι σχεδιασμένο σε αυτή την κλίμακα), ωστόσο χρειάστηκε να περάσουν αρκετά χρόνια προτού γίνει η νανοτεχνολογία πράξη. Ένας βασικός λόγος είναι ότι, η σύνθεση ενός νανοϋλικού δεν είναι καν εφικτή εάν το υλικό αυτό δεν μπορεί να παρατηρηθεί και να μελετηθεί. Θα χρειαζόταν επομένως να αναπτυχθούν τεχνικές μελέτης και χαρακτηρισμού υλικών στη νανοκλίμακα, προκειμένου ύστερα να αναπτυχθεί η ίδια η τεχνολογία.

Η αρχή με αυτές τις προηγμένες τεχνικές έγινε το 1981 με την επινοήση και χρήση του μικροσκοπίου διέλευσης σάρωσης (Scanning Tunneling Microscope, STM). Το μικροσκόπιο αυτό βασίζονταν στη διέλευση ηλεκτρονίων μέσω ενός σωλήνα, τα οποία προσπίπτουν σε ένα στόχο-δείγμα, αρχή η οποία είναι παρόμοια με αυτήν στην οποία βασίζεται το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο διέλευσης (Transmission Electron Microscope, TEM). Η διαφορά με το STM ήταν ότι ο σωλήνας από τον οποίο διέρχονταν τα ηλεκτρόνια κατέληγε σε μία μύτη-ακίδα, διαστάσεων νανομέτρων, η οποία σάρωνε το δείγμα. Αυτό σήμανε την αρχή των μεθόδων σάρωσης ακίδας. Η δυνατότητά του STM να ‘διαβάξει’ ένα υλικό ακόμη και στην ατομική κλίμακα, πέρα από το ότι έκανε δυνατή την άμεση παρατήρηση των ατομικών δομών και των ίδιων των ατόμων, έδωσε τη δυνατότητα να αναπτυχθούν υλικά που θα ήταν σχεδιασμένα από την αρχή στη νανοκλίμακα. Έτσι, η μέθοδος παρατήρησης έδωσε πνοή και ώθηση σε αυτήν καθ’ αυτή την νανοτεχνολογία. Εφόσον μπορούσαν να παρατηρηθούν οι νανοδομές, μπορούσαν πλέον και να σχεδιαστούν. Μεταφορικά μιλώντας, ήταν μία περίπτωση όπου «η παρατήρηση καθόρισε το πείραμα», όπως προβλέπει η κβαντική θεωρία.

Ένα μειονέκτημα που είχε το μικροσκόπιο STM ήταν το ότι, εφόσον χρησιμοποιούσε ηλεκτρόνια για να ‘διαβάξει’ το υλικό, μπορούσε να χρησιμοποιηθεί μόνο σε αγωγίμους στόχους-δοκίμια. Ο περιορισμός αυτός ξεπεράστηκε το 1986 με την εξέλιξη της μικροσκοπίας σάρωσης στο μικροσκόπιο ατομικής δύναμης (AFM), από τους Binnig *et al* (1986). Το μικροσκόπιο αυτό χρησιμοποιούσε μία ακίδα η οποία σάρωνε πλέον απευθείας το δείγμα, χωρίς να χρησιμοποιούνται ηλεκτρόνια. Πλέον γινόταν δυνατό να παρατηρηθεί οποιοσδήποτε στόχος, είτε αγωγίμος είτε μονωτής. Λίγα χρόνια αργότερα, αναπτύχθηκε η παραλλαγή του μικροσκοπίου AFM, το μικροσκόπιο μαγνητικής δύναμης (MFM), του οποίου η βασική διαφορά από το AFM ήταν ότι η ακίδα ήταν επικαλυμμένη με μαγνητικό υλικό (όπως κοβάλτιο), ώστε να σαρώνει εικόνες από μαγνητικά υλικά, στις οποίες θα φαινόταν οι μαγνητικές ιδιότητες και δομές του υλικού (ενώ το AFM θα διάβαζε απλώς την τοπογραφία της επιφάνειας του υλικού). Έτσι, η μικροσκοπία μαγνητικής δύναμης έγινε μία βασική μέθοδος μελέτης μαγνητικών νανοδομών και χαρακτηρισμού μαγνητικών υλικών.

Οι μαγνητικές περιοχές (magnetic domains) είναι μία βασική έννοια που συναντάται στην επιστήμη και τεχνολογία των μαγνητικών υλικών. Εν συντομία, μαγνητικές περιοχές είναι οι μικροσκοπικές περιοχές σε ένα υλικό μέσα στις οποίες όλες οι ατομικές μαγνητικές ροπές έχουν ίδιο προσανατολισμό, ή αλλιώς περιοχές που έχουν κοινή διεύθυνση μαγνήτισης. Οι ιδιότητες αυτών των μικροσκοπικών περιοχών συνδέονται άμεσα με τις ιδιότητες και εφαρμογές που θα έχει ένα υλικό σε μακροσκοπική κλίμακα. Τα αποτελέσματα μακροσκοπικών μετρήσεων μαγνήτισης, μαγνητικής υστέρησης και αντιστροφής της μαγνήτισης που γίνονται σε ένα υλικό (π.χ. με ένα μαγνητόμετρο), δεν μπορούν να γίνουν πλήρως κατανοητές χωρίς την κατανόηση των μαγνητικών περιοχών. Είναι επόμενο το ότι, καθώς ο σχεδιασμός νέων υλικών προσανατολίζεται σε όλο και μικρότερες διαστάσεις, η μελέτη των μαγνητικών περιοχών να έχει όλο και μεγαλύτερη βαρύτητα και χρησιμότητα.

Η μικροσκοπία MFM αποκαλύπτει τις μαγνητικές ιδιότητες ενός υλικού και, συχνά, τις μαγνητικές περιοχές. Η λειτουργία της βασίζεται στην καταγραφή των αλλαγών στη δύναμη που ασκείται ανάμεσα στην ακίδα και το δείγμα. Η κατασκευή του μικροσκοπίου και η ρύθμιση των παραμέτρων είναι τέτοια ώστε, όταν μελετάται ένα μαγνητικό υλικό, αυτό που

μετράται κυρίως να είναι οι αλλαγές στις μαγνητικές δυνάμεις που ασκούνται μεταξύ στόχου-ακίδας, παρά σε άλλες δυνάμεις όπως ηλεκτροστατικές δυνάμεις ή δυνάμεις Van der Waals. Η ακίδα που σαρώνει το δείγμα συνήθως κατασκευάζεται με λιθογραφικές μεθόδους, σε κλίμακα νανομέτρων. Αυτό σημαίνει ότι η ανάλυση που μπορεί να φτάσει το μικροσκόπιο MFM να είναι επίσης της τάξης των νανομέτρων. Επομένως, η τεχνική MFM είναι ιδανική μέθοδος για παρατήρηση μαγνητικών νανοδομών, ωστόσο, θα πρέπει να συντρέχουν κάποιοι παράγοντες για να γίνουν φανερές αυτές οι δομές. Μερικοί τέτοιοι παράγοντες είναι η κατάσταση του δοκιμίου (λεία επιφάνεια, χωρίς απότομες αλλαγές στην τοπογραφία), οι κατάλληλες ρυθμίσεις του μικροσκοπίου, αλλά και το ίδιο το υλικό. Γίνεται επομένως φανερό ότι η χρήση μικροσκοπίας MFM για μέτρηση μιας επιφάνειας δεν είναι δεδομένο ότι θα δείξει μαγνητικές περιοχές. Μάλλον πρόκειται για διαδικασία με μεγάλο βαθμό αβεβαιότητας αλλά και δυσκολίας.

Οι παραπάνω παράγοντες γίνονται φανεροί στην παρουσίαση των αποτελεσμάτων που γίνεται στο κεφάλαιο 5. Προτού αναλυθεί όμως, η μικροσκοπία MFM και η χρήση της στην μελέτη μαγνητικών δομών, είναι χρήσιμο να γίνει μία περίληψη της ‘μητρικής’ της μεθόδου, που είναι η μικροσκοπία ατομικής δύναμης.

1. ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑ ΑΤΟΜΙΚΗΣ ΔΥΝΑΜΗΣ

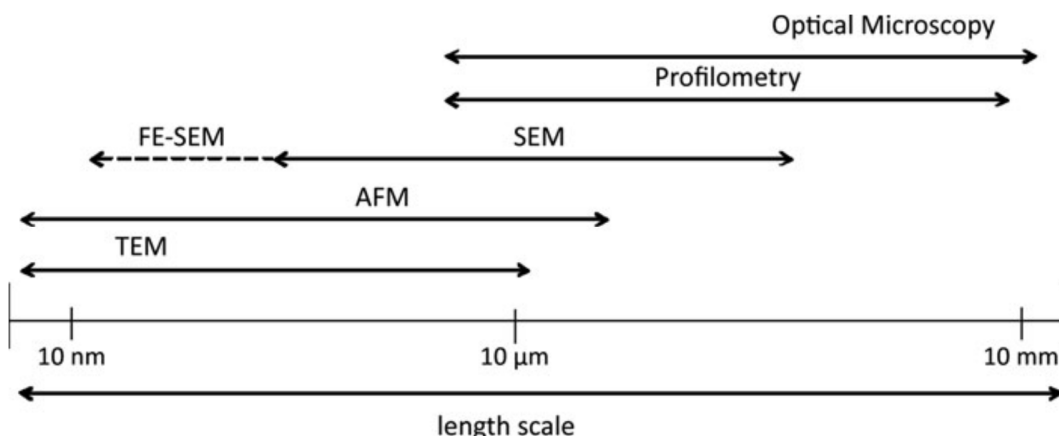
1.1. Εισαγωγή

Το μικροσκόπιο ατομικής δύναμης (AFM) είναι μία προηγμένη τεχνική χαρακτηρισμού υλικών που κάνει δυνατή την παρατήρηση επιφανειών σε εξαιρετική ανάλυση και ακρίβεια. Με ένα μικροσκόπιο AFM μπορεί να ληφθούν εικόνες ακόμη και σε ατομική κλίμακα: μπορεί, για παράδειγμα, να παρατηρηθεί η ακριβής κρυσταλλογραφική διάταξη των ατόμων σε ένα δείγμα, όπως επίσης και η δομή μεμονωμένων μορίων. Ένα πολύ σημαντικό της χαρακτηριστικό είναι ότι αυτά τα δείγματα δεν χρειάζεται να βρίσκονται σε ειδικές συνθήκες, όπως συνθήκες κενού, για να παρατηρηθούν, ούτε χρειάζονται κάποια ειδική προετοιμασία. Επίσης, καλύπτει ένα τεράστιο εύρος υλικών που μπορούν να μελετηθούν: μονωτές, αγωγοί, σκληρά υλικά όπως κεραμικά, μέταλλα, ημιαγωγοί, πολυμερή, ακόμη και μαλακοί βιολογικοί ιστοί (μέχρι και μεμονωμένα κύτταρα, ακόμη και μόρια DNA). Από τους παραπάνω λόγους γίνεται φανερό γιατί η μικροσκοπία AFM έχει καταστεί μέθοδος που χρησιμοποιείται ουσιαστικά από όλες τις θετικές επιστήμες όπως φυσική, βιολογία, χημεία, αστρονομία, φαρμακευτική και φυσικά, επιστήμη υλικών και νανοτεχνολογία.

Ένα μικροσκόπιο AFM διαφέρει θεμελιωδώς από τα υπόλοιπα μικροσκόπια, καθώς η εικόνα που σχηματίζει δεν προκύπτει από την πρόσπτωση ηλεκτρονίων ή φωτονίων πάνω στο δείγμα, όπως συμβαίνει με το ηλεκτρονικό και οπτικό μικροσκόπιο αντίστοιχα, αλλά από την άμεση επαφή με το δείγμα. Το μικροσκόπιο AFM ‘διαβάζει’ την επιφάνεια του δείγματος με μια αιχμηρή λεπτή ακίδα, κατασκευάζοντας έναν χάρτη της τοπογραφίας της επιφάνειας του υλικού, περιλαμβανομένου του ύψους του σε κάθε σημείο. Επομένως, πρόκειται για πληροφορία που περιλαμβάνει 3 διαστάσεις, μήκος, πλάτος και ύψος. Σε αντιδιαστολή, τα κλασικά μικροσκόπια παράγουν μία διδιάστατη εικόνα του δείγματος, μη έχοντας πληροφορία για το ύψος. Η πληροφορία, ωστόσο, που λαμβάνει το μικροσκόπιο AFM, σε αντίθεση με τα κλασικά μικροσκόπια, πρέπει να υποστεί κατάλληλη επεξεργασία από μονάδα ηλεκτρονικών και ηλεκτρονικό υπολογιστή. Η διαδικασία αυτή καθιστά τη χρήση του AFM ενδεχομένως δυσκολότερη και πιο χρονοβόρα από ότι ένα οπτικό ή ακόμη και ηλεκτρονικό μικροσκόπιο. Επίσης, η εξοικείωση ενός χρήστη με την οπτική και ηλεκτρονική μικροσκοπία,

δε συνεπάγεται κατ' ανάγκη ικανότητα χρήσης του μικροσκοπίου AFM, καθώς έννοιες όπως φακός, εστίαση, βάθος πεδίου, δεν παίζουν κανένα ρόλο στη μικροσκοπία σάρωσης. Απεναντίας, η μικροσκοπία AFM χαρακτηρίζεται από άλλες αρχές λειτουργίας και έννοιες με τις οποίες ο χρήστης που δεν έχει πρότερη εμπειρία με τη μικροσκοπία σάρωσης θα πρέπει να εξοικειωθεί εκ του μηδενός. Η αρχή λειτουργίας του σε αδρές γραμμές μοιάζει περισσότερο με αυτήν ενός προφιλόμετρου, αν και σε διαφορετική κλίμακα μέτρησης.

Επομένως, ένα μικροσκόπιο AFM μοιράζεται την ιδιότητα της μέτρησης ενός δείγματος στις 2 διαστάσεις με τα οπτικά και ηλεκτρονικά μικροσκόπια, ενώ την ιδιότητα της μέτρησης στον Z άξονα με τα προφιλόμετρα. Όσον αφορά το μέγεθος της εικόνας που μπορεί να μετρήσει, όπως ήδη λέχθηκε μπορεί να πάρει πληροφορία ακόμη και σε ατομική κλίμακα. Ωστόσο, το άνω όριο μεγέθους εικόνας είναι περίπου 100 μm . Θεωρητικά, ένα μικροσκόπιο AFM δεν έχει περιορισμό στο πόσο μεγάλο δοκίμιο μπορεί να σαρώσει. Πρακτικά όμως, εφόσον το AFM σαρώνει λεπτομερώς μία επιφάνεια με ακρίβεια νανομέτρων, μία επιφάνεια πάνω από 100 μm θα απαιτούσε υπερβολικά πολύ χρόνο, και δεν θα είχε ιδιαίτερο νόημα, εφόσον σε τέτοια κλίμακα υπάρχουν άλλες κατάλληλες τεχνικές μικροσκοπίας που μπορούν να αναδείξουν καλύτερα τις μικροσκοπικές και μεσοσκοπικές δομές ενός υλικού. Έτσι, συνήθως στα μικροσκόπια AFM υπάρχει καθορισμένο μέγεθος σαρωτή, που θέτει και το άνω όριο επιφάνειας δοκιμίου που μπορεί να τοποθετήσει ο χρήστης. Ενδεικτικά, στο μικροσκόπιο που χρησιμοποιήθηκε στην εργασία, το άνω όριο μεγέθους περιοχής είναι 90x90 μm (βλ. κεφάλαιο 4). Στο **Σχήμα 1.1** γίνεται μία σύγκριση μεταξύ του μεγέθους που μπορεί να μετρήσει το μικροσκόπιο AFM σε σχέση με τα υπόλοιπα μικροσκόπια καθώς και με το μηχανικό προφιλόμετρο. Ο λόγος που το AFM μετράει μικρότερη περιοχή από ότι το (επίσης μηχανικό) προφιλόμετρο είναι η λεπτότερη ακίδα που έχει το AFM. Οι διαστάσεις της ακίδας καθορίζουν και την ανάλυση που μπορεί να επιτύχει το μικροσκόπιο. Από το σχήμα έχει επίσης ενδιαφέρον η σύγκριση μεταξύ εύρους μετρούμενου μεγέθους του AFM και των ηλεκτρονικών μικροσκοπίων SEM και TEM, αλλά και των οπτικών μικροσκοπίων.



Σχήμα 1.1: Σύγκριση μεγεθών κλίμακας διαφόρων μικροσκοπίων.

Όπως φαίνεται από το σχήμα, υπάρχει αλληλοεπικάλυψη κλίμακας μεταξύ του AFM και του οπτικού μικροσκοπίου, κοντά στο άνω όριο του πρώτου και το κάτω όριο του δεύτερου. Αυτό σημαίνει ότι η οπτική μικροσκοπία μπορεί να χρησιμοποιηθεί συμπληρωματικά σε μία διαδικασία παρατήρησης με μικροσκόπιο AFM, ώστε να υπάρχει μία συνολική εικόνα του υλικού από τη νανοκλίμακα έως και τη μακροσκοπική κλίμακα. Ωστόσο, συνήθως ο ρόλος του οπτικού μικροσκοπίου σε μία μέτρηση AFM περιορίζεται στη χρησιμοποίησή του για τον εντοπισμό από τον χρήστη της μικροσκοπικής ακίδας του AFM, διαδικασία η οποία θα αναλυθεί στο 4^ο κεφάλαιο. Στο σχήμα φαίνεται επίσης η μεγάλη αλληλοεπικάλυψη που υπάρχει με την ηλεκτρονική μικροσκοπία SEM και TEM. Οι διαφορές είναι ότι η μικροσκοπία SEM γενικά δεν φτάνει την λεπτομερή ανάλυση του AFM, ενώ η μικροσκοπία TEM, αν και φτάνει στην ίδια υψηλή ανάλυση, ωστόσο το AFM μπορεί να μετρήσει και ελαφρώς μεγαλύτερες περιοχές από το TEM.

Η σύγκριση του μικροσκοπίου AFM με τα υπόλοιπα δεν σταματάει στο μέγεθος εικόνας. Μία πρακτική διαφορά, και πλεονέκτημα του AFM, είναι η μικρότερη προετοιμασία δοκιμίου που χρειάζεται σε σχέση με τα ηλεκτρονικά μικροσκόπια. Μία σύγκριση των μικροσκοπίων AFM, SEM και TEM φαίνεται στον **Πίνακα 1.1**. Στον πίνακα αυτόν φαίνονται τα συγκριτικά πλεονεκτήματα της τεχνικής AFM σε σχέση με την ηλεκτρονική μικροσκοπία.

	AFM	SEM	TEM
Προετοιμασία δοκιμίου	μικρή ή καθόλου	μικρή έως μεγάλη	μικρή έως μεγάλη
Μέγιστη ανάλυση	0,1 nm	5 nm	0,2 nm
Σχετικό κόστος	χαμηλό	μέτριο	υψηλό
Περιβάλλον	οποιοδήποτε	κενό ή αέριο	κενό
Τύπος δείγματος	αγωγός ή μονωτής	αγωγός	αγωγός
Χρόνος για 1 εικόνα	2-5 λεπτά	0,1-1 λεπτό	0,1-1 λεπτό
Μέγιστο οπτικό πεδίο	100 μm	1 mm	100 nm
Μετρήσεις επιφάνειας	τριδιάστατες	διδιάστες	διδιάστατες

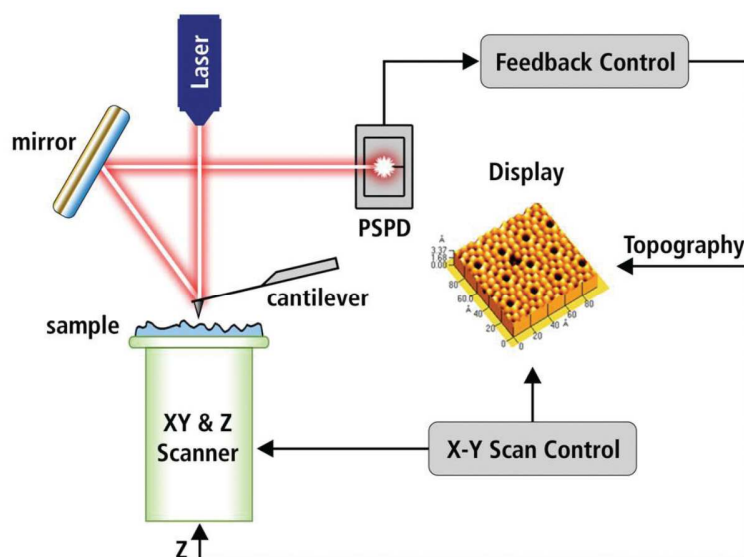
Πίνακας 1.1: Συγκριτικά χαρακτηριστικά μικροσκοπίων AFM, SEM και TEM.

Κάποια από τα χαρακτηριστικά που φαίνονται στον πίνακα είναι τα εξής: το δείγμα δεν χρειάζεται να υποστεί κάποια ειδική επεξεργασία για να παρατηρηθεί από το μικροσκόπιο AFM. Ωστόσο, όπως θα φανεί στα αποτελέσματα των μετρήσεων της εργασίας, αυτό δεν σημαίνει ότι δεν παίζει κανένα ρόλο η κατάσταση στην οποία βρίσκεται το δείγμα. Αν και μπορεί να γίνει λήψη εικόνας σε οποιαδήποτε κατάσταση, το αν θα είναι μια εικόνα που θα αποκαλύπτει με ευκρίνεια την τοπογραφία ή τις μαγνητικές ιδιότητες του υλικού ή όχι, εξαρτάται από πολλούς παράγοντες, όπως η κατάσταση του δοκιμίου, οι συνθήκες παρασκευής του, και, κυρίως η κατάσταση στην οποία βρίσκεται η ακίδα: μια εικόνα δεν μπορεί να είναι ικανοποιητική αν η ακίδα δεν είναι σε καλή κατάσταση.

Άλλα πλεονεκτήματα του AFM είναι το ότι δεν χρειάζεται συνθήκες κενού για να λειτουργήσει, όπως χρειάζεται το SEM και, πολύ περισσότερο, το TEM. Αυτό, σε συνδυασμό με ότι είναι αρκετά απλούστερη διάταξη, του δίνει το επιπλέον χαρακτηριστικό του αρκετά χαμηλότερου κόστους. Ένα μειονέκτημα της μεθόδου AFM είναι ο χρόνος που απαιτείται για τη λήψη μιας εικόνας, που είναι σημαντικά μεγαλύτερος από τα ηλεκτρονικά μικροσκόπια, και την κάνει διαδικασία που απαιτεί αφιέρωση μεγάλου χρόνου για τη μελέτη ενός υλικού, καθώς είναι προφανές ότι είναι απαραίτητη η λήψη αρκετών εικόνων για κάθε δείγμα, με διαφορετικές παραμέτρους, και σε διαφορετικές περιοχές του υλικού, ώστε να λαβαίνει χώρα μια όσο το δυνατόν πλήρης μελέτη του υλικού.

1.2. Οργανολογία μικροσκοπίου AFM

Ένα μικροσκόπιο AFM είναι σε γενικές γραμμές μία σχετικά απλή πειραματική διάταξη, τουλάχιστον σε σχέση με όργανα όπως το TEM. Μία απλοποιημένη σχηματική αναπαράσταση ενός μικροσκοπίου AFM φαίνεται στο **Σχήμα 1.2**. Τα μέρη του μικροσκοπίου που φαίνονται στο σχήμα, και τα οποία θα αναφερθούν αναλυτικά στη συνέχεια είναι: ένας σαρωτής, ο οποίος κινεί το δείγμα που βρίσκεται πάνω του μέσω ενός πιεζοηλεκτρικού στοιχείου· η ακίδα που είναι μέρος ενός βραχίονα (cantilever), ο οποίος αλλάζει θέση στο χώρο αναλόγως την τοπογραφία του δείγματος που συναντάει· μία ακτίνα laser η οποία προσπίπτει πάνω στον βραχίονα και εκτρέπεται αναλόγως την κίνηση του βραχίονα, ένας αισθητήρας (PSPD) που διαβάζει την ακτίνα laser, άρα τις μεταβολές του βραχίονα, και επομένως λαμβάνει την πληροφορία για την τοπογραφία του υλικού· ένα κέντρο ανατροφοδότησης που στέλνει την πληροφορία από τον αισθητήρα σε μία μονάδα ηλεκτρονικών, η οποία επεξεργάζεται την πληροφορία· τέλος, ένας ηλεκτρονικός υπολογιστής με ένα κατάλληλο πρόγραμμα software το οποίο εμφανίζει την επεξεργασμένη πληροφορία ως εικόνα. Στη γενικότερη διάταξη συνήθως περιλαμβάνεται και ένα οπτικό μικροσκόπιο, που χρησιμεύει στον εντοπισμό της ακίδας και την ευθυγράμμιση της ακτίνας laser με αυτήν.

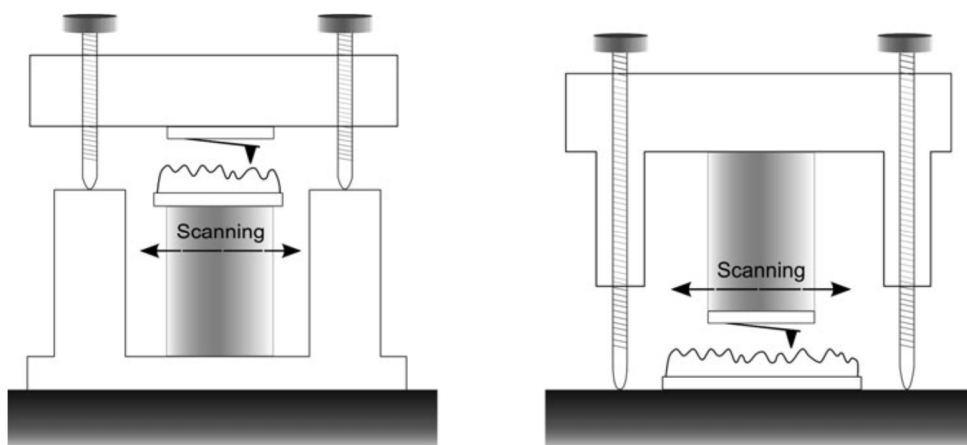


Σχήμα 1.2: Απλοποιημένη σχηματική αναπαράσταση ενός μικροσκοπίου ατομικής δύναμης.

1.2.1. Βάση – σαρωτής

Η βάση (stage) αποτελεί το κεντρικό μέρος του μικροσκοπίου AFM. Πάνω στη βάση είναι στερεωμένος ο σαρωτής που περιέχει το δείγμα, αλλά και ο βραχίονας με την ακίδα. Η βάση περιλαμβάνει επίσης κουμπιά για την κίνηση του σαρωτή-δείγματος στο επίπεδο αλλά και στον άξονα Z. Η βάση μπορεί να περιλαμβάνει και το βοηθητικό οπτικό μικροσκόπιο.

Υπάρχουν δύο βασικά είδη λειτουργίας της βάσης, και κατ' επέκταση του AFM: η διάταξη στην οποία ο σαρωτής με το δείγμα είναι αυτός που κινείται κάτω από ένα σταθερό βραχίονα, και η διάταξη στην οποία ο βραχίονας κινείται πάνω από το σταθερό δείγμα. Αυτά τα δύο είδη λειτουργίας φαίνονται στο **Σχήμα 1.3**. Στην αριστερή εικόνα, το δείγμα κινείται μαζί με τον σαρωτή κάτω από τον βραχίονα που δεν κινείται στο επίπεδο, αλλά είναι ελεύθερος να δονείται αναλόγως την δύναμη που του ασκείται από το δείγμα. Στη δεξιά εικόνα, το δείγμα είναι ακίνητο και ο βραχίονας, στερεωμένος στον σαρωτή, κινείται πάνω από το δείγμα, σαρώνοντάς το. Η διάταξη όπου είναι σταθερό το δείγμα έχει το πλεονέκτημα ότι μπορεί να μετρήσει δείγματα μεγαλύτερων διαστάσεων. Από την άλλη μεριά, η κατασκευή αυτής της διάταξης είναι πιο δύσκολη από τη διάταξη κινούμενου δείγματος, καθώς απαιτεί κάθε φορά να κινείται ολόκληρη η διάταξη του μικροσκοπίου πάνω από το δείγμα. Η διάταξη κινούμενου δείγματος αρκεί να κινεί κάθε φορά μόνο τον πιεζοηλεκτρικό σαρωτή με το δείγμα. Το μικροσκόπιο της εργασίας είναι κινούμενου δείγματος.

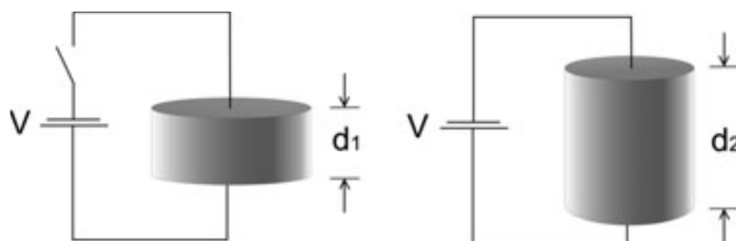


Σχήμα 1.3: Η βασική διαφοροποίηση μεταξύ δείγματος που κινείται κάτω από την ακίδα (αριστερά) και ακίδας που κινείται σαρώνοντας ένα ακίνητο δείγμα (δεξιά).

1.2.2. Πιεζοηλεκτρικά στοιχεία

Πιεζοηλεκτρισμός είναι το φαινόμενο όπου μία ηλεκτρική τάση που εφαρμόζεται σε ένα υλικό, έχει ως αποτέλεσμα τη μεταβολή των διαστάσεών του (συμπίεση-έκταση), καθώς και το αντίστροφό του, όταν δηλαδή μία μεταβολή στις διαστάσεις ενός υλικού το κάνει να παράγει ηλεκτρικό δυναμικό. Και στις δύο περιπτώσεις τα υλικά αυτά ονομάζονται πιεζοηλεκτρικά. Ο πιεζοηλεκτρισμός είναι ένα φυσικό φαινόμενο, και απαντάται όχι μόνο σε κρυσταλλικά υλικά, αλλά και σε άμορφα, ακόμη και σε πολυμερή. Όταν εφαρμόζεται μια διαφορά δυναμικού διαμέσου δύο άκρων του πιεζοηλεκτρικού στοιχείου, τότε αλλάζει η γεωμετρία του. Το πόση θα είναι η μεταβολή των διαστάσεων του στοιχείου εξαρτάται από τη δομή του υλικού, από τη γεωμετρία της διάταξης και από το μέγεθος της τάσης που εφαρμόζεται. Η γενική αρχή λειτουργίας μιας απλής πιεζοηλεκτρικής διάταξης φαίνεται στο **Σχήμα 1.4**. Εννοείται πως, καθώς ο συνολικός όγκος πρέπει να παραμένει σταθερός, αν αυξηθεί το μέγεθος κατά τη μία διάσταση (έκταση), θα μειωθεί κατά τις άλλες δύο (συμπίεση).

Στη μικροσκοπία AFM, πιεζοηλεκτρικά στοιχεία χρησιμοποιούνται ως σαρωτές. Μια τυπική τιμή πιεζοηλεκτρικής διαστολής για ένα πιεζοηλεκτρικό στοιχείο σε ένα AFM είναι 0,1 nm / Volt. Αυτή η τιμή δείχνει πόσο εξαιρετικά μεγάλη ακρίβεια στην κίνηση προσδίδουν τα πιεζοηλεκτρικά στοιχεία σε έναν σαρωτή ή σε μια ακίδα, κάτι που τα κάνει βασικά μέρη ενός μικροσκοπίου AFM. Επιπλέον πλεονεκτήματα των πιεζοηλεκτρικών στοιχείων είναι το χαμηλό τους κόστος και η ευκολία σύνθεσης και κατασκευής τους σε όποιο σχήμα χρειάζεται.



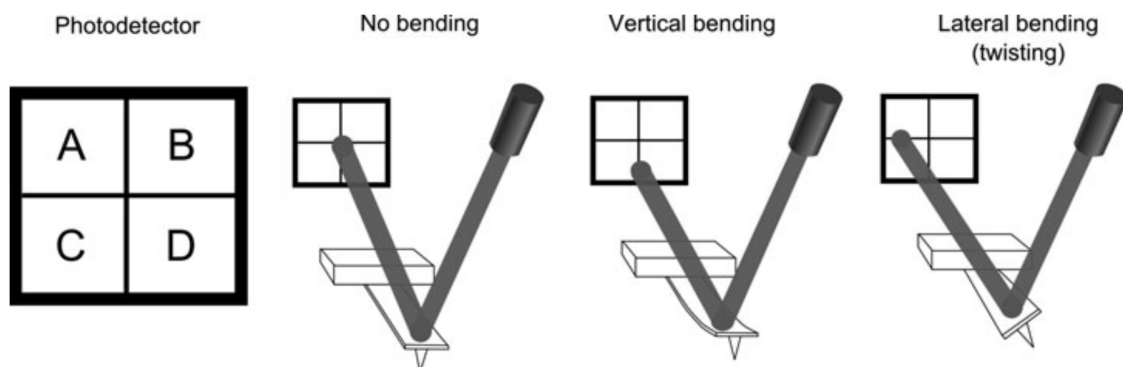
Σχήμα 1.4: Ένα πιεζοηλεκτρικό στοιχείο το οποίο εκτείνεται κατά τον άξονα κατά μήκος του οποίου εφαρμόζεται τάση V (μήκος d_2), ενώ επιστρέφει στο αρχικό μήκος (d_1) όταν παύει να εφαρμόζεται η τάση.

Υλικά για πιεζοηλεκτρικούς σαρωτές: Στην μικροσκοπία AFM χρησιμοποιούνται συνήθως πιεζοηλεκτρικά στοιχεία από κεραμικά υλικά, όπως το άμορφο PdBaTiO_3 , ή το $\text{Pb}[\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x}]\text{O}_3$, $0 < x < 1$. Το δεύτερο υλικό αναφέρεται και ως PZT. Τα κεραμικά αυτά μπορεί να είναι «μαλακά» ή «σκληρά», αναλόγως τη διαδικασία σύνθεσής τους.

Τα πιεζοηλεκτρικά στοιχεία λειτουργούν ως πυκνωτές, αποθηκεύοντας φορτίο στην επιφάνειά τους. Η χωρητικότητα ενός κεραμικού πιεζοηλεκτρικού μπορεί να φτάσει τα 100 μF . Το στοιχείο κρατάει αποθηκευμένο το φορτίο μέχρι να επιστρέψει στις αρχικές του διαστάσεις. Τα πιεζοηλεκτρικά στοιχεία έχουν επίσης μία φυσική συχνότητα συντονισμού, η οποία εξαρτάται από το μέγεθος και το σχήμα του υλικού. Η συχνότητα συντονισμού του πιεζοηλεκτρικού καθορίζει τη μέγιστη δυνατή συχνότητα σάρωσης που μπορεί να επιτύχει το μικροσκόπιο: όσο μεγαλύτερη η συχνότητα συντονισμού του στοιχείου, τόσο υψηλότερη η συχνότητα σάρωσης. Κατά κανόνα, η συχνότητα συντονισμού του πιεζοηλεκτρικού περιορίζει τη συχνότητα σάρωσης του οργάνου.

1.2.3. Αισθητήρες

Οι αισθητήρες είναι απαραίτητοι σε ένα μικροσκόπιο AFM για να μετράνε την παραμικρή αλλαγή στην θέση της ακίδας καθώς συναντάει διαφορές στην τοπογραφία του υλικού. Συνήθως χρησιμοποιούνται οπτικοί αισθητήρες με ακτίνα laser. Σε έναν τέτοιο αισθητήρα, μία πηγή ακτινών laser κατευθύνει μία ακτίνα laser προς την κεφαλή του βραχίονα, ακριβώς στο σημείο που βρίσκεται, από την πίσω μεριά, η ακίδα. Όταν ο βραχίονας είναι ακίνητος, η ακτίνα laser ανακλάται προς το κέντρο ενός φωτοαισθητήρα που είναι ευαίσθητος στην αλλαγή θέσης (position-sensitive photodetector, PSPD). Όταν ξεκινήσει η σάρωση και ο βραχίονας αρχίζει να δονείται ανάλογα με την τοπογραφία του δείγματος, τότε η ακτίνα που εκτρέπεται προς τον αισθητήρα αλλάζει ελαφρώς θέση, αντίστοιχα με την μετατόπιση του βραχίονα. Η απόσταση μεταξύ βραχίονα-αισθητήρα, είναι αρκετά μεγάλη έτσι ώστε η παραμικρή μεταβολή στη θέση του βραχίονα να προκαλεί συγκριτικά μεγάλη αλλαγή στη θέση που προσπίπτει η ακτίνα στον PSPD.



Σχήμα 1.5: Λειτουργία ενός αισθητήρα PSPD. Ο αισθητήρας διαβάσει το κάθετο (vertical) ή πλάγιο (lateral) λύγισμα του βραχίονα.

Ο τρόπος που ο αισθητήρας PSPD διαβάσει τη μεταβολή στη θέση του βραχίονα φαίνεται στο **Σχήμα 1.5**. Οι αισθητήρες PSPD αποτελούνται συνήθως από 4 στοιχεία (A, B, C, D στο σχήμα). Όταν ο βραχίονας είναι ακίνητος, η ευθυγραμμισμένη ακτίνα πέφτει στο κέντρο του αισθητήρα, όπως φαίνεται στην πρώτη εικόνα του σχήματος (no bending). Όταν ξεκινάει η σάρωση, ο βραχίονας λυγίζει. Όταν λυγίζει κάθετα, η ακτίνα πέφτει είτε στα στοιχεία AB, είτε στα στοιχεία CD (vertical bending). Όταν εκτρέπεται πλάγια, η ακτίνα πέφτει στα στοιχεία AC ή στα στοιχεία BD. Το σύστημα ηλεκτρονικών διαβάσει αυτούς τους συνδυασμούς και παράγει το αντίστοιχο σήμα, που αντιπροσωπεύει την τοπογραφία του δείγματος.

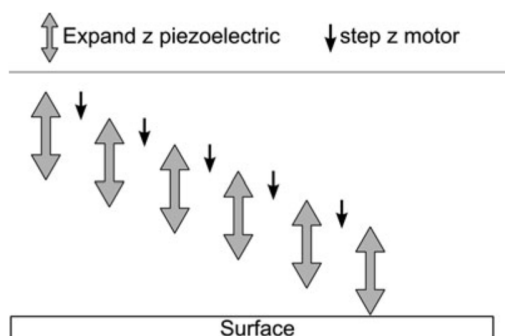
Ο αισθητήρας διαβάσει την κάθε αλλαγή της θέσης της ακτίνας, και η πληροφορία αυτή μετατρέπεται ύστερα σε εικόνα της τοπογραφίας του δείγματος. Για να είναι ακριβής αυτή η εικόνα, θα πρέπει η προσπίπτουσα ακτίνα να είναι απόλυτα ευθυγραμμισμένη με το ακριβές σημείο στο οποίο βρίσκεται η ακίδα. Αυτή η διαδικασία ευθυγράμμισης είναι από τις πιο χρονοβόρες παραμέτρους μιας μέτρησης με μικροσκόπιο AFM, ενώ ακόμη και μια μικρή μετατόπιση από τη σωστή θέση μπορεί να χαλάσει σε μεγάλο βαθμό την εικόνα που παράγεται.

1.2.4. Κίνηση στον άξονα Z και στο επίπεδο

Ένα άλλο βασικό μέρος του μικροσκοπίου AFM είναι η μηχανική διάταξη που κινεί την κεφαλή του οργάνου, περιλαμβανομένου του βραχίονα, κατά μήκος του κατακόρυφου άξονα. Η κίνηση στον άξονα Z είναι απαραίτητη για να προσεγγίσει ο βραχίονας το δείγμα, ώστε να μπορεί να λάβει χώρα η μέτρηση. Αυτό είναι μία πρόκληση για τον κατασκευαστή του AFM, καθώς η κεφαλή θα πρέπει να μπορεί να κινείται αρκετά γρήγορα ώστε να πλησιάζει το δείγμα σε σχετικά σύντομο χρόνο (1 λεπτό περίπου), ενώ ταυτόχρονα θα πρέπει να ελαττώνει γρήγορα την ταχύτητα καθώς πλησιάζει στο δείγμα προτού σταθεροποιηθεί, ώστε να μην υπάρχει κίνδυνος να προσκρούσει πάνω στην επιφάνεια του δείγματος. Αυτό, στο περιβάλλον του μικροσκοπίου, φαίνεται μια διαδικασία ρουτίνας, αλλά ένα μακροσκοπικό αντίστοιχο θα ήταν ένα όχημα που φτάνει στη Σελήνη σε 60 δευτερόλεπτα, ενώ πρέπει να σταματήσει 38 μέτρα πριν την επιφάνεια της Σελήνης, χωρίς να προσκρούσει πάνω της.

Σε ένα μικροσκόπιο AFM, υπάρχουν δύο ξεχωριστοί μηχανισμοί κίνησης στον άξονα Z. Ο πρώτος είναι μία μηχανοκίνητη διάταξη που κάνει την αρχική προσέγγιση στο δείγμα, με μεγάλη ταχύτητα. Ο δεύτερος αποτελείται από το πιεζοηλεκτρικό στοιχείο του σαρωτή, το οποίο ολοκληρώνει την προσέγγιση με μικρότερο βήμα. Η προσέγγιση στο δείγμα επιτυγχάνεται με την κίνηση τύπου ‘τροποκάρυδου’, όπως φαίνεται στο **Σχήμα 1.6**. Με αυτήν τη μέθοδο, ο μηχανικός κινητήρας κάνει ένα βήμα, π.χ. 1 μm , και ύστερα το πιεζοηλεκτρικό στοιχείο εκτείνεται κατά 5 μm και μετά επιστρέφει στην αρχική του θέση· αν δεν συναντήσει την επιφάνεια με αυτή την κίνηση, ο πρώτος μηχανισμός πλησιάζει άλλο 1 μm · το πιεζοηλεκτρικό εκτείνεται ξανά, κ.ο.κ., μέχρι να συναντήσει την επιφάνεια του δείγματος.

Παρομοίως με την κίνηση στον άξονα Z, γίνεται και κίνηση του δείγματος ή του οργάνου στο επίπεδο XY. Αυτό γίνεται είτε χειροκίνητα, είτε αυτόματα.



Σχήμα 1.6: Προσέγγιση της ακίδας με τη μέθοδο 'τρυποκάρυδου'.

1.2.5. Ηλεκτρονικά μέρη

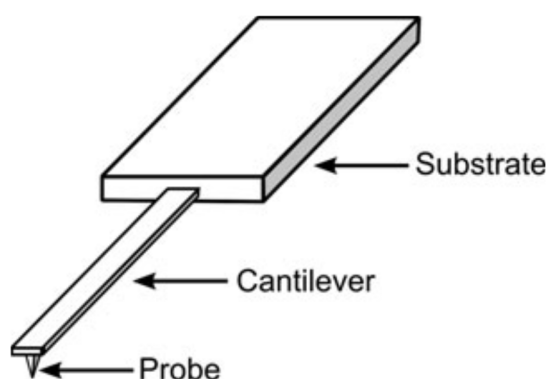
Τα μικροσκόπια AFM είναι συνήθως συνδεδεμένα με μία ξεχωριστή μονάδα ηλεκτρονικών στοιχείων, η οποία είναι επίσης συνδεδεμένη με τον ηλεκτρονικό υπολογιστή. Η μονάδα αυτή είναι αναγκαία για την λειτουργία του μικροσκοπίου. Τα ηλεκτρονικά στοιχεία της μονάδας μπορεί να είναι είτε ψηφιακά είτε αναλογικά. Το πλεονέκτημα των αναλογικών ηλεκτρονικών είναι ότι γενικά έχουν χαμηλότερο επίπεδο θορύβου, το οποίο μπορεί να οδηγεί σε εικόνες καλύτερης ανάλυσης. Το πλεονέκτημα των ψηφιακών ηλεκτρονικών είναι η ταχύτητα και η δυνατότητα για αναβάθμιση. Οι κύριες λειτουργίες που επιτελούν τα ηλεκτρονικά μέρη του AFM συνοψίζονται ως εξής:

- i) Παραγωγή σήματος σάρωσης για τα πιεζοηλεκτρικά στοιχεία του επιπέδου XY.
- ii) Λήψη του σήματος εισόδου από τον αισθητήρα και παραγωγή σήματος ελέγχου του πιεζοηλεκτρικού στοιχείου του άξονα Z.
- iii) Παραγωγή σήματος ελέγχου εξόδου για τους μηχανισμούς κίνησης στους άξονες X-Y-Z.
- iv) Παραγωγή σήματος για την δόνηση του βραχίονα και μέτρηση της φάσης ή πλάτους όταν το μικροσκόπιο βρίσκεται σε λειτουργία δόνησης.
- v) Συλλογή σημάτων και μετάδοσή τους στον υπολογιστή.

1.2.6. Βραχίονας και ακίδα

Ο βραχίονας με την ακίδα στην άκρη του αποτελεί το πλέον χαρακτηριστικό λειτουργικό μέρος ενός μικροσκοπίου AFM. Λόγω των μικρών τους διαστάσεων, οι βραχίονες των AFM

κατασκευάζονται με τεχνολογία μικροηλεκτρονικής (MEMS), ενώ θεωρούνται γενικά αναλώσιμα μέρη. Θεωρητικά, ένας βραχίονας πρέπει να έχει απεριόριστη διάρκεια ζωής, αλλά στην πράξη η ακίδα φθείρεται με την χρήση. Μία αναπαράσταση του βραχίονα φαίνεται στο **Σχήμα 1.7**. Στην άκρη του ο βραχίονας είναι στερεωμένος σε μία μεγαλύτερη πλατφόρμα-υπόστρωμα, ώστε να είναι ευκολότερη η χειροκίνητη τοποθέτησή του από τον χρήστη. Οι διαστάσεις του υποστρώματος είναι 3,5 x 1,6 x 0,5 mm. Η κατασκευή και γεωμετρία της ακίδας είναι το ίδιο σημαντική για την λήψη καθαρών εικόνων όσο και η ίδια η επιφάνεια του δείγματος.

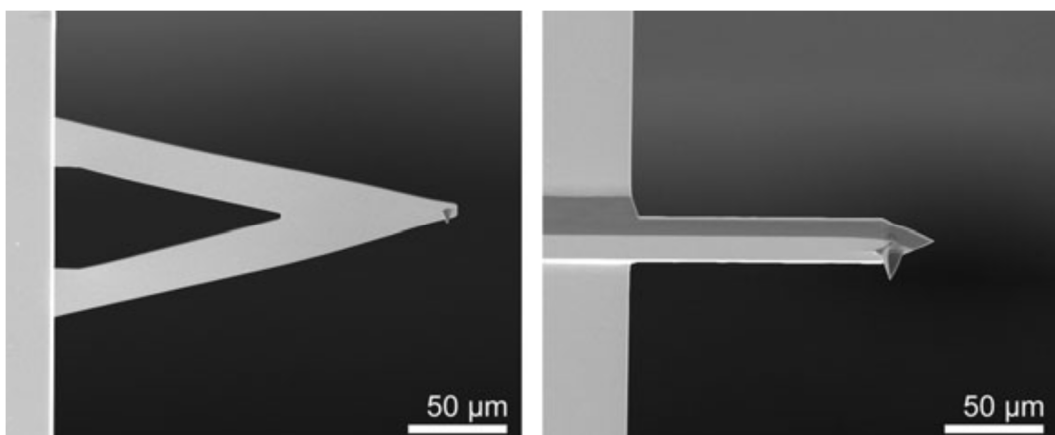


Σχήμα 1.7: Σχηματική αναπαράσταση (όχι σε πραγματικές διαστάσεις) ενός βραχίονα (cantilever) στερεωμένου σε υπόστρωμα (substrate). Στην άκρη του βραχίονα βρίσκεται η ακίδα (probe).

Υλικά για βραχίονα-ακίδα: Οι βραχίονες AFM μπορούν να αποτελούνται από οποιοδήποτε υλικό που μπορεί να λειτουργεί ως ελατήριο. Οι πρώτοι βραχίονες AFM ήταν κατασκευασμένοι από σύρμα βολφραμίου με την ακίδα στην άκρη να είναι από πυρίτιο. Σύντομα, ξεκίνησαν να παρασκευάζονται βραχίονες και ακίδες με λιθογραφικές μεθόδους. Τα δύο κυριότερα υλικά που χρησιμοποιούνται πλέον είναι πυρίτιο (Si) και νιτρίδιο του πυριτίου (Si_3N_4). Οι βραχίονες από Si_3N_4 έχουν μικρότερη σταθερά ελατηρίου και μερικές φορές διατηρούν εναπομείνουσες τάσεις από τη σύνθεσή τους, κάτι που τα κάνει να κυρτώνονται κατά μήκος του κυρίου άξονά τους. Οι βραχίονες από πυρίτιο έχουν γενικά μικρότερες εναπομείνουσες τάσεις από τα νιτρίδια και επομένως δεν αντιμετωπίζουν το πρόβλημα της κύρτωσης. Οι ακίδες από Si όμως που βρίσκονται στην άκρη του βραχίονα τείνουν να είναι

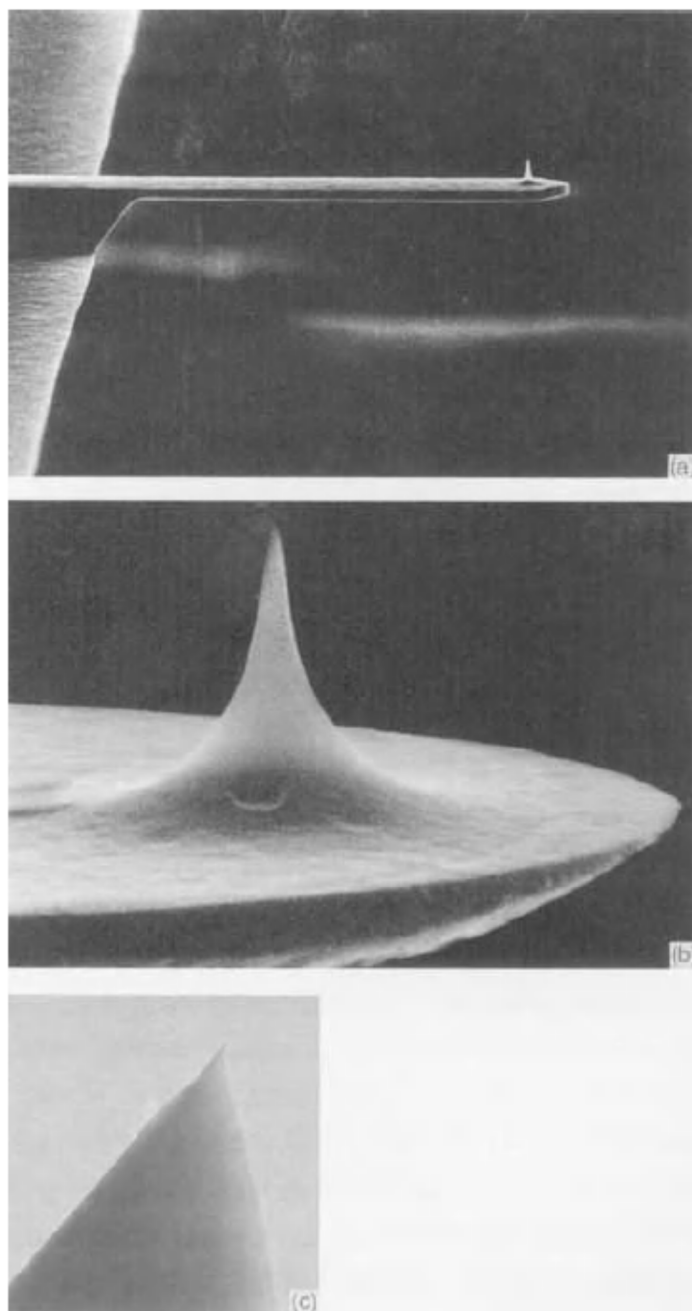
πιο ψαθυρές, με αυξημένη πιθανότητα να σπάσουν κατά την επαφή τους με το δείγμα. Η πλειοψηφία των μικροσκοπίων AFM χρησιμοποιεί ακίδες από πυρίτιο.

Οι βραχίονες για AFM χωρίζονται σε δύο τύπους, αναλόγως τη λειτουργία του μικροσκοπίου: σε βραχίονες για λειτουργία επαφής (contact mode) και μη επαφής (non-contact) ή αλλιώς, ταλάντωσης (oscillating). Οι δύο αυτοί τύποι βραχίονα φαίνονται στο **Σχήμα 1.8**.



Σχήμα 1.8: Αριστερά, βραχίονας για AFM λειτουργίας επαφής (contact mode). Ολόκληρος ο βραχίονας και η ακίδα είναι από Si_3N_4 . Δεξιά, βραχίονας για AFM μη επαφής (ή ταλάντωσης). Ο βραχίονας και η ακίδα είναι φτιαγμένα από Si. Ο βραχίονας ταλάντωσης είναι πιο σκληρός και ψαθυρός από τον βραχίονα επαφής, αλλά έχει πιο μυτερή ακίδα.

Οι βραχίονες λειτουργίας επαφής έχουν σταθερά ελατηρίου συνήθως αρκετά μικρότερη από 1 N/m και κατασκευάζονται είτε από πυρίτιο είτε από Si_3N_4 . Οι βραχίονες λειτουργίας μη επαφής έχουν σταθερά ελατηρίου πάνω από 10 N/m, και κατασκευάζονται από πυρίτιο. Οι ακίδες στην άκρη τους συχνά υποβάλλονται σε κατεργασία για να γίνουν πιο μυτερές, ή μπορεί να προστεθεί κάτι στην άκρη τους για αυτόν τον σκοπό, όπως νανοσωλήνες άνθρακα. Ένα παράδειγμα μιας διάταξης βραχίονα-ακίδας από πυρίτιο φαίνεται στο **Σχήμα 1.9**. Η εικόνα έχει ληφθεί μέσω μικροσκοπίας SEM.



Σχήμα 1.9: (a) Εικόνα SEM ενός βραχίονα (cantilever) πυριτίου, μήκους $105\ \mu\text{m}$ και πλάτους $14,5\ \mu\text{m}$.
(b) Η ακίδα της προηγούμενης φωτογραφίας, ύψους $6,5\ \mu\text{m}$. (c) Εικόνα TEM της άκρης της ακίδας. Το μέγεθος της εικόνας είναι $2 \times 2\ \mu\text{m}$ και η ακτίνα της ακίδας είναι μικρότερη των $10\ \text{nm}$.

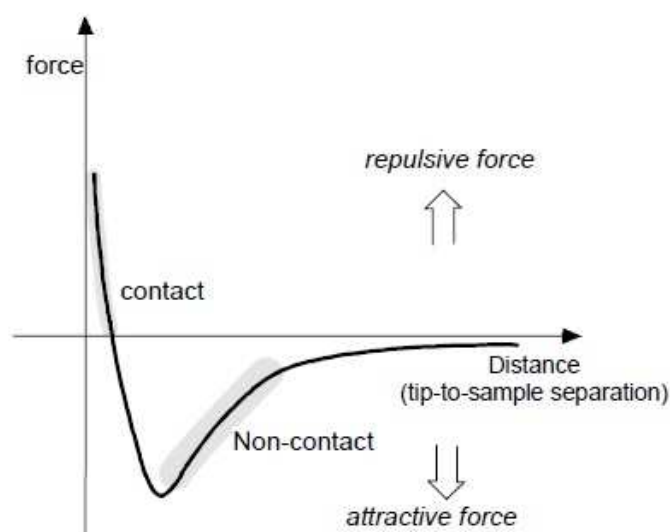
1.3. Τύποι λειτουργίας AFM

Η μικροσκοπία AFM περιλαμβάνει πολλούς τύπους λειτουργίας, που αυξάνονται με την πάροδο των ετών και την πρόοδο της τεχνολογίας. Αναλόγως με τον ορισμό του «τύπου λειτουργίας» (operation mode), υπολογίζεται ότι υπάρχουν 20 έως 50 διαφορετικά είδη λειτουργίας AFM. Από αυτές, οι 2 κυριότερες είναι η λειτουργία επαφής (contact ή tapping mode) και μη επαφής (non-contact mode ή NC-AFM). Η μικροσκοπία MFM η οποία χρησιμοποιήθηκε για τις ανάγκες της εργασίας εμπίπτει στη λειτουργία μη επαφής.

1.3.1. Λειτουργία επαφής (contact mode)

Η λειτουργία επαφής ήταν η πρώτη τεχνική AFM που αναπτύχθηκε. Είναι η βασική μέθοδος μικροσκοπίας AFM, και αυτή που χρησιμοποιείται συνήθως ως παράδειγμα για να εξηγηθεί συνοπτικά η μέθοδος AFM. Η λειτουργία AFM επαφής είναι μια πολύ ισχυρή τεχνική χαρακτηρισμού υλικών, που επιτυγχάνει πολύ υψηλές αναλύσεις εικόνας. Είναι επίσης η πιο γρήγορη από Καθώς αποτελεί την βάση πάνω στην οποία όλες οι υπόλοιπες μέθοδοι αναπτύχθηκαν, είναι χρήσιμο να γίνει μια σύντομη ανασκόπησή της προτού αναλυθούν οι λειτουργίες μη επαφής και μαγνητικής δύναμης που χρησιμοποιήθηκαν σε αυτή την εργασία.

Είναι απαραίτητο να οριστεί πρώτα ο όρος λειτουργία «επαφής», καθώς σε ατομική κλίμακα δεν επαρκεί απλά ο γενικός ορισμός ότι ένα σώμα «ακουμπάει» ένα άλλο. Έτσι, η λειτουργία επαφής μπορεί να οριστεί ως η λειτουργία στην οποία τα άτομα της άκρης της ακίδας με τα άτομα της επιφάνειας του ατόμου βρίσκονται στο εύρος αποστάσεων που κυριαρχούν οι απωστικές ηλεκτροστατικές δυνάμεις μεταξύ των ατόμων τους. Η καμπύλη δύναμης-απόστασης μεταξύ ατόμων είναι χρήσιμη για την επεξήγηση της λειτουργίας επαφής. Η καμπύλη αυτή φαίνεται στο **Σχήμα 1.10**. Όπως φαίνεται από την καμπύλη, η ακίδα στη λειτουργία επαφής τίθεται σε μία απόσταση ανάμεσα από το σημείο 0 (για την ακρίβεια, του ορίου που τείνει στο 0, όπου η δύναμη τείνει στο άπειρο) μέχρι το σημείο όπου $F=0$.



Σχήμα 1.10: Καμπύλη δύναμης-απόστασης. Η λειτουργία επαφής λαβαίνει χώρα σε αποστάσεις όπου οι δυνάμεις μεταξύ ατόμων ακίδας-δείγματος είναι απωστικές ($F > 0$).

Η καμπύλη δύναμης-απόστασης συνδέεται με το πόσο λυγίζει ο βραχίονας συναρτήσει της απόστασης. Όταν ο βραχίονας βρίσκεται σε μεγάλη απόσταση από το δείγμα, η δύναμη μεταξύ ακίδας-επιφάνειας είναι μηδενική επομένως μηδενική είναι και η εκτροπή, ή λύγισμα, του βραχίονα. Καθώς η ακίδα πλησιάζει το δείγμα, αρχίζει να είναι αισθητή η δύναμη μεταξύ τους, η οποία όμως στην αρχή είναι ελκτική, όπως φαίνεται από το σχήμα. Σε αυτή την περιοχή υπερισχύουν διατομικές δυνάμεις τύπου Van der Waals. Σε αυτό το σημείο, ο βραχίονας αρχίζει να ταλαντώνεται λόγω αυτών των δυνάμεων. Καθώς η ακίδα πλησιάζει ακόμη περισσότερο, αρχίζουν να υπερισχύουν οι απωστικές δυνάμεις μεταξύ των ατόμων ακίδας-δείγματος, και ο βραχίονας τείνει να λυγίζει προς τα πάνω. Είναι προφανές ότι σε αυτές τις αποστάσεις, που ισοδυναμούν με «επαφή», είναι αυξημένο η πιθανότητα να πάθει ζημιά είτε η ακίδα είτε και το ίδιο το δείγμα. Οι δυνάμεις που εφαρμόζονται μεταξύ ακίδας και επιφάνειας δείγματος δίνονται από τον νόμο του Hooke (Εξ. 1.1):

$$F = -k \times D \quad (1.1)$$

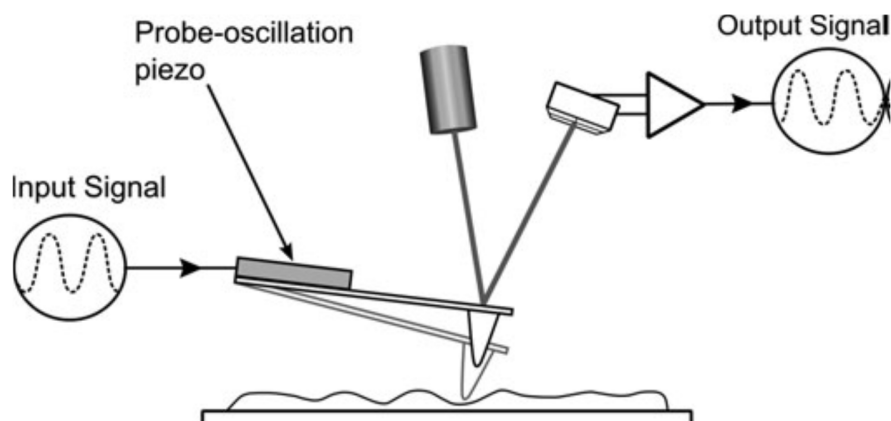
όπου F = δύναμη (N), k = σταθερά ελατηρίου (N/m) και D = απόσταση εκτροπής (m).

Η βασική αρχή στη λειτουργία επαφής είναι ότι το σύστημα ανατροφοδότησης του μικροσκοπίου φροντίζει να κρατά την εκτροπή του βραχίονα σε μια σταθερή τιμή. Αυτό το σημείο-ποσότητα της εκτροπής του βραχίονα ονομάζεται “set point”. Το set point είναι από τις σημαντικότερες παραμέτρους λειτουργίας ενός μικροσκοπίου AFM, την οποία παράμετρο θέτει και αλλάζει κατά βούληση ο χρήστης, έχοντας στόχο να βρει για κάθε δείγμα την βέλτιστη τιμή set point.

1.3.2. Λειτουργία μη επαφής (non-contact mode)

Η λειτουργία μη επαφής (non-contact) γενικά εμπίπτει στην κατηγορία της λειτουργίας ταλάντωσης. Αυτός ο τύπος λειτουργίας συνίσταται σε έναν βραχίονα που ταλαντώνεται, συνήθως στην συχνότητα συντονισμού, μέσω ενός ξεχωριστού πιεζοηλεκτρικού στοιχείου. Όταν η ταλαντούμενη ακίδα πλησιάζει στην επιφάνεια του δείγματος, η ταλάντωση μεταβάλλεται εξαιτίας της αλληλεπίδρασης μεταξύ της ακίδας και του πεδίου δύναμης της επιφάνειας του δείγματος. Αυτό προκαλεί απόσβεση της ταλάντωσης του βραχίονα, και συγκεκριμένα μειώνεται η συχνότητα και το πλάτος της ταλάντωσης. Η ταλάντωση μετράται από τον αισθητήρα laser που αναφέρθηκε προηγουμένως, ενώ ο σαρωτής ρυθμίζει το ύψος Z μέσω του βρόχου ανατροφοδότησης για να διατηρεί την ακίδα σε μια σταθερή απόσταση, όπως ακριβώς συμβαίνει και στη λειτουργία επαφής. Η βασική διαφορά έγκειται στην απόσταση Z που σταθεροποιείται η ακίδα: στη λειτουργία μη επαφής, η ακίδα βρίσκεται στο εύρος αποστάσεων που υπερσχύουν οι ελκτικές δυνάμεις μεταξύ ακίδας-δείγματος, δηλαδή στην περιοχή “non-contact” της καμπύλης του Σχήματος 1.10, όπου ισχύει $F < 0$. Άλλες διαφορές με την λειτουργία επαφής είναι στο πλάτος ταλάντωσης και στη διαφορετική μέθοδο που ανιχνεύονται για να μετρώνται οι μεταβολές στην ταλάντωση. Ο χρήστης επιλέγει το πλάτος ταλάντωσης. Καθώς ξεκινάει η σάρωση, παράγεται ένα σήμα ταλάντωσης του βραχίονα.

Η παραπάνω διαδικασία φαίνεται στο **Σχήμα 1.11**. Ένα σήμα εισόδου (input signal) εφαρμόζεται στο πιεζοηλεκτρικό στοιχείο του βραχίονα, κάνοντας τον βραχίονα να ταλαντώνεται πάνω-κάτω. Όταν λαβαίνει χώρα σάρωση, η ταλάντωση αυτή προφανώς θα επηρεάζεται από την επιφάνεια του δείγματος. Οι μεταβολές της ταλάντωσης του βραχίονα



Σχήμα 1.11: Σχηματική αναπαράσταση της λειτουργίας *AFM* ταλάντωσης.

μετρώνται από τον αισθητήρα, ο οποίος στέλνει την πληροφορία αυτή στην ηλεκτρονική μονάδα, όπου γίνεται σύγκριση με το σήμα εισόδου και επανακαθορίζεται αντίστοιχα η δύναμη που θα ασκείται στην ακίδα.

Το πόσο μεγάλο είναι το πλάτος της ταλάντωσης που τίθεται από τον χρήστη καθορίζει και τι είδους μικροσκοπία ταλάντωσης είναι: όταν τίθεται μικρό πλάτος ταλάντωσης, ο βραχίονας παραμένει καθ' όλη τη διάρκεια της σάρωσης στο εύρος αποστάσεων ακίδας-δείγματος όπου ισχύουν οι ελκτικές δυνάμεις, δηλαδή το κομμάτι $F < 0$ της καμπύλης του Σχήματος 1:10. Από την άλλη μεριά, αν τεθεί μεγάλο πλάτος ταλάντωσης, τότε ο βραχίονας κατά την ταλάντωσή του καλύπτει όλο το φάσμα αποστάσεων ακίδας-δείγματος: από τις μεγάλες αποστάσεις, όπου $F \rightarrow 0$, έως τις σχεδόν μηδενικές αποστάσεις, όπου το F απειρίζεται. Αυτό το είδος μικροσκοπίας ταλάντωσης, που καλύπτει όλο το φάσμα αποστάσεων και δυνάμεων (ελκτικών και απωστικών) ονομάζεται μικροσκοπία διακοπτόμενης επαφής (Intermittent contact mode, IC-AFM), και εμπίπτει στην μικροσκοπία μη επαφής.

2. ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑ ΜΑΓΝΗΤΙΚΗΣ ΔΥΝΑΜΗΣ

2.1. Εισαγωγή

Η μικροσκοπία μαγνητικής δύναμης (Magnetic Force Microscopy, MFM) εμπίπτει στη μικροσκοπία λειτουργίας μη επαφής. Ωστόσο, έχει κάποιες διαφοροποιήσεις από την NC-AFM που αναφέρθηκε στο προηγούμενο κεφάλαιο, οι οποίες θα αναλυθούν παρακάτω. Επιγραμματικά, οι βασικότερες διαφοροποιήσεις της από την NC-AFM είναι η μεγαλύτερη απόσταση μεταξύ ακίδας-δείγματος και η ίδια η ακίδα, η οποία είναι επικαλυμμένη με μαγνητικό υλικό, όπως σιδηρομαγνητικό κοβάλτιο (Co). Η μικροσκοπία MFM είναι ιδανική για μελέτη μαγνητικών υλικών, καθώς διαβάζει την κατανομή των μαγνητικών πεδίων σε μια επιφάνεια, αποκαλύπτοντας μαγνητικές ιδιότητες και δομές, όπως τις μαγνητικές περιοχές. Ιδανικά, η μικροσκοπία MFM δεν δείχνει τόσο καθαρά την τοπογραφία του δείγματος, όσο τις μαγνητικές δομές. Πρακτικά, στις μετρήσεις της εργασίας συνέβη αρκετές φορές να δείχνει η λήψη MFM περισσότερο την τοπογραφία του υλικού, παρά τις όποιες μαγνητικές δομές. Σε αυτό παίζουν ρόλο οι παράμετροι σάρωσης, αλλά και η κατάσταση του υλικού.

Η δυνατότητα να αξιοποιηθεί περαιτέρω η μικροσκοπία ατομικής δύναμης για να μελετάει μαγνητικές δομές ανακαλύφθηκε νωρίς στην εξέλιξη της μικροσκοπίας AFM (Sáenz *et al*, 1987, Martin *et al*, 1988). Τα μαγνητικά πεδία φθίνουν γρήγορα καθώς αυξάνεται η απόσταση από το υλικό, για αυτό και η μικροσκοπία AFM, στις αποστάσεις που λειτουργεί, ήταν ιδανική υποψήφια μέθοδος. Για να γίνει δυνατή η μελέτη μαγνητικών δομών, η ακίδα θα έπρεπε να επικαλυφθεί με μια λεπτή μαγνητική στρώση από σιδηρομαγνητικά υλικά όπως Co, CoNi, CoCr και CoCrPt. Η προσθήκη αυτών των υλικών στην ακίδα έχει δύο άμεσα αποτελέσματα: πρώτον, καθώς τα υλικά αυτά είναι μαλακότερα από το πυρίτιο που βρίσκεται από κάτω τους, η νέα ακίδα θα φθείρεται πιο γρήγορα· δεύτερον, εφόσον προστίθεται επιπλέον στρώμα στην ακίδα, αυξάνεται η διάμετρός της, και επομένως μειώνεται η ανάλυση που μπορεί να επιτευχθεί. Γενικά, οι μαγνητικές δυνάμεις είναι μερικές τάξεις μεγέθους μικρότερες από άλλες δυνάμεις που ασκούνται μεταξύ ακίδας-δείγματος, επομένως είναι χρήσιμο να είναι η απόσταση ακίδας-επιφάνειας σε λίγο μεγαλύτερες αποστάσεις από την

AFM, της τάξης των 5-50 nm, ώστε να μειώνεται η παρεμβολή των άλλων δυνάμεων, που υπερισχύουν σε μικρότερες αποστάσεις.

Ήδη από τις αρχές της δεκαετίας του 1990, η μικροσκοπία MFM άρχισε να γίνεται διαδεδομένη μέθοδος στην έρευνα των μαγνητικών υλικών και στην τεχνολογία μαγνητικών συσκευών. Η βιομηχανία μαγνητικής εγγραφής είναι ήταν ένας από τους κυριότερους τομείς που βρήκε χρήση η μέθοδος MFM. Τα επόμενα χρόνια δόθηκε περαιτέρω ώθηση στην μικροσκοπία MFM για μελέτη λεπτών υμενίων. Η μέθοδος έχει χρησιμοποιηθεί επίσης και για τη μελέτη του φαινομένου της υπεραγωγιμότητας.

Συνοπτικά, μερικά από τα πλεονεκτήματα της μικροσκοπίας MFM, σε σύγκριση με άλλες παρεμφερείς μεθόδους, είναι τα εξής:

- 1) Εφόσον οι μαγνητικές αλληλεπιδράσεις που αξιοποιεί η μέθοδος MFM είναι σχετικά μεγάλης απόστασης, η ακίδα δεν έρχεται σε επαφή με το δείγμα, επομένως δεν απαιτείται κάποια ειδική προετοιμασία του δείγματος.
- 2) Η τεχνική είναι μη καταστροφική όσον αφορά την κρυσταλλική δομή του δείγματος.
- 3) Τα λεπτά μη μαγνητικά υμένα είναι διαφανή. Μεταβάλλοντας την απόσταση ακίδας-δείγματος, τόσο η τοπογραφία του δείγματος όσο και η μαγνητική του δομή, μπορούν να ληφθούν ταυτόχρονα. Αυτό επιτρέπει την ταυτόχρονα μελέτη ατελειών στην επιφάνεια και μαγνητικών ιδιοτήτων.
- 4) Η μικροσκοπία MFM μπορεί να λάβει χώρα σε διάφορες συνθήκες περιβάλλοντος, όπως υπερ-υψηλό κενό, υγρό, χαμηλές και υψηλές θερμοκρασίες και κανονικές ατμοσφαιρικές συνθήκες.
- 5) Τα δείγματα δεν χρειάζεται να είναι ηλεκτρικοί αγωγοί.
- 6) Η μικροσκοπία MFM μπορεί να συνδυαστεί και με άλλες τεχνικές, όπως η μαγνητο-οπτική μικροσκοπία. Με αυτόν τον τρόπο λαμβάνεται μία ολοκληρωμένη, τοπογραφική και μαγνητική, εικόνα του δείγματος.

2.2. Αρχές λειτουργίας MFM

2.2.1. Στατική και δυναμική λειτουργία

Η μικροσκοπία MFM, όπως αναφέρθηκε, εμπίπτει στη λειτουργία ταλάντωσης. Ο βραχίονας ταλαντώνεται, έχοντας συχνότητα συντονισμού που δίνεται από τη σχέση:

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (2.1)$$

όπου k η σταθερά ελατηρίου και m η μάζα του βραχίονα. Η ταλάντωση του βραχίονα προκαλείται από το πιεζοηλεκτρικό στοιχείο που είναι συνδεδεμένο πάνω του, ή εναλλακτικά, από το πιεζοηλεκτρικό που κινεί το δείγμα, προκαλώντας έμμεσα και ταλάντωση του βραχίονα που βρίσκεται πάνω από αυτό. Σε μερικές εφαρμογές, η ταλάντωση προκαλείται από το σύστημα ηλεκτρονικών, μέσω εφαρμογής εναλλασσόμενης τάσης· αυτή η λειτουργία είναι η αποκαλούμενη *dynamic* ή *ac mode*. Η άλλη λειτουργία είναι η στατική (*dc*). Η διαφορά τους έγκειται στο ότι η στατική λειτουργία ανιχνεύει τη μαγνητική δύναμη που επιδρά στην ακίδα, ενώ η δυναμική λειτουργία μετράει την παράγωγο της δύναμης. Το μικροσκόπιο της εργασίας χρησιμοποιεί την δυναμική λειτουργία.

Στην στατική λειτουργία, ισχύει ο απλός νόμος του Hooke, δηλαδή η σχέση $F = -k \Delta z$, όπου $\Delta z = z - z_0$, δηλαδή η μετατόπιση στον άξονα z από την αρχική θέση z_0 , δηλαδή από το αρχικό ύψος της ακίδας, πριν την έναρξη της ταλάντωσης. Σε αυτήν τη λειτουργία, ο ανιχνευτής διαβάζει άμεσα την δύναμη F , που προκύπτει εφόσον είναι γνωστό ανά πάσα στιγμή το z . Έτσι, η εικόνα που παράγεται είναι ένα μέτρο των δυνάμεων που ασκούνται στην ακίδα.

Στη δυναμική λειτουργία, δημιουργείται μέσω της *ac* τάσης ένα ημιτονοειδές σήμα, το οποίο ταλαντώνει τον βραχίονα στην συχνότητα συντονισμού του ή κοντά σε αυτήν. Ο αισθητήρας PSPD μετράει την ταλάντωση του βραχίονα, με κυκλική συχνότητα ω και αρχικό πλάτος δ_0 , ενώ το πλάτος της ταλάντωσης ανά πάσα στιγμή είναι δ . Αυτές οι ποσότητες συνδέονται μεταξύ τους από την διαφορική εξίσωση:

$$\frac{\partial^2 z}{\partial t^2} + \frac{\omega_0}{Q} \frac{\partial z}{\partial t} + \omega_0^2 (z - z_0) = \delta_0 \omega_0 \cos(\omega t), \quad (2.2)$$

όπου z_0 η απόσταση ακίδας-δείγματος σε κατάσταση μηδενικής ταλάντωσης και $z(t)$ η απόσταση ανά πάσα χρονική στιγμή. Η ποσότητα Q δίνεται από τη σχέση:

$$Q = \frac{m\omega_0}{2\gamma}, \quad (2.3)$$

όπου γ ο παράγοντας απόσβεσης, ο οποίος εξαρτάται από το περιβάλλον που γίνεται η μέτρηση. Αυτό συνήθως είναι ατμοσφαιρικός αέρας, αλλά μπορεί να είναι και υγρού, ή κατάσταση κενού. Επομένως, το Q ποικίλλει σε τιμές από κάτω του 100 για υγρά, ατμοσφαιρικό αέρα ή άλλα αέρια, έως 100.000 για υπερ-υψηλό κενό (UHV). Λύνοντας την εξ. 2.2, η απόσταση $z(t)$ προκύπτει από την εξίσωση:

$$z(t) = z_0 + \delta \cos(\omega t + \alpha), \quad (2.4)$$

όπου α η αλλαγή φάσης σε σχέση με το σήμα που εφαρμόζεται στον πιεζοηλεκτρικό ενεργοποιητή (actuator) του δείγματος.

Το πλάτος της ταλάντωσης της ακίδας δίνεται από την σχέση:

$$\delta = \frac{\delta_0 \omega_0^2}{\sqrt{(\omega^2 - \omega_0^2)^2 + 4\gamma^2 \omega^2}}. \quad (2.5)$$

Η αλλαγή φάσης α μεταξύ πραγματικής ταλάντωσης και σήματος εισόδου δίνεται από τη σχέση:

$$\alpha = \tan^{-1} \frac{2\gamma\omega}{\omega^2 - \omega_0^2}. \quad (2.6)$$

Η παραπάνω περιγραφή ισχύει στην περίπτωση που το πλάτος ταλάντωσης δ είναι αρκετά μικρό σε σχέση με το μήκος του βραχίονα, και η ταλάντωση είναι ελεύθερη, δηλαδή χωρίς αλληλεπίδραση ακίδας-δείγματος. Με άλλα λόγια, η απόσταση z_0 είναι αρκετά μεγάλη ώστε το δείγμα να μην επιδρά αισθητά στην ταλάντωση του βραχίονα. Αν το z αρχίζει να μειώνεται έτσι ώστε να ισχύει δύναμη F μεταξύ ακίδας-δείγματος η οποία επηρεάζει την κίνηση του

βραχίονα, τότε στο αριστερό μέλος της εξ. 2.2 πρέπει να προστεθεί ένας όρος F/m . Γενικά, θεωρούμε ότι για την συνολική δύναμη ισχύει:

$$F = F\left(z, \frac{\partial z}{\partial t}\right), \quad (2.7)$$

σχέση που περιλαμβάνει τις στατικές και δυναμικές αλληλεπιδράσεις. Ο λόγος είναι ότι η συνολική δύναμη F περιλαμβάνει δυνάμεις διαφόρων ειδών, οι οποίες δεν είναι όλες γραμμικές. Έτσι, η συνολική καμπύλη $z(t)$ περιλαμβάνει και μη αρμονικές ταλαντώσεις, ειδικά στην περίπτωση μεγάλου πλάτους ταλάντωσης.

Η συχνότητα $f \equiv \omega/2\pi$ της ταλάντωσης, στη δυναμική λειτουργία δίνεται από τη σχέση:

$$f = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k_{eff}}{m}}, \quad (2.8)$$

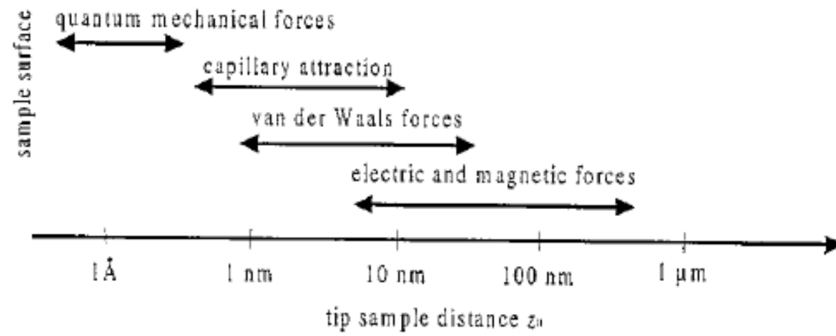
όπου m η ενεργός μάζα του βραχίονα και k_{eff} η ενεργός σταθερά ελατηρίου, που ορίζεται ως:

$$k_{eff} = k - \frac{\partial F}{\partial z}. \quad (2.9)$$

Έτσι, υπάρχει ένας πρόσθετος όρος, η παράγωγος κατά z της δύναμης F , η οποία δρα στην εξίσωση σαν μια επιπρόσθετη σταθερά ελατηρίου. Ενώ για μεγάλα πλάτη ισχύουν μη αρμονικές ταλαντώσεις, για μικρά πλάτη μπορούμε να θεωρήσουμε αρμονική την ταλάντωση, αντικαθιστώντας στην εξ. 2.8 το k_{eff} της εξ. 2.9. Θέτοντας επίσης την αρχική συχνότητα συντονισμού $f_0 = k/m$, προκύπτει από τις εξ. 2.8 και 2.9 η τελική σχέση:

$$f = f_0 \sqrt{1 - \frac{\partial F / \partial z}{k}}. \quad (2.10)$$

2.2.2. Δυνάμεις ακίδας-δείγματος



Σχήμα 2.1: Το φάσμα των διαφορετικών δυνάμεων που ασκούνται μεταξύ ακίδας-δείγματος, με σειρά αυξανόμενης απόστασης: κβαντομηχανικές δυνάμεις, τριχοειδείς δυνάμεις, δυνάμεις Van der Waals, ηλεκτροστατικές και μαγνητικές δυνάμεις.

Ανάμεσα στο δείγμα και την ακίδα εμφανίζεται ένα ευρύ φάσμα δυνάμεων, εκτός από τις μαγνητικές. Στο **Σχήμα 2.1** φαίνονται οι δυνάμεις αυτές, συναρτήσει της απόστασης ακίδας-δείγματος. Παρακάτω γίνεται μια σύντομη μαθηματική περιγραφή τους, ξεκινώντας με τις πιο μακρινές δυνάμεις, τις μαγνητικές, και συνεχίζοντας με σειρά μειούμενης απόστασης.

Μαγνητικές δυνάμεις: Οι κυριότερες δυνάμεις που ενδιαφέρουν στις μετρήσεις MFM είναι προφανώς οι μαγνητικές δυνάμεις. Ένα μαγνητισμένο σώμα όπως η ακίδα MFM, καθώς έρχεται σε επαφή με το συνεκτικό πεδίο του δείγματος, θα έχει δυναμική ενέργεια E που, για όγκο ακίδας V , δίνεται από την σχέση:

$$E = -\mu_0 \int_V \mathbf{M}_{tip} \cdot \mathbf{H}_{sample} dV_{tip}, \quad (2.11)$$

όπου M_{tip} η μαγνήτιση της ακίδας, H_{sample} το μαγνητικό (συνεκτικό) πεδίο του δείγματος και μ_0 η μαγνητική διαπερατότητα του κενού, $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \text{N/A}^2$.

Η δύναμη που ασκείται μεταξύ ακίδας-επιφάνειας προκύπτει επομένως από την σχέση:

$$F = -\nabla E = \mu_0 \int_V \nabla (\mathbf{M}_{tip} \cdot \mathbf{H}_{sample}) dV_{tip}. \quad (2.12)$$

Η ολοκλήρωση γίνεται σε όλο τον όγκο V της ακίδας. Για λόγους απλοποίησης των υπολογισμών, χρησιμοποιούνται μοντέλα όγκου επιμήκους διπόλου ή μονοπόλου.

Ηλεκτροστατικές δυνάμεις: Εκτός από τις μαγνητικές δυνάμεις, ανάμεσα στο δείγμα και την ακίδα εμφανίζονται και άλλα είδη δυνάμεων. Η συνεισφορά των ηλεκτροστατικών δυνάμεων είναι από τις σημαντικότερες. Ισχύουν σε αποστάσεις παρεμφερείς με τις μαγνητικές δυνάμεις, και είναι βέβαια ελκτικές. Η ηλεκτροστατική δύναμη F_{el} δίνεται από τη σχέση:

$$F_{el} = \frac{\partial C}{\partial z} V_{ts}^2, \quad (2.13)$$

όπου C η χωρητικότητα φορτίου μεταξύ ακίδας και δείγματος και V_{ts} η διαφορά δυναμικού μεταξύ τους. Για ένα αγωγίμο δείγμα όπως είναι τα μαγνητικά δείγματα, οι δυνάμεις αυτές είναι πάντα ελκτικές, ανεξαρτήτως των τάσεων μεταξύ ακίδας-δείγματος.

Δυνάμεις Van der Waals: Καθώς η απόσταση μειώνεται κάτω από 10 nm, οι δυνάμεις Van der Waals αυξάνονται. Αυτό το είδος δυνάμεων προέρχεται από τις αλληλεπιδράσεις διπόλου-διπόλου μεταξύ ατόμων. Η δύναμη Van der Waals εξαρτάται έντονα από τη γεωμετρία των σωμάτων που την ασκούν. Για ένα σφαιρικό σώμα ακτίνας R , που θεωρούμε την ακίδα, και απόσταση z_0 από μία λεία επίπεδη επιφάνεια, προκύπτει για την F Van der Waals:

$$F_{vdw} = -\frac{AR}{6z_0^2}. \quad (2.14)$$

Ο παράγοντας A είναι μια σταθερά που εξαρτάται από τη δομή του υλικού και είναι γενικά της τάξης των 10^{-19} Joule. Επομένως, για ακίδα σφαιρικής γεωμετρίας η δύναμη μειώνεται αντιστρόφως ανάλογα του τετραγώνου της απόστασης. Αν όμως θεωρηθεί ακίδα παραλληλεπίπεδου σχήματος με άπειρο μήκος, πλάτος b και πάχος s , τότε η σχέση για τη δύναμη F_{vdw} γίνεται:

$$F_{vdw} = -\frac{Abs}{6\pi z_0^3}. \quad (2.15)$$

Η σχέση αυτή δείχνει μια εξάρτηση αντιστρόφως ανάλογη του κύβου της απόστασης.

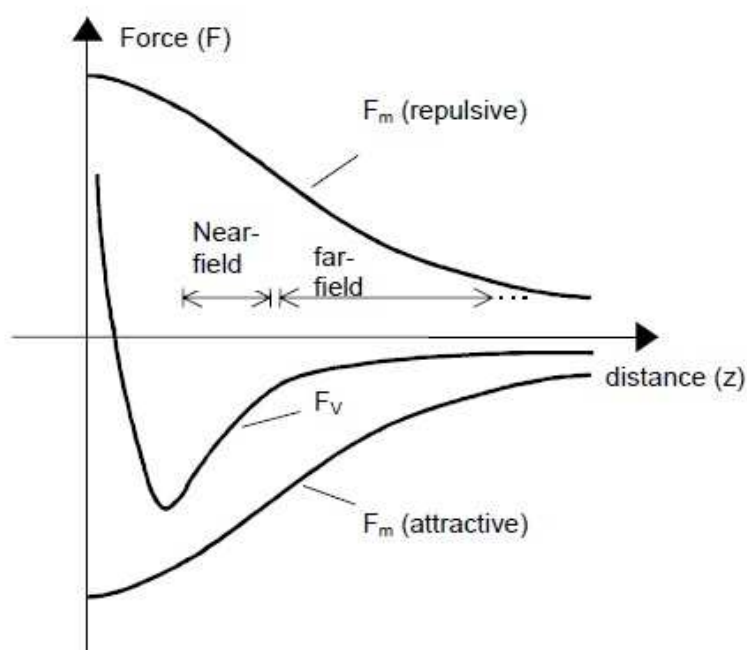
Εφόσον το πραγματικό σχήμα της ακίδας και της άκρης της ακίδας είναι δύσκολο να καθοριστεί επακριβώς, είναι αντίστοιχα δύσκολη και μια μοντελοποίησή του που να περιγράφει με ακρίβεια την δύναμη Van der Waals που προκύπτει.

Τριχοειδείς δυνάμεις: Υπό κανονικές ατμοσφαιρικές συνθήκες, όλες οι επιφάνειες καλύπτονται πάντα από ένα λεπτό στρώμα πάχους αρκετών nm, το οποίο αποτελείται από νερό και άλλα στοιχεία και ενώσεις του περιβάλλοντος. Μεταξύ αυτού του στρώματος και της ακίδας, όταν πλησιάζει αρκετά, θα ασκούνται δυνάμεις Van der Waals. Αν αυτό το στρώμα νερού είναι αρκετά παχύ, μερικά μόριά του θα προσκολληθούν επάνω στην επιφάνεια της ακίδας, αποδυναμώνοντας την αλληλεπίδραση μεταξύ ακίδας-δείγματος. Όταν η ακίδα διατρυπά το στρώμα του νερού, οι τριχοειδείς δυνάμεις σχηματίζουν γεωμετρία μηνίσκου από τα μόρια του νερού, η οποία τραβά την ακίδα προς την επιφάνεια του δείγματος. Αυτές οι δυνάμεις μπορεί να προξενήσουν ζημιά ή καταστροφή στην ακίδα ή ακόμη και στην επιφάνεια του δείγματος. Ένας τρόπος να εξαλειφθεί αυτό το πρόβλημα είναι η λειτουργία του μικροσκοπίου σε συνθήκες κενού ή ξηρού αέρα. Ωστόσο, στις περισσότερες περιπτώσεις η μικροσκοπία MFM λαβαίνει χώρα, όπως και η AFM, σε συνθήκες περιβάλλοντος.

Κβαντομηχανικές δυνάμεις: Όταν η απόσταση ακίδας-δείγματος πέφτει κάτω από το 1 nm, αρχίζουν να υπερισχύουν οι κβαντομηχανικές δυνάμεις. Όπως φαίνεται και από την γνωστή καμπύλη δύναμης-απόστασης, οι δυνάμεις αυτές, όταν το z τείνει στο μηδέν, είναι απωστικές και έχουν εξαιρετικά μεγάλη παράγωγο, της τάξης των 100 N/m. Παρομοίως απότομα μειώνονται όταν αυξηθεί η απόσταση. Λόγω της φύσης τους, μόνο μερικά άτομα πάνω στην επιφάνεια της ακίδας συνεισφέρουν σε αυτή την αλληλεπίδραση. Αξιοποιώντας αυτές τις δυνάμεις, η μικροσκοπία επαφής AFM που αναφέρθηκε στο προηγούμενο κεφάλαιο, μπορεί να φτάσει σε ατομική ανάλυση. Η MFM λειτουργεί σε αποστάσεις όπου αυτές οι απωστικές δυνάμεις είναι αμελητέες. Ωστόσο, υπάρχει ένα είδος κβαντομηχανικών δυνάμεων που έχει ενδιαφέρον για μαγνητικές μετρήσεις: αυτές είναι οι δυνάμεις ανταλλαγής. Το να μετρηθούν αυτές οι δυνάμεις, θα έδινε στην μέθοδο MFM τη δυνατότητα να φτάσει και αυτή σε ατομική κλίμακα ανάλυσης. Κάτι τέτοιο θα απαιτούσε όμως συνθήκες υπερ-υψηλού κενού, αλλά και εξαιρετικά καθαρές και λείες επιφάνειες δειγμάτων.

2.2.3. Καμπύλη δυνάμεων-απόστασης

Η καμπύλη δύναμης-απόστασης που αναφέρθηκε στο προηγούμενο κεφάλαιο, έχει ιδιαίτερη βαρύτητα στη μικροσκοπία MFM. Επειδή στην περίπτωση της MFM περιλαμβάνεται ένα επιπρόσθετο είδος δυνάμεων από ό,τι αναφέρθηκε στο κεφάλαιο 1, οι μαγνητικές δυνάμεις, είναι χρήσιμο να επανεξεταστεί η καμπύλη δύναμης-απόστασης, αυτή τη φορά προσθέτοντας τις μαγνητικές δυνάμεις, καθώς η μελέτη αυτής της καμπύλης δίνει μια εικόνα του πώς λειτουργεί η μικροσκοπία μαγνητικής δύναμης. Στο **Σχήμα 2.1** φαίνεται η καμπύλη δυνάμεων-απόστασης. Στη μικροσκοπία MFM, η απόσταση z κυμαίνεται από μερικές δεκάδες έως εκατοντάδες Ångstrom. Όπως φαίνεται στο σχήμα, εκτός από τη γνωστή καμπύλη των δυνάμεων Van der Waals μεταξύ ακίδας-δείγματος (F_V), υπάρχει και οι καμπύλες μαγνητικής δύναμης (F_m), οι οποίες σε κάθε σημείο είναι μεγαλύτερες κατά μέτρο από τις δυνάμεις Van der Waals. Λόγω του ότι οι μαγνητικές δυνάμεις δύνανται να είναι είτε ελκτικές είτε απωστικές, στην καμπύλη περιλαμβάνονται και οι δύο περιπτώσεις.



Σχήμα 2.1: Η καμπύλη δυνάμεων F -απόστασης z , που περιλαμβάνει τις δυνάμεις Van der Waals (F_V) και τις μαγνητικές δυνάμεις (F_m).

Σε μία μέτρηση MFM, μπορεί να θεωρηθεί ότι συνυπάρχουν όλες οι δυνάμεις που φαίνονται στην καμπύλη του Σχήματος 2.1: οι Van der Waals, οι απωστικές μαγνητικές και οι ελκτικές μαγνητικές. Έτσι, η συνολική δύναμη που ασκείται μεταξύ ακίδας-δείγματος είναι:

$$F = F_m + F_v, \quad (2.16)$$

όπου F_m το άθροισμα των 2 μαγνητικών δυνάμεων. Όπως λέχθηκε προηγουμένως, οι μαγνητικές δυνάμεις είναι σε κάθε σημείο μεγαλύτερες από τις Van der Waals. Ωστόσο, στη δυναμική μικροσκοπία MFM δεν έχουν σημασία τόσο οι δυνάμεις όσο οι παράγωγοι των δυνάμεων, καθώς αυτή είναι η ποσότητα που υπολογίζεται από τα ηλεκτρονικά στοιχεία του μικροσκοπίου. Παραγωγίζοντας την εξ. 2.16 ως προς την απόσταση, έχουμε:

$$\frac{\partial F}{\partial z} = \frac{\partial F_m}{\partial z} + \frac{\partial F_v}{\partial z}. \quad (2.17)$$

Αυτή η απλή εξίσωση, σε συνδυασμό με την καμπύλη δύναμης-απόστασης, αποτελεί την κεντρική ιδέα του μικροσκοπίου MFM. Η παράγωγος της δύναμης είναι αυτό που ενδιαφέρει κυρίως. Έτσι, ενώ στην καμπύλη δύναμης-απόστασης οι μαγνητικές δυνάμεις είναι πάντα μεγαλύτερες, δεν ισχύει το ίδιο για την παράγωγο των δυνάμεων. Κοιτάζοντας το σχήμα, γίνεται φανερό ότι η παράγωγος της μαγνητικής δύναμης είναι μεγαλύτερη σε ένα κομμάτι μόνο της καμπύλης, στο κομμάτι που ονομάζεται “far-field”. Επομένως, σε αυτό το κομμάτι αποστάσεων z θα κυριαρχεί το σήμα των μαγνητικών δυνάμεων στο μικροσκόπιο MFM, οπότε σε αυτό το εύρος αποστάσεων πρέπει να εκτελούνται οι μετρήσεις MFM. Άρα, ένας γενικός κανόνας είναι ότι το z για MFM τίθεται λίγο ψηλότερα από ότι για μη μαγνητική NC-AFM.

2.3. Ακίδες MFM

2.3.1. Γενικά χαρακτηριστικά

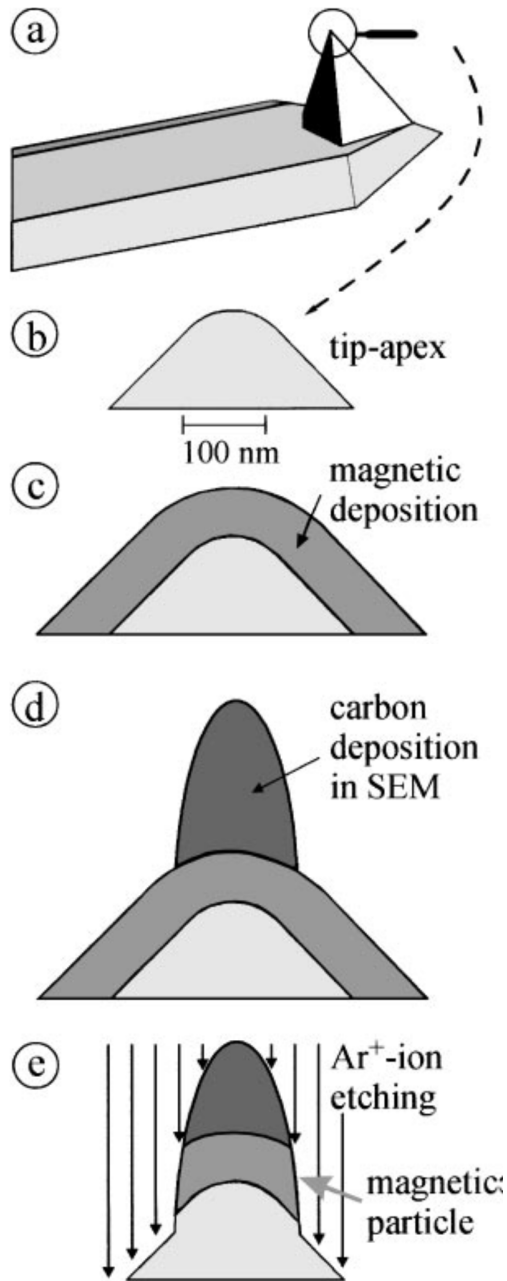
Μία βασική απαίτηση για τις ακίδες MFM, όπως και για τις ακίδες μικροσκοπίας σάρωσης γενικά, είναι να έχουν μικρή σταθερά ελατηρίου. Ωστόσο, αυτό έρχεται σε σύγκρουση με μερικές άλλες απαιτήσεις: πρώτον, για να επιτυγχάνεται υψηλή συχνότητα συντονισμού, και κατ' επέκταση μεγάλη ευαισθησία και υψηλός ρυθμός σάρωσης, το k θα πρέπει να είναι αντίστοιχα μεγάλο, σύμφωνα με την εξ. 2.1. Δεύτερον, η ευαισθησία στη μέτρηση της δύναμης αντισταθμίζεται από τη θερμική διέγερση του βραχίονα. Τρίτον, όταν η απόσταση ακίδας-δείγματος είναι τέτοια που να ισχύουν οι ελκτικές δυνάμεις μεγάλης απόστασης, η οποία συνήθως είναι η συνθήκη για μικροσκοπία MFM, η θέση του βραχίονα γίνεται ασταθής αν το μέγεθος της δύναμης φτάνει την σταθερά του ελατηρίου. Επομένως, το k δεν μπορεί να είναι υπερβολικά μικρό· θα πρέπει να είναι αρκετά μεγάλο ώστε όταν η ακίδα πλησιάζει την επιφάνεια, ο βραχίονας να μην ταλαντώνεται τόσο που να ακουμπάει το δείγμα.

Οι βραχίονες που διατίθενται στο εμπόριο συνήθως έχουν τιμές σταθεράς ελατηρίου που κυμαίνονται από 10^{-2} N/m έως 10^2 N/m, ενώ η συχνότητα συντονισμού τους κυμαίνεται τυπικά από 10 kHz έως 500 kHz. Η ακίδα έχει τυπική ακτίνα καμπυλότητας που φτάνει τα 10 nm, και συνήθως παρασκευάζεται από Si, SiO₂ ή Si₃N₄.

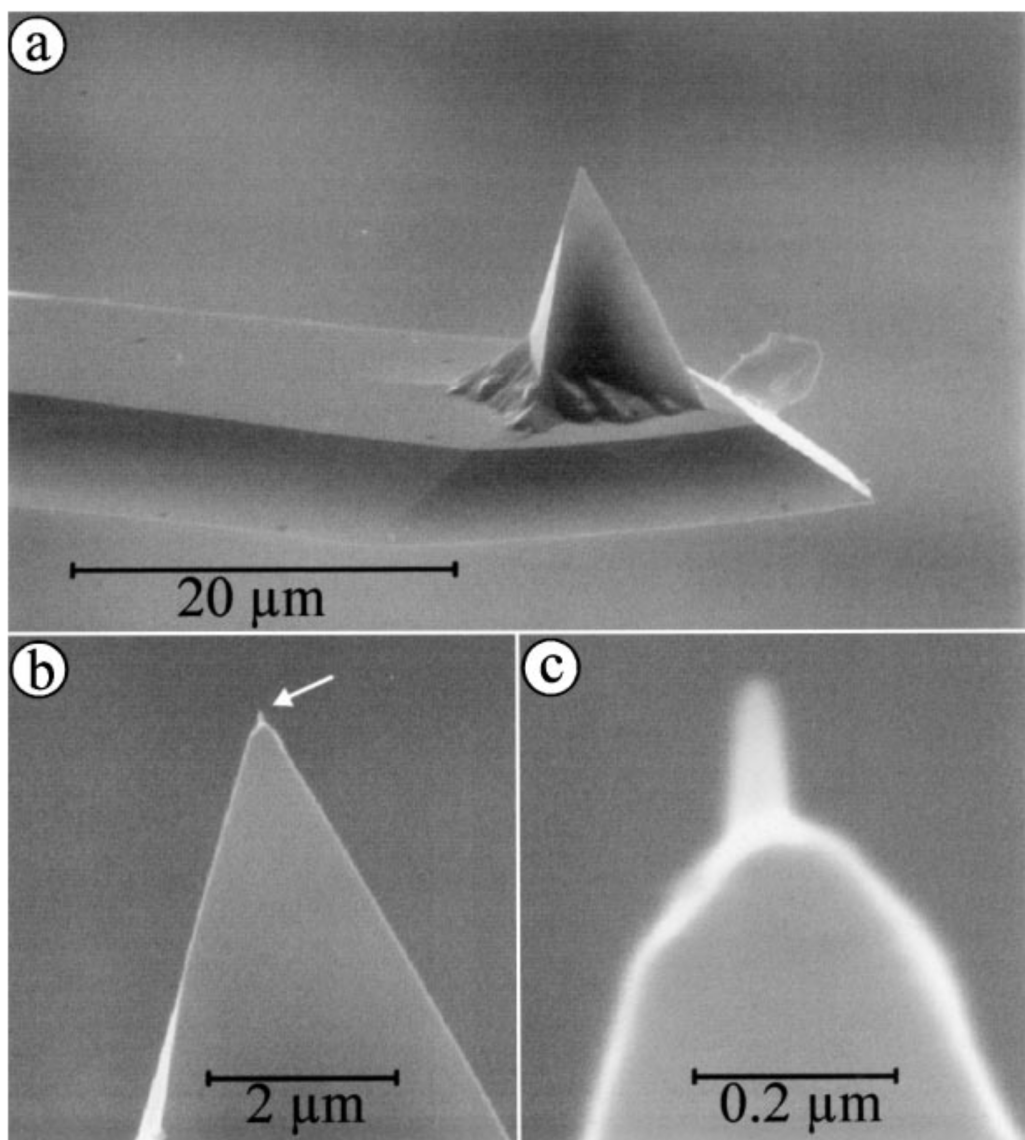
Στη μικροσκοπία MFM απαιτούνται σιδηρομαγνητικές ακίδες, οι οποίες αλληλεπιδρούν με το συνεκτικό πεδίο του δείγματος. Η επικάλυψη των ακίδων με το σιδηρομαγνητικό υμένιο γίνεται με μεθόδους sputtering (βλ. Κεφάλαιο 5), ή θερμική εξάχνωση. Η βασική σύνθεση της ακίδας μπορεί να είναι γενικά δεδομένη (π.χ. κοβάλτιο), αλλά το να γίνει πλήρης χαρτογράφηση όλων των μαγνητικών διπόλων της ακίδας, από πρώτες αρχές, είναι πρακτικά αδύνατο, κυρίως λόγω της πολύπλοκης κατανομής των εσωτερικών και εξωτερικών μαγνητικών φορτίων. Ως αποτέλεσμα, γενικά είναι αδύνατο οι μετρήσεις MFM να έχουν ποσοτικό χαρακτήρα, να μετράν δηλαδή ποσοτικώς μαγνητικά πεδία όπως κάνει π.χ. ένα μαγνητόμετρο. Περιορίζονται, επομένως, στην ποιοτική παρατήρηση μαγνητικών δομών.

2.3.2. Δομή ακίδας MFM

Η ανάλυση που μπορεί να επιτευχθεί με την μικροσκοπία MFM εξαρτάται έντονα τόσο από το μαγνητισμένο μέρος της ακίδας, το οποίο έρχεται ουσιαστικά σε επαφή με το μαγνητικό πεδίο του δείγματος, όσο και από την απόσταση ακίδας-δείγματος. Επομένως, ένας τρόπος να βελτιωθεί η ανάλυση, είναι το μαγνητικά ενεργό μέρος της ακίδας να είναι το μικρότερο δυνατό, και η ακίδα να λειτουργεί σε απόσταση κοντινή στην επιφάνεια του δείγματος. Αυτό μπορεί να επιτευχθεί περιορίζοντας το μαγνητικό μέρος σε μια μικρή περιοχή στη μύτη της ακίδας, όπως περιγράφεται στο **Σχήμα 2.2**. Στην αρχή, εναποτίθεται ένα στρώμα μαγνητικού υλικού πάνω στην επιφάνεια της ακίδας ομοιόμορφα, πάχους 50-100 nm. Με αυτόν τον τρόπο, έχει δημιουργηθεί ήδη μια μαγνητική ακίδα. Όμως, για να γίνει αυτό που αναφέρθηκε προηγουμένως, να περιοριστεί δηλαδή το μαγνητικό μέρος στη μύτη της άκρης της ακίδας, πρέπει να χρησιμοποιηθούν λιθογραφικές μέθοδοι, ώστε να αφαιρεθεί η ανεπιθύμητη ποσότητα μαγνητικού υλικού και να μείνει μόνο η επιθυμητή περιοχή στη μύτη της ακίδας. Η λιθογραφική μέθοδος που χρησιμοποιείται εδώ είναι η λιθογραφία δέσμης ηλεκτρονίων (e-beam): η διάταξη μεταφέρεται κάτω από ένα μικροσκόπιο SEM, το οποίο εστιάζει πάνω στην άκρη της ακίδας μία δέσμη ηλεκτρονίων, για 10-15 λεπτά. Η δέσμη ηλεκτρονίων διασπά τους εναπομείναντες υδρογονάνθρακες που βρίσκονται πάνω στην επιφάνεια, σχηματίζοντας στο σημείο που χτυπάει ένα μικροσκοπικό στρώμα άνθρακα, το οποίο θα λειτουργήσει μετέπειτα ως μάσκα. Ακολουθεί η εγχάραξη πλάσματος (plasma etching) της ακίδας μέσω ιονισμένου αερίου αργού. Το πλάσμα αργού διαλύει όλο το μαγνητικό στρώμα που καλύπτει την ακίδα, εκτός από αυτό που βρίσκεται κάτω από την μάσκα άνθρακα. Στο τελικό βήμα της διαδικασίας, αφαιρείται η μάσκα και μένει πάνω στην ακίδα μόνο το μικρό κομμάτι μαγνητικού υλικού στην άκρη της.



Σχήμα 2.2: Σχηματική αναπαράσταση μιας ακίδας MFM και της σύνθεσής της μέσω λιθογραφίας e-beam. (a) η ακίδα και (b) η άκρη της. (c): ολόκληρη η άκρη καλύπτεται με μαγνητικό υλικό. (d): μια μικρή ποσότητα άνθρακα εναποτίθεται πάνω στην προηγούμενη διάταξη μέσω δέσμης ηλεκτρονίων (e-beam). (e): ένα πλάσμα αργού κάνει εγχάραξη (etching) στη διάταξη, αφαιρώντας το μαγνητικό υλικό που δεν καλύπτεται από το στρώμα του άνθρακα. Μετά την αφαίρεση της ‘μάσκας’ άνθρακα, μένει το επιθυμητό μικρό κομμάτι μαγνητικό υλικού πάνω στην ακίδα.



Σχήμα 2.3: Εικόνα SEM μιας άκρης ακίδας που έχει συντεθεί με την μέθοδο e-beam. (a): ο βραχίονας με μια τριγωνική ακίδα. (b): η άκρη αυτής της ακίδας, όπου διαφαίνεται η λιθογραφημένη μύτη της. (c): μεγέθυνση της άκρης της ακίδας, ενόσω βρίσκεται στο λιθογραφικό στάδιο προτού την αφαίρεση της μάσκας. Το ανοιχτό περίγραμμα είναι το μαγνητικό υλικό που έχει απομείνει στη μύτη της ακίδας (Hartmann 1999).

Το **Σχήμα 2.3** δείχνει μία τέτοια ακίδα που έχει παρασκευαστεί με e-beam λιθογραφία. Η διάμετρος του ρινίσματος άνθρακα είναι περίπου 50 nm, το ύψος του 100 nm.

2.4. Εφαρμογές MFM

Μαγνητική εγγραφή: Η έρευνα στα υλικά για μαγνητική εγγραφή είναι ο πλέον διαδεδομένος τομέας όπου βρίσκει χρήση η μικροσκοπία MFM. Η ποιότητα των υλικών μαγνητικής εγγραφής μετριέται από τον λόγο σήματος/θορύβου (signal to noise ratio, SNR). Παρατηρώντας τους μαγνητικούς κόκκους που εμφανίζονται ανά μονάδα όγκου, μπορεί να εξαχθεί συμπέρασμα για την ποσότητα του θορύβου. Συγκεκριμένα, όσο περισσότεροι μαγνητικοί κόκκοι βρίσκονται σε ένα κομμάτι όγκου, τόσο μικρότερος θεωρείται ο θόρυβος κόκκων. Η μικροσκοπία MFM, καθώς μπορεί να μελετάει τόσο τοπογραφία όσο και μαγνητικές δομές, είναι ικανή να εντοπίζει τους μαγνητικούς κόκκους. Μία σύγχρονη μέθοδος αποθήκευσης πληροφορίας στην μαγνητική εγγραφή είναι η χρήση των μαγνητικών κόκκων ως μονάδες αποθήκευσης ενός bit. Σε αυτές τις διατάξεις, η μικροσκοπία MFM χρησιμοποιείται για να μελετηθούν οι κεφαλές ανάγνωσης και εγγραφής, και τα διαμήκη και κάθετα μέσα αποθήκευσης.

Μαγνητο-οπτικά μέσα: Στην μαγνητο-οπτική εγγραφή, το μέσο εγγραφής θερμαίνεται τοπικά από μία ακτίνα laser κοντά στην θερμοκρασία Curie. Η μαγνήτιση της περιοχής που έχει θερμανθεί μπορεί να αντιστραφεί από ένα μαγνήτη. Το σήμα αυτής της εναλλαγής ύστερα διαβάζεται μέσω του φαινομένου Kerr ή Faraday. Για να αυξηθεί η πυκνότητα εγγραφής σε αυτά τα μέσα, ένας τρόπος είναι να μειωθεί το μήκος κύματος της ακτίνας laser. Σε συνδυασμό με αυτό, χρησιμοποιούνται πολυστρωματικά μαγνητο-οπτικά υλικά.

Ένα παράδειγμα τέτοιων πολυστρωματικών υλικών είναι τα κράματα μεταβατικών στοιχείων και σπάνιων γαιών. Τέτοια υλικά είναι τα TbFeCo και GbTbFe. Ένα στρώμα πάχους 5-20 nm πάνω από τα κράματα προστίθεται για να προστατεύονται από την οξείδωση. Αυτό το στρώμα αυξάνει την απόσταση μεταξύ ακίδας MFM και μαγνητικού υλικού, και άρα μειώνει την ανάλυση της εικόνας. Παρόλα αυτά, η μικροσκοπία MFM χρησιμοποιείται για την μελέτη αυτών των υλικών.

Ένα άλλο παράδειγμα μαγνητο-οπτικών πολυστρωματικών είναι τα αυτά που αποτελούνται από εναλλάξ στρώσεις κοβαλτίου ή Co-Ni και Pt ή Pd. Η εναλλάξ εναπόθεση

αυτών των στρώσεων οδηγεί σε μεγαλύτερη κάθετη ανισοτροπία. Τα υλικά αυτά παρασκευάζονται με τη μέθοδο sputtering. Καθώς πρόκειται για υλικά με πολύ λείους κυματισμούς στην επιφάνειά τους, διαστάσεων κάτω των 10 nm, είναι κατάλληλα για μελέτη με μικροσκοπία MFM. Χρησιμοποιούνται επίσης ως υλικά δοκιμής της ακίδας. Άλλα παραδείγματα πολυστρωματικών μαγνητο-οπτικών υλικών που έχουν μελετηθεί με μικροσκοπία MFM είναι τα Co/Pd και Co/Pt.

Μαλακά μαγνητικά υλικά: Οι μαγνητικές περιοχές στα μαλακά μαγνητικά υλικά είναι ένα σημαντικό πεδίο έρευνας στην επιστήμη και τεχνολογία των μαγνητικών υλικών. Μερικές εφαρμογές των μαλακών μαγνητικών υλικών είναι σε πυρήνες για πηνία και μετασχηματιστές, καθώς και σε μαγνητικές κεφαλές. Η μικροσκοπία MFM, καθώς απαιτεί μικρή προετοιμασία δοκιμίου και επιτυγχάνει υψηλή ανάλυση, συμβάλλει σε μεγάλο βαθμό στη μελέτη αυτών των υλικών. Μερικές κατηγορίες μαλακών μαγνητικών υλικών είναι τα κράματα NiFe τύπου permalloy σε πολυστρωματική διάταξη, γρανάτες και μαγνητίτες. Η MFM μπορεί να παρατηρεί τις μαγνητικές περιοχές τους, ακόμη και τις δομές των τοιχωμάτων Bloch, δηλαδή των τοιχωμάτων που παρεμβάλλονται ανάμεσα στις μαγνητικές περιοχές, μέσα στα οποία συμβαίνει αντιστροφή της μαγνήτισης.

Νανοσωματίδια στη βιολογία: Οι μαγνητικές δομές σε νανοκλίμακα παίζουν σημαντικό ρόλο στη βιολογία. Παραμαγνητικά και υπερπαραμαγνητικά νανοσωματίδια συνδυάζονται in vitro με αντισώματα για χρήση στον χαρακτηρισμό και ξεχώρισμα κυττάρων. Σε συνθήκες in vivo, τα νανοσωματίδια μαγνητίτη που υπάρχουν στο σώμα παρατηρούνται για διάγνωση ασθενειών. Σε όλες αυτές τις περιπτώσεις, τα μαγνητικά σωματίδια έχουν μέγεθος μικρότερο από 100 nm, και βρίσκονται σε παραμαγνητική ή υπερπαραμαγνητική κατάσταση.

Το μαγνητικό υλικό που συναντάται συχνότερα στη φύση είναι ο μαγνητίτης ($\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$), ο οποίος περιέχει σίδηρο σε δύο καταστάσεις οξείδωσης, Fe(II) και Fe(III). Η δομή των σωματιδίων αυτού του υλικού καθορίζει τις μαγνητικές του ιδιότητες. Τα σωματίδια μαγνητίτη ποικίλλουν σε μέγεθος· όταν το μέγεθος τους είναι από 35 έως 80 nm, πρόκειται για σωματίδια που αποτελούν ταυτόχρονα μία μαγνητική περιοχή το καθένα (single-domain).

Τα σωματίδια αυτά βρίσκονται σε ποικιλία μεγεθών και συγκέντρωσης σε όλους τους ζωντανούς ιστούς. Για παράδειγμα, στον ανθρώπινο εγκέφαλο υπολογίζεται ότι υπάρχουν τουλάχιστον 5×10^6 σωματίδια Fe μονής μαγνητικής περιοχής ανά γραμμάριο, σε συσσωματώσεις των 50-100 σωματιδίων. Η παρατήρηση αυτών των νανοδομών, μέχρι και σε μεγέθη 20 nm, γίνεται, εκτός των άλλων, με μικροσκοπία MFM.

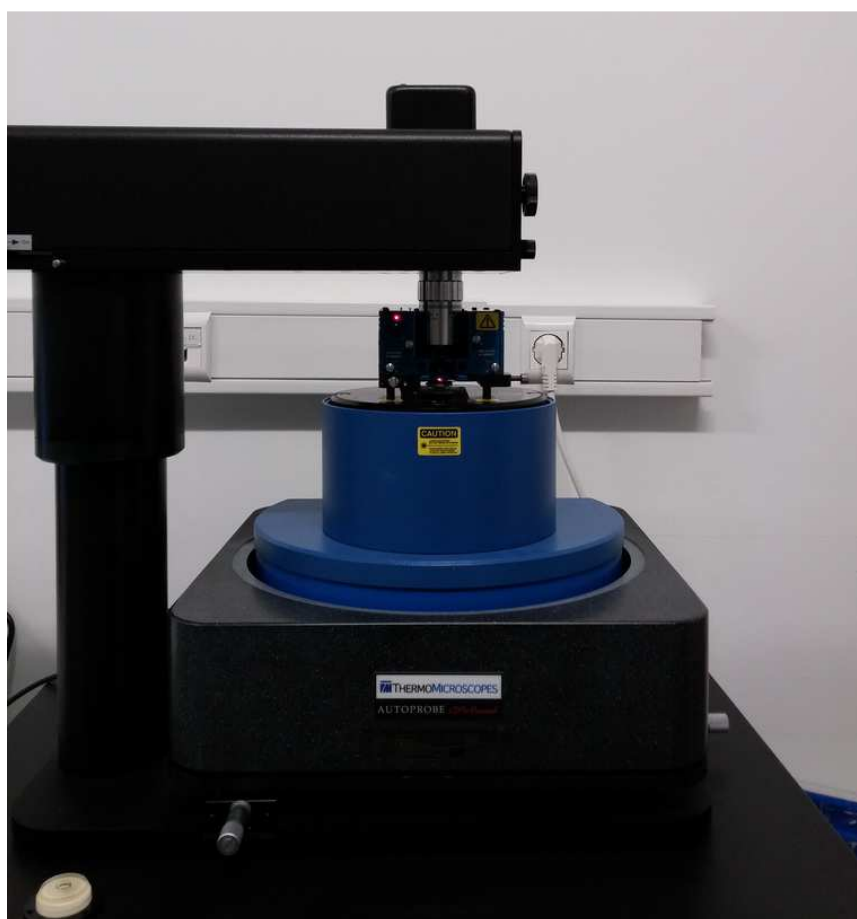
Εκτός από τη διάγνωση σωματιδίων που βρίσκονται στον οργανισμό, τα νανοσωματίδια χρησιμεύουν και στη θεραπεία: για παράδειγμα, νανοσωματίδια $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ τα οποία λειτουργούν ως φορείς αντικαρκινικών φαρμάκων, και τα οποία οδηγούνται στα καρκινικά κύτταρα μέσω εξωτερικών μαγνητικών πεδίων. Η μικροσκοπία MFM μελετάει αυτά τα σωματίδια και την αλληλεπίδρασή τους με τα κύτταρα του οργανισμού.

Άλλες νανοδομές: Η μικροσκοπία MFM μπορεί να επιτύχει παρατήρηση δομών σε τάξη μεγέθους μέχρι και 10 nm. Σε αυτήν την ανάλυση, φαίνονται μικρότερες μαγνητικές δομές, όπως μαγνητικές νανο-τελείες (nanosize dots). Ένα άλλο παράδειγμα νανοδομών είναι τα λεπτά υμένια (πολυστρωματικά συνήθως) που είναι παρασκευασμένα σε νανοκλίμακα. Τα πειραματικά δεδομένα της εργασίας, στο Κεφάλαιο 5, παρουσιάζουν εικόνες από τέτοιες νανοδομές.

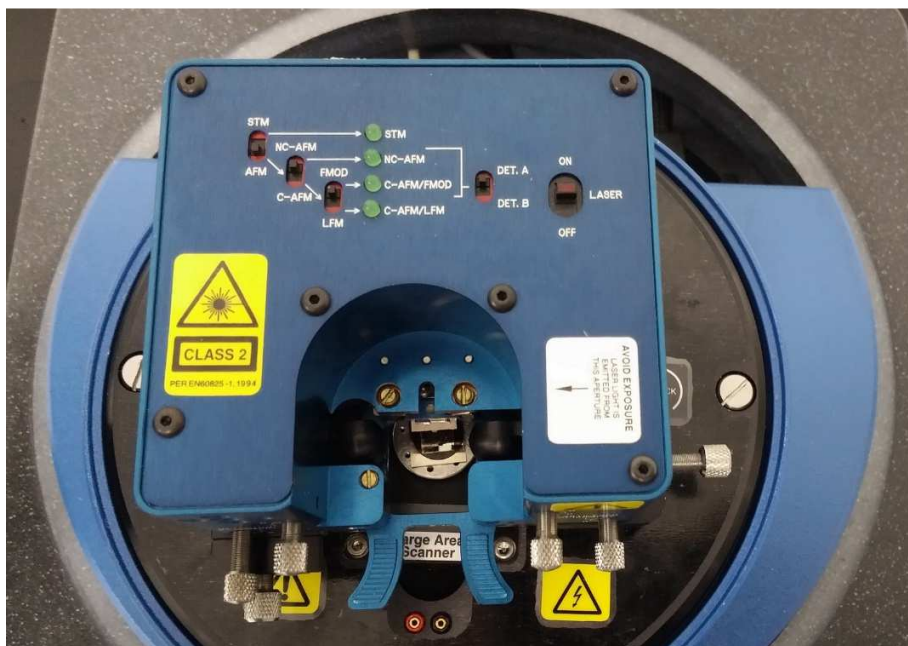
3. ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΟ AUTOPROBE CP-R

3.1. Περιγραφή του μικροσκοπίου

Οι μετρήσεις έγιναν με το μικροσκόπιο AutoProbe CP-R της Veeco Metrology Group, ένα ισχυρό μικροσκόπιο σάρωσης ακίδας (Scanning Probe Microscope). Φωτογραφία του εν λόγω μικροσκοπίου δίνεται στο **Σχήμα 3.1**. Το μικροσκόπιο AutoProbe περιλαμβάνει λειτουργίες AFM επαφής (contact mode), AFM μη επαφής (non-contact mode) καθώς και λειτουργία σάρωσης-διέλευσης (STM). Για τη μικροσκοπία μαγνητικής δύναμης, η λειτουργία που χρησιμοποιείται είναι η non-contact. Στο **Σχήμα 3.2** φαίνεται η κάτοψη του μικροσκοπίου (όπου φαίνονται και οι βασικές επιλογές λειτουργίας).



Σχήμα 3.1: Το μικροσκόπιο σάρωσης ακίδας AutoProbe CP-R σε λειτουργία, μαζί με το βοηθητικό οπτικό μικροσκόπιο.

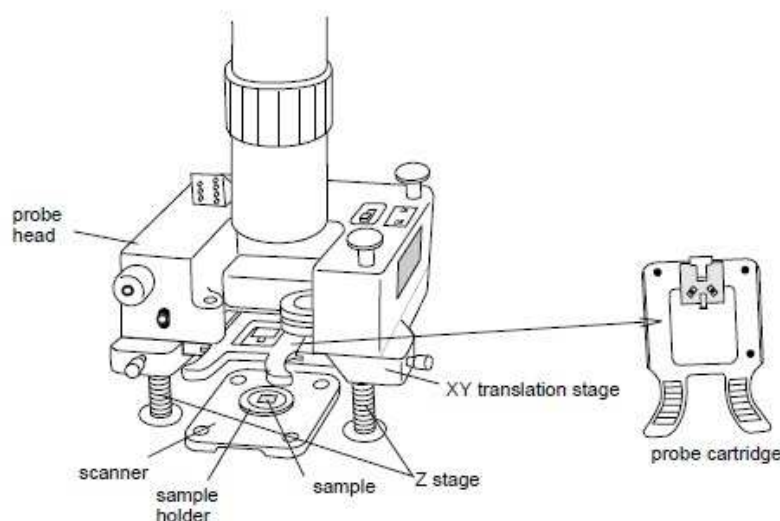


Σχήμα 3.2: Κάτοψη του μικροσκοπίου AutoProbe CP. Στην κορυφή φαίνονται οι βασικές λειτουργίες του μικροσκοπίου. Για τη μικροσκοπία MFM, επιλέγεται η λειτουργία NC-AFM.

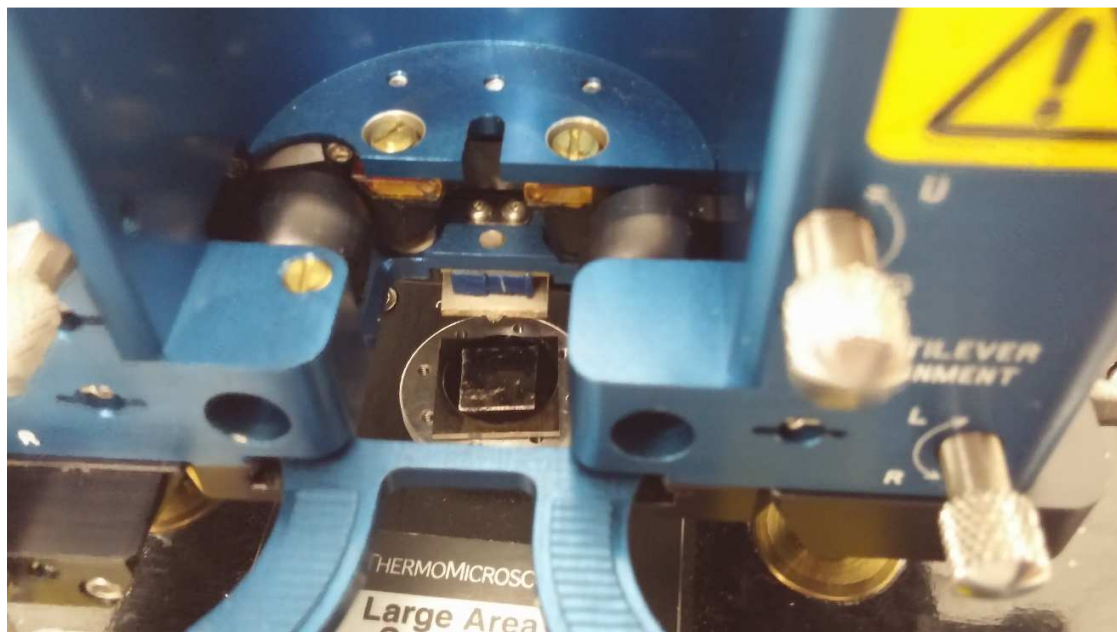
Τα βασικά μέρη του μικροσκοπίου, όπως φαίνονται στο **Σχήμα 3.3**, αποτελούνται από την κεφαλή του οργάνου (probe head), την πλατφόρμα της ακίδας (probe cartridge), μία χειροκίνητη βάση κίνησης στο επίπεδο XY (XY translation stage), μία μηχανική βάση κίνησης στον άξονα z και έναν σαρωτή (scanner). Αναλυτικά:

- Η κεφαλή (probe head) περιέχει έναν αισθητήρα εκτροπής (deflection sensor), ο οποίος αποτελείται από μία δίοδο laser, έναν καθρέφτη και έναν φωτοανιχνευτή θέσης (position-sensitive photodetector, PSPD). Στην κορυφή της κεφαλής βρίσκονται οι επιλογές βασικής λειτουργίας του οργάνου. Για τις μετρήσεις μαγνητικής δύναμης, επιλέγεται η λειτουργία NC-AFM.
- Η πλατφόρμα της ακίδας συγκρατεί έναν αφαιρούμενο φορέα που συγκρατεί τον βραχίονα (cantilever), πάνω στον οποίο βρίσκεται στερεωμένη η ακίδα (tip) του μικροσκοπίου. Η πλατφόρμα στερεώνεται στο κυρίως σώμα του οργάνου, όπως φαίνεται στο **Σχήμα 3.3**.

- Η βάση κίνησης στο επίπεδο XY είναι χειροκίνητη. Μέσω των αντίστοιχων περιστρεφόμενων κουμπιών-βιδών, ο χειριστής του οργάνου μετακινεί τη βάση στο επίπεδο έτσι ώστε να τοποθετηθεί κατάλληλα το δείγμα.
- Η βάση κίνησης στον άξονα z κινεί ολόκληρη την κεφαλή του οργάνου, και ο χειρισμός της γίνεται όχι χειροκίνητα, όπως στη βάση του επιπέδου, αλλά μηχανικά, μέσω ελέγχου από το πρόγραμμα software του οργάνου.
- Ο σαρωτής αποτελείται από έναν πιεζοηλεκτρικό κεραμικό σωλήνα, και τοποθετείται κάτω από ένα άνοιγμα στο κέντρο της κεφαλής του οργάνου, όπως φαίνεται στη φωτογραφία στο **Σχήμα 3.4**. Πάνω στον σαρωτή βρίσκεται ο φορέας πάνω στον οποίο τοποθετούμε το δείγμα (sample holder). Κατά τη διάρκεια της μέτρησης, ο σαρωτής κινείται στο επίπεδο χάρη στο πιεζοηλεκτρικό του στοιχείο, προκαλώντας έτσι την αντίστοιχη κίνηση, και κατ' επέκταση σάρωση, του δείγματος. Σε μία απόσταση πάνω από το δείγμα στη φωτογραφία, διακρίνεται ο βραχίονας και στην άκρη του, αμυδρά, η ακίδα.



Σχήμα 3.3: Η κεφαλή του οργάνου και τα βασικά μέρη της.



Σχήμα 3.4: Φωτογραφία της κεφαλής (probe head). Στο κέντρο και στο βάθος βρίσκεται ένα δείγμα. Σε μια μικρή απόσταση πάνω του, διακρίνεται ο βραχίονας με την ακίδα στο κέντρο και στην άκρη του.

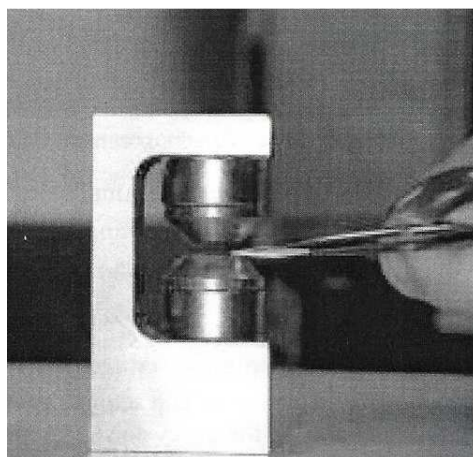
Η μικροσκοπία AFM/MFM είναι μία εξειδικευμένη και περίπλοκη διαδικασία, που απαιτεί λεπτομερή προετοιμασία και προσεκτική ρύθμιση πολλών παραμέτρων, προτού λάβει χώρα η μέτρηση καθαυτή. Παρακάτω αναλύονται τα στάδια που προηγούνται κάθε λειτουργίας του οργάνου.

3.2. Έναρξη λειτουργίας

Εκτός από το μικροσκόπιο AutoProbe που πρέπει να τεθεί εντός λειτουργίας, υπάρχει επίσης μία μονάδα ηλεκτρονικών (AutoProbe electronics module, AEM) η οποία συνδέεται με το μικροσκόπιο και κάνει τη συλλογή των δεδομένων του μικροσκοπίου, καθώς και ένας ηλεκτρονικός υπολογιστής, στον οποίο τρέχουμε το αντίστοιχο πρόγραμμα software της εταιρίας (Data Acquisition Pro), μέσω του οποίου γίνεται η μέτρηση, καθώς και η επεξεργασία, η εμφάνιση και η αποθήκευση των εικόνων που παίρνουμε από το μικροσκόπιο.

Προετοιμασία και τοποθέτηση της ακίδας: Στη μικροσκοπία MFM, χρησιμοποιείται ειδική ακίδα επικαλυμμένη με σιδηρομαγνητικό λεπτό φιλμ κοβαλτίου, που έχει εναποτεθεί μέσω

sputtering. Η ακίδα πρέπει επίσης να μαγνητιστεί πριν τη μέτρηση. Αυτό γίνεται τοποθετώντας την ακίδα στο πεδίο ενός ισχυρού μαγνήτη, όπως φαίνεται στο **Σχήμα 3.5**. Αφού μαγνητιστεί, η ακίδα, η οποία είναι στερεωμένη στο βραχίονα (cantilever), στερεώνεται στην πλατφόρμα ακίδας, και η πλατφόρμα τοποθετείται στο όργανο.



Σχήμα 3.5: Μαγνήτιση της ακίδας.

Με τον ίδιο τρόπο μαγνητίζεται επίσης και το δείγμα, ώστε να είναι ισχυρότερη η αλληλεπίδρασή του με την ακίδα.

Προετοιμασία και φόρτωση δείγματος: Προτού τοποθετηθεί το δείγμα πάνω στη θέση του στο μικροσκόπιο, πρώτα ανυψώνουμε την κεφαλή του οργάνου σε αρκετή απόσταση από τον σαρωτή, ώστε να αποφευχθεί οποιαδήποτε ζημιά είτε του δείγματος είτε του οργάνου, και ιδιαίτερα της ακίδας, κατά την τοποθέτηση. Η κίνηση της κεφαλής κατά μήκος του άξονα z γίνεται, όπως αναφέρθηκε, μέσω του προγράμματος software. Το δείγμα τοποθετείται προσεκτικά με χρήση τσιμπίδας πάνω σε έναν φορέα. Ενώ στην μη μαγνητική μικροσκοπία AFM χρησιμοποιείται συνήθως ένας μαγνητικός φορέας δείγματος, στην μικροσκοπία MFM πρέπει να χρησιμοποιηθεί ένας μη μαγνητικός φορέας, ώστε να μην υπάρχει παρεμβολή είτε με το ίδιο το μαγνητικό δείγμα, είτε με την διαδικασία της μαγνητικής απεικόνισης. Προκειμένου να μη μετακινηθεί το δείγμα, χρησιμοποιούμε μία κολλητική ταινία διπλής

όψεως. Κάτι επιπρόσθετο που περιλαμβάνει η προετοιμασία του δείγματος είναι ο καθαρισμός του με πεπιεσμένο ευγενές αέριο (αργό).

Αφού ετοιμαστεί το δείγμα, ο φορέας του δείγματος βιδώνεται επάνω στον σαρωτή, ώστε να είναι έτοιμο για την μέτρηση. Αυτή η τοποθέτηση γίνεται πολύ προσεκτικά, ώστε να μη συμβεί ζημιά είτε στο δείγμα, είτε στο ευαίσθητο πιεζοηλεκτρικό στοιχείο του σαρωτή. Εφόσον έχει τοποθετηθεί το δείγμα στη θέση του στο μικροσκόπιο, μπορεί να ακολουθήσει η ευθυγράμμιση του laser με το δείγμα.

Ευθυγράμμιση της ακτίνας laser: Η εικόνα που ‘βλέπει’ το μικροσκόπιο εξαρτάται από τη λεπτομερή καταγραφή της παραμικρής κίνησης της ακίδας σε σχέση με το δείγμα. Για να μετρηθούν τόσο μικρές κινήσεις, το μικροσκόπιο χρησιμοποιεί μία ακτίνα laser η οποία χτυπάει ακριβώς πάνω στο πίσω μέρος της ακίδας (πάνω στο βραχίονα), και εκτρέπεται στον φωτοευαίσθητο αισθητήρα PSPD που αναφέρθηκε προηγουμένως. Με αυτόν τον τρόπο, οποιαδήποτε κίνηση κάνει ο βραχίονας της ακίδας καθώς διαβάζει το υλικό, αυτή καταμετράται ακριβώς μέσω της ακτίνας laser, και μεταφράζεται ως εικόνα από το σύστημα. Εξυπακούεται ότι για να είναι σωστή η μέτρηση, θα πρέπει η ακτίνα να πέφτει ακριβώς στο σημείο που βρίσκεται η ακίδα. Για αυτό τον σκοπό, πρέπει να γίνει ευθυγράμμιση της ακτίνας laser. Αυτό γίνεται με χρήση δύο καθρεφτών: του καθρέφτη του βραχίονα και του καθρέφτη του αισθητήρα. Ο καθρέφτης του βραχίονα κατευθύνει την ακτίνα laser πάνω στον βραχίονα, και ο καθρέφτης του αισθητήρα κατευθύνει την εκτρεπόμενη από το βραχίονα ακτίνα προς τον αισθητήρα PSPD. Η ρύθμιση των θέσεων αυτών των καθρεφτών γίνεται χειροκίνητα, μέσω των αντίστοιχων κουμπιών που βρίσκονται πάνω στην κεφαλή του οργάνου. Φωτεινές ενδείξεις κατευθύνουν τον χρήστη καθώς ευθυγραμμίζει την ακτίνα πάνω-κάτω και αριστερά-δεξιά. Όταν γίνει πλήρως η ευθυγράμμιση, ανάβει η αντίστοιχη φωτεινή ένδειξη στο κέντρο του σταυρού.

Η διαδικασία της ευθυγράμμισης πρέπει να γίνει προτού πλησιάσει η κεφαλή του οργάνου σε απόσταση μέτρησης προς το δείγμα. Από την στιγμή που η ακτίνα laser έχει

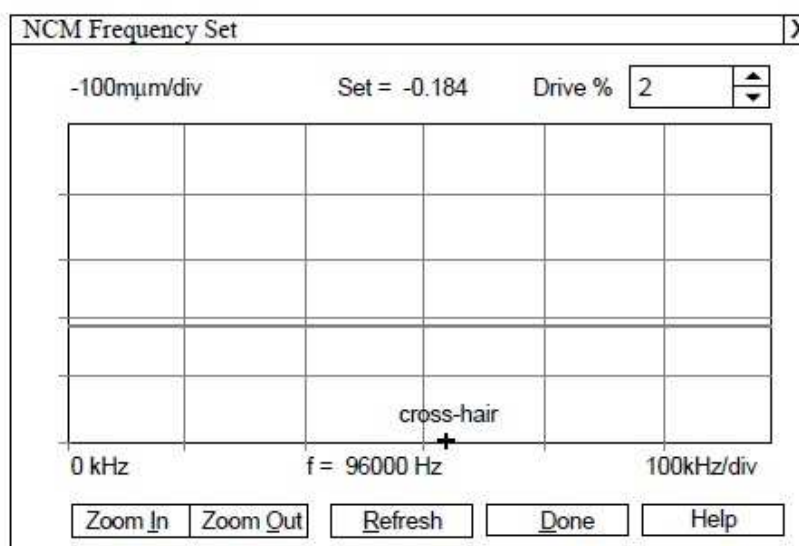
ευθυγραμμιστεί πλήρως με τον βραχίονα, μπορούμε να προχωρήσουμε στην προετοιμασία λήψης της εικόνας χρησιμοποιώντας το πρόγραμμα Data Acquisition Pro.

3.3. Προετοιμασία για λήψη εικόνας

Το πρόγραμμα Data Acquisition Pro έχει πολλές παραμέτρους που χρειάζονται προσεκτική ρύθμιση πριν από κάθε λήψη εικόνας, και ειδικά πριν την πρώτη λειτουργία. Παρακάτω αναφέρονται συνοπτικά μερικές από τις ρυθμίσεις αυτές που έχουν αντίκτυπο στην εικόνα που λαμβάνεται.

3.3.1. Ρύθμιση συχνότητας και πλάτους μετάδοσης (*drive frequency and amplitude*)

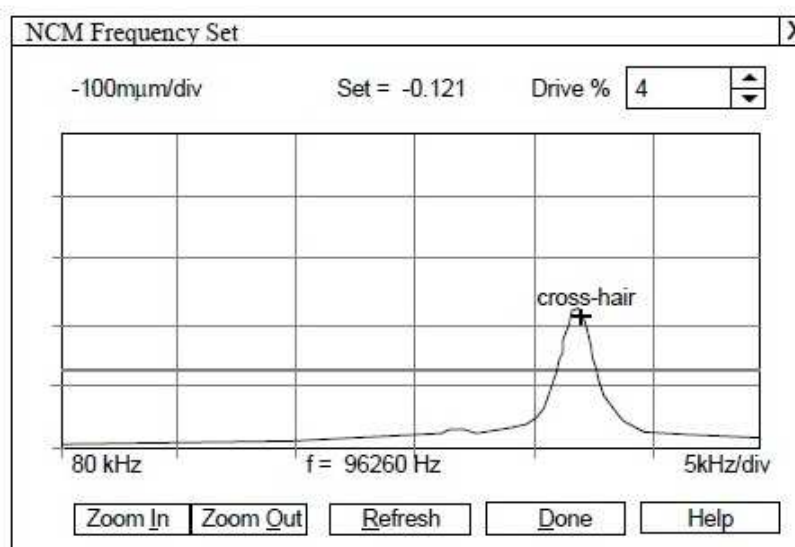
Προτού γίνει προσέγγιση της ακίδας στον στόχο, πρέπει πρώτα να ρυθμιστούν οι παράμετροι συχνότητας μετάδοσης και πλάτους μετάδοσης. Αυτό γίνεται από το παράθυρο ρυθμίσεων «NCM frequency» του προγράμματος, η αρχική οθόνη του οποίου φαίνεται στο **Σχήμα 3.6**.



Σχήμα 3.6: Το παράθυρο NCM Frequency Set του προγράμματος Data Acquisition Pro (αρχική οθόνη)

Η *συχνότητα μετάδοσης (drive frequency)* είναι η συχνότητα του εναλλασσόμενου σήματος που παράγεται από την πηγή ημιτονοειδών κυμάτων η οποία οδηγεί τον βραχίονα να δονείται. Το σήμα μετάδοσης αναπαρίσταται από το γράμμα “F” στην οθόνη συχνοτήτων NCM του προγράμματος software, και υπολογίζεται βάσει της τιμής της συχνότητας συντονισμού του βραχίονα ενόσω βρίσκεται μακριά από το δείγμα. Το σύστημα επιλέγει τη συχνότητα συντονισμού μέσα από ένα εύρος συχνοτήτων, κατασκευάζοντας μια γραφική παράσταση του πλάτους δόνησης συναρτήσει της συχνότητας. Για να γίνει αυτό, ο χρήστης δίνει εντολή πατώντας το κουμπί Refresh που φαίνεται στο σχήμα. Έπειτα, το σύστημα εμφανίζει στην οθόνη NCM Frequency την καμπύλη πλάτους-συχνότητας, με το πλάτος στον άξονα y και τη συχνότητα στον άξονα x.

Αρχικά, η καμπύλη πλάτους-συχνότητας έχει αρκετές κορυφές διαφορετικών τιμών πλάτους. Από αυτές, πρέπει να επιλεγεί η μεγαλύτερη, η οποία όμως θα πρέπει να είναι επιπλέον στενή και συμμετρική. Αν είναι πολύ πλατιά ή μη συμμετρική, επιλέγεται η επόμενη μεγαλύτερη που έχει αυτά τα χαρακτηριστικά. Το πρόγραμμα γενικά την εντοπίζει και επιλέγει αυτόματα, βάζοντας στην κορυφή της τον σταυρό “cross-hair” που φαίνεται στο σχήμα. Ο χρήστης επιλέγει την περιοχή όπου βρίσκεται ο σταυρός και κάνει Zoom in. Το σύστημα έπειτα εμφανίζει την περιοχή της κορυφής σε μεγέθυνση, όπως φαίνεται στο **Σχήμα 3.7**. Σε αυτή την καινούρια οθόνη, ο χρήστης πρέπει να επιλέξει επακριβώς την συχνότητα χρήσης. Η συχνότητα που θα επιλεγεί δεν θα πρέπει να συμπίπτει ακριβώς με την συχνότητα συντονισμού, ώστε να μην καταστραφεί η ακίδα. Για αυτό το λόγο, επιλέγεται μία ελαφρώς μεγαλύτερη συχνότητα από την συχνότητα συντονισμού. Έτσι, στην οθόνη NCM θέτουμε τον σταυρό λίγο δεξιότερα από το υψηλότερο σημείο της κορυφής (όπως φαίνεται στο σχήμα).



Σχήμα 3.7: Η οθόνη NCM Frequency μετά το zoom in στην περιοχή της επιλεγμένης κορυφής.

Το πλάτος μετάδοσης (*drive amplitude*, ή *drive %*) είναι το πλάτος της δόνησης του σήματος εναλλασσόμενης τάσης που προέρχεται από την πηγή ημιτονοειδών κυμάτων που οδηγεί τον βραχίονα να δονείται. Αριθμητικά, εκφράζεται ως το ποσοστό (1 έως 100%) της μέγιστης επιτρεπόμενης τάσης που εφαρμόζεται στο πιεζοηλεκτρικό στοιχείο που δονεί τον βραχίονα. Η τιμή αυτή στην αρχική οθόνη NCM τίθεται στο 25%. Ωστόσο, μετά την επιλογή κορυφής και το αντίστοιχο zoom in, καταλήγει σε μια αρκετά μικρότερη τιμή. Γενικά, το πρόγραμμα επιλέγει ένα κατάλληλο πλάτος μετάδοσης βάζοντας μία οριζόντια γραμμή στο 1/3 περίπου του ύψους του άξονα y, το οποίο (μετά το zoom in) αντιστοιχεί περίπου σε πλάτος μισό από αυτό της συχνότητας συντονισμού (οριζόντια γραμμή στο Σχήμα 3.7).

Στη μικροσκοπία MFM, αν το drive είναι υπερβολικά χαμηλό, ο βραχίονας δεν θα είναι αρκετά ευαίσθητος στις αλλαγές πλάτους δόνησης κατά τη διάρκεια της σάρωσης. Από την άλλη μεριά, αν το drive είναι πολύ υψηλό, η ακίδα του βραχίονα μπορεί να κάνει επαφή με το δείγμα, κάτι που φυσικά πρέπει να αποφεύγεται, εφόσον πρόκειται για μικροσκοπία μη επαφής. Οι τιμές που κυμαίνεται το drive στις μετρήσεις της εργασίας είναι από 3 έως 8%.

3.3.2. Άλλες ρυθμίσεις και παράμετροι

Κίνηση στον άξονα z: Η κίνηση της κεφαλής του οργάνου κατά μήκος του κατακόρυφου άξονα γίνεται μέσα από το πρόγραμμα software, και καθορίζει την απόσταση μεταξύ ακίδας-δείγματος στην οποία θα γίνει η μέτρηση. Το πρόγραμμα μπορεί να κάνει αυτόματη προσέγγιση (approach) της κεφαλής στο δείγμα, η οποία σταματάει σε μια απόσταση περίπου 16.000 μm . Εκτός από την αυτόματη προσέγγιση, μπορεί να γίνει και χειροκίνητα κίνηση κατά μήκος του άξονα z, κατά βούληση του χρήστη, ωστόσο χρειάζεται προσοχή καθώς υπερβολική προσέγγιση της ακίδας στο δείγμα μπορεί να προξενήσει ζημιά είτε στο δείγμα είτε στην ακίδα. Το fine-tuning της απόστασης μεταξύ ακίδας-δείγματος γίνεται από την παράμετρο Set Point, που θα αναφερθεί παρακάτω.

Μέγεθος σάρωσης (scan size): Το μέγεθος σάρωσης αναφέρεται στο μήκος, ή πλάτος, της περιοχής που σαρώνεται από την ακίδα. Εφόσον αυτή είναι πάντα μία τετραγωνική περιοχή, το μέγεθος σάρωσης προσδιορίζεται από έναν μόνο αριθμό. Το μέγιστο μέγεθος που μπορεί να έχει η περιοχή σάρωσης στο μικροσκόπιο CP είναι 90 μm (ή αλλιώς, επιφάνεια 90x90 μm^2). Στις μετρήσεις της εργασίας χρησιμοποιήθηκαν μεγέθη από 1 έως 80 μm , ώστε να υπάρχει μια επαρκής εικόνα των υλικών σε διαφορετικές διαστάσεις.

Ρυθμός σάρωσης (scan rate): Στο μικροσκόπιο CP, ο σαρωτής κινείται (μέσω του πιεζοηλεκτρικού στοιχείου) κάτω από την ακίδα. Ο ρυθμός σάρωσης δείχνει την συχνότητα της περιοδικής του κίνησης και ρυθμίζεται από το πρόγραμμα, ενώ μπορεί να μεταβληθεί ακόμη και κατά τη διάρκεια της λήψης εικόνας. Γενικά, όσο μεγαλύτερο είναι το μέγεθος σάρωσης, τόσο αυξάνεται η ταχύτητα σάρωσης, ώστε να διατηρείται σταθερός ο ρυθμός σάρωσης. Επομένως, όταν επιλέγεται μεγάλο μέγεθος σάρωσης, επιλέγεται αντίστοιχα μικρός ρυθμός σάρωσης, ώστε να μειώνεται η ταχύτητα σάρωσης του δείγματος από την ακίδα.

Ένας γενικός κανόνας είναι ότι ο μικρός ρυθμός σάρωσης δίνει καλύτερη ανάλυση εικόνας, εφόσον δίνει στο σύστημα περισσότερο χρόνο να επεξεργαστεί τα δεδομένα. Από την άλλη, ένας γρήγορος ρυθμός σάρωσης προφανώς εξοικονομεί χρόνο. Ωστόσο, αν ο ρυθμός γίνει πολύ υψηλός, ο βρόχος ανατροφοδότησης (feedback) δεν έχει χρόνο να

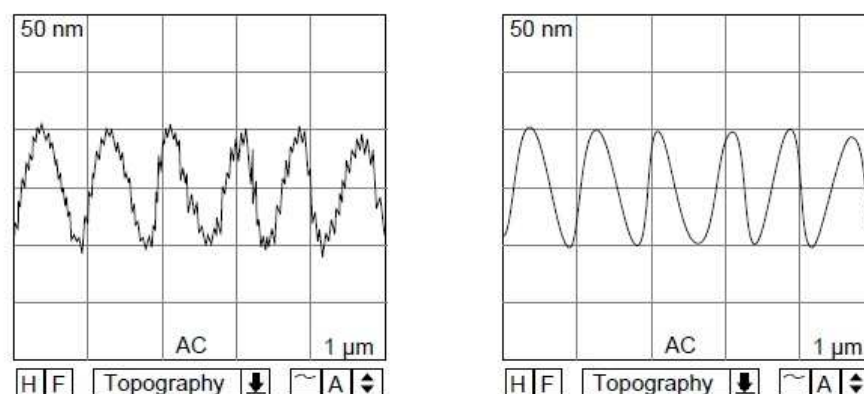
ανταποκρίνεται στις αλλαγές στην τοπογραφία του δείγματος. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα λήψη θολών, ατελών εικόνων. Ο ρυθμός σάρωσης εξαρτάται από την παράμετρο Gain, που θα αναφερθεί παρακάτω. Οι τυπικοί ρυθμοί σάρωσης που επιλέγονταν για τις μετρήσεις MFM ήταν από 1 έως 2 Hz.

Ενίσχυση σήματος (Gain): Η ισχύς του σήματος ανατροφοδότησης (gain) είναι μία παράμετρος που δείχνει πόσο ενισχύεται το σήμα σφάλματος προτού χρησιμοποιηθεί για να παραγάγει το σήμα ανατροφοδότησης στον σαρωτή. Υψηλότερες τιμές του gain σημαίνει ότι ο βρόχος ανατροφοδότησης είναι περισσότερο ευαίσθητος σε αλλαγές στην παράγωγο της δύναμης που εφαρμόζεται στον βραχίονα της ακίδας (εν προκειμένω, κυρίως μαγνητική δύναμη και κατά δεύτερον, δυνάμεις Van der Waals). Με υψηλές τιμές gain τα χαρακτηριστικά της επιφάνειας του δείγματος μπορούν να παρατηρηθούν με μεγαλύτερη ακρίβεια.

Αν το gain ωστόσο είναι πολύ υψηλό, το σήμα ανατροφοδότησης θα διακυμαίνεται υπερβολικά ακόμη και σε μικρές αλλαγές, και το σύστημα θα ταλαντώνεται. Από την άλλη μεριά, αν το gain είναι υπερβολικά χαμηλό, η κατακόρυφη κίνηση του βραχίονα δεν θα είναι αρκετή για να μπορεί να διαβάσει επαρκώς την τοπογραφία του δείγματος.

Στη μικροσκοπία MFM, το gain ρυθμίζεται γενικά σε χαμηλές τιμές, της τάξης του 0.1-1. Στις μετρήσεις της εργασίας, το gain κυμαίνεται από 0.1-0.3. Η διαδικασία για να βρεθεί η κατάλληλη τιμή του gain για κάθε δείγμα, είναι η ακόλουθη: ελέγχουμε την ταλάντωση του συστήματος στην οθόνη ταλάντωσης του προγράμματος (oscilloscope display), παράδειγμα της οποίας φαίνεται στο **Σχήμα 3.8**. Αν το σύστημα ταλαντώνεται (αριστερή εικόνα στο σχήμα), αυτό σημαίνει ότι πρέπει να μειωθεί το gain, μέχρις ότου το σύστημα φτάσει στο σημείο να αποκτήσει ομαλό ημιτονοειδές σήμα (δεξιά εικόνα στο σχήμα). Αν, από την άλλη μεριά, το σύστημα εμφανίζει αρχικά ομαλό σήμα, τότε μπορεί να

αυξηθεί το gain μέχρι να αρχίζει να ταλαντώνεται. Ύστερα, το gain πρέπει να σταθεροποιηθεί στην τιμή ακριβώς κάτω από την οποία ξεκινά η ταλάντωση¹.



Σχήμα 3.8: Το σήμα στην οθόνη ταλάντωσης (oscilloscope display), στην περίπτωση ανώμαλου (αριστερά) και ομαλού (δεξιά) σήματος.

Παράμετρος Set Point: Το set point καθορίζει το πόσο θα λυγίζει, ή εκτρέπεται, ο βραχίονας της ακίδας κατά τη διάρκεια μιας σάρωσης. Όταν είναι ενεργοποιημένη η ανατροφοδότηση στον άξονα z (z feedback loop), τότε το σύστημα εκτείνει ή συμπιέζει τον πιεζοηλεκτρικό σαρωτή με τέτοιο τρόπο έτσι ώστε η εκτροπή (ή λύγισμα) του βραχίονα να διατηρείται σε σταθερή τιμή. Το set point ρυθμίζεται παρατηρώντας την οθόνη ταλάντωσης, αφού πρώτα έχει τεθεί η κατάλληλη τιμή του gain, όπου θα πρέπει τα δύο σήματα τοπογραφίας (προς τη μία κατεύθυνση και αντίστροφα) να συμπίπτουν. Αν το set point είναι πολύ χαμηλό, η ακίδα δεν θα δονείται αρκετά ώστε να διαβάζει επακριβώς την τοπογραφία του δείγματος· σε αυτή την περίπτωση, η οθόνη ταλάντωσης ενδέχεται να δείχνει ένα ‘νεκρό’ σήμα, που σημαίνει ότι ο χρήστης πρέπει να αυξήσει το set point. Αν, από την άλλη μεριά, το set point τεθεί πολύ υψηλά, τότε ο βραχίονας θα ταλαντώνεται υπερβολικά έντονα, και αυτό θα φαίνεται και στην οθόνη, ενώ υπάρχει κίνδυνος να ακουμπήσει ο βραχίονας στο δείγμα. Η τιμή του set point

¹ Χάριν απλότητας, όπου αναφέρεται ο όρος «ταλάντωση» εννοείται η ακανόνιστη ταλάντωση πέραν της ομαλής ημιτονοειδούς ταλάντωσης. Όταν υπάρχει ομαλή ημιτονοειδής ταλάντωση του συστήματος, αναφέρεται απλά ο όρος «ομαλό σήμα».

όπως εμφανίζεται στο πρόγραμμα είναι πάντα αρνητική, και είναι σε μm . Οι τιμές του set point στις μετρήσεις της εργασίας κυμαίνονταν από $-0,06$ έως $-0,23 \mu\text{m}$.

Αριθμός σημείων δεδομένων (data points): Πρόκειται για το μέγεθος της εικόνας σε σημεία δεδομένων, ή αλλιώς την ανάλυση της εικόνας σε pixels. Ο χρήστης μπορεί να επιλέξει διάφορα μεγέθη, από 64×64 έως 1024×1024 pixels. Εννοείται ότι η υψηλότερη ανάλυση δίνει μεγαλύτερες εικόνες όπου μπορούν να παρατηρηθούν καλύτερα οι λεπτομέρειες, αλλά απαιτούν και περισσότερο χρόνο για να παραχθούν. Στην εργασία επιλέχθηκαν μεγέθη 256×256 και 512×512 .

Σήματα εξόδου: Το πρόγραμμα Data Acquisition Pro έχει αρκετές επιλογές σημάτων με βάση τις οποίες λαμβάνονται διαφορετικές εικόνες για κάθε μέτρηση. Κάθε διαφορετικό σήμα δίνει εικόνα στην οποία τονίζονται διαφορετικά χαρακτηριστικά του δείγματος, όπως η τοπογραφία του, οι μαγνητικές του περιοχές κλπ. Τα σήματα που χρησιμοποιήθηκαν κυρίως στις μετρήσεις ήταν η τοπογραφία (topography) και η φάση (phase), καθώς ήταν αυτά που δίνουν την περισσότερη πληροφορία.

- *Τοπογραφία (topography):* Το σήμα τοπογραφίας είναι ουσιαστικά το σήμα εξόδου του βρόχου ανατροφοδότησης. Ενώ στην μικροσκοπία AFM επαφής η τοπογραφία δείχνει την καθαυτή τοπογραφία της επιφάνειας του υλικού, στη μικροσκοπία MFM το σήμα της τοπογραφίας μπορεί επίσης να δείχνει τις μαγνητικές ιδιότητες της επιφάνειας του υλικού. Συγκεκριμένα, το σήμα της τοπογραφίας αντιπροσωπεύει τις αλλαγές που συμβαίνουν στην κλίση της δύναμης που ασκείται μεταξύ ακίδας-δείγματος. Στην απόσταση ακίδας-δείγματος που δρα η μικροσκοπία MFM, η κλίση της μαγνητικής δύναμης είναι μεγαλύτερη από αυτή των δυνάμεων Van der Waals μεταξύ δείγματος και ακίδας. Άρα, εκτός της κατά γράμμα τοπογραφίας, έχουμε και μια εικόνα των μαγνητικών ιδιοτήτων του υλικού με το σήμα της τοπογραφίας.
- *Πλάτος MFM (MFM amplitude):* Το πλάτος MFM δείχνει το πλάτος της ταλάντωσης του βραχίονα. Είναι συνάρτηση της κλίσης της δύναμης μεταξύ ακίδας-δείγματος.

Στην μικροσκοπία MFM, η απόσταση ακίδας-δείγματος είναι μεγαλύτερη από ότι στην λειτουργία AFM μη επαφής. Σε αυτή την απόσταση, οι μαγνητικές δυνάμεις είναι ισχυρότερες από τις Van der Waals. Το σήμα του πλάτους MFM δείχνει ενισχυμένες τις άκρες των μαγνητικών περιοχών σε μια εικόνα μαγνητικού δείγματος. Για το πλάτος MFM, πρέπει να θέτεται χαμηλή τιμή του gain, ώστε το σύστημα να εντοπίζει τις αλλαγές στην κλίση της μαγνητικής δύναμης σε όχι πολύ μικρές αποστάσεις, και μέσω του feedback να παράγεται εικόνα στην οποία θα φαίνονται οι αντίστοιχες μαγνητικές ιδιότητες της επιφάνειας του υλικού. Το πλάτος MFM είναι χρήσιμο για δείγματα με λείες επιφάνειες, που επιτρέπουν να χρησιμοποιηθούν χαμηλές τιμές gain και υψηλές τιμές ρυθμού σάρωσης. Επιπλέον, εφόσον το πλάτος MFM αναπαριστά πιο άμεσα την κίνηση του βραχίονα από ότι η τοπογραφία, οι εικόνες πλάτους MFM προσδίδουν μεγαλύτερη αντίθεση (contrast) στις εικόνες επιφανειών με δυσδιάκριτα μαγνητικά χαρακτηριστικά.

- *Φάση (phase)*: Η φάση αντιπροσωπεύει αλλαγές στην φάση μεταξύ του σήματος της ταλάντωσης του βραχίονα και του σήματος του ενεργοποιητή (actuator) που βρίσκεται κάτω από την πλατφόρμα, το οποίο είναι το σήμα που οδηγεί τον βραχίονα να ταλαντώνεται. Όπως και με το πλάτος, η φάση του σήματος ταλάντωσης του βραχίονα είναι ευαίσθητη σε αλλαγές στην κλίση της δύναμης δείγματος-ακίδας. Ωστόσο, η φάση είναι ακόμη πιο ευαίσθητη σε σχέση με αυτές τις αλλαγές, και ως εκ τούτου μπορεί να παράγει ακριβέστερες απεικονίσεις των ορίων μεταξύ μαγνητικών περιοχών, πράγμα που την κάνει βασική παράμετρο στη συγκεκριμένη εργασία.
- *Z-detector*: Το z-detector αντιπροσωπεύει την πραγματική θέση του σαρωτή στον άξονα z, όπως μετράται από τα πιεζοηλεκτρικά στοιχεία z του σαρωτή. Επειδή το σήμα της τοπογραφίας μετρά το z έμμεσα, μέσω της τάσης που εφαρμόζεται στον σαρωτή, σε κάποιες περιπτώσεις το σήμα z-detector μπορεί να δώσει πιο ακριβή εικόνα του z. Εφόσον το z εξαρτάται άμεσα από τις μαγνητικές δυνάμεις που ασκούνται μεταξύ ακίδας-δείγματος, συνεπάγεται ότι το z-detector μπορεί σε περιπτώσεις να αποκαλύψει μαγνητικές δομές του υλικού.

4. ΜΑΓΝΗΤΙΚΕΣ ΠΕΡΙΟΧΕΣ

4.1. Βασικές έννοιες

4.1.1. Μαγνήτιση

Η μαγνήτιση ορίζεται ως η μαγνητική ροπή ανά μονάδα όγκου:

$$\mathbf{M} \equiv \frac{d\boldsymbol{\mu}}{dV}. \quad (4.1)$$

Η μαγνήτιση, όπως και η μαγνητική ροπή, είναι διανυσματικό μέγεθος. Όπως η μαγνητική ροπή ενός ηλεκτρονίου δείχνει τον προσανατολισμό της στροφορμής και του σπιν του, έτσι και η μαγνήτιση ενός όγκου δείχνει αντίστοιχα τον προσανατολισμό των μαγνητικών ροπών. Από τον ορισμό φαίνεται ότι η μαγνήτιση αναφέρεται σε στοιχειώδη όγκο, αμελητέο σε σχέση με τις διαστάσεις του υλικού, αλλά αρκετά μεγάλο ώστε να περιλαμβάνει τις μαγνητικές ροπές αρκετών ατόμων. Οι μονάδες της μαγνήτισης είναι A/m στο SI, και emu/cm³ στο cgs-emu. Στις πειραματικές διατάξεις χρησιμοποιείται πιο συχνά η μαγνήτιση μάζας, που ορίζεται παρομοίως ως μαγνητική ροπή ανά μονάδα μάζας. Μονάδες της είναι το Am²/kg στο SI, και το emu/g στο cgs-emu.

4.1.2. Μαγνητικό πεδίο

Το μαγνητικό πεδίο μπορεί να προέρχεται από τις εξής πηγές: ηλεκτρικό ρεύμα σε αγωγούς, κινούμενα φορτία και μαγνητικές ροπές (που δημιουργούν βρόχους ρεύματος). Το μαγνητικό πεδίο $\mathbf{B}$ συνδέεται με την πυκνότητα ρεύματος $\mathbf{j}$ μέσω της αντίστοιχης εξίσωσης του Maxwell:

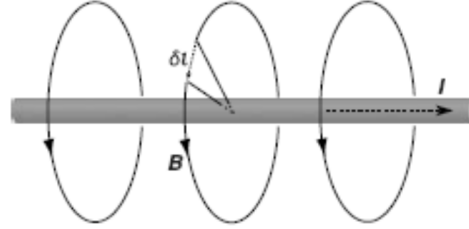
$$\nabla \times \mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{j}. \quad (4.3)$$

Η σταθερά μ_0 είναι η μαγνητική διαπερατότητα του κενού ($4\pi \times 10^{-7}$ N/A²). Η (4.3) είναι ισοδύναμη με το νόμο του Ampere, για έναν αγωγό με μήκος l , όπως φαίνεται στο **Σχήμα 4.1**:

$$\oint \mathbf{B} \cdot d\mathbf{l} = \mu_0 I. \quad (4.4)$$

Για έναν κυκλικό κλειστό βρόχο, η (4.4) οδηγεί στην εξίσωση

$$B(r) = \frac{\mu_0 I}{2\pi r}. \quad (4.5)$$



Σχήμα 4.1. Ο νόμος του Ampere για κυκλικό βρόχο.

Μονάδα μέτρησης του B είναι το Tesla ($1\text{T} = 1\text{ N/A/m}$).

Σε έναν αγωγό όπως αυτόν του Σχήματος 4.1, η συνολική πυκνότητα ρεύματος είναι αποτέλεσμα όχι μόνο μιας εξωτερικής πηγής (π.χ. μπαταρία) αλλά και της συνολικής στροφορμής των ηλεκτρονίων στα άτομα. Επομένως, μπορούμε να ορίσουμε το συνολικό ρεύμα με την εξίσωση $\mathbf{j} = \mathbf{j}_c + \mathbf{j}_m$, όπου $\mathbf{j}_c$ το ρεύμα από εξωτερικά επιβαλλόμενο δυναμικό και $\mathbf{j}_m$ το ρεύμα που οφείλεται στις ατομικές μαγνητικές ροπές, ή αλλιώς στη μαγνήτιση. Ενώ το $\mathbf{j}_c$ μετριέται προφανώς εύκολα στο εργαστήριο, δεν υπάρχει άμεσος ή έμμεσος τρόπος μέτρησης του ρεύματος $\mathbf{j}_m$.

Με βάση τα παραπάνω, ο νόμος του Ampere παίρνει τη μορφή:

$$\nabla \times \mathbf{B} = \mu_0(\mathbf{j}_c + \mathbf{j}_m). \quad (4.6)$$

Το $\mathbf{j}_m$ συνδέεται με τη μαγνήτιση μέσω της σχέσης

$$\mathbf{j}_m = \nabla \times \mathbf{M}. \quad (4.7)$$

Αντικαθιστώντας την (2.7) στη (2.6) έχουμε:

$$\mathbf{j}_c = \nabla \times \left(\frac{1}{\mu_0} \mathbf{B} - \mathbf{M} \right). \quad (4.8)$$

Η ποσότητα μέσα στην παρένθεση ορίζεται ως το βοηθητικό πεδίο $\mathbf{H}$:

$$\mathbf{H} \equiv \frac{1}{\mu_0} \mathbf{B} - \mathbf{M}. \quad (4.9)$$

Σύμφωνα με τον ορισμό, οι μονάδες του H θα είναι ίδιες με αυτές του M , δηλαδή A/m (SI). Στο cgs-emu το H μετράται σε Oe, που ισούται με 10^{-4} Tesla.

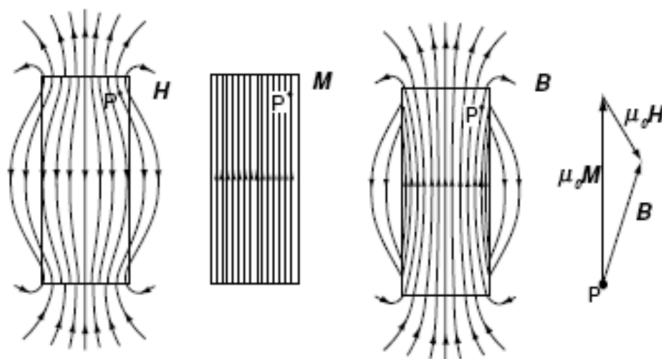
Παρατηρούμε ότι για το πεδίο H ισχύει το αντίστοιχο της εξίσωσης Maxwell (4.3) και του νόμου του Ampere (4.4). Η πρακτική σημασία της εξ. 4.8 είναι προφανής: μας δίνει τη δυνατότητα να κάνουμε μετρήσεις μαγνητισμού με βάση το ρεύμα j_c που, όπως λέχθηκε, είναι εξ ορισμού εύκολο να προσδιοριστεί. Γνωρίζοντας το j_c ξέρουμε απευθείας το μαγνητικό πεδίο H , και με βάση αυτό μπορούμε να κάνουμε μετρήσεις τόσο της μαγνητικού πεδίου B , όσο και της μαγνήτισης M .

Η εξίσωση 4.8 δεν υπονοεί ότι το πεδίο H δημιουργείται μόνο από εξωτερικά επιβαλλόμενα ρεύματα. Κάθε μαγνητικό υλικό δημιουργεί πεδίο H τόσο στον περιβάλλοντα χώρο (H_c) όσο και μέσα στον όγκο του (H_m). Μπορούμε να γράψουμε το συνολικό H ως άθροισμα των επιμέρους αυτών ποσοτήτων ως $H = H_c + H_m$. Εδώ το H_c οφείλεται στο εξωτερικό ρεύμα ενώ το H_m στη μαγνήτιση.

Ο ορισμός της εξ. 4.9 χρησιμεύει συχνά για να εκφράζεται το B ως συνάρτηση του H :

$$\mathbf{B} = \mu_0(\mathbf{H} + \mathbf{M}). \quad (4.10)$$

Σε κενό χώρο, θα είναι $M = 0$ και $B = \mu_0 H$. Μία παραστατική σύγκριση των H και B φαίνεται στο **Σχήμα 4.2**. Στο εργαστήριο, συνήθως μετράται η μαγνήτιση ως συνάρτηση του H .

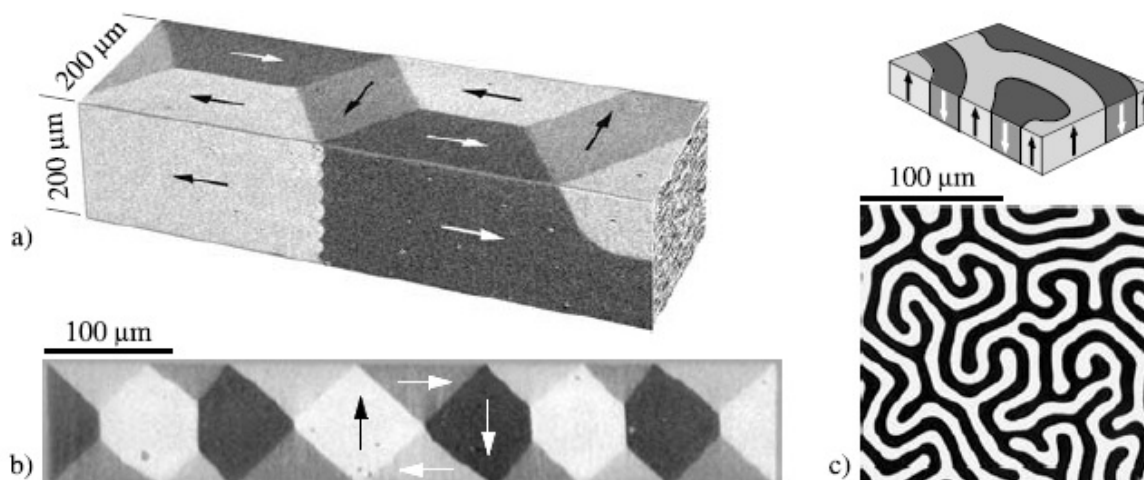


Σχήμα 4.2. Οι ποσότητες H , B και M σε έναν μαγνήτη.

4.2. Εισαγωγή στις μαγνητικές περιοχές

Μαγνητικές περιοχές (domains) είναι οι μικροσκοπικές περιοχές μέσα στις οποίες όλες οι μεμονωμένες μαγνητικές ροπές των ατόμων του υλικού έχουν κοινό προσανατολισμό. Μία τέτοια περιοχή, επομένως, βρίσκεται στην κατάσταση μέγιστης μαγνήτισης, ή αλλιώς μαγνήτισης κόρου. Αυτό ισχύει για μεμονωμένες μαγνητικές περιοχές, κι όχι για όλο τον όγκο του υλικού, καθώς οι επιμέρους μαγνητίσεις των περιοχών μακροσκοπικά αλληλοαναιρούνται, και η συνολική μαγνήτιση του υλικού είναι μηδέν ή, στην περίπτωση που είναι σιδηρομαγνητικό και έχει προηγηθεί μαγνήτιση από εξωτερικά επιβαλλόμενο μαγνητικό πεδίο, ίση με την απομένουσα μαγνήτιση, ή αλλιώς το συνεκτικό πεδίο.

Εκτός από τους ορισμούς και τις φυσικές αρχές που περιλαμβάνονται, ο καλύτερος τρόπος να εξηγηθεί τι είναι οι μαγνητικές περιοχές είναι η άμεση παρατήρηση, είτε με την μικροσκοπία MFM, είτε με άλλες μαγνητο-οπτικές μεθόδους. Στο **Σχήμα 4.3** φαίνονται αναπαραστάσεις των μαγνητικών περιοχών σε διάφορα υλικά. Αυτό που εμφανίζεται σε κάθε περίπτωση, είναι περιοχές που έχουν κοινή μαγνήτιση και προκύπτουν αυθόρμητα μέσα στο υλικό· είναι δε αποτέλεσμα των μαγνητικών ιδιοτήτων του υλικού, και δεν συνδέονται με την κρυσταλλική ή τοπογραφική δομή του υλικού. Με άλλα λόγια, οι διατάξεις που φαίνονται στο σχήμα δεν αντιπροσωπεύουν την δομή ή την επιφανειακή τοπογραφία του υλικού· στα συγκεκριμένα παραδείγματα, ενώ υπάρχει ποικίλη ‘τοπογραφία’ μαγνητικών δομών, η κρυσταλλική δομή των υλικών είναι ομογενής.



Σχήμα 4.3: Μαγνητικές περιοχές, όπως αποκαλύπτονται από μαγνητο-οπτικές μεθόδους. (Hubert A, Schafer R, Magnetic Domains)

Στο καθένα από τα τρία παραδείγματα του σχήματος, οι μαγνητικές περιοχές ξεχωρίζουν έντονα. Τα βελάκια στο σχήμα δείχνουν τις κατευθύνσεις των μαγνητίσεων σε κάθε περιοχή. Αυτή η πληροφορία εξάγεται με επιπρόσθετες μετρήσεις, που περιλαμβάνουν εφαρμογή εξωτερικού μαγνητικού πεδίου. Το παράδειγμα (a) δείχνει δύο εικόνες από δύο πλευρές ενός ρινίσματος σιδήρου, οι οποίες έχουν συνδυαστεί μέσω ηλεκτρονικού υπολογιστή ώστε να προσομοιάσουν μία τρισδιάστατη εικόνα. Η εικόνα (b) είναι από ένα πολυκρυσταλλικό υμένιο NiFe, πάχους 130 nm, στο οποίο οι μαγνητικές περιοχές καθορίζονται από μία ασθενή εγκάρσια ομοαξονική ανισοτροπία. Το παράδειγμα (c) είναι ενός διαφανούς μονοκρυσταλλικού υμενίου γαρνήτη² με ομοαξονική ανισοτροπία κάθετη στο επίπεδο του υμενίου. Οι άσπρες και μαύρες περιοχές υποδεικνύουν μαγνήτιση με φορά προς τα έξω και προς τα μέσα, ενώ η διεύθυνση είναι σε κάθε περίπτωση κάθετη στο επίπεδο του υμενίου. Εικόνες όπως αυτές του σχήματος δείχνουν την ύπαρξη των μαγνητικών περιοχών, και αν γίνουν μετρήσεις με εξωτερικά εφαρμοζόμενο μαγνητικό πεδίο, τότε οι αντίστοιχες εικόνες δείχνουν και την κίνηση των μαγνητικών περιοχών.

² Γαρνήτες: πυριτικά ορυκτά με χημικό τύπο $A_3B_2(SiO_4)_3$, όπου A: Ca, Fe, Mg, Mn και B: Al, Fe, Cr, Mn, κ.α.

Ενώ η ποιοτική παρατήρηση των μαγνητικών περιοχών είναι δυνατή με διάφορες μαγνητο-οπτικές μεθόδους και με μικροσκοπία MFM, η ποσοτική και μαθηματική περιγραφή τους είναι μια πιο περίπλοκη διαδικασία. Οι μαγνητικές περιοχές απαντούν γενικά στην τάξη μεγέθους των μικρομέτρων· φτάνοντας, σε περιπτώσεις, κάτω από το 1 μm και, πιο σπάνια, σε τάξη δεκάδων nm. Άρα, γενικά απαντούν σε διαστάσεις που είναι αρκετά μεγαλύτερες από τα μεγέθη μεμονωμένων ατόμων, επομένως δεν είναι εφικτή η μελέτη τους από πρώτες αρχές. Ταυτόχρονα, βρίσκονται αρκετά κάτω από τη μακροσκοπική κλίμακα, επομένως δεν μπορούν να μελετηθούν ποσοτικά με τις εξισώσεις του κλασικού ηλεκτρομαγνητισμού. Οι μαγνητικές περιοχές βρίσκονται στο πεδίο μεγέθους όπου βρίσκει εφαρμογή η λεγόμενη μικρομαγνητική ανάλυση, ή μικρομαγνητισμός. Η ανάλυση αυτή χρησιμοποιεί αριθμητικές μεθόδους, όπως τα πεπερασμένα στοιχεία και οι πεπερασμένες διαφορές, για να κάνει ποσοτική περιγραφή συστημάτων όπως οι μαγνητικές περιοχές.

4.3. Αρχές μαγνητικών περιοχών

4.3.1. Ελάχιστη ενέργεια

Η βασική φυσική αρχή που διέπει την ύπαρξη και την κατανομή των μαγνητικών περιοχών είναι η απαίτηση για ελάχιστη ενέργεια ενός δεδομένου συστήματος. Από τη στιγμή που υπάρχουν στοιχεία που ευνοούν την εμφάνιση αυθόρμητης μαγνήτισης (λόγω της αλληλεπίδρασης ανταλλαγής ανάμεσα σε γειτονικά ιόντα) και μαγνητικής τάξης, το ερώτημα είναι πώς θα κατανεμηθεί αυτή η μαγνητική τάξη. Η απαίτηση για ελάχιστη συνολική μαγνητοστατική ενέργεια αποτρέπει να προσανατολιστούν μαζί όλες οι μαγνητικές ροπές στον όγκο του υλικού. Αυτό επομένως οδηγεί τη διαίρεση των προσανατολισμένων μαγνητικών ροπών σε μαγνητικές περιοχές. Από την άλλη μεριά, η απαίτηση για ελάχιστη ενέργεια ανταλλαγής αποτρέπει αυτές τις περιοχές να γίνουν υπερβολικά πολλές, καθώς όσο περισσότερες μαγνητικές περιοχές υπάρχουν, τόσο περισσότερες διεπιφάνειες μεταξύ περιοχών εμφανίζονται, οι οποίες δημιουργούν επιπρόσθετο ενεργειακό όρο. Αυτός ο ‘ανταγωνισμός’ μεταξύ απαιτήσεων για ελάχιστες ενέργειες εκατέρωθεν, καθορίζει την ύπαρξη αλλά και το πλήθος, και επομένως το μέγεθος, των μαγνητικών περιοχών.

Η γενική αρχή της ελάχιστης ενέργειας δεν αρκεί όμως για να προβλέψει και να περιγράψει την κατανομή, διάταξη και δομή των μαγνητικών περιοχών. Αυτά τα χαρακτηριστικά εξαρτώνται από επιπρόσθετους παράγοντες που αναφέρονται ακολούθως.

4.3.2. *Ανισοτροπία*

Η ενέργεια ενός σιδηρομαγνητικού υλικού εξαρτάται από την διεύθυνση της μαγνήτισης σε σχέση με τους δομικούς άξονες του υλικού. Αυτή η εξάρτηση, η οποία κατά βάση είναι αποτέλεσμα της αλληλεπίδρασης τροχιάς-σπιν, συνιστά τη μαγνητική ανισοτροπία, και περιγράφεται από την ενέργεια ανισοτροπίας. Παράγοντες που συμβάλλουν στην ανισοτροπία είναι: α) η κρυσταλλική δομή του υλικού· β) η (πέραν της κρυσταλλικής δομής) γεωμετρία του υλικού, καθώς και η απόκλιση από την κρυσταλλική δομή, όπως ατέλειες· γ) μηχανικές τάσεις που τυχόν εφαρμόζονται στο υλικό και δ) οι επιφάνειες του υλικού, ή διεπιφάνειες, αν βρίσκονται σε επαφή με κάποιο άλλο υλικό. Με βάση αυτούς τους παράγοντες, έχουμε τα αντίστοιχα είδη ανισοτροπίας: *μαγνητοκρυσταλλική ανισοτροπία*, *ανισοτροπία σχήματος*, *μαγνητοελαστική ανισοτροπία* και *επιφανειακή ανισοτροπία*.

Η μαγνητοκρυσταλλική, ή απλώς κρυσταλλική, ανισοτροπία περιλαμβάνει τα εξής επιμέρους είδη:

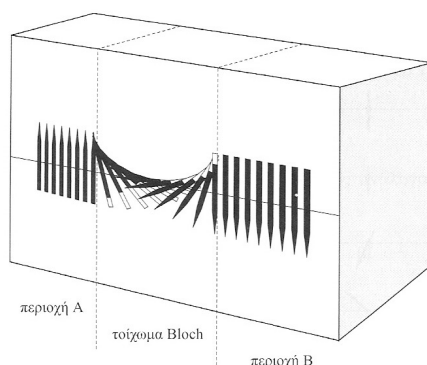
- *Κυβική ανισοτροπία*, για κυβικά κρυσταλλογραφικά συστήματα.
- *Ομοαξονική ανισοτροπία*, για εξαγωνικά και τετραγωνικά κρυσταλλικά συστήματα, όταν οι όροι που περιγράφουν την εξάρτηση από την γωνία στο επίπεδο a-b (κάθετα στον άξονα c) είναι αμεληταίοι.
- *Ορθορομβική ανισοτροπία*, για κρυστάλλους συμμετρίας χαμηλότερης από την τετραγωνική ή εξαγωνική.

4.3.3. *Τοιχώματα Bloch*

Όπως λέχθηκε, η ύπαρξη ενός αριθμού μαγνητικών περιοχών σε ένα υλικό συνεπάγεται την ύπαρξη αντίστοιχων διεπιφανειών μεταξύ τους. Αποδεικνύεται θεωρητικά αλλά και μέσω παρατήρησης ότι αυτές οι διεπιφάνειες έχουν ένα δεδομένο πάχος, μέσα στο οποίο λαβαίνει

χώρα η αντιστροφή της μαγνήτισης ανάμεσα σε δύο γειτονικές μαγνητικές περιοχές. Αυτά τα ενδιάμεσα τοιχώματα ονομάζονται τοιχώματα περιοχών, ή τοιχώματα Bloch.

Δύο γειτονικές μαγνητικές περιοχές είναι δεδομένο εξ ορισμού ότι θα έχουν διαφορετική κατεύθυνση μαγνήτισης. Έστω η απλούστερη περίπτωση όπου η περιοχή Α έχει μαγνήτιση «πάνω» και η περιοχή Β έχει μαγνήτιση «κάτω». Μία τέτοια διάταξη φαίνεται στο **Σχήμα 4.4**. Οι δύο μαγνητικές περιοχές στο σχήμα έχουν ακριβώς αντιπαράλληλες μαγνήτισεις. Το μεταξύ τους τοίχωμα Bloch είναι αυτό στο οποίο γίνεται σταδιακά η αντιστροφή της μαγνήτισης, από την κατάσταση «πάνω» στην κατάσταση «κάτω». Έτσι, μέσα στο τοίχωμα Bloch περιλαμβάνονται όλοι οι προσανατολισμοί των μαγνητικών ροπών περιλαμβάνει μία στροφή 180 μοιρών. Η σταδιακή, και όχι ακαριαία, αντιστροφή της μαγνήτισης στα τοιχώματα Bloch λαβαίνει χώρα για λόγους ελαχιστοποίησης της ενέργειας ανταλλαγής. Είναι προφανές ότι όσο μεγαλύτερο το πάχος του τοιχώματος, τόσο πιο σταδιακή η αντιστροφή. Από την άλλη μεριά, εφόσον μέσα στα τοιχώματα βρίσκονται διάφοροι προσανατολισμοί μαγνητικών ροπών, εκτός των συγκεκριμένων προσανατολισμών του κρυστάλλου, αυτές συνεισφέρουν στην αύξηση της ανισοτροπίας του υλικού. Άρα, όσο αυξάνεται το πάχος, αυξάνεται η ενέργεια ανισοτροπίας. Επομένως, υπάρχει ένας ανταγωνισμός μεταξύ απαίτησης για ελάχιστη ενέργεια ανταλλαγής, η οποία ευνοεί τοιχώματα μεγάλου πάχους, και της απαίτησης για ελάχιστη ενέργεια ανισοτροπίας, η οποία ευνοεί μικρά τοιχώματα.

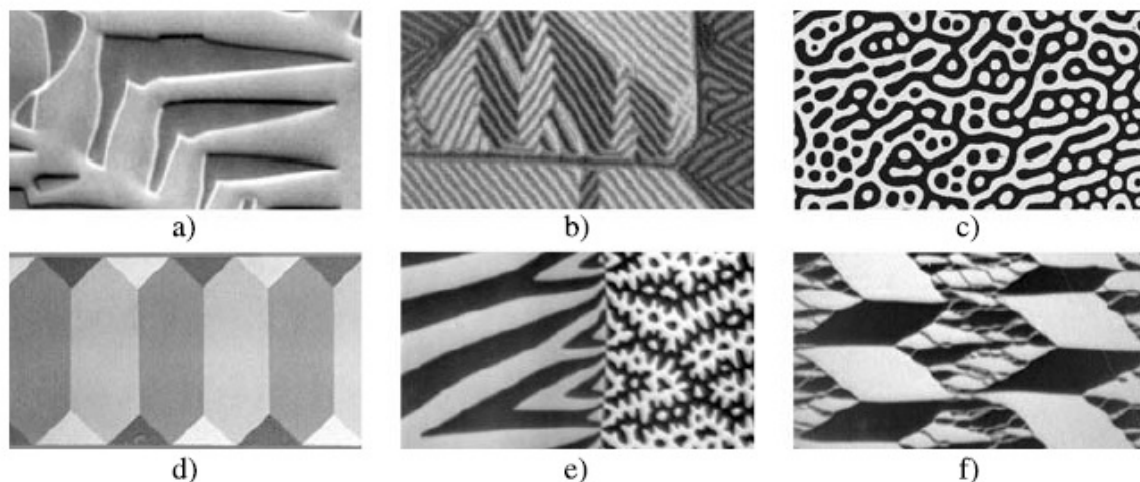


Σχήμα 4.4: Δύο αντιπαράλληλες μαγνητικές περιοχές χωρίζονται από ένα τοίχωμα Bloch. Στο σίδηρο το πάχος του τοιχώματος Bloch είναι περίπου 300 πλεγματικές σταθερές.

4.4. Παραδείγματα περιοχών

Η κατηγοριοποίηση των μαγνητικών περιοχών σε είδη δεν μπορεί να γίνει με τόσο καθορισμένο τρόπο όπως, για παράδειγμα, η σύνδεση στοιχειακών υλικών με ένα κρυσταλλογραφικό σύστημα, καθώς υπάρχει μία τεράστια ποικιλία μαγνητικών δομών που εξαρτώνται όχι μόνο από τη δομή των υλικών, αλλά και από τον τρόπο σύνθεσής τους, κ.α. Επιπλέον, οι εικόνες μικροσκοπίας συχνά αναδεικνύουν δομές πέρα από το αναμενόμενο, οι οποίες δεν είναι εύκολο να κατηγοριοποιηθούν. Πέραν αυτού, υπάρχουν κάποιες ομοιότητες που παρουσιάζουν διάφορα υλικά σε σχέση με τις δομές που παρουσιάζουν. Μερικά τέτοια είδη μαγνητικών περιοχών που απαντώνται σε διάφορα υλικά, όπως φαίνεται στο **Σχήμα 4.5**, είναι τα εξής:

- a) Σε κυβικά δείγματα με ιδανικό προσανατολισμό των επιφανειών σε σχέση με τους κρυσταλλικούς άξονες, στα οποία η κάθε επιφάνεια περιέχει τουλάχιστον έναν εύκολο άξονα δημιουργούνται απλές δομές μαγνητικών περιοχών οι οποίες καθορίζονται από το σχήμα του υλικού. Μικρές αποκλίσεις από τον τέλειο προσανατολισμό μπορούν να δημιουργήσουν πιο περίπλοκους σχηματισμούς (συμπληρωματικές περιοχές).
- b) Λεπτά υμένια χαμηλής ανισοτροπίας: πυκνές περιοχές τύπου ραβδώσεων (*stripe domains*), οι οποίες δημιουργούνται με ομογενή πυρήνωση πάνω από ένα κρίσιμο πάχος.
- c) Λεπτά υμένια με υψηλή κάθετη ανισοτροπία: περιοχές τύπου λαβυρίνθου (*maze*) και φυσαλίδων (*bubble domains*) σχηματίζονται μέσω ετερογενούς πυρήνωσης.
- d) Δείγματα αυξημένου πάχους με χαμηλή ανισοτροπία και μεγάλη απόκλιση του προσανατολισμού : περιοχές κλειστότητας (*closure domains*).
- e) Σε ακόμη μεγαλύτερο πάχος: οι βασικές περιοχές διακλαδίζονται όταν πλησιάζουν μια επιφάνεια (*domain branching*). Οι διακλαδισμοί σχηματίζουν ενίοτε ενδιαφέρουσες μορφολογίες όπως περιοχές τύπου ‘λουλουδιών’ ή ‘αστεριών’.
- f) Περιοχές *Néel block*: ένα παράδειγμα περίπλοκης δομής που δημιουργείται σε φαινομενικά απλές γεωμετρίες πυρήνων από α-Fe.



Σχήμα 4.5: Μερικά παραδείγματα μαγνητικών περιοχών.

Άλλο ένα είδος μαγνητικών περιοχών είναι οι περιοχές κουκίδας (*dot domains*). Οι περιοχές αυτού του είδους είναι οι μικρότερες δυνατές, φτάνοντας αρκετά κάτω από το 1 μm , και μπορούν να παρατηρηθούν με μικροσκοπία MFM. Κάτω από ένα ορισμένο μέγεθος, όπου ο λόγος επιφάνειας ως προς τον όγκο είναι αυξημένος, η εξοικονόμηση (υπό την θερμοδυναμική έννοια) της μαγνητοστατικής ενέργειας με τον χωρισμό σε περιοχές (ενέργεια όγκου) αντισταθμίζεται από τον ενεργειακό κόστος των τοιχωμάτων (ενέργεια επιφάνειας) και έτσι όλο το σωματίο αποτελείται από μία περιοχή (*single domain particles*, σωματίδια μονής περιοχής).

5. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΥΛΙΚΩΝ – ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ

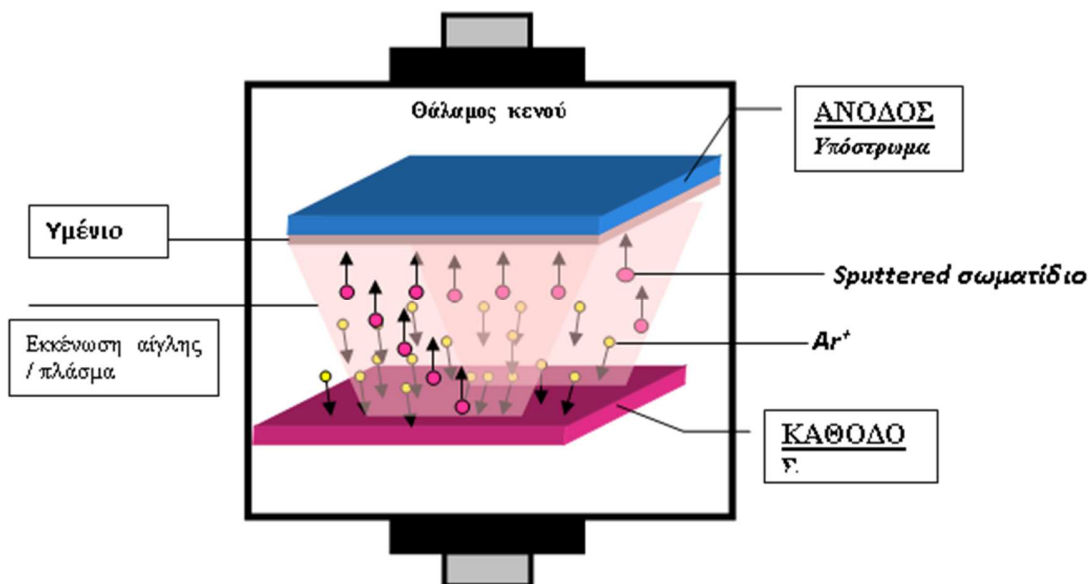
Μελετήθηκαν, με μικροσκοπία AFM/MFM, ως προς τις την τοπογραφία και τις μαγνητικές τους δομές, 8 υλικά, τα οποία παρουσιάζονται παρακάτω. Της παρουσίασης των αποτελεσμάτων προηγείται μία σύντομη επισκόπηση της μεθόδου σύνθεσης υμενίων sputtering που χρησιμοποιήθηκε για την παρασκευή των υλικών. Η επεξεργασία των εικόνων AFM/MFM έγινε με το open source πρόγραμμα Gwyddion.

5.1. Τεχνική σύνθεσης sputtering

Όταν ένας στόχος βάλλεται από ιόντα, η επιφάνειά του χάνει άτομα λόγω των συγκρούσεων, τα οποία σκεδάζονται. Η διάβρωση αυτή της επιφάνειας λόγω του βομβαρδισμού από ενεργά σωματίδια ονομάζεται sputtering³. Όταν τα άτομα του στόχου που σκεδάζονται εναποτίθενται ελεγχόμενα πάνω σε μία επιφάνεια, τότε μπορεί να γίνει σχηματισμός ενός υμενίου (φιλμ) αποτελούμενου από το υλικό του στόχου. Η μέθοδος sputtering, επομένως, συνίσταται αφενός στον βομβαρδισμό του στόχου και αφετέρου στην ελεγχόμενη εναπόθεση των προϊόντων της σύγκρουσης πάνω σε μία δεύτερη επιφάνεια, με σκοπό το σχηματισμό λεπτών υμενίων.

Συγκεκριμένα, μία απλή διάταξη sputtering αποτελείται από δύο πλάκες-ηλεκτρόδια μέσα σε θάλαμο υψηλού κενού (**Σχήμα 5.1**). Το ηλεκτρόδιο που αποτελεί την κάθοδο έχει επάνω του το υλικό-στόχο. Το ηλεκτρόδιο που είναι η άνοδος έχει στην επιφάνειά του ένα υπόστρωμα (πυριτικό π.χ.), πάνω στο οποίο γίνεται η εναπόθεση του υμενίου που προέρχεται από τα σκεδαζόμενα άτομα του στόχου στην κάθοδο. Μέσα στον θάλαμο κενού εισάγεται ποσότητα ευγενούς αερίου (αργό), σε πίεση της τάξης των mTorr. Τα άτομα αυτά του ευγενούς αερίου αποτελούν το μέσο με το οποίο γίνεται ο βομβαρδισμός-sputtering.

³ Ένας αντίστοιχος όρος στα ελληνικά είναι η ιοντοβολή, αλλά χρησιμοποιείται παντού στη βιβλιογραφία ο αγγλικός όρος.

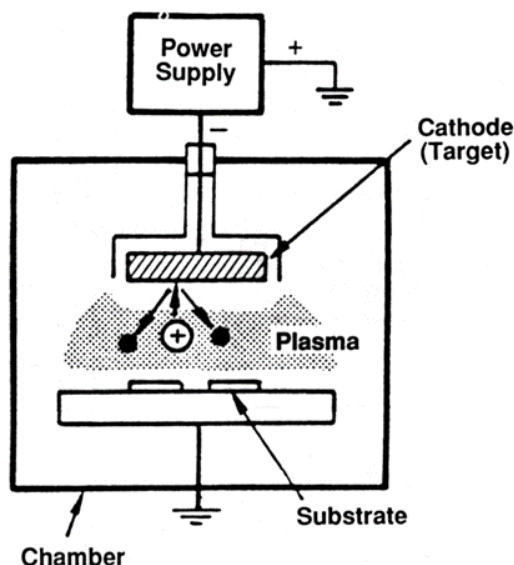


Σχήμα 5.1: Σχηματική αναπαράσταση μιας διάταξης sputtering.

Ανάμεσα στα ηλεκτρόδια πρέπει να εφαρμοστεί διαφορά δυναμικού ώστε να προκαλέσει ιονισμό των ατόμων αργού. Με βάση αυτό, υπάρχουν δύο βασικοί τύποι sputtering: το dc sputtering, όπου μια συνεχής (dc) τάση που εφαρμόζεται ανάμεσα στα ηλεκτρόδια προκαλεί εκκένωση αίγλης (glow discharge) στα άτομα αργού, και rf sputtering, όπου εφαρμόζεται μία radio frequency (rf) εναλλασσόμενη τάση.

5.1.1. DC Sputtering

Στο dc sputtering χρησιμοποιείται μια πηγή υψηλής τάσης, της τάξεως των kV, η οποία συνδέεται με τον στόχο (κάθοδο). Η άνοδος, στην οποία βρίσκεται το υπόστρωμα, είναι συνήθως γειωμένη, όπως φαίνεται στο **Σχήμα 5.2**. Μία αρνητική τάση εφαρμόζεται στην κάθοδο, κάτι που προκαλεί ιονισμό των ατόμων αργού από τα κινούμενα ηλεκτρόνια. Δημιουργείται έτσι πλάσμα ιόντων Ar^+ , τα οποία βομβαρδίζουν την κάθοδο-στόχο, προκαλώντας sputtering. Τα άτομα της επιφάνειας του στόχου που σκεδάζονται είναι κυρίως ουδέτερα άτομα, τα οποία συμπυκνώνονται πάνω στην επιφάνεια του υποστρώματος, σχηματίζοντας το υμένιο.



Σχήμα 5.2: Σχεδιάγραμμα μιας διάταξης *dc sputtering*.

5.1.2. *RF (radio frequency) Sputtering*

Η διαφορά της τεχνικής *RF sputtering* από το *DC sputtering* είναι η χρησιμοποίηση εναλλασσόμενου ρεύματος στην κάθοδο, αντί συνεχούς. Το ρεύμα αυτό θα πρέπει να έχει συχνότητα μεγαλύτερη από 50 KHz, καθώς κάτω από αυτή τη συχνότητα δεν υπάρχουν αισθητές διαφορές της εναλλασσόμενης από την *DC* εκκένωση. Η συχνότητα που έχει καθιερωθεί σε βιομηχανικές, επιστημονικές και ιατρικές χρήσεις από την Federal Communication Commission (FCC) ώστε να αποφεύγονται παρεμβολές στις τηλεπικοινωνίες, και χρησιμοποιείται στο *RF sputtering*, είναι τα 13,56 MHz (περιοχή ραδιοσυχνοτήτων).

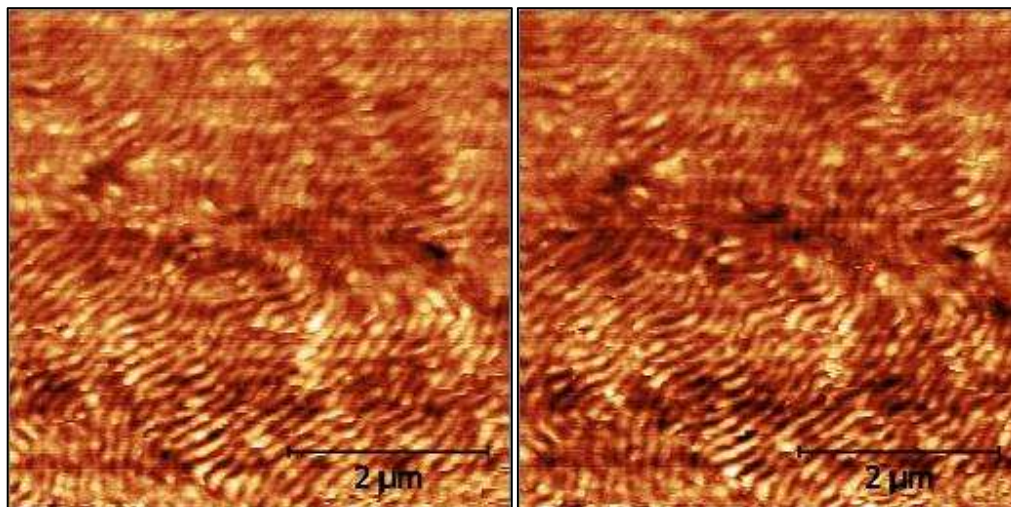
Ο βασικός λόγος που χρησιμοποιείται αυτή η παραλλαγή είναι η αδυναμία επίτευξης *sputtering* σε μονωτικούς στόχους χρησιμοποιώντας συνεχές ρεύμα, λόγω της επιφανειακής φόρτισης του στόχου. Έτσι, η τεχνική *dc sputtering* μπορεί να εφαρμοστεί μόνο σε μεταλλικούς στόχους. Αντιθέτως, η μέθοδος *rf sputtering* δεν έχει αυτό τον περιορισμό, καθώς μπορεί να εφαρμοστεί διαμέσου οποιασδήποτε σύνθετης αντίστασης. Ένα άλλο πλεονέκτημα αυτής της μεθόδου είναι ότι η εναλλασσόμενη τάση δίνει ηλεκτρόνια ρεύματος με μεγαλύτερη κινητικότητα, κάτι που προκαλεί αυξημένες κρούσεις με το ευγενές αέριο, με αποτέλεσμα μεγαλύτερο βαθμό ιονισμού.

5.1.3. Magnetron Sputtering

Η επιπλέον χρήση μαγνητικού πεδίου σε μια διάταξη sputtering κάνει πιο αποδοτική τη χρήση των ηλεκτρονίων και τα εξαναγκάζει να προκαλέσουν εντονότερο ιονισμό. Στις μεθόδους sputtering που αναφέρθηκαν προηγουμένως, υπάρχουν απώλειες ηλεκτρονίων οι οποίες οφείλονται στην επανασύνδεσή τους στα τοιχώματα του θαλάμου. Στο magnetron sputtering, το μαγνητικό πεδίο του magnetron προκαλεί παγίδευση των ηλεκτρονίων κοντά στην επιφάνεια του στόχου, αυξάνοντας έτσι τον ιονισμό του αερίου. Επιπλέον, το μαγνητικό πεδίο αλλάζει τον τρόπο κίνησης των ηλεκτρονίων. Υπό την επίδραση του μαγνητικού πεδίου, τα ηλεκτρόνια διαγράφουν ελικοειδή τροχιά, αυξάνοντας έτσι τη συνολική διαδρομή τους, κάτι που τους δίνει μεγαλύτερη ορμή και επομένως οδηγεί σε υψηλότερο ιονισμό. Παράλληλα, το μαγνητικό πεδίο μειώνει την ταχύτητα των ηλεκτρονίων που πλησιάζουν στα τοιχώματα του θαλάμου, μειώνοντας έτσι τις αντίστοιχες απώλειες. Λόγω αυτών των χαρακτηριστικών, η μέθοδος magnetron sputtering είναι από τις πλέον αποτελεσματικές τεχνικές για εναπόθεση λεπτών πολυστρωματικών υμενίων.

5.2. Πολυστρωματικό Co/Pt-Ni/Pt

Το πολυστρωματικό υμένιο $(\text{Co/Pt})_6/\text{Pt}(1.1\text{nm})/(\text{Ni/Pt})_6$ αποτελείται από 6 λεπτές στρώσεις κοβαλτίου/λευκόχρυσου ακολουθούμενες από 6 στρώσεις νικελίου/λευκόχρυσου, με μία λεπτή στρώση λευκόχρυσου που επιτρέπει την σύζευξη RKKY να παρεμβάλλεται ανάμεσά τους, και τα δύο επιμέρους πολυστρώματα $(\text{Co/Pt})=\text{Co}(0.5\text{nm})/\text{Pt}(1\text{nm})$ και $(\text{Ni/Pt})=\text{Ni}(1.5\text{nm})/\text{Pt}(0.5\text{nm})$ έχουν πάχη στρωμάτων που οδηγούν σε κάθετη ανισοτροπία αλλά το Co/Pt έχει μεγαλύτερο συνεκτικό πεδίο. Αυτό το σύστημα αποτελεί ένα πρότυπο σύνθετο σύστημα σκληρής/μαλακής μαγνητικής φάσης με ασθενή σύζευξη. Η εναπόθεση των υμενίων έγινε με τη μέθοδο magnetron sputtering. Η εναπόθεση του κοβαλτίου έγινε με ρυθμό $0,365 \text{ \AA}/\text{sec}$, στη λειτουργία dc sputtering, με ένταση ρεύματος 0.15 A και ισχύ 50 W . Η εναπόθεση της πλατίνας έγινε με ρυθμό $0,516 \text{ \AA}/\text{sec}$, στη λειτουργία rf sputtering, με ισχύ 120 W . Η εναπόθεση του νικελίου έγινε με ρυθμό $0,582 \text{ \AA}/\text{sec}$, μέσω dc sputtering έντασης ρεύματος 0.15 A .



Σχήμα 5.3: Εικόνες MFM για $(Co/Pt)_6/Pt/(Ni/Pt)_6$.

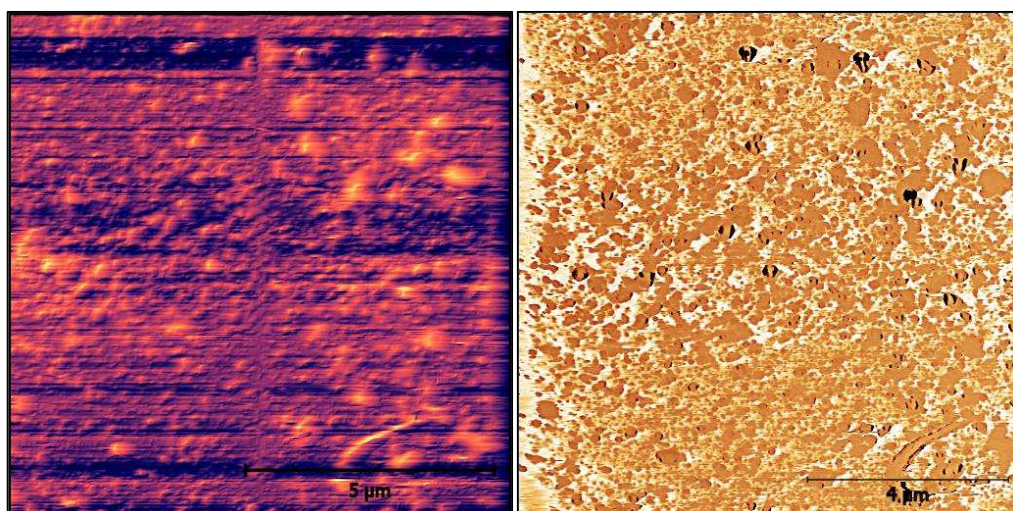
Στο **Σχήμα 5.3** φαίνονται εικόνες MFM για το συγκεκριμένο δείγμα, με σήμα εξόδου φάσης (phase). Το μέγεθος σάρωσης είναι $5 \times 5 \mu\text{m}$. Οι δύο εικόνες έχουν ακριβώς τις ίδιες παραμέτρους, εκτός από τη φορά σάρωσης (από αριστερά προς τα δεξιά η πρώτη, και αντιστρόφως η δεύτερη). Η εναλλαγή φωτεινών και σκοτεινών ραβδώσεων δείχνει την εναλλαγή της φοράς των μαγνητίσεων. Οι εικόνες πρέπει να αποδοθούν σε λαβυρινθοειδή κυμάτωση της μαγνήτισης στο μαλακότερο στρώμα του Ni/Pt οδηγούμενη από την κάθετη ανισοτροπία. Αυτή η δομή με πυκνές περιοχές τύπου ραβδώσεων είναι χαρακτηριστική της χαμηλής ανισοτροπίας του άνω στρώματος.

5.3. Υμένιο κράματος CoW

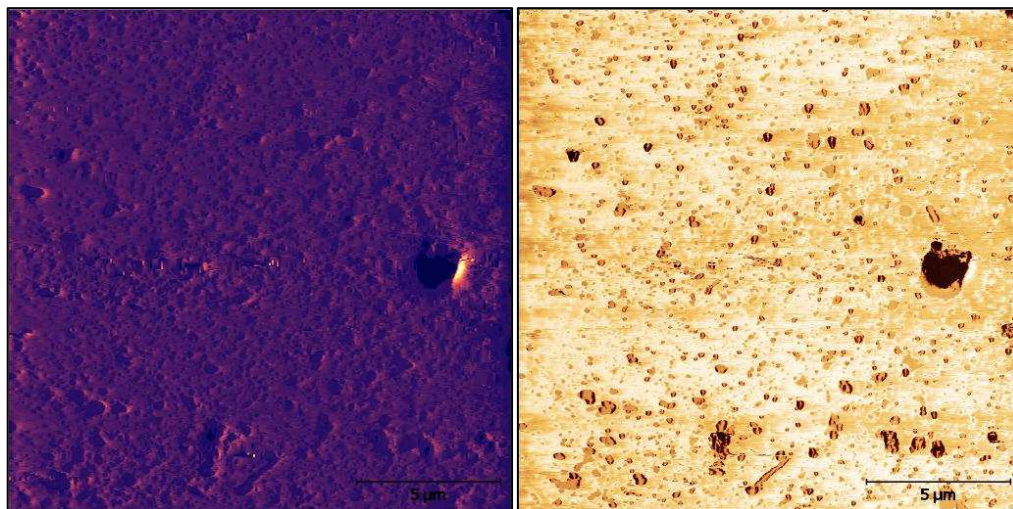
Το υμένιο κράματος CoW με σύσταση Co 90% και W 10% παρασκευάστηκε με magnetron sputtering. Το βολφράμιο είναι ένα 5d στοιχείο με ισχυρή σύζευξη τροχιάς-σπιν, ιδιότητα που μπορεί να αξιοποιηθεί στη μαγνητική εγγραφή καθώς και σε μόνιμους μαγνήτες. Συγκεκριμένα εναποτέθηκαν με συνεξάχνωση από σύστημα magnetron sputtering του οίκου Mantis σε υποστρώματα οξειδωμένου πυριτίου από στόχους Co και W διαμέτρου 3" σε θερμοκρασία δωματίου. Η βασική πίεση που είχε επιτευχθεί στο θάλαμο κενού ήταν $P_b \approx 5 \times 10^{-7} \text{ Torr}$ και η πίεση λειτουργίας (Ar) ήταν $P_w = 3.5 \text{ mTorr}$. Το Co εναποτέθηκε από DC πηγή σε μεταβαλλόμενη ισχύ $P = 57 \text{ W}$ που δίνει ρυθμό εναπόθεσης 0.38 Å/sec και το W από

πηγή RF με προσαρμογή της ισχύος από $P=20\text{W}$ μέχρι 160W που δίνει ρυθμούς εναπόθεσης μέχρι $0.33 \text{ \AA/sec}$. Στα υμένια αυτά κατόπιν ανόπτησης σε θερμοκρασίες μεγαλύτερες των 700°C έχουμε ανάπτυξη ισχυρής ανισοτροπίας στο επίπεδο και φαινομένων υστέρησης στους βρόχους όταν μετρώνται κάθετα στον εύκολο άξονα που μπορούν να πλησιάσουν τα 5kOe . Αυτό δίνει ελπίδα ανάπτυξης κάποιου μηχανισμού μαγνητικής σκληρότητας σε παρόμοια υμένια.. Στο κράμα κυριαρχεί το κοβάλτιο, που κρυσταλλώνεται στο εξαγωνικό ($P6_3/mmc$) σύστημα, με πλεγματικές σταθερές αυξημένες λόγω του βολφραμίου.

Στο **Σχήμα 5.4** φαίνονται εικόνες σήματος τοπογραφίας και φάσης για το δείγμα CoW, με μέγεθος σάρωσης $10 \mu\text{m}$, drive 4%, gain 0.18, set point $-0.016 \mu\text{m}$, scan rate 2 Hz. Η τοπογραφία δείχνει μια σχετικά καθαρή εικόνα, με διάφορους κόκκους να ξεχωρίζουν έντονα. Αυτοί οι κόκκοι πιθανώς να είναι οι κόκκοι του Co_3W , που αποτελεί ξεχωριστή φάση μέσα στο υλικό. Το σήμα της φάσης δεν δείχνει κάποια σαφή μαγνητική εικόνα του υλικού, που να ταιριάζει με κάποια από τις γνωστές μορφές μαγνητικών περιοχών. Αν και κάποια σημεία της εικόνας αντιστοιχούν με τα αντίστοιχα της τοπογραφίας, η εικόνα δεν είναι ακριβώς ίδια, και η διαφορά υποδεικνύει ότι πρόκειται για μαγνητική εικόνα υλικού που εμφανίζει ανισοτροπία. Ο πυκνός σχηματισμός κυκλικών περιοχών που διακρίνεται κάπως θολά στην εικόνα θα μπορούσε να απεικονίζει περιοχές τύπου φυσαλίδας, οι οποίες απαντώνται σε λεπτά υμένια υψηλής ανισοτροπίας.



Σχήμα 5.4: Εικόνες τοπογραφίας και φάσης για το δείγμα υμενίου κράματος CoW.

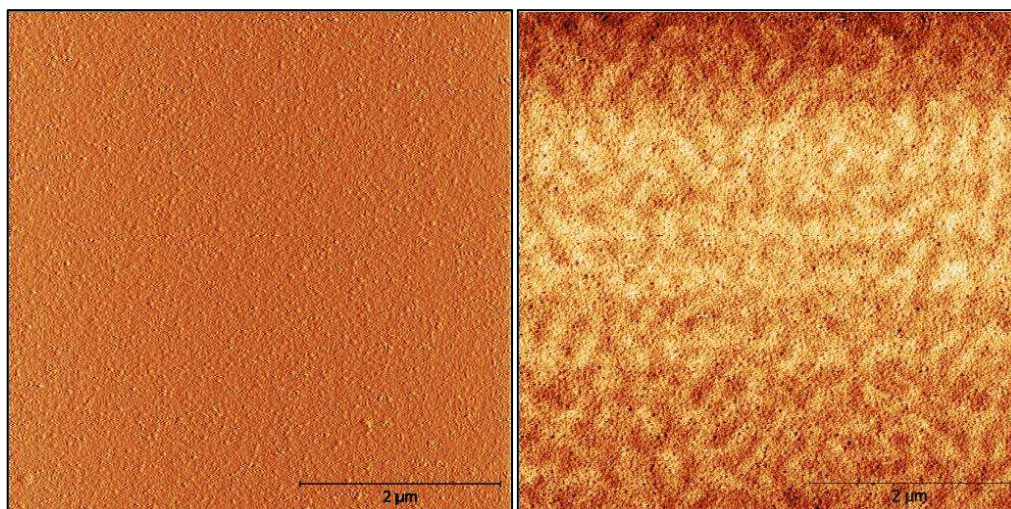


Σχήμα 5.5: Εικόνες τοπογραφίας και φάσης για το CoW.

Στο **Σχήμα 5.5** φαίνεται μια άλλη λήψη σε λίγο μεγαλύτερη περιοχή, με μέγεθος σάρωσης 17.42 μm , drive 4%, gain 0.2, set point -0.02 μm και scan rate 2 Hz. Σε αυτή την περίπτωση, ενώ φαίνεται η ανάγλυφη τοπογραφία, περιλαμβανομένης μιας ατέλειας που φαίνεται δεξιά στο κέντρο, η φάση δεν αναδεικνύει κάποια διαφορετική εικόνα από την τοπογραφία. Τα σημάδια που φαίνονται στη φάση αντιστοιχούν στα αντίστοιχα σημεία της τοπογραφίας. Φαίνονται κάποιες περιοχές να είναι πιο σκιασμένες και άλλες πιο φωτεινές, κάτι που σε περίπτωση που φαινόταν οι μαγνητικές περιοχές, θα υποδείκνυε τη φορά της μαγνήτισης, σε αυτή την περίπτωση όμως δεν είναι αρκετά έντονες αυτές οι σκιάσεις ώστε να θεωρηθούν ως μαγνητικές περιοχές.

5.4. Πολυστρωματικό Si/Pt/(Co/Pt)x20

Το πολυστρωματικό υμένιο Si/Pt(21 nm)/[Co(0.44 nm)/Pt(1 nm)]x20 παρασκευάστηκε με τη μέθοδο magnetron sputtering. Ένα στρώμα λευκόχρυσου πάχους 21 nm εναποτέθηκε πάνω στο υπόστρωμα πυριτίου. Στη συνέχεια εναποτέθηκαν 20 στρώσεις από διστρωματικό Co(0.44 nm)/Pt(1 nm). Άρα το συνολικό πάχος του υμενίου, χωρίς το υπόστρωμα, είναι $21 + (0.44 + 1) \times 20 = 49.8 \text{ nm}$. Ο ρυθμός εναπόθεσης για το Co ήταν 0.365 $\text{\AA}/\text{sec}$ με dc sputtering έντασης 0.15 A και ισχύος 50 W, και για το Pt ήταν 0.516 $\text{\AA}/\text{sec}$ με rf sputtering ισχύος 120 W.

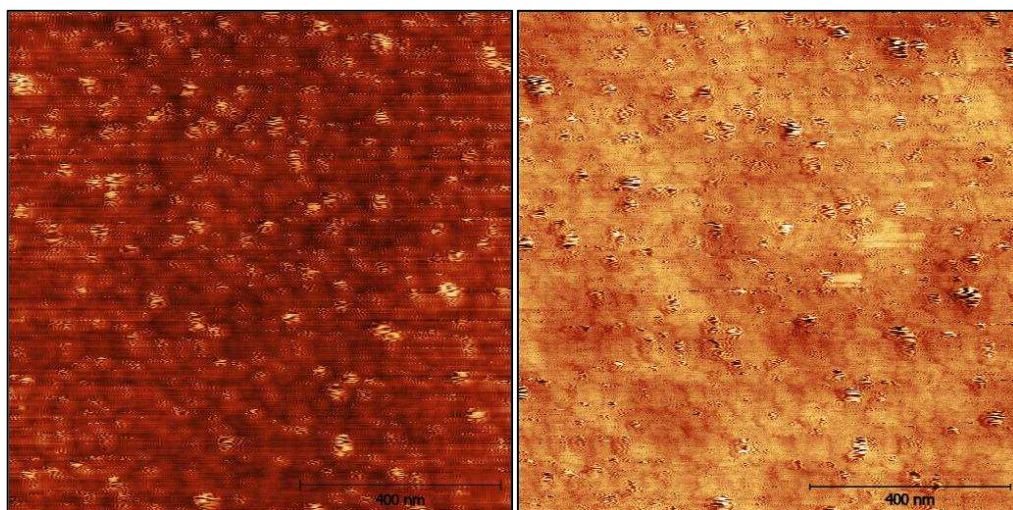


Σχήμα 5.6: Τοπογραφία και φάση του υμενίου $\text{Si/Pt}/(\text{Co/Pt})_{\text{x}20}$, σε περιοχή σάρωσης $5 \times 5 \mu\text{m}$.

Στο **Σχήμα 5.6** φαίνονται εικόνες της τοπογραφίας και φάσης του δείγματος, για μέγεθος σάρωσης $5 \times 5 \mu\text{m}$, drive 6%, gain 0.1, set point -0.08 και scan rate 1 Hz. Το σήμα της τοπογραφίας έχει μια απόλυτα ομαλή μορφή, χωρίς ιδιαίτερες μορφολογίες, ενώ το σήμα της φάσης δείχνει ξεκάθαρα σχηματισμούς που αποτελούν μαγνητικές περιοχές. Το σχήμα τους δεν είναι αυτό των πυκνών λεπτών stripe domains, αλλά μάλλον πλησιάζει στις περιοχές τύπου λαβυρίνθου (maze), που χαρακτηρίζουν λεπτά υμένια με υψηλή κάθετη ανισοτροπία. Οι ανοιχτόχρωμες και σκούρες περιοχές αντιπροσωπεύουν αντίρροπες μαγνητίσεις (πάνω και κάτω). Επομένως, το συγκεκριμένο υλικό παρουσιάζει υψηλή ανισοτροπία, με μικρές μαγνητικές περιοχές, μήκους $1 \mu\text{m}$ ή και λιγότερο, όπως μπορεί να εξαχθεί χονδρικά από την εικόνα.

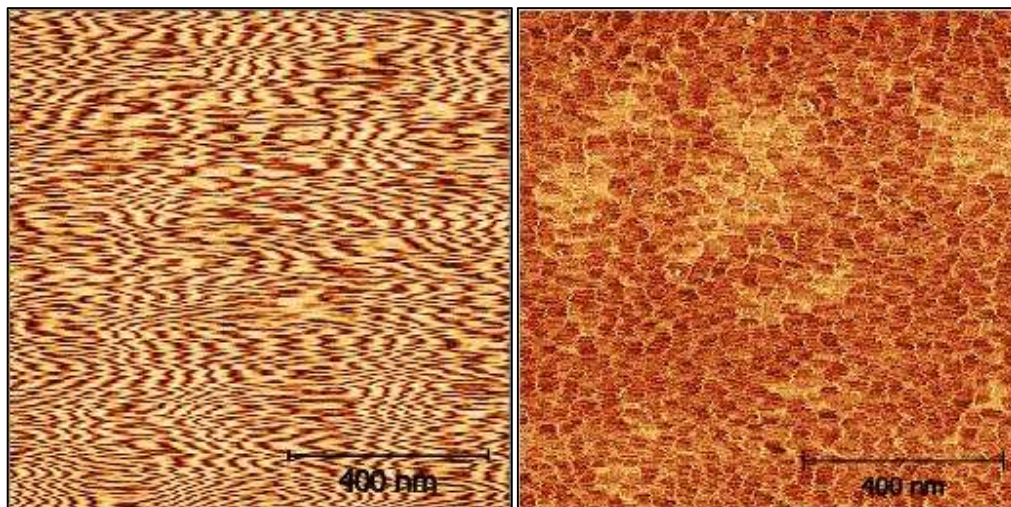
Στο **Σχήμα 5.7** φαίνεται η εικόνα τοπογραφίας και φάσης για την ίδια περιοχή του δείγματος, αλλά με μέγεθος σάρωσης $1 \mu\text{m}$. Οι υπόλοιπες παράμετροι είναι επίσης ίδιες. Παρατηρούμε ότι φαίνεται μια καλή τοπογραφία του υλικού, με τους κόκκους να φαίνονται καθαρά, και μάλιστα να διακρίνεται και κάποια διαβάθμιση στο ύψος. Η εικόνα της φάσης μοιάζει με την τοπογραφία μόνο ως προς το ότι διακρίνονται οι κόκκοι που προφανώς βρίσκονται σε μεγαλύτερο ύψος και ξεχωρίζουν. Κατά τα άλλα διακρίνονται στην επιφάνεια

κάποιες σκούρες περιοχές, σε εναλλαγή με φωτεινότερες, οι οποίες πιθανώς είναι κομμάτια μαγνητικών περιοχών. Καθώς το μέγεθος σάρωσης είναι πολύ μικρό, δεν θα αναμέναμε να φαίνονται περιοχές με τον τρόπο που φαίνονται στο Σχήμα 5.6β.



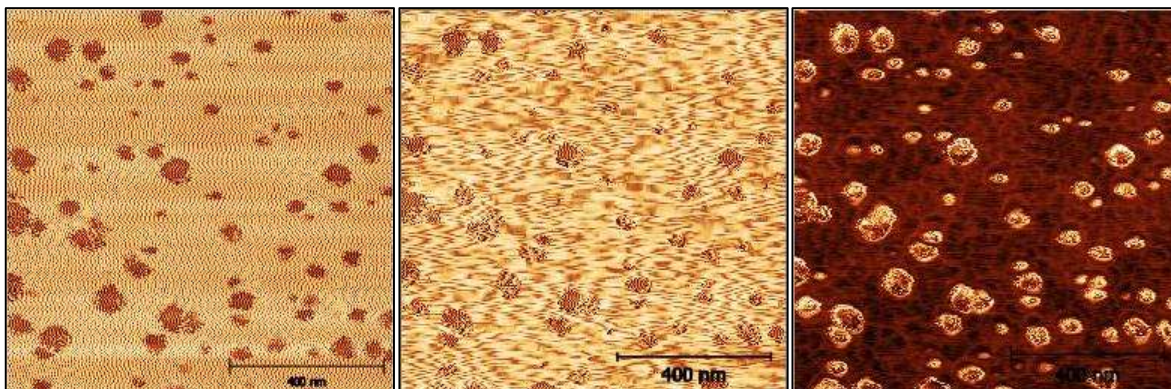
Σχήμα 5.7: Τοπογραφία και φάση του υμενίου $\text{Si/Pt}/(\text{Co/Pt})_{\text{x}20}$, με μέγεθος σάρωσης $1 \times 1 \mu\text{m}$.

Στο **Σχήμα 5.8** φαίνεται άλλο ένα ζεύγος εικόνων του ίδιου δείγματος, από μία διαφορετική περιοχή. Το μέγεθος σάρωσης είναι πάλι $1 \times 1 \mu\text{m}$, το gain 0.2, το set point -0.06 και οι υπόλοιπες παράμετροι ίδιες με τα προηγούμενα. Σε αυτή την περίπτωση, η τοπογραφία βγήκε πολύ κακή, μη δείχνοντας ουσιαστικά τίποτα παρά θόρυβο, που προφανώς οφείλεται στην αυξημένη ενίσχυση σήματος (gain 0.2 από 0.1). Από την άλλη, η εικόνα της φάσης δείχνει πληροφορίες. Διατηρούνται οι σκιάσεις και φωτεινές περιοχές που φαίνονται και στο προηγούμενο σχήμα, που πιθανώς είναι κομμάτια μαγνητικών περιοχών. Ωστόσο, σε αντιδιαστολή με την αντίστοιχη εικόνα του προηγούμενου σχήματος, φαίνεται μία δομή κυψελίδων, διαμέτρου περίπου 40 nm που αντιστοιχούν στους κόκκους του υλικού. Οι μαγνητικές περιοχές περιλαμβάνουν αρκετές δεκάδες κόκκους. Εδώ έχουμε ένα παράδειγμα όπου το σήμα της φάσης δείχνει και τη μικροδομή του υλικού παρότι αυτή δεν διακρίνεται στην τοπογραφία.



Σχήμα 5.8: Τοπογραφία και φάση του Si/Pt/(Co/Pt)x20 σε περιοχή σάρωσης 1x1 μm .

Μία άλλη λήψη από μια τρίτη διαφορετική περιοχή φαίνεται στο **Σχήμα 5.9**. Το μέγεθος είναι πάλι 1 μm . Στην πρώτη εικόνα, φαίνεται η τοπογραφία για set point -0.08. Στη δεύτερη, η τοπογραφία για set point -0.06. Στην τρίτη, η φάση της δεύτερης (set point -0.06). Οι υπόλοιπες παράμετροι είναι ίδιες με προηγουμένως. Η μεσαία φωτογραφία δεν δείχνει καλή τοπογραφία, όπως ακριβώς και η αντίστοιχη στο προηγούμενο σχήμα. Αλλάζοντας μόνο το set point, η τοπογραφία είναι βελτιωμένη, όπως φαίνεται στην πρώτη εικόνα, ενώ όσο ήταν πολύ χαμηλό το set point, ο βραχίονας δεν ταλαντώνονταν αρκετά ώστε να παραγάγει μια καλή εικόνα τοπογραφίας του δείγματος. Το σήμα φάσης, στην τρίτη εικόνα, μοιάζει με το αντίστοιχο του Σχήματος 5.8 ως προς το ότι φαίνονται πάλι οι σχηματισμοί κυψελίδας διαστάσεων νανομέτρων, αλλά αυτή τη φορά φαίνονται και κόκκοι του υλικού, προσδίδοντας μία τρισδιάστατη εμφάνιση στην εικόνα.



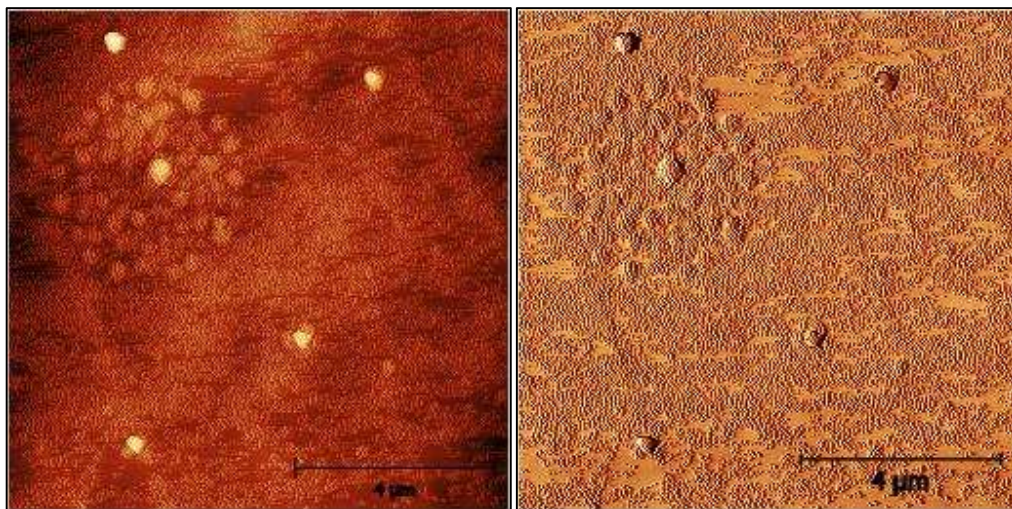
Σχήμα 5.9: Αριστερά: εικόνα τοπογραφίας του Si/Pt/(Co/Pt)x20· κέντρο: τοπογραφία με μειωμένο set point· δεξιά: φάση της προηγούμενης εικόνας. Μέγεθος σάρωσης 1x1 μm .

5.5. Πολυστρωματικό υμένιο Si/PDMS/Pt/(Co/Pt)x20

Το νανοδομημένο πολυστρωματικό υλικό Si/PDMS/Pt(50 nm)/[Co(0.44 nm)/Pt(1 nm)]x20 παρασκευάστηκε με την ίδια μέθοδο sputtering όπως το προηγούμενο υμένιο πάνω σε λιθογραφικά νανοδομημένο στρώμα PDMS⁴, και ακολουθούν ένα στρώμα Pt πάχους 50 nm, και από πάνω 20 στρώσεις από Co(0.44 nm)/Pt(1 nm). Άρα το υμένιο αυτό είναι αρκετά παχύτερο από το προηγούμενο.

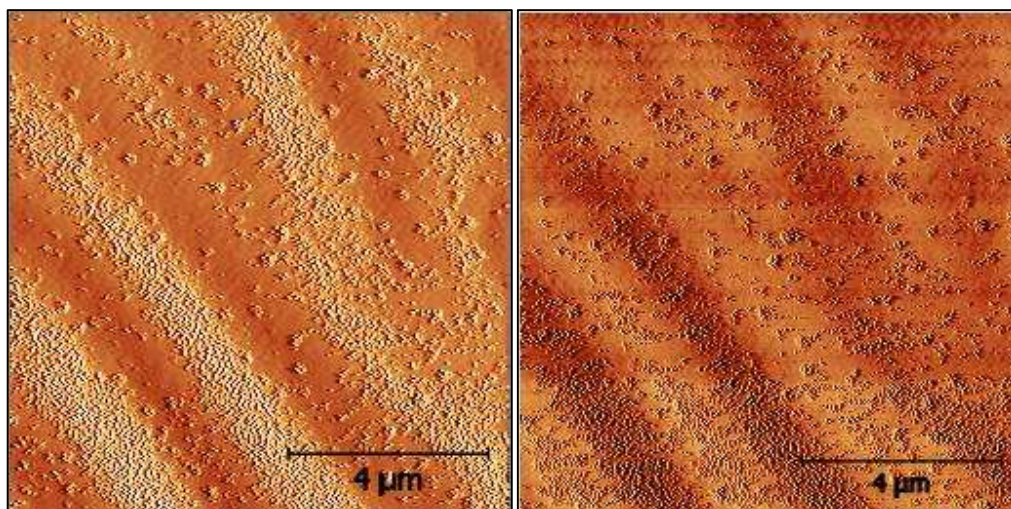
Στο Σχήμα 5.10 φαίνονται οι εικόνες τοπογραφίας και φάσης για περιοχή σάρωσης 10x10 μm , scan rate 1 Hz, gain 0.2, set point -0.225 και drive 4%. Στην τοπογραφία διακρίνονται δομές του υλικού, όπως τα νανοσωματίδια του PDMS. Η φάση είναι παρόμοια με την τοπογραφία· δεν δείχνει κάποιες μαγνητικές περιοχές. Πιθανώς αυτό να οφείλεται στη χαμηλή ανισοτροπία και μεγάλο πάχος του δείγματος.

⁴ PDMS: Το πυριτικό-οργανικό πολυμερές πολυδιμεθυλοσιλοξάνη, με χημικό τύπο $(\text{C}_2\text{H}_6\text{OSi})_n$.



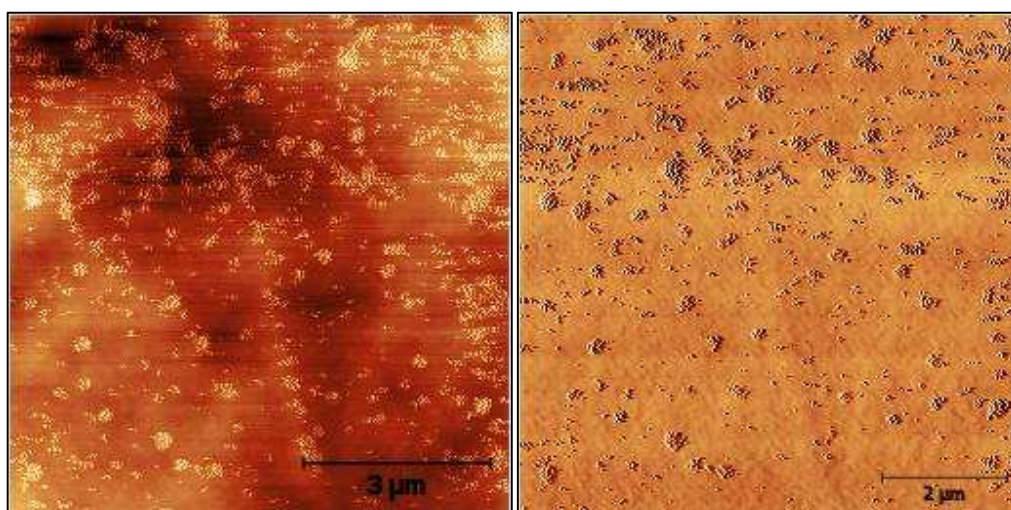
Σχήμα 5.10: Τοπογραφία και φάση για το πολυστρωματικό Si/PDMS/Pt/(Co/Pt) $\times 20$, περιοχή 10x10 μm .

Επόμενες σαρώσεις έγιναν και σε διαφορετικές περιοχές και ρυθμίσεις, όπως αυτές που φαίνονται στο **Σχήμα 5.11**. Το μέγεθος σάρωσης σε αυτό το σχήμα είναι ίδιο, 10 μm , όπως και οι παράμετροι, εκτός του set point που είναι στα -0.215 μm . Και σε αυτή την περίπτωση, τα σήματα τοπογραφίας και φάσης δεν διαφέρουν ιδιαίτερα. Φαίνεται κάποια εναλλαγή σκιασμένων και ανοιχτόχρωμων περιοχών, που πιθανότατα οφείλεται στην τοπογραφία και συγκεκριμένα στην κυμάτωση του ελαστομερούς υποστρώματος λόγω της ελαστικής τάσης που επιβάλει η ανάπτυξη του υμενίου. Οι μαγνητικές δομές είναι δύσκολο να παρατηρηθούν εφόσον τα μαγνητοστατικά πεδία είναι ασθενή και δεν μπορούν να αλληλεπιδράσουν με την ακίδα σε ύψη που υπερβαίνουν τις ισχυρές τοπογραφικές ανωμαλίες της επιφάνειας λόγω της κυμάτωσης του ελαστομερούς.



Σχήμα 5.11: Εικόνες τοπογραφίας και φάσης για το Si/PDMS/Pt/(Co/Pt)x20, περιοχή 10 μm.

Παρομοίως, στο **Σχήμα 5.12** φαίνονται εικόνες τοπογραφίας και φάσης για διαφορετική περιοχή, με μέγεθος σάρωσης 8x8 μm, set point -0.225 και υπόλοιπες παραμέτρους ίδιες. Πάλι, δεν διακρίνονται μαγνητικές περιοχές, διακρίνεται όμως καλή τοπογραφία τρισδιάστατης πληροφορίας. Επίσης, οι 2 εικόνες παρουσιάζουν διαφορά όσον αφορά την πληροφορία του βάθους ιδιαίτερα (στην τοπογραφία φαίνεται έντονα το ύψος-βάθος, στην φάση λείπει η πληροφορία).



Σχήμα 5.12: Τοπογραφία και φάση για το Si/PDMS/Pt/(Co/Pt)x20, σε περιοχή 8x8 μm.

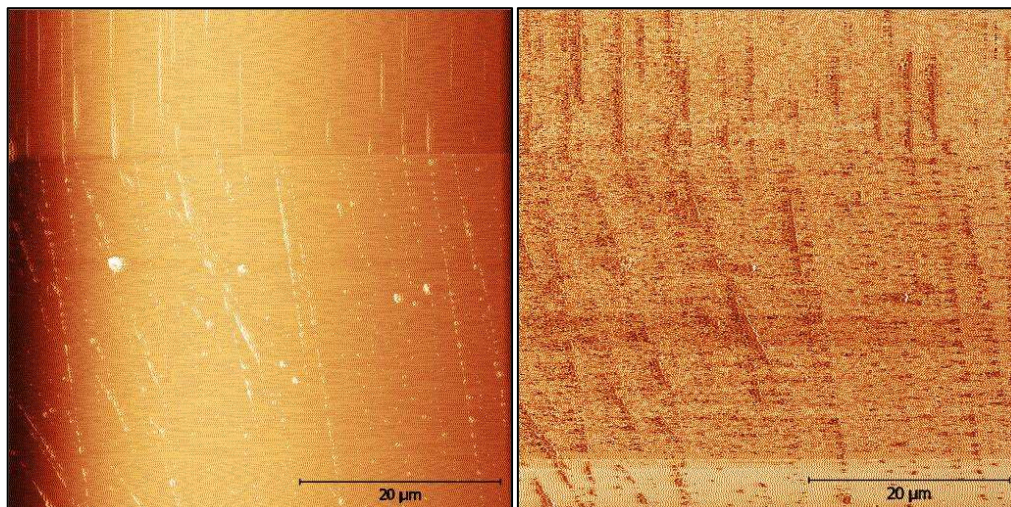
5.6. Πολυστρωματικά υμένια Co/Pt

Τα επόμενα τέσσερα δείγματα που ακολουθούν παρασκευάστηκαν από τους Markou *et al* (2012), και έχουν κοινό τρόπο παρασκευής και βασική σύνθεση, αλλά διαφέρουν ως προς το πάχος των στρώσεων, την εναλλαγή τους και, όσον αφορά τις μαγνητικές τους ιδιότητες, στην μαγνητική ανισοτροπία. Και τα τέσσερα δείγματα συντέθηκαν με την μέθοδο magnetron sputtering, σε θερμοκρασία δωματίου. Πριν την εναπόθεση των υμενίων, ο θάλαμος τέθηκε σε κατάσταση υψηλού κενού 7×10^{-7} Torr. Στο θάλαμο εισήχθη αέριο αργό (Ar) σε πίεση 2.5 mTorr. Τα στρώματα Co εναποτέθηκαν με ρυθμό 0.426 Å/sec μέσω dc sputtering ισχύος 48 W. Τα στρώματα Pt εναποτέθηκαν με ρυθμό 0.523 Å/sec μέσω rf sputtering ισχύος 120 W. Οι στρώσεις Co/Pt εναποτέθηκαν πάνω σε στρώμα νανοσφαιριδίων πολυστυρενίου (PS), με την όλη διάταξη να έχει αναπτυχθεί πάνω σε υπόστρωμα πυριτίου.

5.6.1. Υμένιο [Co(1 nm)/Pt(2 nm)]₈

Το λεπτό αυτό υμένιο (thin), πάχους μόλις 24 nm, παρουσιάζει ενιαία ανισοτροπία κατά το πάχος του. Για πάχη Co μεγαλύτερα του 1 nm πάχους, η κάθετη επιφανειακή ανισοτροπία του υμενίου μεταπίπτει σε επίπεδη λόγω του ότι υπερಿಸχύει η μαγνητοστατική συνεισφορά του σχήματος του υμενίου.

Στο **Σχήμα 5.13** φαίνονται εικόνες τοπογραφίας και φάσης του δείγματος σε περιοχή εμβαδού 50x50 μm. Οι παράμετροι της μέτρησης είναι: scan rate 1 Hz, drive 3%, gain 0.2, set point -0.09 μm. Στην τοπογραφία φαίνονται κάποιες ‘χαρακιές’, οι οποίες φαίνονται ενισχυμένες στην φάση. Αυτό θυμίζει τις «συμπληρωματικές περιοχές» που προσομοιάζουν στην τοπογραφία του υλικού, παρά κανονικές μαγνητικές δομές λόγω ανισοτροπίας. Παρομοίως, σε άλλες μετρήσεις που γίναν σε άλλες περιοχές σάρωσης και με αλλαγή τιμών παραμέτρων, δεν κατέστη δυνατό να φανούν σχηματισμοί μαγνητικών περιοχών.

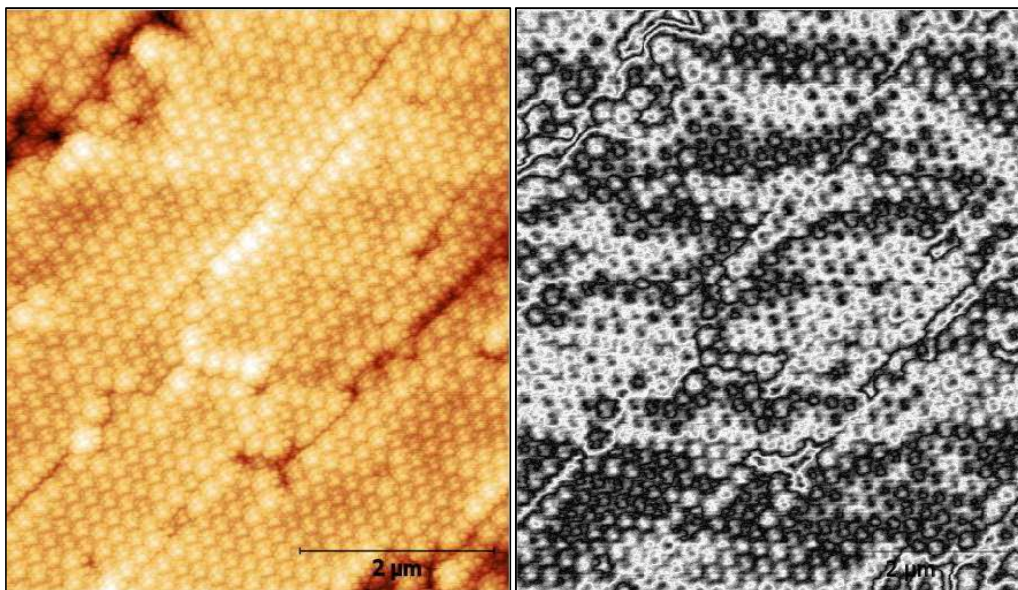


Σχήμα 5.13: Εικόνες τοπογραφίας και φάσης για υμένιο Co/Pt περιοχή 50 μm.

5.6.2. Υμένιο $[\text{Co}(0.6 \text{ nm})/\text{Pt}(2 \text{ nm})]_4/[\text{Co}(1 \text{ nm})/\text{Pt}(2 \text{ nm})]_4$

Το πολυστρωματικό υμένιο $[\text{Co}(0.6 \text{ nm})/\text{Pt}(2 \text{ nm})]_4/[\text{Co}(1 \text{ nm})/\text{Pt}(2 \text{ nm})]_4$ έχει τέτοια δομή που να παρουσιάζει απότομη αλλαγή ομοαξονικής ανισοτροπίας (K_u) κατά μήκος του άξονα z και έχει εναποτεθεί σε νανοσφαίρες πολυστυρενίου. Το $[\text{Co}(0.6 \text{ nm})/\text{Pt}(2 \text{ nm})]_4$ παρουσιάζει θετική K_u λόγω του μικρού πάχους του Co όπου επικρατεί η επιφανειακή ανισοτροπία, ενώ το $[\text{Co}(1 \text{ nm})/\text{Pt}(2 \text{ nm})]_4$ παρουσιάζει σχεδόν μηδενική K_u λόγω του ότι αναιρείται από την μαγνητοστατική συνεισφορά του σχήματος του υμενίου. Το συνολικό πάχος του υμενίου βρίσκεται κάτω από το όριο για σχηματισμό μαγνητικών περιοχών τύπου stripes.

Στο **Σχήμα 5.14** φαίνονται εικόνες για μέτρηση με τις εξής παραμέτρους: μέγεθος σάρωσης 6 μm, drive 6%, gain 0.1, set point -0.163 και scan rate 1.1 Hz. Η πρώτη εικόνα είναι το σήμα τοπογραφίας. Φαίνεται καθαρά η τοπογραφία της επιφάνειας, τα νανοσφαιρίδια, καθώς και ατέλειες πάνω στην επιφάνεια, όπως ρωγμές ή ‘χαράδρες’. Η δεύτερη εικόνα είναι το σήμα z-detector (βλ. Κεφάλαιο 3). Δεν είναι σαφές αν οι εναλλαγές μεταξύ μαύρων και άσπρων περιοχών πρέπει να αντιπροσωπεύουν μαγνητικές περιοχές συσχέτισης των μαγνητίσεων των νανοδομών αλλά κάτι τέτοιο δεν αναμένεται, οπότε μάλλον πρέπει να πρόκειται για περιοχές καλυμμένες με διαφορετικό αριθμό μονοστρωμάτων νανοσφαιρών.

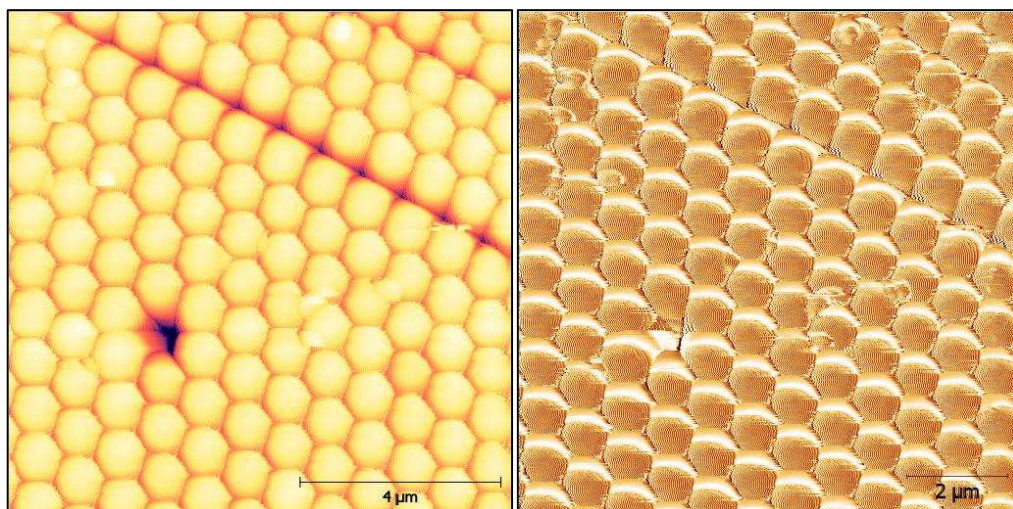


Σχήμα 5.14: Σήμα τοπογραφίας και z-detector για το Co/Pt “thin sharp”, περιοχή 6 μm .

5.6.3. Υμένιο $[\text{Co}(0.6 \text{ nm})/\text{Pt}(2 \text{ nm})]_8/[\text{Co}(1 \text{ nm})/\text{Pt}(2 \text{ nm})]_8$ “thick sharp”

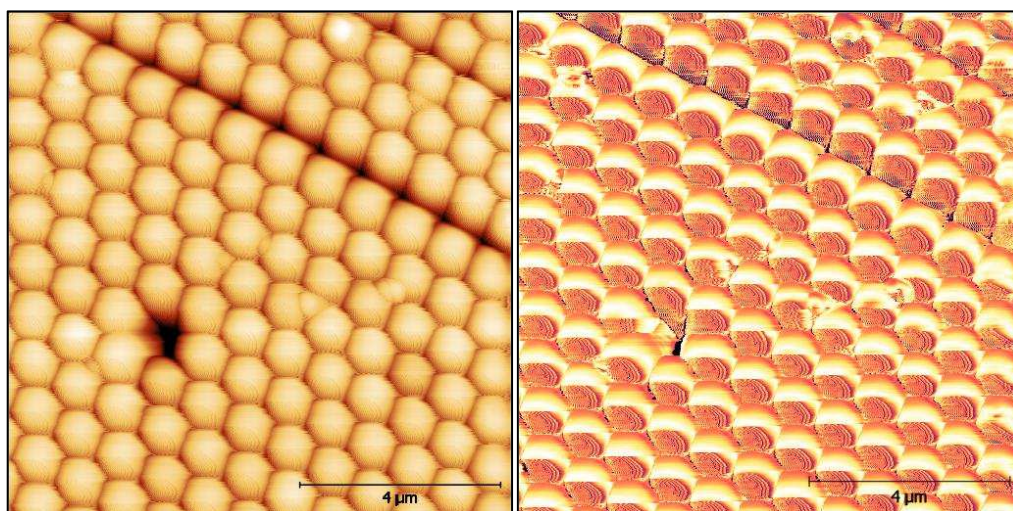
Το πολυστρωματικό υμένιο $[\text{Co}(0.6 \text{ nm})/\text{Pt}(2 \text{ nm})]_8/[\text{Co}(1 \text{ nm})/\text{Pt}(2 \text{ nm})]_8$ έχει πάχος πάνω από το όριο όπου αναμένεται να έχει μαγνητικές περιοχές τύπου stripes, ενώ παρουσιάζει, όπως και το προηγούμενο δείγμα, απότομη εναλλαγή ομοαξονικής ανισotropίας μεταξύ χαμηλής (Co 0.6 nm) και υψηλής (Co 1 nm). Το υμένιο έχει αναπτυχθεί πάνω σε νανοσφαιρίδια PS.

Στο **Σχήμα 5.15** φαίνεται η λήψη τοπογραφίας και φάσης για το δείγμα με παραμέτρους μεγέθους σάρωσης $10 \times 10 \mu\text{m}$, scan rate 1 Hz, drive 5%, gain 0.3 και set point $-0.10 \mu\text{m}$. Το σήμα της φάσης δεν φαίνεται να δείχνει κάποιες μαγνητικές περιοχές, πολλώ δε μάλλον τις περιοχές ραβδώσεων που θα αναμένονταν. Η τοπογραφία όμως δίνει μια πολύ καλή εικόνα, όπου φαίνονται με ακρίβεια τα νανοσφαιρίδια, όπως επίσης και ένα όριο κόκκων (grain boundary), διατρέχοντας διαγώνια την εικόνα, αλλά και μια σημειακή ατέλεια (έλλειψη σφαιριδίου).

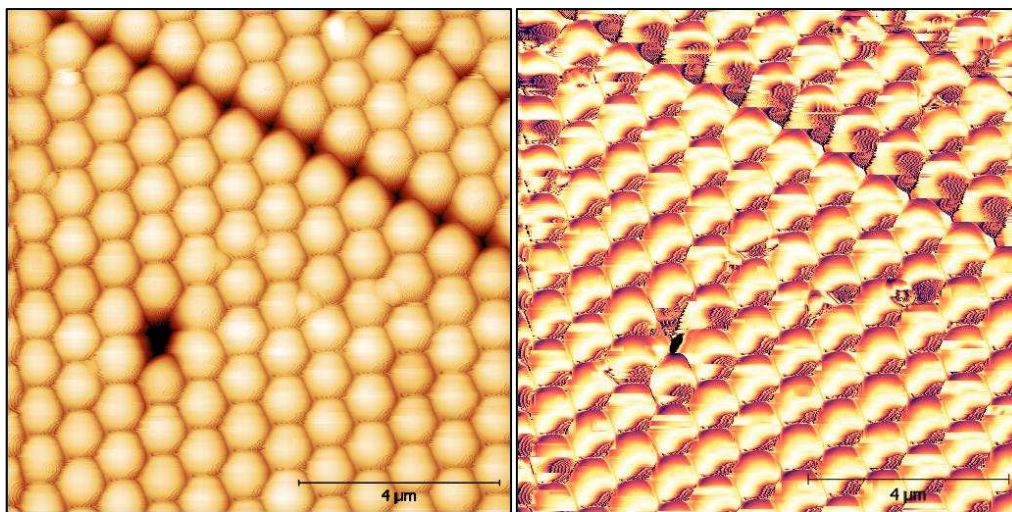


Σχήμα 5.15: Τοπογραφία και φάση του δείγματος Co/Pt “thick sharp”, περιοχή 10 μm.

Στα επόμενα δύο σχήματα, το **Σχήμα 5.16** και το **Σχήμα 5.17**, φαίνονται οι εικόνες τοπογραφίας και φάσης από ίδια μέτρηση. Η διαφορά τους είναι ότι στο πρώτο σχήμα η φορά σάρωσης είναι $x \rightarrow y$ ενώ στο δεύτερο η αντίθετη, $y \rightarrow x$. Η μόνη παράμετρος που διαφέρει από το Σχήμα 5.15 είναι το set point, που είναι στο -0.06. Οι δύο τοπογραφίες βλέπουμε ότι δεν διαφέρουν μεταξύ τους. Απεναντίας, οι δύο φάσεις διαφέρουν μεταξύ τους.



Σχήμα 5.16: Τοπογραφία και φάση του Co/Pt “thick sharp”, με φορά $x \rightarrow y$, περιοχή 10x10 μm.

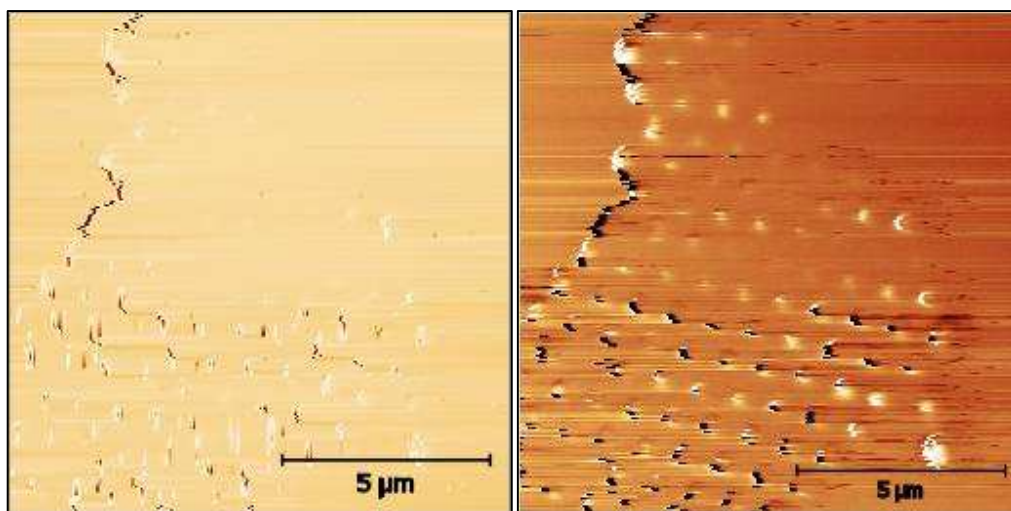


Σχήμα 5.17: Τοπογραφία και φάση του Co/Pt “thick sharp”, με φορά $y \rightarrow x$, περιοχή $10 \times 10 \mu\text{m}$.

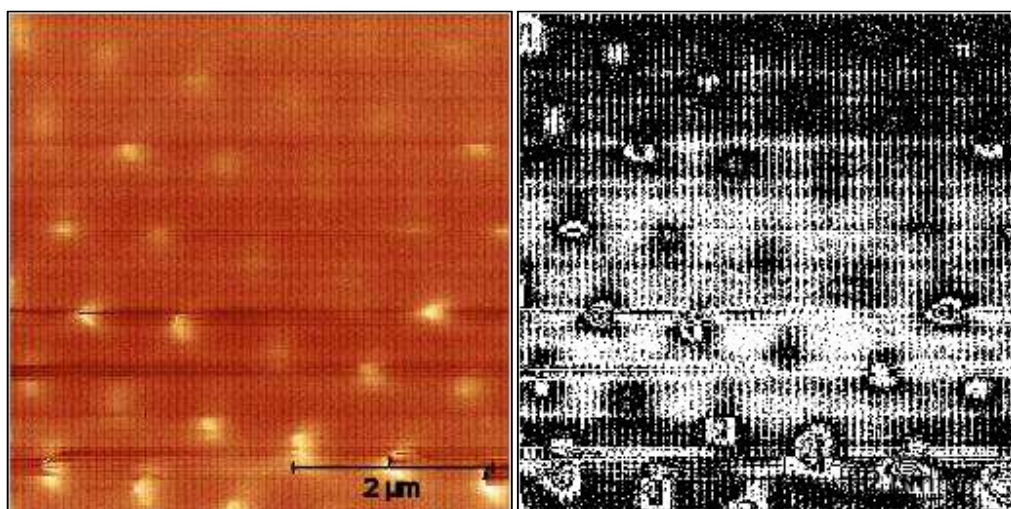
5.6.4. Πολυστρωματικό $[\text{Co}(x_i)/\text{Pt}]_{16}$

Το τελευταίο δείγμα έχει την εξής δομή: $[\text{Co}(x_i)/\text{Pt}]_{16}$, με $x_i = 1 + \frac{i-1}{15}(0.6 - 1)$ (σε nm). Αυτή η διάταξη σημαίνει ότι έχουμε ένα υμένιο με βαθμωτή (graded) μείωση του πάχους του Co και, επομένως, αύξηση της κάθετης ανισοτροπίας του. Συγκεκριμένα, ξεκινώντας από $i=1$, έχουμε $x_1=1$ nm, άρα το πρώτο στρώμα είναι $[\text{Co}(1 \text{ nm})/\text{Pt}]$. Για $i=2$, $x_2=0.973$ nm· άρα το δεύτερο στρώμα είναι $[\text{Co}(0.973 \text{ nm})/\text{Pt}]$, και ούτω καθεξής, μέχρι $i=16$, δηλαδή μέχρι το 16^ο και τελευταίο στρώμα του υμενίου, το οποίο θα είναι $[\text{Co}(0.6 \text{ nm})/\text{Pt}]$. Εδώ έχει αφαιρεθεί το στρώμα σφαιρών του πολυστυρενίου ώστε να δημιουργηθούν τριγωνικές νανονησίδες πριν τις μετρήσεις στο MFM.

Στο **Σχήμα 5.18** φαίνεται το σήμα τοπογραφίας και φάσης για το δείγμα. Το μέγεθος σάρωσης είναι $12 \times 12 \mu\text{m}$, το gain 0.2, scan rate 1 Hz, drive 4% και set point $-0.21 \mu\text{m}$. Ενώ η τοπογραφία δείχνει ελάχιστη πληροφορία, η φάση δείχνει καθαρά τα σημεία που προφανώς αντιστοιχούν στα σημεία όπου βρισκόταν το υπόστρωμα νανοσφαιριδίων που αφαιρέθηκε.



Σχήμα 5.18: Τοπογραφία και φάση του Co/Pt “thick graded”, περιοχή 12 μm .



Σχήμα 5.19: Σήμα φάσης (χρώμα και ασπρόμαυρο) του Co/Pt “thick graded”, περιοχή 5 μm .

Στο **Σχήμα 5.19** είναι το σήμα φάσης για το ίδιο δείγμα, στην ίδια περιοχή, αλλά με μέγεθος σάρωσης 5x5 μm . Οι υπόλοιπες παράμετροι είναι ίδιες.

6. ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

Στην εργασία χρησιμοποιήθηκε η τεχνική μικροσκοπίας AFM/MFM για να μελετηθούν ως προς την τοπογραφία και τις μαγνητικές τους δομές, διάφορα προηγμένα μαγνητικά υλικά, που δύνανται να βρουν εφαρμογή στην μικροηλεκτρονική, την σπιντρονική και την νανοτεχνολογία γενικότερα. Ανακεφαλαιώνοντας, η μελέτη των υλικών, και η εξοικείωση με την μικροσκοπία AFM/MFM, παρήγαγε τα εξής συμπεράσματα:

- Στο υλικό Co/Pt-Ni/Pt παρατηρήθηκαν πυκνές περιοχές τύπου ραβδώσεων στο μαλακότερο στρώμα του Ni/Pt οδηγούμενες από την χαμηλή κάθετη ανισοτροπία.
- Στο κράμα CoW λόγω της επίπεδης ανισοτροπίας δεν κατέστη δυνατό να παρατηρηθούν μαγνητικά χαρακτηριστικά με αδιαμφισβήτητο τρόπο.
- Το πολυστρωματικό υμένιο Si/Pt/(Co/Pt)₂₀ έδειξε περιοχές τύπου λαβυρίνθου (maze), χαρακτηριστικό λεπτών υμενίων με υψηλή ανισοτροπία και έγινε δυνατό ακόμα και να παρατηρηθεί η δομή των κόκκων.
- Στο υμένιο Si/PDMS/Pt/(Co/Pt)₂₀ επικρατούν χαρακτηριστικά που οφείλονται στην κυμάτωση του ελαστομερούς υποστρώματος λόγω της ελαστικής τάσης που επιβάλλει η ανάπτυξη του υμενίου. Η ύπαρξη του επιπρόσθετου PDMS συμπεραίνεται ότι υποβάθμισε τις μαγνητικές ιδιότητες του υλικού καθώς επηρέασε την τελειότητα της στρωματικής δομής. Οι μαγνητικές δομές ήταν δύσκολο να παρατηρηθούν εφόσον τα μαγνητοστατικά πεδία είναι ασθενή και δεν μπορούν να αλληλεπιδράσουν με την ακίδα σε ύψη που υπερβαίνουν τις τοπογραφικές ανωμαλίες της επιφάνειας.
- Σε υμένια κάθετης ανισοτροπίας που είχαν εναποτεθεί σε νανοσφαίρες παρατηρήθηκε κυρίως η τοπολογία της διάταξης των νανοσφαιρών, το μήκος συνάφειάς της και η ύπαρξη διστρωμάτων.
- Είναι πολύ ευκολότερο να ληφθεί καλή εικόνα της τοπογραφίας ενός δείγματος, παρά μαγνητική εικόνα. Παρότι η κύρια προσπάθεια ήταν να ληφθούν εικόνες σε αρκετό ύψος ώστε να απεικονισθούν τα μαγνητικά χαρακτηριστικά, η μελέτη της τοπογραφίας των υλικών με μικροσκοπία σάρωσης ήταν και αυτή ένα από τα αντικείμενα αυτής της εργασίας, οπότε οι καθαρές εικόνες τοπογραφίας που λήφθηκαν ήταν ένα θετικό

αποτελεσμα, που δείχνει την χρησιμότητα της μεθόδου για την παρατήρηση υλικών σε νανοκλίμακα.

- Στις περιπτώσεις που οι μαγνητικές δομές δεν ήταν καθαρές, ή δεν εμφανίστηκαν καθόλου, ενδέχεται να έπαιξαν ρόλο και άλλοι παράγοντες, όπως η προετοιμασία του δείγματος. Αν και η μικροσκοπία AFM/MFM θεωρείται ότι δεν απαιτεί ειδική προετοιμασία του δείγματος, στην πράξη φάνηκε ότι η κατάσταση του δείγματος παίζει μεγάλο ρόλο. Έτσι, ένα δείγμα με όχι ευθεία επιφάνεια, με πολλά κοιλώματα ή απότομες εναλλαγές ύψους, ή με σοβαρές ατέλειες/ζημιές στην επιφάνεια, δυσκολεύει την παρατήρησή του και την επιτυχή λήψη πληροφοριών για τοπογραφία και, πολύ περισσότερο, για μαγνητικές δομές. Ένας τελευταίος παράγοντας που πιθανώς έπαιξε ρόλο στη μη εμφάνιση περιοχών ενδέχεται να ήταν και η έλλειψη πρότερης εξοικείωσης με την μέθοδο.
- Συμπερασματικά, η μέθοδος χαρακτηρισμού AFM/MFM είναι μια πολύ αποτελεσματική μέθοδος μελέτης υλικών στις μικρο- και νανο-διαστάσεις. Αν και στην βιβλιογραφία χαρακτηρίζεται ως «απλή» ή «εύκολη» μέθοδος, στην πράξη πρόκειται για τεχνική που απαιτεί χρόνο για εξοικείωση στη χρήση, καθώς και πολύ καλό θεωρητικό υπόβαθρο λόγω των πολλών παραμέτρων και ρυθμίσεων που περιλαμβάνονται στη χρήση της, καθώς και της τεράστιας ποικιλίας δειγμάτων που μπορεί να μελετηθούν με αυτή την μέθοδο. Σε κάθε περίπτωση, πρόκειται να συνεχίσει να αποτελεί αναπόσπαστο μέρος της Επιστήμης Υλικών και του κλάδου της που θα κυριαρχήσει τα επόμενα χρόνια, της Νανοτεχνολογίας. Τα όρια μιας τεχνολογίας σύνθεσης υλικών καθορίζονται από τα όρια των μεθόδων παρατήρησης των υλικών αυτών. Όσο η νανοτεχνολογία προχωράει σε ακόμη μικρότερες διαστάσεις, το ίδιο αναμένεται να συμβεί και με την αναλυτική ικανότητα των τεχνικών χαρακτηρισμού όπως η μικροσκοπία AFM και MFM.

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

Συγγράμματα

1. Α. ΑΥΓΕΡΟΠΟΥΛΟΣ: *Τεχνικές Χαρακτηρισμού TEM-SEM-AFM* (σημειώσεις), Πανεπιστήμιο Ιωαννίνων, 2014.
2. W.D. CALLISTER: *Επιστήμη και Τεχνολογία Υλικών*, 5^η Έκδοση, Εκδόσεις Τζιόλα, 2004.
3. J.M.D. COEY: *Magnetism and Magnetic Materials*, Cambridge University Press, 2010.
4. P. EATON, P. WEST: *Atomic Force Microscopy*, Oxford University Press, 2010.
5. S. GIBILISKO: *Το Μεγάλο Αγγλοελληνικό Λεξικό Ηλεκτρονικής-Ηλεκτρολογίας*, 7^η Έκδοση, Εκδόσεις Τζιόλα, 2004.
6. A. HUBERT, R. SCHÄFER: *Magnetic Domains: The Analysis of Magnetic Microstructures*, Springer Berlin, 2009.
7. R.C. O'HANDLEY: *Modern Magnetic Materials*, John Wiley & Sons, 2000.
8. Σ. ΛΟΓΟΘΕΤΙΔΗΣ: *Τεχνολογία Λεπτών Υμενίων και Επιφανειών*, Πανεπιστημιακό Τυπογραφείο Ιωαννίνων, 2005.
9. Ε.Ν. ΟΙΚΟΝΟΜΟΥ: *Φυσική Στερεάς Κατάστασης*, Τόμος II, Πανεπιστημιακές Εκδόσεις Κρήτης, 2003.
10. Κ. ΜΠΕΛΤΣΙΟΣ: *Πολυμερή – Στερεά – Διάλυμα* (σημειώσεις), Πανεπιστήμιο Ιωαννίνων, 2015.
11. Ι. ΠΑΝΑΓΙΩΤΟΠΟΥΛΟΣ: *Μαγνητικά Υλικά και Υπεραγωγοί*, Πανεπιστημιακό Τυπογραφείο Ιωαννίνων, 2005.
12. Π. ΠΑΤΣΑΛΑΣ: *Επιστήμη Επιφανειών και Τεχνολογία Λεπτών Υμενίων* (σημειώσεις), Πανεπιστήμιο Ιωαννίνων, 2012.
13. D. SARID: *Scanning Force Microscopy, Revised Edition*, Oxford University Press, 1994.
14. D. SELLMYER, R. SKOMSKI (Edt.): *Advanced Magnetic Nanostructures*, Springer Science+Business Media, 2006.
15. AutoProbe CP-R manuals, volumes 1 & 2, Veeco Metrology Group, 2001.

Σειρές

1. F.A. Ferri *et al*: *Magnetic Force Microscopy: Basic Principles and Applications* [V. BELLITTO (Edt.): *Atomic Force Microscopy*, InTech, 2012].
2. A. Thianville, J. Miltat, J.M Garcia: *Magnetic Force Microscopy: Images of Nanostructures and Contrast Modelling* [H. HOPSTER, H.P. OEPEN (Eds.): *Magnetic Microscopy of Nanostructures*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2005]
3. A. Wadas: *Magnetic Force Microscopy* [S. AMELINCKX *et al* (Eds.): *Handbook of Microscopy, Volume 2*, VCH, 1997].

Δημοσιεύσεις

1. Angelakeris M. *et al*, Structural and spectroscopic magneto-optic studies of Pt-Ni multilayers, *Journal of Applied Physics* **82** (1997) 5640-5645.
2. Binnig G., Quate C.F., Gerber Ch., Atomic Force Microscope, *Physical Review Letters* **56** (1986) 930-933.
3. Cichomski M., Szmaja W., MFM and AFM study of thin cobalt films modified by fluorosilane, *Applied Physics A* **102** (2011) 339-343.
4. De Lozanne A., Application of magnetic force microscopy in nanomaterials characterization, *Microscopy Research and Technique* **69** (2006) 550-562.
5. Folks L., Woodward R.C., The use of MFM for investigating domain structures in modern permanent magnet materials, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials (JMMM)* **190** (1998) 28-41.
6. Gautreau O. *et al*, Piezoresponse force microscopy and magnetic force microscopy characterization of γ -Fe₂O₃-BiFeO₃ nanocomposite/Bi_{3.25}La_{0.75}Ti₃O₁₂ multiferroic bilayers, *JMMM* **321** (2009) 1799-1802.
7. Grütter P. *et al*, Magnetic force microscopy of magnetic materials, *Ultramicroscopy* **47** (1992) 393-399.
8. Grütter P. *et al*, Application of atomic force microscopy to magnetic materials, *Journal of Vacuum Science & Technology A* **6** (1988) 279-282.

9. Hartmann U., Magnetic force microscopy, *Annual Review of Materials Science* **29** (1999) 53-87.
10. Hartman U., High-resolution magnetic imaging based on scanning probe techniques, *JMMM* **157/158** (1996) 545-549.
11. Hartmann U. et al, Magnetic force microscopy: current status and future trends, *JMMM* **101** (1991) 263-270.
12. Hoffmann R. et al, Perpendicular magnetic domains of a thin Ag/Fe/Ag film observed by magnetic force microscopy at room temperature, *JMMM* **250** (2002) 32-38.
13. Honda Y. et al, MFM study of magnetic interaction between recording and soft magnetic layers, *JMMM* **235** (2001) 126-132.
14. Hsieh C.T. et al, Magnetic force microscopy studies of domain walls in nickel and cobalt films, *Applied Surface Science* **252** (2005) 1899-1909.
15. Hubert A. et al, Imaging magnetic charges with magnetic force microscopy, *Physica Status Solidi (b)* **204** (1997) 817-828.
16. Ishio S. et al, Domain structure movement in L1₀ FePt islands observed by in situ MFM, *JMMM* **272-276** (2004) e819-e821.
17. Jalli J. et al, MFM studies of magnetic domain patterns in bulk barium ferrite (BaFe₁₂O₁₉) single crystals, *JMMM* **323** (2011) 2627-2631.
18. Koblishka M.R. et al, Resolving nanostructures in the 10-nm range using MFM at ambient conditions, *Materials Science and Engineering C* **23** (2003) 747-751.
19. Koblishka M.R. et al, Improving the lateral resolution of the MFM technique to the 10 nm range, *JMMM* **272-276** (2004) 2138-2140.
20. Koch S.A. et al, Magnetic force microscopy on cobalt nanocluster films, *Applied Surface Science* **226** (2004) 185-190.
21. Markou A. et al, Magnetic properties of Co films and Co/Pt multilayers deposited on PDMS nanostructures, *JMMM* **321** (2009) 2582-2586.
22. Markou A. et al, Magnetization reversal in graded anisotropy Co/Pt multilayers: A first order curve study, *Journal of Applied Physics* **112** (2012) 123914.
23. Martin Y. et al, High-resolution magnetic imaging of domains in TbFe by force microscopy, *Applied Physics Letters* **52** (1988) 244.

24. May S.J. et al, Direct observation of room temperature magnetism in (In,Mn)As thin films by magnetic force microscopy, *Applied Surface Science* **252** (2006) 3509-3513.
25. Melo L.V., Brogueira P., Magnetic dynamic behavior of nanomagnets studied by Magnetic Force Microscopy with external field, *Materials Science and Engineering C* **23** (2003) 935-938.
26. Nenadovic M. et al, Quantification of the lift height for magnetic force microscopy using 3D surface parameters, *Applied Surface Science* **256** (2010) 1652-1656.
27. Neu V. et al, A local magnetization study of epitaxial Nd-Fe-B films by magnetic force microscopy, *JMMM* **290-291** (2005) 1263-1266.
28. Pang Z.Y. et al, Microstructure and magnetic microstructure of $\text{Pr}_{60}\text{Al}_{10}\text{Ni}_{10}\text{Cu}_{20-x}\text{Fe}_x$ ($x=0, 4, 10, 15, 18$) alloys observed by magnetic force microscopy, *JMMM* **288** (2005) 478-482.
29. Pei W.L. et al, Incoherent magnetization reversal in Co-Pt nanodots investigated by magnetic force microscopy, *Acta Materialia* **59** (2011) 4818-4824.
30. Porthun S. et al, Magnetic force microscopy of thin film media for high density magnetic recording, *JMMM* **182** (1998) 238-273.
31. Proksch R., Recent advances in magnetic force microscopy, *Current Opinion in Solid State & Materials Science* **4** (1999) 231-236.
32. Qin D.H. et al, Magnetic force microscopy of magnetic domain structure in highly ordered Co nanowire arrays, *Chemical Physics Letters* **350** (2001) 51-56.
33. Sáenz J.J. et al, Observation of magnetic forces by the atomic force microscope, *Journal of Applied Physics* **62** (1987) 4293-4295.
34. Schreiber S. et al, Magnetic force microscopy of superparamagnetic nanoparticles, *Small* **4**, No.2 (2008) 270-278.
35. Szmaja W. et al, Magnetic force microscopy investigation of the domain structure of nanocomposite $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}_3\text{B}$ magnets, *Acta Materialia* **59** (2011) 531-536.
36. Szmaja W. et al, Imaging domains of hard magnetic materials by SEM and MFM, *Vacuum* **81** (2007) 1367-1370.
37. Szmaja W. et al, MFM investigation of the domain structure of cobalt single crystals, *Czechoslovak Journal of Physics* **54** (2004) D249-252.

38. Wang Z.H. et al, MFM studies of microstructure and magnetic properties of iron thin films prepared by sputtering, *Ultramicroscopy* **105** (2005) 343-346.
39. Zhang Y., Magnetic force microscopy of iron oxide nanoparticles and their cellular uptake, *Biotechnology Progress* **25** (2009) 923-928.
40. Zhu X., Grütter P., Imaging, manipulation and spectroscopic measurements of nanomagnets by magnetic force microscopy, *MRS Bulletin*, **7** (2004) 457-462.