ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ КАЗАНСКИЙ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ ИМ. Е.К.ЗАВОЙСКОГО КАЗАНСКОГО НАУЧНОГО ЦЕНТРА РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

На правах рукописи

Бизяев Дмитрий Анатольевич

СОЗДАНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ МАГНИТНЫХ МИКРО– И НАНОСТРУКТУР МЕТОДАМИ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ

01.04.11 – Физика магнитных явлений

диссертация на соискание ученой степени

кандидата физико-математических наук

научный руководитель:

доктор физико-математических наук

А. А. Бухараев

КАЗАНЬ 2017

Оглавление:

Введение 4

Глава 1. Литературный обзор 15

1.1. Сканирующая зондовая литография 15

1.2. Коэрцитивная сила магнитных зондов и методы ее определения 23

1.3. Нанопроволоки под действием электрического тока 34

1.3.1. Температура Кюри и методы ее определения 35

1.3.2. Движение доменной стенки в нанопроволоке под действием протекающего тока 37

Глава 2. Описание экспериментальных установок и методов 43

2.1. Используемые приборы, установки и их модификации 43

2.2. Получение пленок для масок на поверхности подложки 45

2.3. Изготовление магнитных образцов 47

2.4. Использование электрического потенциала или тока 49

Глава 3. Сканирующая зондовая литография 54

3.1. Сканирующая зондовая литография толстых полимерных пленок для создания массива частиц 55

3.2. Сканирующая зондовая литография толстых полимерных пленок для создания нанопроволок или прямоугольных частиц 63

3.3. Исследование локально-индуцированных состояний, сформированных АСМ зондом в лантан-стронциевых манганитах, в зависимости от времени воздействия и внешнего магнитного поля 73

3.4. Выводы по 3 главе 81

Глава 4. Коэрцитивная сила магнитных зондов, используемых в магнитно-силовой микроскопии 83

4.1. Определению коэрцитивной силы магнитных зондов по профилю МСМ изображения 84

4.2. Моделирование МСМ изображения в сильных магнитных полях 99

4.3. Выводы по 4 главе 102

Глава 5. Металлические магнитные нанопроволоки под действием электрического тока 103

5.1. Магнитная структура нанопроволок под действием тока высокой плотности 103

5.1.1. Метод определения температуры Кюри нанопроволоки с помощью вольт-амперных характеристик 106

5.1.2. Влияние протекающего импульса тока высокой плотности на доменную структуру Ni нанопроволоки 110

5.1.3. Влияние нагрева на доменную структуру Ni нанопроволоки, компьютерное моделирование 117

5.2. Выводы по 5 главе 123

Заключение 125

Список условных обозначений и сокращений 127

Список публикаций автора по теме диссертации 128

Цитируемая литература 133

Введение

Актуальность работы:

Возрастающий интерес к получению и исследованию металлических ферромагнитных частиц или проволок микронного и нанометрового масштаба обусловлен широким спектром их применения. Наиболее актуальным направлением является создание различного рода магнитных датчиков или сред, используемых в носителях информации, а также в устройствах спинтроники [1, 2]. Помимо паттернированных систем из отдельно расположенных ферромагнитных частиц в качестве среды для записи информации в последнее время предлагается использовать кристаллы (например, сегнетоэлектрики или манганиты), на поверхности которых можно создавать нанометровые области, обладающие особыми свойствами [3]. Интенсивное развитие сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) привело к появлению новых методов исследования поверхности и формирования структур. Например, для получения на поверхности подложки отдельно расположенных частиц широко используется сканирующая зондовая литография (СЗЛ) [4-6]. Латеральные размеры и конфигурация структур, получаемых методом СЗЛ, сопоставимы с размерами и конфигурацией структур, сформированными при использовании электронно-лучевой литографии [7]. Однако в большинстве случаев таких результатов с помощью СЗЛ удается добиться только на тонких полимерных пленках. И, как следствие этого, структуры, получаемые в конечном итоге, имеют малую толщину. Для формирования более толстых объектов с малыми латеральными размерами необходимо, соответственно, использовать толстые (более 100 нм) полимерные пленки, что приводит к затруднению использования стандартных методов СЗЛ. Решение проблем при создании наноструктур высокого качества, связанных с использованием стандартных методов СЗЛ при формировании масок в толстых полимерных пленках, является актуальной задачей.

В последние годы получило широкое развитие одно из направлений СЗЛ – зарядовая зондовая литография. Она основана на локальном действии электрического потенциала иглы микроскопа на электрофизические свойства поверхности образца, который является диэлектриком или полупроводником. В результате такого воздействия на поверхности образца образуются зарядовые области, которые сохраняются значительное время [3, 8]. Это позволяет использовать такие образцы в качестве устройств памяти. Визуализация зарядовых областей осуществляется с помощью СЗМ, работающего в режиме Кельвин-зондовой микроскопии (КЗМ). В настоящее время процессы записи, перезаписи и релаксации зарядовых областей слабо изучены [3, 8]. Кроме того, мало данных по влиянию внешних факторов, таких как время и величина потенциала записи, действующих в процессе создания зарядовых областей, на их размеры [3, 9]. Отсутствуют экспериментальные данные по влиянию внешнего магнитного поля на формирование зарядовых областей, поскольку основными материалами исследований были диэлектрики и сегнетоэлектрики, электрические свойства которых не меняются во внешнем магнитном поле. Создание зарядовых областей в виде индуцированных состояний в мультиферроиках (таких как манганиты [10]) открыло широкие возможности для изучения их формирования под влиянием большего количества внешних факторов.

Стремительное развитие метода магнитной силовой микроскопии (МСМ) позволяет проводить исследования магнитных свойств ферромагнитных микро- и наночастиц, сформированных с применением СЗЛ. МСМ способна решать различные вопросы в области микромагнетизма. К ним относятся обнаружение распределения поля рассеяния над поверхностью образца [11, 12], исследование формирования магнитных доменов в зависимости от размера магнитных элементов [13]. Перспективным является возможность управлять распределением намагниченности в частицах полем иглы микроскопа [14]. Высокая разрешающая способность позволяет изучать структуру доменных стенок [15, 16], а также проводить количественные измерения намагниченности образцов сверхмалых размеров [17, 18] или поля рассеяния микро- и нанообъектов [19-22].

Интересными и перспективными также являются исследования перемагничивания тонких ферромагнитных пленок [23, 24] или получение коммутационных характеристик однодоменных магнитных частиц [25-27]. В этом случае МСМ исследования проводятся в присутствии внешнего магнитного поля. Для более детального рассмотрения доменной структуры в исследуемых объектах как в остаточном состоянии, так и во внешнем магнитном поле, необходимы специальные нестандартные магнитные зонды [28-34]. Однако такие магнитные зонды могут достаточно сильно искажать действительную картину. Во-первых, взаимное влияние иглы и образца может приводить к перемагничиванию слабо коэрцитивного объекта (зонда или образца). Во-вторых, зонд может быть перемагничен внешним магнитным полем. Поэтому знание коэрцитивных свойств используемых магнитных зондов для корректного описания магнитных характеристик микро- и нанообъектов является актуальным и необходимым.

Для изменения намагниченности в последнее время, кроме действия внешнего магнитного поля, все чаще применяются и другие методы. Такие как фемтосекундные импульсы поляризованного оптического излучения [35, 36], деформация [37, 38] или электрический ток [39, 40]. Пристальное внимание направлено на изучение изменения магнитной структуры нанопроволок действием импульса тока высокой плотности [41-44]. Данные структуры находят широкое применение в объектах спинтроники и элементов памяти, поэтому исследование трансформации их магнитной структуры является актуальным. Трансформация может происходить как за счет передачи магнитного момента от спин-поляризованных электронов к атомам решетки металла, так и за счет нагрева выше температуры Кюри протекающим током. Обычно для перестройки магнитной структуры в нанопроволоке используются импульсы тока прямоугольной формы. Вследствие использования импульсов тока применять стандартные методы определения момента нагрева проволоки до температуры фазового перехода затруднительно. Неясность в данном вопросе побуждает к дальнейшим исследованиям процессов перестройки магнитной структуры и

разработке методов определения температуры фазового перехода у микро- и нанообъектов.

Цель и задачи работы.

На основании вышеизложенного **целью** диссертационной работы является развитие методов СЗМ для решения задач нанолитографии и создания перспективных для спинтроники магнитных микро- и наноструктур, а также установление влияния геометрических факторов полученных структур, внешнего магнитного поля или протекающего электрического тока, на их магнитные и электрофизические характеристики.

Для достижения поставленной цели были сформулированы следующие **задачи:**

- Усовершенствовать метод СЗЛ и адаптировать его для создания литографических масок в полимерных пленках различной толщины для последующего формирования наноразмерных структур кобальта и никеля.
- Исследовать влияние внешних факторов, таких как время и внешнее магнитное поле, на величину потенциала зарядовых областей, создаваемых с помощью зарядовой зондовой литографии вблизи поверхности лантан-стронциевых манганитов.
- Разработать методику определения коэрцитивной силы магнитных зондов, используемых в МСМ. Провести сопоставление экспериментальных и смоделированных МСМ изображений, полученных от тестовых микрочастиц при разной напряженности внешнего магнитного поля.

- Разработать методику определения температуры Кюри для магнитных нанопроволок, измеряя их вольт-амперные характеристики при различной начальной температуре. Определить с ее помощью температуру Кюри нанопроволок никеля, сформированных с использованием методов СЗЛ.
- Исследовать методом МСМ магнитную доменную структуру нанопроволок никеля различного сечения до и после пропускания через них импульса тока высокой плотности. Сопоставить полученные данные с результатами компьютерного моделирования по перемагничиванию нанопроволок никеля. Установить влияние геометрических размеров и протекающего тока на распределение намагниченности в таких проволоках.

Научная новизна:

1. Усовершенствованы методы СЗЛ для получения масок в полимерных пленках полиметилметакрилата (ПММА) толщиной более 100 нм, используемых для создания микро- и нанообъектов. Впервые для улучшения качества получаемых масок в СЗЛ применен селективный химический растворитель сложного состава.
2. Разработана новая методика определения коэрцитивной силы в плоскости образца для магнитных зондов, используемых в МСМ.
3. Разработана новая методика определения температуры Кюри, основанная на графическом анализе зависимости критической мощности тока, найденной из вольт–амперных характеристик нанопроволоки, от ее температуры.
4. Впервые обнаружено влияние внешнего магнитного поля на величину электрического потенциала в центре индуцированных состояний в лантан-стронциевых манганитах.

5. Предложен механизм перераспределения намагниченности в нанопроволоках никеля при пропускании через них импульсов тока высокой плотности.

Теоретическая и практическая значимость:

1. Усовершенствованные и разработанные в данной работе методы СЗЛ могут быть использованы для создания масок в полимерных пленках разной толщины. С помощью масок, полученных в пленках толщиной более 100 нм, могут быть сформированы ферромагнитные структуры с вертикальной намагниченностью. Подобные объекты могут быть использованы при разработке паттернированных сред с более плотной емкостью записи и хранения информации, по сравнению со средами, состоящими из частиц, у которых намагниченность лежит в плоскости.

2. Влияние внешнего магнитного поля на величину электрического потенциала зарядовых областей, созданных с помощью зарядовой литографии вблизи поверхности лантан-стронциевых манганитов, является подтверждением предположения о фазовом разделении в таких образцах. Кроме того, лантан-стронциевый манганит является перспективным материалом для создания низкоразмерных паттернированных устройств памяти с произвольным доступом.

3. Разработанная методика позволяет определять коэрцитивную силу в направлении трудной оси намагничивания МСМ зондов. Величина коэрцитивной силы МСМ зондов определяет диапазон внешних магнитных полей, в котором не будет перемагничивания иглы внешним полем.

4. Разработанная методика позволяет достаточно быстро и точно определять температуру фазового перехода в ферромагнетиках при

условии, что к исследуемому объекту подведены электрические контакты из немагнитного материала. С помощью этой методики можно определять температуру Кюри от микро- и наноразмерных объектов при пропускании импульса тока.

5. Полученные экспериментальные данные по перемагничиванию нанопроволоки под действием импульса тока высокой плотности, а также результаты компьютерного моделирования, позволяют детализировать механизм влияния импульса тока на магнитную структуру проволок никеля. Понимание механизмов перестройки магнитной структуры нанопроволоки под действием импульса тока высокой плотности является важным этапом развития технологии изготовления устройств для спинтроники.

Объекты и методы исследования:

Коэрцитивная сила была определена у кремниевых зондов с разным магнитным покрытием. Для оценки влияния внешнего магнитного поля на величину поверхностного потенциала в центре индуцированных состояний использовался лантан-стронциевый манганит. Перестройка распределения намагниченности при пропускании импульсов тока высокой плотности наблюдалась на наноразмерных проволоках никеля. Кроме того, для получения магнитных структур были адаптированы методы СЗЛ.

Для исследования объектов была использована сканирующая зондовая микроскопия, работающая в режимах атомно-силовой, магнитно-силовой, Кельвин-зондовой микроскопии и сканирующая зондовая литография. МСМ использовалась для визуализации распределения намагниченности в ферромагнитных образцах, в том числе под действием внешних факторов, таких как электрический ток и магнитное поле. Результаты МСМ исследований подтверждались с помощью компьютерного моделирования. Для визуализации

индуцированных состояний на поверхности лантан-стронциевых манганитов использовалась КЗМ. Такие состояния создавались с помощью зарядовой зондовой литографии. Морфология поверхности всех исследуемых объектов изучалась методом АСМ. Магнитные нанопроволоки формировались путем напыления никеля в вакууме на подложку через полимерную маску, изготовленную методом СЗЛ.

На защиту выносятся следующие **основные положения:**

1. Новые методологические приемы и технические решения, позволяющие получать маски методом сканирующей зондовой литографии для формирования наночастиц магнитных металлов с разным аспектным соотношением, а также металлических нанопроволок различного сечения, как отдельно расположенных, так и с массивными контактами из разных металлов.

2. Величина электрического потенциала в центре индуцированных состояний на поверхности лантан-стронциевых манганитов определяется не только временем воздействия напряжения между иглой и образцом в зарядовой зондовой литографии, но и величиной внешнего магнитного поля.

3. Анализ МСМ изображений тестовых микрочастиц, регистрируемых при различных значениях величины и направления внешнего магнитного поля, позволяет определить величину коэрцитивной силы магнитного зонда в направлении трудной оси намагничивания.

4. Графический анализ зависимости критической мощности тока, найденной из вольт–амперных характеристик нанопроволоки, от ее температуры, позволяет определить температуру Кюри нанопроволок различного сечения.

5. Пространственное распределение намагниченности в нанопроволоках никеля при пропускании импульса тока высокой плотности определяется зависимостью константы магнитной анизотропии никеля от температуры и пиннингом магнитных моментов на краевых дефектах нанопроволоки.

Достоверность результатов работы определяется использованием современного научного и сертифицированного оборудования для получения и исследования наноразмерных объектов из ферромагнитных материалов и зарядовых областей в лантан-стронциевых манганитах. Согласованностью полученных результатов и выводов с известными в научной литературе. Проведением компьютерного моделирования наблюдаемых явлений с использованием свободно распространяемого программного обеспечения.

Личный вклад автора состоит:

в непосредственном участии при обсуждении с научным руководителем основной цели и задач представленной работы; в адаптации и усовершенствовании известных ранее СЗЛ методик для изготовления полимерных масок при создании микро- и наноразмерных структур, а также в разработке новых методологических приемов СЗЛ; в проведении АСМ и МСМ исследований сформированных магнитных наноструктур и экспериментов по зарядовой зондовой литографии на лантан-стронциевых манганитах; в участии в экспериментах при оценке характера влияния импульса тока высокой плотности на магнитные характеристики нанопроволок; в оснащении электромагнитом СЗМ микроскопа и проведении всех экспериментов с использованием внешнего магнитного поля; в обработке, анализе и интерпретации результатов проведенных исследований; включая проведение всех компьютерных симуляций и моделирований; в написании и подготовки научных статей для печати и в

апробации результатов исследований выступлениями с докладами на конференциях различного уровня.

Апробация работы:

Основные результаты диссертационной работы были представлены на Российских и Международных конференциях: Международный Евро-Азиатский симпозиум «Trends in magnetism» Eastmag -2004 (Красноярск, 2004); X Международная конференция и школа семинар «Актуальные проблемы твердотельной электроники и микроэлектроники» (Дивноморское, 2006); Международные симпозиумы «Нанофизика и наноэлектроника» (Нижний Новгород, 2008, 2010, 2011, 2012, 2013, 2015); Международная конференция «Микро и наноэлектроника - 2009» (Москва-Звенигород, 2009); Российские конференции по электронной микроскопии (Черноголовка, 2010, 2012); Первая международная конференция «Spin physics, spin chemistry, and spin technology» (Казань, 2011); XIX Всероссийская конференция по физике сегнетоэлектриков (Москва, 2011); Applications and Properties (NAP-2012) (Alushta, Ukraine, 2012); 3-я Всероссийская научная молодежная конференция «Актуальные проблемы нано- и микроэлектроники» (Уфа, 2015).

Структура и объем работы:

Работа состоит из введения, литературного обзора, главы с методической частью, трех оригинальных глав и заключения. Работа изложена на 149 страницах, включает: 46 рисунков и 2 таблицы, список условных сокращений, список публикаций автора из 20 наименований и список цитируемой литературы из 149 наименований.

В литературном обзоре приведен анализ последних достижений в области сканирующей зондовой и зарядовой литографии, описываются результаты

теоретических и экспериментальных исследований нанопроволок различных магнитных материалов, в том числе под действием внешних факторов.

Во второй главе, являющейся методической частью, приведено описание приборов и методов приготовления образцов, а также методов их исследования.

В третьей главе «Сканирующая зондовая литография» рассматриваются проблемы стандартных методов СЗЛ и приводятся способы их решения. Описываются предложенные нами технологические приемы и решения для создания масок на основе полиметилметакрилата методом СЗЛ. Рассматривается вопрос о влиянии внешнего магнитного поля на величину поверхностного потенциала зарядовых областей, созданных с помощью одного из методов СЗЛ – зарядовой литографии.

В четвертой главе «Коэрцитивная сила магнитных зондов, используемых в магнитно-силовой микроскопии» представлена методика определения коэрцитивной силы магнитных зондов, а также с помощью компьютерного моделирования приводится объяснение получаемых экспериментальных МСМ изображений.

В пятой главе «Металлические нанопроволоки под действием электрического тока» приведены результаты исследований нанопроволок никеля различного сечения при пропускании через них импульсов тока высокой плотности. Представлена новая методика определения температуры Кюри, основанная на анализе вольт-амперных характеристик, полученных при разных температурах. Рассматривается вопрос о влиянии морфологии и геометрических размеров проволок и импульса тока высокой плотности на их магнитную доменную структуру.

В заключение сформулированы основные результаты и выводы работы.

Глава 1. Литературный обзор

1.1. Сканирующая зондовая литография

В последние годы сканирующая зондовая литография (СЗЛ) получила широкое распространение как инструмент создания различных структур на поверхности [45-79]. Среди преимуществ СЗЛ (обеспечивших ее широкое распространение) стоит выделить возможность не только наблюдения за процессом создания литографической маски, но и непосредственный контроль за ее качеством в процессе изготовления.

Методы СЗЛ можно разбить на группы: механические или силовые (контролируемый нажим зондом на поверхность) [46-55] и электрические (приложение напряжения к проводящему зонду) [56-68].

Самыми базовыми методами силовой СЗЛ являются индентирование, а также статическая и динамическая литография. Индентирование заключается во вдавливании зонда в образец. В этом случае зонд неподвижен в плоскости образца, и происходит только его вертикальное движение. Одновременно с этим снимается силовая кривая в режиме атомно-силовой спектроскопии (АСС) [46-48, А3]. Статическая литография (также называемая гравировкой) осуществляется при сканировании поверхности зондом в контактном режиме. Сила, действующая на поверхность со стороны зонда заведомо больше, чем при СЗМ [49-53, А3]. В результате на поверхности формируется рисунок в виде углублений (рисунок 1.1). Данным методом в работе [53] были изготовлены структуры с минимальной шириной элементов менее 90 нм, глубиной чуть более 10 нм. Они были получены на поверхности гетероструктур GaAs/AlGaAs с помощью алмазного зонда. СЗЛ проходила со скоростью сканирования 0.1 мм/с и с силой давления в несколько десятков мкН.

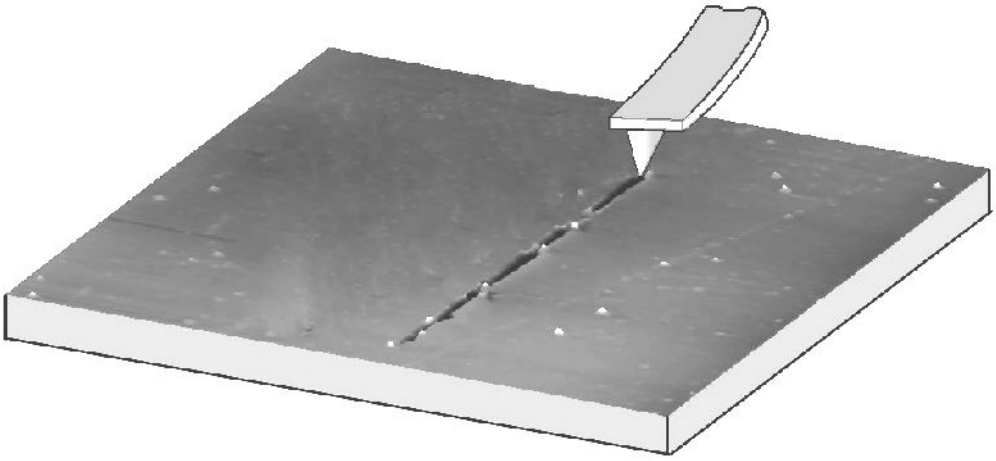

Рисунок 1.1. – Схема получения структуры методом наногравировки.

В динамической литографии (или чеканке) модификация поверхности выполняется при сканировании зондом в полуконтактном режиме [54-56]. В данном методе структуры формируются за счет деформации поверхности при сильных и частых ударах по ней кончика зонда. Сила воздействия на образец зависит от амплитуды колебаний кантилевера. При использовании режима чеканки минимальный латеральный размер структур порядка 25 нм был получен на пленке из диоксида кремния толщиной 1.5 нм [54].

Минимальные размеры структур, получаемых методами СЗЛ, зависят от геометрических характеристик зонда, таких как радиус закругления кончика, угол схождения, наклон кончика иглы по отношению к образцу, а также от характеристик балки кантилевера [46, 47]. Кручение зонда (рисунок 1.2) вокруг оси, проходящей вдоль длинной оси балки кантилевера, приводит к увеличению минимального размера получаемых структур [53, 55]. Для уменьшения этого эффекта используются кантилеверы с балкой, обладающей большой жесткостью или с балкой треугольной формы. Кроме того, такое кручение менее выражено в методе индентирования [46-53, А3] и динамической литографии [54-56].

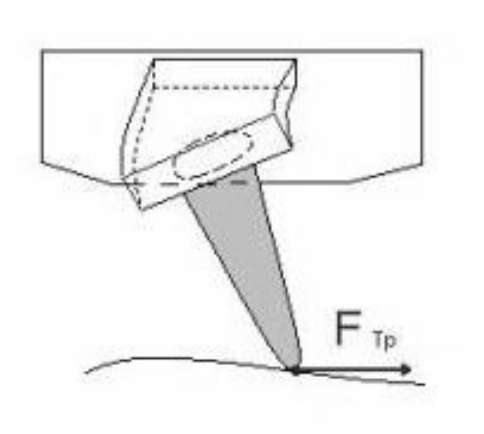

Рисунок 1.2. – Изгиб балки кантилевера, вызванный трением зонда об образец.

Минусом метода СЗЛ является возможное повреждение зонда в процессе литографии. В результате происходит уширение минимально возможных структур, а также ухудшение разрешающей способности при изучении топологии полученных структур [57, А3].

Рассмотрим методы электрической литографии, реализуемые с помощью СЗМ. Самый первый метод такой литографии использовался на сканирующем туннельном микроскопе (СТМ). Он заключался в подаче между иглой образцом импульса тока высокой плотности или электрического поля с высокой напряженностью. В результате поверхность образца плавится и может даже частично испариться. Сканирующая туннельная литография также может осуществляться при непосредственном контакте зонда с поверхностью, как и в методе СЗЛ. Но это приводит к повреждению как поверхности, так и зонда. Еще один способ заключается в том, что зонд может захватывать с поверхности образца молекулы или даже отдельные атомы и перемещать по образцу, или удалять их с него [57, 58].

Базовый метод электрической литографии, с использованием в качестве проводящего зонда кантилевера с металлическим покрытием, состоит в локально анодно-окислительной (ЛАО) литографии. В этом методе между проводящим зондом и образцом подается напряжение, приводящее к локальному окислению последнего. Необходимым условием для ЛАО является наличие на поверхности образца и зонда слоя воды. При приближении зонда к образцу образуется водяной

мениск, вызванный капиллярным эффектом. Электрическое поле, образующееся между зондом и поверхностью, вызывает реакцию диссоциации молекул воды мениска на протоны H^+ и анионы O^{-2} и OH^-. Если образец был заряжен положительно, то при протекании этой реакции под зондом будет образовываться оксидный слой. Таким образом, в ЛАО литографии происходит как изменение рельефа поверхности, так и ее электрофизических свойств. Минимальный радиус окисленных участков зависит от радиуса закругления кончика зонда, влажности окружающего воздуха (от толщины водного слоя) и скорости сканирования зондом поверхности [59-61].

Электрический метод литографии может также применяться для полупроводников [60, 61, А4, А5] или диэлектриков [9, 62-66]. Так в работах [60, 61] методом СЗЛ – ЛАО при подаче потенциала между зондом и образцом на воздухе происходило окисление кремния до оксида кремния. Далее химическое травление образца в плавиковой кислоте приводит к модификации поверхности с образованием впадин, так как известно, что оксид кремния в плавиковой кислоте травится гораздо быстрее, чем кристаллический кремний. Последующее электроосаждение металла на этот образец приводит к формированию полосок металла на поверхности кремния преимущественно во впадинах [60-61].

В работах [А4, А5] на поверхности лантан-стронциевого манганита, обладающего полупроводниковыми свойствами, в результате воздействия внешнего электрического поля между проводящим зондом и образцом, формировались индуцированные состояния. Были получены как отдельные точки, так и более сложные фигуры, обладающие определенным электрическим потенциалом и поляризацией.

Как уже упоминалось выше, в качестве образца для электрической литографии могут быть использованы и диэлектрики [9, 62-70]. В ряде работ в качестве образцов использовался сегнетоэлектрик [9, 62-65], ПММА [66-68] или SiO_2 [69, 70].

На поверхности сегнетоэлектриков с помощью проводящего зонда АСМ микроскопа создавались электрические домены. Поскольку образец являлся

диэлектриком, то потенциал прикладывался между зондом, находящимся в контакте с поверхностью образца, и проводящим электродом, на котором лежал образец. В работах исследовались как процесс создания («записи») таких доменов, так и их релаксация. Визуализация записанных электрических доменов производилась в режиме СЗМ пьезоэлектрического отклика. Было установлено, что размеры созданного домена зависят от величины и времени прикладываемого напряжения между зондом и образцом [63]. Кроме того, размеры создаваемых доменов на поверхности сегнетоэлектрика ниобата лития зависели от предварительной обработки поверхности. Запись доменов производилась на необработанную поверхность с естественным водным слоем, поверхность, обработанную ацетоном, и поверхность после плазменного травления. В результате было обнаружено, что при каждой последующей обработке поверхности размер создаваемых доменов уменьшался при прочих равных условиях [63].

Интересным наблюдением является процесс распада (релаксации) созданных структур. Установлено, что одиночный домен распадается очень быстро. Если произвести запись одиночных доменов в виде линии, то есть расположить точечные домены рядом друг с другом, то внутренние домены, находящиеся между крайними доменами, будут распадаться дольше, по сравнению с одиночными [64].

Также известно, что ряд травителей различным образом действует на домены противоположной полярности [65]. Для селективного химического травления обычно используется плавиковая кислота при комнатной температуре. Травление выявляет домены на срезах кристалла, вырезанных перпендикулярно полярной оси. Так как кристалл в одном направлении травится на порядок быстрее, чем в противоположном. Таким образом с помощью АСМ или оптическим способом можно определить насколько глубоко растет домен.

Помимо создания зарядовых областей или электрических доменов с помощью проводящего зонда можно экспонировать ПММА [66-68]. Этот резист можно экспонировать не только ультрафиолетовым (УФ) излучением, но также

электронным пучком. В СТМ или АСМ с проводящим зондом в качестве электронного пучка выступают электроны, исходящие из зонда при подаче потенциала между зондом и проводящим образцом. Величина прикладываемого напряжения для экспонирования ПММА должна быть несколько десятков, а иногда и сотен вольт. Такое напряжение создает на кончике зонда сильное электрическое поле, достаточное для прохождения электронов с иглы в проводящую подложку. Чем толще слой ПММА, тем большее напряжение необходимо прикладывать между иглой и образцом. Экспонирование резиста происходит по такому же принципу, как и в электронно-лучевой литографии. В полученных таким образом масках ПММА были сформированы металлические полоски шириной меньше 30 нм [66-68]. Основное отличие между электронной и сканирующей туннельной литографией состоит в энергии используемых электронов и отсутствии в туннельной литографии фокусирующих линз для создания более узкого пучка. В электронной литографии электроны обладают высокой энергией. Они могут проникать далеко в глубину резиста и экспонировать достаточно толстые пленки. В литографии с использованием СТМ или АСМ с проводящим зондом экспонирующие резист электроны обладают низкой энергией. Они не могут проникать на большую глубину. Поэтому при использовании такой технологии состоит помнить об особенностях, заключающихся в следующем:

1) Ограничение на толщину слоя ПММА в 50 нм [66]. Иначе энергии электронов будет недостаточно для экспонирования пленки резиста на всю глубину. Это приводит к ограничению толщины напыляемого материала в созданную маску, которая должна быть меньше толщины резиста [А3] при использовании взрывной литографии;
2) Отсутствие фокусирующих линз приводит к расхождению пучка электронов от вершины иглы. Неравномерность пучка зависит как от величины прикладываемого напряжения, так и от толщины ПММА [67]. Чем больше напряжение между зондом и образцом и чем толще

пленка резиста, тем более расходящийся пучок будет получен и тем шире конечная структура;

3) Использование для засветки резиста электронов с низкой энергией приводит к увеличению времени экспонирования резиста [67, 68].

В работах [69, 70] зарядовые области создавались в тонком слое SiO_2, в котором для локализации заряда, а также для увеличения времени жизни созданных областей были особым образом имплантированы нанокристаллы Si [69] или Ge [70]. Однако, из-за тонкого слоя SiO_2 и близкого расположения нанокристаллов Si и Ge друг к другу или к полупроводниковой подложке из Si может происходить утечка заряда за счет туннелирования. Это накладывает ограничение на глубину имплантации и на расстояние между имплантируемыми ионами [69, 70].

СЗМ литография не стоит на месте. С целью повышения разрешающей способности и улучшения качества получаемых масок используется технология, позволяющая нагревать АСМ зонд [71, 72]. В этом случае, нагретый кончик касается полимера [71] или находится близко от поверхности (1-4 нм) [72], и тем самым плавит его. В результате для продавливания полимерной пленки можно прикладывать меньшую силу. К тому же, нагрев полимера происходит локально, только под иглой. Это дает возможность получать более ровные края структуры.

Нагрев кончика зонда выполняется разными способами. Так в работе [71] использовался специально разработанный и изготовленный зонд с электрическими контактными площадками. Сам кончик выполнялся из резистивного материала, обладающего большим электрическим сопротивлением, по сравнению с контактами. При протекании через такую систему электрического тока происходил нагрев кончика. Изменяя величину тока, протекающего по зонду, меняли величину нагрева кончика АСМ. В данной системе ток циркулировал только по зонду, и не было необходимости в проводящем образце, как в СТМ.

Другой способ нагрева кончика АСМ был реализован в работе [72]. Здесь нагрев производился сфокусированным фемтосекундным лазерным излучением, которое фокусировалось на балке кантилевера с помощью оптоволокна. Пятно лазера на поверхности балки не выходило за ее габариты. Это было необходимо, чтобы не модифицировать поверхность лазерным излучением. Недостатком этого метода является ограничение на толщину оплавляемого слоя. В данной работе удалось проплавить как полимер, так и металлическую пленку на глубину в несколько нанометров.

Совсем недавно начал разваться еще один метод СЗМ литографии, который называется Dip-Pen литография (ДПЛ) [73-78]. Основной принцип ДПЛ состоит в переносе материала (чернил) от кончика иглы к поверхности за счет различия в концентрациях (диффузные чернила) или динамики жидкостей (жидкие чернила, полимерные чернила, термическая ДПЛ), иногда (в зависимости от чернил) сочетание обоих [74]. В ДПЛ используются стандартные иглы для контактного режима АСМ (мягкие, с низкой константой жесткости). Также используются чернила с разными характеристиками (растворимость, температура плавления, вязкость). Покрытые нужными чернилами иглы подносятся близко к подложке. В контролируемой атмосфере окружающей среды между иглой и образцом образуется водный (или из растворителя чернил) мениск. Чернила переносятся на поверхность через этот мениск. Основными параметрами управления переноса краски являются относительная влажность и время, на которое кончик удерживается неподвижно над подложкой [75]. Температура иглы и подложки также используются в качестве параметров управления [76-78].

Таким образом, на поверхности одним из способов ДПЛ создается маска, защищающая ее при дальнейшей обработке – химическое или ионное травление. После этой процедуры маску удаляют растворителем.

Проведенный анализ литературы по СЗЛ показал широкое распространение этого метода и большое количество используемых методик. Преимуществом СЗЛ является простота использования, возможность непосредственного наблюдения за

процессом создания маски и контроля ее качества. Однако в приведенной литературе чаще всего используются тонкопленочные резисты (их толщина не превышает 50 нм). Это накладывает ограничения на толщину конечной структуры. Поэтому необходимо провести исследования по подбору режимов и методик СЗЛ для более толстых полимерных пленок, используемых при изготовлении литографической маски.

1.2. Коэрцитивная сила магнитных зондов и методы ее определения

Одной из важных характеристик используемых в МСМ магнитных зондов (как стандартных, так и специально изготовленных) является их коэрцитивная сила – способность удерживать однородную намагниченность зонда и ее направление под действием размагничивающих факторов (внешнее магнитное поле, поле рассеивания от образца и т.д.). Любое изменение намагниченности зонда во время процесса сканирования приводит к изменению получаемого МСМ изображения, что сказывается на интерпретации полученных данных. В первую очередь, знание о величине коэрцитивной силы зонда необходимо в экспериментах по in-situ изучению процессов перемагничивания микро- и наноструктур внешнем магнитным полем, когда это поле действует одновременно на образец и зонд. В стандартных магнитных зондах из-за достаточного толстого магнитного слоя в остаточном состоянии на кончике иглы могут присутствовать сразу несколько компонент намагниченности, как вертикальной m_z, так и горизонтальной m_x, m_y (рисунок 1.3.). Эти компоненты могут оказывать влияние на получаемые МСМ изображения [79]. С целью уменьшения такого рода искажений необходимо каждый раз перед измерениями намагничивать зонд в желаемом направлении. Однако, реализовать это не всегда возможно, так как для этого приходится прерывать эксперимент. Например, при исследовании коммутационных характеристик однодоменных частиц или перестройки магнитной структуры многодоменных частиц, при которых внешнее магнитное

поле последовательно изменяется, вертикальная намагниченность зонда так же изменяется в соответствии с приложенным внешним полем [80-82]. В этом случае интерпретация контраста МСМ изображения может быть неоднозначна, так как приложенное магнитное поле влияет на направление намагниченности МСМ иглы в какой-то неизвестной степени из-за коэрцитивной силы зонда.

Таким образом, для разделения вкладов, возникающих из-за переориентации намагниченности как образца, так и МСМ иглы, необходимо иметь детальную информацию о магнитных свойствах МСМ зонда.

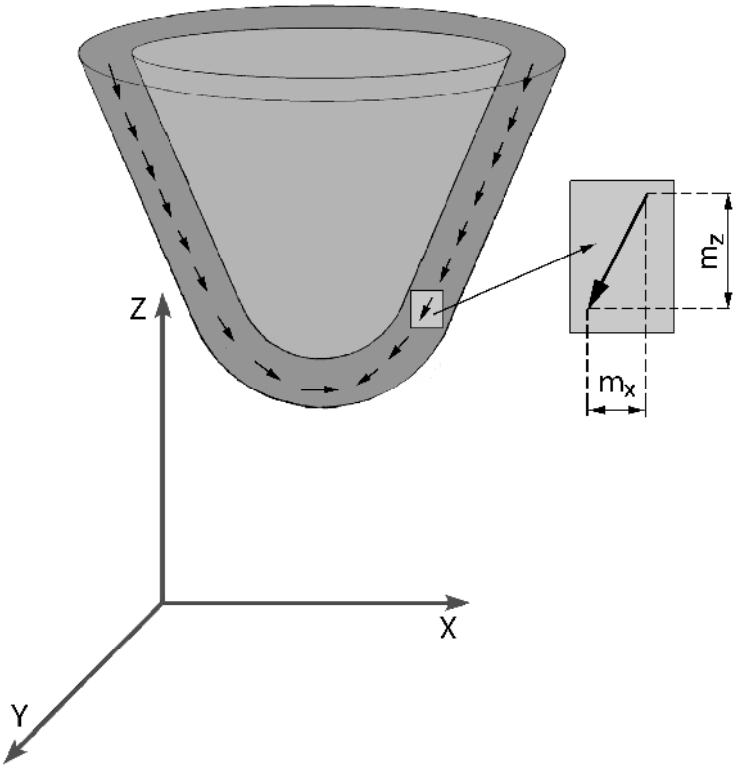

Рисунок 1.3. – Схематическое изображение кончика магнитной иглы. На сноске показано направление магнитного момента с проекциями на оси X и Z, на ось Y не показано.

Ранее с целью определения свойств перемагничивания МСМ игл был проведен ряд теоретических и экспериментальных работ [83-100]. В работе [83] представлен численный расчет компонент намагниченности зонда. Авторы

делают допущение, что поле от образца полностью определено и нет никакого внешнего магнитного поля. В этом случае вычисляются магнитные моменты и их взаимное расположение в зонде в зависимости от влияния поля рассеяния образца.

В работе [84] использовался метод вибрационной магнитометрии с целью измерения петли гистерезиса на иглах, покрытых пленкой Co/Pt или CoCr. При этом, петля гистерезиса для Co/Pt игл не была измерена, так как имеющегося магнитного поля не было достаточно для однородного намагничивания иглы. А полученная петля гистерезиса для CoCr игл имела расхождение с литературными данными. Это, вероятно, связано с тем, что в магнитометрии измеряется сигнал от магнитного покрытия как МСМ иглы, так и кантилевера, на котором игла сформирована. А в получении магнитного изображения участвует только кончик иглы (порядка 500 нм от острия) [30].

Таким образом, для правильной интерпретации полученных МСМ изображений необходимо знать магнитные свойства кончика зонда. Эти данные можно определить при анализе МСМ изображений от тестовых образцов, обладающих известной магнитной структурой [85-95, A1, A2]. Тестовые образцы должны удовлетворять следующему условию – магнитное поле рассеяния образца должно лежать вне диапазона коэрцитивного поля иглы. Для определения коэрцитивной силы зонда МСМ изображения от тестовых структур надо получать в разных внешних магнитных полях. Поэтому для возможности разделения вкладов от частицы и зонда в получаемые МСМ изображения значения коэрцитивного поля зонда и тестового образца должны сильно различаться. Другими словами, магнитожесткая игла должна сканировать магнитомягкий образец или наоборот.

В работе [86] в качестве тестового магнитожесткого образца использовалась часть жесткого магнитного диска компьютера. Коэрцитивная сила такого образца значительно больше максимального прикладываемого внешнего магнитного поля. Поскольку магнитное поле в установке прикладывалось только в плоскости

образца, то петля гистерезиса МСМ зонда была измерена в плоскости XY. В качестве регистрируемого сигнала при изменении внешнего магнитного поля использовался сдвиг фазы колебаний кантилевера в каждой точке получаемого изображения. Аналитически этот сдвиг фазы можно вычислить с помощью следующего выражения:

$$\Delta\phi \approx \frac{Q}{k}\sum_i m_i \frac{\partial^2 H_i}{\partial z^2}, \qquad (1.1)$$

где Q – добротность кантилевера, k – константа жесткости контилевера, m_i – компонента магнитного момента иглы в i направлении, H – локальное магнитное поле образца.

Соответственно, если наблюдать за изменением сдвига фазы в определенной точке образца, то можно построить петлю гистерезиса для кончика зонда. В данном случае такой точкой был центр записанного «бита». В отсутствие внешнего магнитного поля сдвиг фазы колебаний кантилевера в центре «бита» был равен нулю, вследствие однородной намагниченности тестового образца и отсутствия z компоненты поля рассеяния. Эта величина бралась за нулевую точку отсчета. При изменении внешнего магнитного поля происходило изменение магнитного контраста в центре «бита». Разность между сдвигами фаз колебания кантилевера в отсутствие и присутствии внешнего магнитного поля давала величину, пропорциональную горизонтальной намагниченности зонда:

$$\frac{\partial^2 H_x}{\partial z^2} \propto M_x. \qquad (1.2)$$

Таким образом, авторам удалось построить петлю гистерезиса для используемой в эксперименте магнитной иглы. Коэрцитивная сила исследованного зонда составила 280 Э. Выбор одной точки отсчета, как предложили авторы работы [86], на получаемом профиле может привести в увеличению систематической ошибки при построении петли гистерезиса зонда, а, следовательно, и к неправильной оценке его коэрцитивной силы.

В работе других авторов [87] было построено сразу две петли гистерезиса в плоскости и в перпендикулярном направлении действия внешнего магнитного поля по отношению к измеряемому образцу для стандартных зондов с разным магнитным покрытием. В этой работе в качестве тестовых образцов были использованы провода с током, создающие определенные магнитные поля рассеяния [87-92]. К преимуществам таких образцов следует отнести тот факт, что магнитное поле рассеяния, создаваемое током, не изменяется при приложении внешнего магнитного поля. Поэтому какие-либо изменения в МСМ изображении при изменении внешнего магнитного поля полностью определяются динамикой вектора намагниченности зонда. Для регистрации только Z-компоненты поля рассеяния необходимо анализировать МСМ изображения от края проволоки. При этом необходимо учесть влияние топографии образца на получаемое МСМ изображение. В качестве тестового образца в работе [87] были использованы Au полосы шириной 1 мкм и высотой 260 нм, сформированные методом электронно-лучевой литографии на подложке из GaAs. Для построения петли гистерезиса для Z компоненты намагниченности зонда внешнее магнитное поле прикладывалось перпендикулярно поверхности образца. Коэрцитивная сила одного из исследуемых зондов в этом направлении составила $H_z^c \approx 420$ Э. Для построения петли гистерезиса для X компоненты намагниченности зонда внешнее магнитное поле прикладывалось вдоль образца. В этом случае необходимо было следить за изменением контраста в центре проводника с током, где компонента поля рассеяния образца лежала в его плоскости. Это способ аналогичен использованному в работе [86]. За одним исключением: сдвиг фазы измерялся дважды в одном и том же внешнем магнитном поле, но при этом величина тока в проводе менялась на противоположную. Для построения петли гистерезиса бралось значение разности сдвига фаз, полученных при противоположных по величине направлениях тока. Коэрцитивная сила этого же зонда в X направлении составила $H_x^c \approx 520$ Э.

К недостаткам данного метода относится сравнительно малая площадь образца, на котором формируется сигнал. Поэтому при измерении величины

сдвига фазы на исследуемом участке необходима большая точность позиционирования. Этого недостатка лишены другие методы для определения коэрцитивной силы в Z направлении [88-92].

Несмотря на то, что важно знать коэрцитивную силу зонда в плоскости образца, тем не менее, как утверждают авторы [88], боковой вклад (X компонента) намагниченности иглы в получаемые МСМ изображения довольно мал и составляет только до 10% по сравнению со вкладом компоненты, лежащей в Z плоскости намагниченности иглы. Следовательно, основной вклад в получаемое МСМ изображение дает Z компонента намагниченности зонда. Поэтому большое количество работ были направлены на измерение коэрцитивных свойств магнитных зондов в Z направлении [88-92]. В них также в качестве тестовых образцов использовались проводящие проволоки микронного размера, в которых при пропускании тока величина магнитного поля не зависит от величины внешнего приложенного магнитного поля. Отличие от работы [87] состояло в использовании встречных параллельных проводов. В большинстве своем использовались даже не провода, а кольцо с током. Магнитное поле между параллельными проводами имело строго вертикальное направление вдоль оси Z [90], как и в центре кольца с током [88, 89, 91, 92]. Что давало более качественный результат в определении магнитного момента иглы, а также примерное расположение последнего в объеме иглы в рамках теории диполь-дипольного взаимодействия в приближении точечного зонда [92]. Такое приближение позволяло сделать компьютерное моделирование МСМ изображений и сравнить их с экспериментально полученными МСМ изображениями [30].

Помимо использования токопроводящих колец и полосок коэрцитивную силу МСМ зондов можно определять с помощью других тестовых образцов, которые удовлетворяют вышеописанному критерию. А именно, образцы для определения магнитных характеристик зонда, в идеале, должны иметь такое поле рассеяния, чтобы коэрцитивное поле зонда находилось вне его диапазона. Поэтому можно использовать в качестве тестовых образцов магнитные частицы

[A1, A2], постоянные магниты [93, 94]. В работе [93] использовались высококоэрцитивная многослойная Co/Pt частица с коэрцитивным полем более 800 Э и откалиброванная заранее по методике с токовым кольцом МСМ игла. Это позволяло сравнить достоверность получаемых результатов с помощью разных тестовых образцов (магнитной частицы и кольца с током), а также построить петлю гистерезиса самой магнитной частицы. В этой работе также следили за сдвигом фазы колебаний кантилевера в центре Co/Pt частицы. Выбор такого материала частицы был обусловлен тем, что в нем ось легкого намагничивания лежит вертикально и совпадает с легкой осью намагниченности зонда. В это случае и частица и игла намагничены в одном направлении, а изменение в контрасте изображения при изменении внешнего магнитного поля будут связаны с перемагничиванием одного из них. Эксперименты показали, что коэрцитивная сила исследуемого зонда составила 420 Э.

В работе [94] исследовалась стандартная МСМ игла с CoCr магнитным покрытием толщиной 50 нм (Nanosensors). Само покрытие вне зонда по данным производителя имело коэрцитивную силу 300 Э. Для получения петли гистерезиса такого зонда тоже использовались CoPt частицы двух типов. Первый тип – 600 нм квадратная частица высотой 50 нм, второй тип – круглая частица диаметром 250 нм и высотой 50 нм. Такое различие образцов показывает зависимость петли гистерезиса зонда от размеров исследуемых частиц. Для измерения петли гистерезиса иглы и частиц, были получены последовательные фазовые МСМ изображения для различных фиксированных магнитных полей, приложенных перпендикулярно к плоскости образца. Для построения петли гистерезиса иглы следили за сдвигом фазы колебаний кантилевера в центре квадратной частицы. В результате была найдена отрицательная -224 Э и положительная коэрцитивная сила +265 Э. Такое несоответствие коэрцитивных сил зонда авторы объясняют взаимодействием поля рассеяния квадратной частицы и намагниченности иглы. При использовании круглых частиц величины коэрцитивных сил зонда составили -235 и +260 Э соответственно. Уменьшение разницы между положительной и

отрицательной коэрцитивными силами зонда до 25 Э связано с зависимостью поля рассеяния от геометрии частицы.

В свою очередь, в других работах было уделено больше внимания коэрцитивной силе зонда не в Z, а в X направлении [96, A1, A2]. Такое предпочтение отдается потому, схемы экспериментов предполагают приложение внешнего магнитного поля в плоскости образца. К тому же, чаще всего исследуются магнитные характеристики образцов с большими латеральными размерами, для которых ось легкого намагничивания находится в плоскости [13-16, 25-27, 80-82]. При сканировании во внешнем магнитном поле таких структур из-за перемагничивания иглы в направлении приложенного поля может происходить трансформация получаемого МСМ изображения [79, 95, A1, A2].

В работе [95] было исследовано влияние внешнего магнитного поля в плоскости образца на состояние намагниченности кончика зонда. Для измерения и количественной оценки этого эффекта были изготовлены специальные калибровочные образцы с участками, имеющими стабильную намагниченность в определенном диапазоне внешних полей и искусственно созданными доменными стенками. Особенностью данных образцов явилась гладкая поверхность, что позволило получать МСМ изображения без влияния примеси топографии. Также данные образцы обладали полосовой доменной структурой с шириной доменов 5 мкм и периодичностью 12 мкм. С помощью этих тестовых образцов была определена коэрцитивная сила стандартного кремниевого зонда PPP-MFMR (NanoSensors) с магнитожестким Co покрытием толщиной 40 нм с эффективным магнитным моментом порядка 10^{-10} А·м^2 по данным производителя. В данной работе была представлена аналитическая модель для расчета отклика МСМ зонда в условиях приложения внешнего магнитного поля. Величина и направление приложенного поля сказывались на угле наклона магнитного дипольного момента иглы, аппроксимированной точечным диполем.

Еще одним способом определения магнитных свойств МСМ зондов является метод, описанный в работе [96]. Он заключается в детектировании

колебаний МСМ зонда в прикладываемых двух сонаправленных магнитных полях. Одно магнитное поле, производимое постоянным редкоземельным магнитом, является «постоянным» для конкретного измерения. Его величина изменяется ступенчато изменением расстояния от магнита до измеряемого образца. Другое магнитное поле создается градиентной катушкой и является всегда переменным с малой амплитудой порядка 0.1 Э. Частота колебаний переменного магнитного поля близка к резонансной частоте МСМ зонда (f_0). В результате помещенный в такое поле зонд начинает колебаться. Для детектирования амплитуды вынужденных колебаний зонда используется регистрирующая система атомно-силового микроскопа. Для получения петли гистерезиса детектируется амплитуда колебаний МСМ зонда, вызванная переменным магнитным полем, при изменении величины «постоянного» поля. Амплитуду этих колебаний (А), вызванных градиентом силы F_z от переменного магнитного поля, также можно оценить, используя соотношение

$$F_z = k \cdot A/Q. \qquad (1.3)$$

Здесь k – константа жесткости МСМ иглы, Q – добротность МСМ иглы. Намагниченность иглы m_z можно определить, используя соотношение

$$F_z = m_z \cdot \partial H_z/\partial z, \qquad (1.4)$$

где $\partial H_z/\partial z$ –градиент поля, сгенерированный градиентной катушкой. Значение градиента поля составляет приблизительно 3 Э/см.

Таким образом, детектируя амплитуду вынужденных колебаний МСМ зонда и зная его механические характеристики, такие как k, Q и f_0, можно вычислить намагниченность зонда в Z направлении при каждой величине «постоянного» внешнего магнитного поля. Как пишут авторы [96], недостатком такого метода является получение интегральной намагниченности зонда от всего кантилевера в целом, а не от кончика иглы, непосредственно участвующего в получении МСМ изображения. Следовательно, петля гистерезиса и коэрцитивные

свойства, полученные с помощью такого метода, будут отличаться от результатов, описанных выше [86-95, A1, A2].

Для определения магнитных характеристик МСМ зондов были использованы специально изготовленные датчики Холла с размерами 160x160 нм [98]. В данной работе подробно описан способ изготовления таких датчиков Холла и их разрешающие способности. Тем не менее, авторы для наглядности измерили величину индукции магнитного поля, создаваемого МСМ зондами с двумя разными магнитными покрытиями (Co и SmCo). Разрешающая способность представленного датчика составила 10 нм. К сожалению, использование этих датчиков для определения коэрцитивных свойств МСМ зондов на данном этапе является невозможным из-за влияния внешнего магнитного поля на показания датчика. Но оценить величину магнитного поля, создаваемого самим зондом, и положение иглы на балке кантилевера датчик может хорошо.

Кроме описанных выше методов определения магнитных свойств МСМ зондов было проведено компьютерное моделирование направления намагниченности в таких зондах [98, 99] и построены петли гистерезиса [99]. Принцип моделирования состоял в разбиении поверхности МСМ иглы на отдельные участки – плоскости. Так пирамидальная игла представляется пятью отдельными частями – пленками, четыре из которых одинаковые и имеют треугольную форму. Пятая часть является кончиком иглы и представляет собой плоский (без выступов) параллелограмм. Далее объем каждой магнитной пленки делится на N элементов, чтобы составить сетку. Ориентация намагниченности в центре каждого элемента сетки определяется по трем осям. Каждый элемент представляет собой прямоугольный параллелепипед равного объема. Решение расположения магнитных моментов в каждом элементе сетки ищется путем интегрирования уравнения Ландау-Лифшица-Гильберта:

$$\frac{dM}{dt} = \gamma M \times H_{eff} - \alpha \frac{M \times \left(M \times H_{eff}\right)}{M}, \qquad (1.5)$$

где γ – гиромагнитное отношение, α – коэффициент затухания, M – намагниченность каждого элемента, H_{eff} – полное эффективное поле каждого элемента.

В присутствии внешнего магнитного поля H_{eff} можно записать в виде:

$$H_{eff}^{i} = H_{appl}^{i} + \frac{1}{2} H_{demag}^{i} + \frac{d}{dM} K \cdot Sin^{2}\varphi + \frac{2A}{\mu_0 M_s^2} \cdot \sum_{j=nearest\ neighbors} \frac{m_i - m_j}{d_{ij}^2}, \qquad (1.6)$$

где φ – наименьший угол между моментом и осью анизотропии, M_s – намагниченность насыщения материала, A – константа обменного взаимодействия, K – константа магнитной анизотропии, d_{ij} – расстояние между центрами элементов i и j, H_{appl} – внешнее магнитное поле, H_{demag} – размагничивающее поле.

Таким образом, при решении этих уравнений для каждой сетки в составе пленка можно получить распределение в них магнитных моментов и петлю гистерезиса. Авторами [98, 99] были получены результаты для МСМ иглы с магнитным покрытием из пермаллоя. Была показана универсальность модели, хотя ясно, что изменения в геометрии зонда или в параметрах магнитной пленки могут существенно влиять на результаты.

Изменение направления намагниченности в МСМ игле под действием внешнего магнитного поля или размагничивающего поля образца сильно влияет на получаемое МСМ изображение. Описанные выше методы позволяют определить поведение намагниченности в игле во внешнем магнитном поле вид получаемого МСМ изображения. Но остается вопрос, как учитывать этот факт и что нужно сделать для восстановления корректного МСМ изображения? Если известно влияние внешнего магнитного поля на характер поведения намагниченности в МСМ игле, то, используя приведенный в работе [100] алгоритм, можно восстановить корректное МСМ изображение. В работе описана процедура деконволюции для удаления влияния направления намагниченности

иглы из МСМ изображений. Метод требует четко определенного направления намагниченности иглы во время формирования исходного изображения.

В результате проведенного литературного поиска видно, что коэрцитивная сила иглы является важным фактором, влияющим на формирование МСМ изображений. Основными преимуществами описанных методов является хорошая точность определения коэрцитивной силы в Z направлении, высокая устойчивость поля рассеяния тестовых образцов в виде токопроводящих полосок или колец к внешнему магнитному полю. Недостатком использования в качестве тестовых структур объектов с малыми латеральными размерами (меньше 5 мкм) приводит к неоднозначной интерпретации полученных МСМ изображений из-за их низкого разрешения (изображение состоит из точек). Это приводит к неточному определению значения коэрцитивной силы МСМ зонда в плоскости образца. Кроме того, частицы с малыми латеральными размерами могут обладать коэрцитивной силой, сравнимой с коэрцитивной силой зондов. И при получении петли гистерезиса от такой системы будет трудно отделить вклад образца от иглы. Поэтому необходимо разрабатывать методики изготовления тестовых образцов, обладающих одновременно малой коэрцитивной силой и большими латеральными размерами. Также нужно искать новый способ анализа характера намагниченности магнитной иглы во внешнем магнитном поле, прикладываемом в плоскости образца.

1.3. Нанопроволоки под действием электрического тока

В настоящее время активно и всесторонне исследуется явление переноса магнитного момента при протекании спин поляризованного тока (spin transfer torques). Работы в этой области носят как теоретический [101 - 105], так и прикладной характер [106]. В настоящее время, для перемещения доменных стенок (ДС) и, в более общем смысле, для изменения ферромагнитного состояния

проволоки используются очень большие плотности тока. В результате действия тока выделяется существенное количество джоулева тепла, что повышает температуру образца или устройства. Важным вопросом является, насколько сильно повышается температура, так как это существенно влияет на наблюдаемые процессы [107-109]. Смешение ДС может быть связано с передачей спинового момента спин-поляризованного тока атомам проволоки или из-за короткого подавления ферромагнетизма (превышение температуры Кюри). При превышении температуры Кюри происходит переход в парамагнитное состояние, и доменная структура полностью разрушается. При остывании образца, происходит его спонтанное намагничивание, связанное с фазовым переходом из парамагнитного состояния в ферромагнитное. Таким образом, знание о степени нагрева проволоки за счет протекающего по ней электрического тока является очень важным для интерпретации данных по смещению ДС.

1.3.1. Температура Кюри и методы ее определения

Для никелевых нанопроволок, закрепленных на подложке вертикально, по сравнению с объемным металлом, наблюдается снижение температуры Кюри в зависимости от эффективного диаметра проволок и формы сечения [111]. Температура Кюри сплошных никелевых пленок, сформированных на подложках, по сравнению с проволоками [110, 111] снижается незначительно несмотря на меньший размер по толщине [112, 113]. Поэтому остается открытым вопрос о том, как изменится температура Кюри отдельной нанопроволоки прямоугольного сечения, имеющей контакт с подложкой по всей длине. Обычно такие проволоки используются для исследования процесса протекания через них тока высокой плотности.

Температура Кюри (T_C) является температурой, при которой происходит фазовый переход из ферромагнитного в парамагнитное состояние. Неточность в

определении T_C может привести к ошибочной интерпретации магнитных свойств ферромагнетиков. Однако, определение T_C не является тривиальным. Существует три основных метода для определения T_C материала из данных по намагничиванию образца. Один из способов определения T_C заключается в аппроксимировании зависимости намагниченности от температуры в точке перегиба до оси температур (кривые ($M_H(T)$). Однако, определенная таким методом температура (T_C) зависит от величины внешнего магнитного поля [114-116]. В качестве альтернативы этому методу используется способ, основанный на магнитокалорическом эффекте (МКЭ). МКЭ может также использоваться для получения информации о фазовом переходе II рода в материале, в частности позволяет определить критические индексы γ и β, для уравнений $\chi \sim t^{-\gamma}$ и $M \sim t^{\beta}$, соответственно, где $t = (T - T_C)/T_C$ [117]. В данном методе при включении/выключении магнитного поля регистрируется изменение температуры образца при адиабатическом процессе ($\Delta T_{АД}$) или изменение энтропии при изотермическом процессе (ΔS_M). Значение температуры ($T_{ПИК}$), при которой на зависимости $|\Delta S_M|$ от температуры наблюдается пик, в первом приближении авторы [117] предлагают считать температурой Кюри материала. Однако было показано, что при приложении магнитного поля $T_{ПИК}$ отличается от T_C [118]. Авторами работы [119] был усовершенствован метод определения температуры Кюри из МКЭ измерений. Предложены аналитические выражения, используемые для вычисления необходимых кривых, построение и интерполяция которых приводит к нахождению искомой величины T_C. Отдельно стоит проблема определения T_C образцов с малыми размерами, отличающихся по своим физическим свойствам от объемных. Обычно для таких целей используются чувствительные магнитометры SQUID [120]. Однако, очень часто из-за простоты реализации эксперимента для определения температуры Кюри малых объектов используются измерения их электрических транспортных свойств [121, А6]. Основой одного из методов является наличие асимметричного пика на температурной зависимости производной сопротивления от температуры (dR/dT) [122, 123, 125], максимум которого близок к T_C, установленной при

магнитометрии [120, 124]. Для определения T_C подобных образцов, авторами [121] был предложен другой вариант, основанный на построении зависимости сопротивления от приложенного внешнего магнитного поля при разных температурах. Далее необходимо дважды продифференцировать полученное сопротивление при нулевом магнитном поле по магнитному полю ($d^2R(T)/dB^2$ при $B = 0$). Таким образом, строится зависимость квадрата магнитной восприимчивости (χ^2) от температуры. Температура Кюри определяется как максимум на этой зависимости.

Для нагревания проволок до температуры Кюри необходимо пропускать через нее ток достаточно высокой плотности. По оценкам некоторых авторов плотность тока должна быть больше 2.5×10^{12} А/м^2 [126] или 7.5×10^{11} А/м^2 [127]. В зависимости от материала, толщины и ширины провода, а также от материала подложки и толщины изоляционного слоя аналогичные плотности тока используются в устройствах спинтроники, механизм действия которых основан на движении ДС за счет передачи спинового момента от спин-поляризованного тока [127-132].

1.3.2. Движение доменной стенки в нанопроволоке под действием протекающего тока

В последнее время наблюдается большой интерес к использованию явления движения доменной стенки (ДС), индуцированного переносом спинового момента [133, 134] в ферромагнитной нанопроволоке. На данный момент были успешно выполнены как экспериментальные [102-106, 127, 128, 130, 131, 133] так и теоретические [126, 129, 132, 134] исследования. Явление смещения ДС в ферромагнитной нанопроволоке предлагается использовать в ячейках памяти для хранения данных. На практике смещение ДС достигается с помощью импульса тока [103 - 107]. Высокая плотность тока, необходимая для перемещения ДС,

генерирует значительный джоулев нагрев. Поэтому большое внимание было уделено изучению влияния джоулева нагрева на движение ДС под действием тока в ферромагнитных нанопроводах [126-132].

В работе [126] была исследована зависимость джоулева нагрева от электрического тока, протекающего через ферромагнитную нанопроволоку. В ней делался расчет температур проволок и подложки. Моделировалось пространственное распределение плотности тока и связанное с ним тепловыделение, а также диффузия тепла внутри проволоки и в подложке. Изучалось несколько различных проволок с разной геометрией сужений по ширине проволоки, а также различные подложки: тонкий слой нитрида кремния, толстые кремниевые пластины, а также толстые алмазные пластины. Вычислялось повышение температуры в зависимости от времени действия импульса тока. Для подложек, толщина которых значительно превышает длину проволоки, было найдено три различных режима распространения тепла через подложку. Авторы [126] предложили аналитическое выражение, действительное для всех длительностей импульсов, что позволяло точно вычислить увеличение температуры в проволоке на тонких подложках. В [126] было обнаружено, что тонкий слой нитрида кремния (толщиной 100 нм) является наименее эффективным при охлаждении проволоки, которая испытывает джоулев нагрев. Хорошее охлаждение проволоки достигается за счет кремниевой подложки, теплопроводность которой примерно на порядок больше, чем у нитрида кремния [126]. Это позволяет поддерживать температуру проволоки постоянной при ее постоянном нагреве.

В работе [129] слой диэлектрика был помещен между подложкой и металлической проволокой для электрической изоляции. Авторы исследовали зависимость приращения температуры в проволоке от толщины диэлектрического слоя для достижения движения ДС индуцированного током, поскольку хороший электрический изолятор также является и тепловым изолятором. Было получено приближенное аналитическое выражение для приращения температуры от

толщины изолятора. Следует отметить, что прирост температуры зависит не только от толщины изоляционного слоя, но и от его отношения к ширине проволоки. Более узкие проволоки быстрее нагреваются и достигают стационарного температурного режима (тепловое насыщение). В то время как более широким проволокам, при той же плотности тока, для достижения теплового насыщения слой диэлектрика должен быть более толстым.

В работе [127] авторы с помощью МСМ наблюдали движение магнитной ДС, вызванное спин-поляризованным импульсом тока в наноразмерных (шириной 240 нм и толщиной 10 нм) $Fe_{19}Ni_{81}$ проволоках. Для движения ДС требовалась высокая плотность тока (порядка 10^{11} А/м^2). Ток такой плотности мог нагреть проволоку до температуры Кюри [126, 127]. Экспериментальные данные показали, что температура проволоки пропорциональна удельному сопротивлению, толщине и ширине проволоки, а также квадрату плотности тока, и обратно пропорциональна теплопроводности подложки. Также было установлено, что тепловое равновесие системы проволока – изолятор – подложка достигается за 1 микросекунду с момента начала подачи импульса тока и сохраняется до момента выключения импульса [127].

В свою очередь авторы статьи [128] сделали упор на исследование вероятности смещения ДС в зависимости от формы и длительности импульса тока. Для гарантированного присутствия ДС в проволоке было сформировано сужение (локальное изменение ширины проволоки), поскольку на месте сужения всегда есть ДС. Наличие дефекта в проволоке затрудняет смещение ДС. Кроме того, согласно [132] температура проволоки в месте сужения при пропускании тока существенно возрастает. Поэтому для облегчения смещения ДС было предложено использовать внешнее магнитное поле небольшой величины (100 мТл). Вероятность депиннинга магнитных ДС в сужении от временной формы импульсов тока. В данной работе депиннинг ДС исследовался в пермаллоевых проволоках в зависимости от времени нарастания импульса тока. Эксперименты показали, что плотность тока для депиннинга ДС можно сильно

уменьшить, используя импульсы тока с короткими фронтами. При использовании импульсов тока с медленным нарастанием фронта депиннинг начинается сразу при достижении плотности критического тока. В работе [128] величина плотности критического тока составляла 1.1×10^{12} А/м^2, что согласно [126, 127] могло привести к нагреву проволоки выше температуры Кюри. Также в [128] было показано, что в присутствии внешнего магнитного поля вероятность депиннинга зависит не только от амплитуды, но и от «крутизны» фронта импульса тока, или, иными словами, вероятность депиннига зависит от скорости нарастания тока в подаваемом импульсе. При использовании импульсов тока с коротким временем нарастания амплитуду импульсов тока, необходимого для депиннинга, можно уменьшить примерно на 30%. Например, для импульса тока с плотностью 5.5×10^{11} А/м^2 и времени нарастания 2 нс максимальное действие на ДС сравнимо с одним импульсом тока с удвоенной плотностью 1.1×10^{12} А/м^2 и временем нарастания 10 нс.

В работах [126-129] были исследованы проволоки шириной от 100 нм и больше. Авторами [131] был произведен анализ движения ДС в нанопроволоках шириной до 20 нм, что сравнимо с ее толщиной, а в некоторых случаях и меньше. Теоретические исследования показали, что для снижения пороговой плотности тока и повышения термической стабильности необходимо чтобы в нанопроволоках ось легкого намагничивания была перпендикулярна плоскости поверхности подложки [135]. Было установлено, что такой осью обладают многослойные Co/Ni проволоки. Для движения ДС в таких проволоках пороговая плотность тока и время переключения почти линейно изменяются в зависимости от ширины проволоки при сохранении практически постоянного коэффициента термической стабильности вплоть до 20 нм. Было обнаружено, что пороговая плотность тока, при которой происходит движение ДС, сначала снижается при изменении ширины проволоки вплоть до 30 нм, а затем значительно возрастает при дальнейшем уменьшении ширины проволоки от 30 нм до 20 нм. Также было установлено, что для движения ДС в проволоке шириной 20 нм необходима плотность тока больше 1×10^{12} А/м^2, что может привести к нагреву выше

температуры Кюри. Взаимосвязь между пороговой плотностью тока и шириной проволоки воспроизведена с помощью теоретического расчета на основе адиабатической модели передачи спинового момента.

В работе [130] исследовались цилиндрические проволоки, выращенные в порах. В них два различных направления намагниченности внутри проволоки разделены ДС. Их можно использовать для устройств трехмерной памяти [136]. Для управления данными, можно использовать спин-поляризованный ток для перемещения ДС вдоль проволоки между датчиками чтения/записи. Преимуществом трехмерного запоминающего устройства над двумерными планарными устройствами памяти является возможность достижения значительно более высокой плотности записи данных. В цилиндрических проволоках существуют различные типы ДС в зависимости от диаметра проволоки и обменной длины материала [137]. При диаметре 350 нм можно получить трехмерную спиральную ДС. Такая ДС является трехмерной конфигурацией намагниченности, которая соединяет вихри с противоположными направлениями намагниченности в центре проволоки. Спиральное распространение ДС наблюдается при минимальной плотности тока, необходимой для преодоления ее внутреннего пиннинга. Таким образом, можно снизить пороговую плотность тока и уменьшить нагрев устройства.

В результате проведенного литературного поиска видно, что использование прямоугольных импульсов тока высокой плотности в тонкой проволоке приводит как к перестройке доменной структуры, так и к ее нагреву. Имеются аналитические выражения, которые позволяют оценить температуру проволоки в зависимости от различных факторов – длина импульса, толщина изоляционного слоя, материала подложки и другие. Большинство работ по движению ДС с помощью спин-поляризованного тока были выполнены на проволоках из пермаллоя. У данного материала доменная структура обусловлена анизотропией формы. Кроме того, для пермаллоя, обладающего одноосной анизотропией, нет смены знака константы магнитной анизотропии при изменении температуры.

Использование CoNi сплава или любого другого материала с перпендикулярной анизотропией является перспективным для устройств с трехмерной памятью. Но остается открытым вопрос о влиянии нагрева ферромагнитной проволоки на перестройку ее доменной структуры при прохождении тока, недостаточного для нагрева образца до температуры Кюри. Особенно остро этот вопрос стоит для материалов, при нагреве которых происходит существенное изменение их магнитных характеристик. Примером такого материала может служить никель, для которого характерна смена знака константы магнитной анизотропии при нагреве. Поэтому необходимы дальнейшие исследования влияния тока высокой плотности на доменную структуру проволок.

Также важным является возможность определения температуры Кюри у объектов малых размеров, таких как нанопроволоки. При использовании описанных методов можно добиться высокой точности определения температуры Кюри, но некоторые из этих методов очень трудоемки и точность их зависит от внешних факторов, особенно от внешнего магнитного поля. Еще одним недостатком приведенных методов является отсутствие возможности определения температуры фазового перехода в момент прохождения через нанообъект импульса тока. В этом случае после прохождения импульса температура нанопроволоки уже через 1 микросекунду становится равной температуре окружающей среды [127]. А использование нанопроволок в элементах памяти предполагается именно с использованием импульсов тока. Кроме того, необходимо разработать простой способ определения температуры Кюри ферромагнетиков, в котором не происходит длительного нагрева образца до высокой температуры и отсутствуют внешние факторы, в частности внешние магнитные поля. Это повысит точность определения температуры Кюри ферромагнетиков.

Глава 2. Описание экспериментальных установок и методов

2.1. Используемые приборы, установки и их модификации

В работе были использованы атомно-силовые микроскопы (АСМ) фирмы НТ-МДТ (Зеленоград, Россия). Модели Solver P47 и Solver P47Pro использовались в режимах АСМ [138], МСМ [138], а также регистрации силовых кривых в режиме АСС [48]. Данные приборы применялись для исследования морфологии поверхности методом АСМ, СЗЛ литографии, а также характеризации магнитных структур методом МСМ. Модель Solver Smena-A использовалась в режимах АСМ, МСМ и Кельвин-зондовой микроскопии (КЗМ) [138, 139]. Данный микроскоп применялся для исследований по определению коэрцитивной силы магнитных зондов в режиме МСМ, и для исследований влияния внешнего магнитного поля на зарядовые области, создаваемые на поверхности лантан-стронциевых манганитов, в режиме КЗМ. Модель Solver HV использовалась в режиме АСМ и МСМ для исследования влияния протекающего тока высокой плотности через нанопроволоку на ее доменную структуру. Также эта установка применялась для создания среднего вакуума 10^{-3} Па для предотвращения окисления на воздухе созданных структур при их нагреве.

Для исследования морфологии поверхности подложек, сформированных полимерных пленок, изготовленных масок и магнитных структур применялись стандартные кремниевые кантилеверы NSG-11 с силовой константой k = 5 Н/м (НТ-МДТ). Для СЗЛ применялись стандартные кремниевые канитилеверы NSG-20 (радиус закругления вершины зонда 10 нм, k = 48 Н/м, НТ-МДТ), NSC15 (радиус закругления вершины зонда 10 нм, k = 46 Н/м, MikroScience) и специальный канитилевер D300 с алмазным пирамидальным монокристаллом, закрепленным на кремниевой балке (радиус закругления вершины зонда 5 нм, k = 40 Н/м, SCDprobes). Для создания и исследования локальных зарядовых

областей, а также морфологии поверхности использовались стандартные кремниевые проводящие кантилеверы DCP-11 с радиусом закругления 100 нм с силовой константой k = 48 Н/м (НТ-МДТ). Для получения МСМ изображений применялись стандартные магнитные зонды марки NSC19/Co-Cr (MikroScience) и MFM10 (НТ-МДТ). При исследовании коэрцитивной силы магнитных зондов применялись стандартные кремниевые кантилеверы (Silicon-MDT) с конусообразными кончиками игл, покрытые магнитной пленкой (Co, Co-Cr или SmCo) толщиной 50 нм.

Для проведения экспериментов с использованием внешнего магнитного поля была произведена модернизация микроскопа Solver Smena–A путем установки С-образного электромагнита. Исследуемый образец (3) и зонд микроскопа (2) находились между его полюсами (4) (рисунок 2.1). Блок питания электромагнита состоял из стандартного источника питания постоянного тока Б5-49 с самодельным активным блоком управления, позволяющим изменять силу тока в обмотке электромагнита, и тем самым варьировать величину магнитного поля, действующего на образец и иглу. Величина магнитного поля измерялась датчиком Холла, прикрепленным на столике-держателе (6) в непосредственной близости от образца. Предварительно сам датчик был откалиброван с помощью измерителя магнитной индукции Щ1-8. Данная система позволяла создавать, измерять и контролировать однородное внешнее магнитное поле вдоль поверхности образца. С помощью блока управления также можно было менять величину и направление этого поля от -2500 до +2500 Э. Это дало возможность получать МСМ и КЗМ изображения в различных полях в указанном диапазоне.

При получении МСМ изображений использовалась регистрация изменения фазы колебания кантилевера [138]. Все МСМ иглы предварительно намагничивались вдоль оси своей симметрии в магнитном поле (+2500 Э). Для получения МСМ изображений использовалась двухпроходная методика работы микроскопа в режиме повторения топографии.

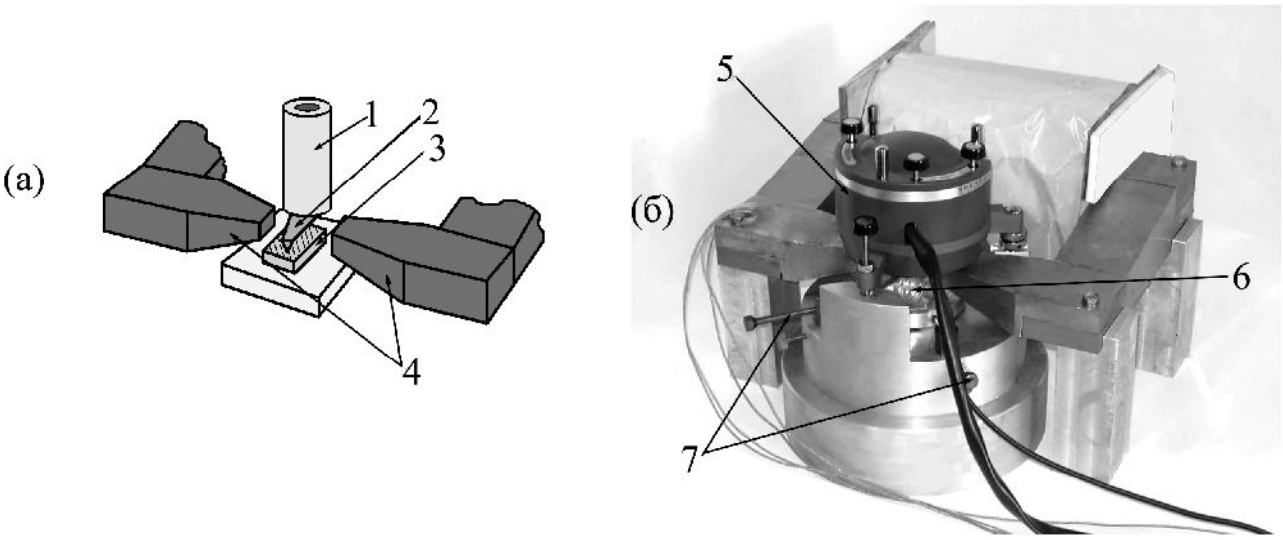

Рисунок 2.1. – (а) – упрощенная схема расположения образца между полюсами магнита и АСМ головки Smena-A. (б) – вид установки (Smena-A с электромагнитом). 1 – пьезосканер АСМ головки, 2 – кантилевер, 3 – образец, 4 – полюса электромагнита, 5 - АСМ головка Smena-A, 6 – столик позиционирования образца, 7 – микровинты, для позиционирования столика 6 с образцом 3 относительно кантилевера 2.

Для визуального контроля позиции зонда над образцом применялся оптический микроскоп МБС-10 с длиннофокусными линзами и подсветкой.

Для проведения экспериментов, требующих нагрева образца, была сделана температурная ячейка, которая позволяла нагревать исследуемый образец вместе с подложкой в широком интервале температур от комнатной до 1000ºС. Данная температурная ячейка была интегрирована в камеру C3M Solver HV.

2.2. Получение пленок для масок на поверхности подложки

В качестве полимера, закрывающего подложку, для получения литографической маски использовался полиметилметакрилат (ПММА) (Acros Organics, Бельгия) с молекулярным весом 35000 единиц.

Изготовление масок с помощью СЗЛ лучше всего проходит на образцах с достаточно ровной поверхностью. По этой причине в качестве подложек использовались пластины монокристаллического кремня (КДБ-0.1), а также пластины КДБ-0.1, покрытые слоем диоксида кремния толщиной 260 нм. Выполненные с помощью СЗМ измерения показали, что данные подложки имели среднюю квадратичную шероховатость в пределах 0.5 нм для скана 10×10 мкм.

Поскольку сила давления со стороны иглы на полимер чаще всего для разных участков поверхности является одинаковой, то необходимо создавать пленки одинаковой толщины. Для этого использовался следующий метод. Образец закреплялся на оси электродвигателя так, чтобы его поверхность была перпендикулярна оси вращения (рисунок 2.2). Далее на поверхность наносился раствор ПММА в хлороформе (0.55%). Процесс нанесения мог быть реализован двумя способами. В первом случае на вращающуюся подложку (3000 об./мин) сверху падала капля раствора ПММА. Этот способ применялся для изначально гладких подложек. Второй способ заключался в том, что раствор ПММА наносился на неподвижную подложку, и пока он не успевал высохнуть, включалось вращение на несколько секунд. Если на поверхности имелись какие-либо структуры или дефекты, то они равномерно закрывались. Такой способ нанесения обычно применяется для создания многослойных структур.

На поверхности подложки были созданы пленки ПММА толщиной от 50 до 160 нм при разной скорости вращения. Толщина созданной пленки определялась с помощью АСМ [48]. Для полного удаления растворителя пленки ПММА выдерживались при температуре 100°С в течение 30-60 минут. Кроме того, нагрев необходим для придания полимерной пленке резистивных свойств к растворению в проявителях. Далее в пленке ПММА каким-либо методом СЗЛ создавалась литографическая маска.

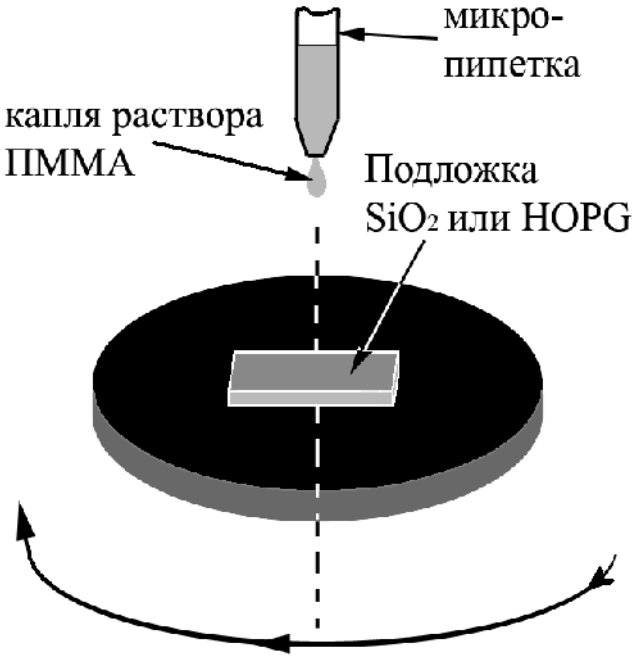

Рисунок 2.2. – Схема равномерного нанесения ПММА на подложку.

2.3. Изготовление магнитных образцов

Для изготовления нанопроволок Ni в полимерной пленке, нанесенной на кремниевую пластину, покрытую слоем оксида кремния толщиной 260 нм, методом СЗЛ были сформированы литографические маски. В качестве материала для литографической маски использовался раствор ПММА в хлороформе (0.55%). Более подробно процесс создания резистивной пленки ПММА описан в параграфе 2.2. Далее с помощью СЗМ Solver P47 в слое ПММА формировалась литографическая маска, состоящая из двух контактных площадок и самой проволоки. В процессе создания использовались стандартные кремниевые кантилеверы марок NSG20, NSC15 и специальный кантилевер D300.

После получения с помощью СЗЛ в пленке ПММА литографической маски, на подложке формировались металлические структуры путем напыления в вакууме. Для этого использовалась установка MultiprobeP (Omicrone, Германия), в которой металлическая мишень Co чистотой 99.95% или Ni чистотой 99.9%

распылялась электронным лучом в вакууме порядка 1×10^{-8} Па. Скорость напыления металла составляла 0.1 нм/мин. После этого образец помещался в ультразвуковую ванну с хлорбензолом для растворения полимера и удаления лишнего материала. Для более эффективной очистки поверхности образец снова помещался в ультразвуковую ванну со спиртом или ацетоном.

Кроме того, для проведения экспериментов по определению коэрцитивной силы магнитных зондов, в качестве тестового образца использовался ансамбль микрочастиц кобальта, напыленных на поверхность высокоориентированного пиролитического графита (ВОПГ) через маску, представленную на рисунке 2.3. Такие микрочастицы в поликристаллической форме обладают сравнительно небольшой коэрцитивной силой, в данном случае она составила 50 Э [82].

Для получения поликристаллических микрочастиц напыление проводилось с использованием вакуумного поста ВУП-5 при давлении порядка 10^{-5} Па путем магнетронного распыления мишени Co. Для создания микроструктур как одинакового, так и разного размера в качестве маски была взята либо сетка с квадратной ячейкой со стороной 25 мкм (рисунок 2.3а), либо такие же две скрещенные сетки (рисунок 2.3б). Толщина сформированных микроструктур определялась с помощью АСМ.

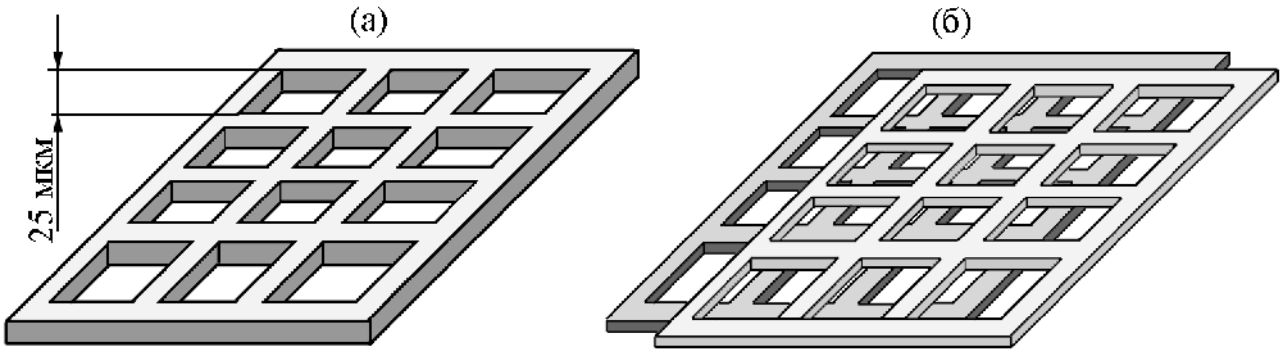

Рисунок 2.3. – Часть сетки, используемой для создания микроструктур. (а) – одиночная сетка, (б) – две скрещенные сетки.

2.4. Использование электрического потенциала или тока

В качестве образца для записи и исследования структур, созданных с помощью зарядовой литографии, использовался монокристалл лантан-стронциевого манганита $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ (x = 0.10, 0.11) с ростовой осью ***c*** лежащей в плоскости образца.

Для создания индуцированных состояний на поверхности монокристалла использовался микроскоп Solver Smena–A с кантилевером DCP-11. АСМ зонд в контактном режиме позиционировался на ровном участке образца. При наличии неровностей изменяется площадь соприкосновения зонда с поверхностью, что приводит к искажению получаемого состояния. Далее между зондом и образцом подавалось напряжение. После этого напряжение отключалось, и зонд в контактном режиме переводился в другое место. Процедура создания индуцированного состояния повторялась. После создания таких состояний происходило повторное сканирование всего участка образца.

При создании индуцированных состояний на поверхности кристалла, между иглой и проводящей подложкой, на которой лежал образец, подавалось напряжение величиной от +2 В до +9 В. Помимо этого, варьировалось время его воздействия от 4 до 1024 секунд с шагом, кратным степени 2. Для исследования полученных с помощью зарядовой СЗЛ состояний использовался СЗМ в режимах измерения АСМ и КЗМ [138, 139].

Визуализированные с помощью КЗМ структуры обрабатывались стандартными средствами в предоставленном программном обеспечении, интегрированном в программу управления микроскопа. В конечном итоге получались данные по величине потенциала в центре записанных состояний и их латеральный размер.

С целью установления возможного влияния внешнего магнитного поля на размеры индуцированных состояний производилась запись этих состояний, как в

отсутствии, так и в присутствии внешнего магнитного поля величиной 1000 Э и 2000 Э с использованием установки, описанной в параграфе 2.1. Поле было направлено вдоль ростовой оси ***c*** кристалла.

Для изучения процессов протекания тока через полученную Ni нанопроволоку к камере C3M Solver HV (НТ-МДТ) были подведены контакты от измерительных приборов для получения вольт-амперных характеристик (ВАХ), которые осуществлялись четырехзондовым методом амперметра-вольтметра согласно схеме, представленной на рисунке 2.4. ВАХ получалась путем подачи на образец с генератора Г6-34 одиночного импульса пилообразного напряжения с частотой 10 Гц. Такая форма импульса была выбрана для минимизации нагрева проволоки протекающим током. При использовании прямоугольных импульсов тока, как в работах [126-134], происходит длительное действие максимальной амплитуды тока на проволоку, что приводит к существенному нагреву проволоки. С помощью двух мультиметров Agilent 34410A производилось одновременное считывание значений напряжения, падающего на проволоке, и тока, протекающего через нее. Получение данных осуществлялось с частотой 5 кГц. Каждая точка на ВАХ усреднялась по времени 20 мс. В промежутках между измерениями ВАХ на образец подавалось напряжение -40 мВ, с целью контроля сопротивления образца и его работоспособности (не порвалась ли проволока).

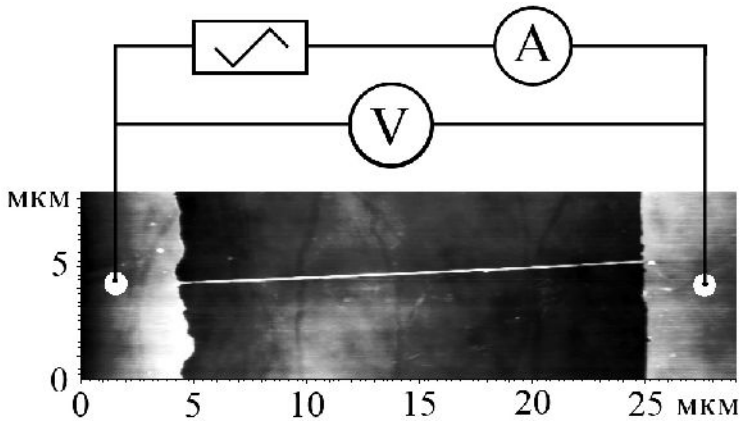

Рисунок 2.4. – Схема подключения измерительных приборов при получении ВАХ от Ni проволоки.

Для определения температуры Кюри Ni нанопроволок использовались образцы, изготовленные методом, описанным в параграфе 2.3. Размеры и форма полученной проволоки с контактами контролировались с помощью СЗМ Solver P47 и кантилевера NSG11 или D300. Для исследований были получены проволоки Ni высотой от 8 до 24 нм, шириной от 200 до 700 нм и длинной от 4 до 15 мкм.

Для изучения перестройки доменной структуры в Ni проволоке при пропускании по ней импульсов тока было изготовлено с помощью СЭЛ три типа Ni нанопроволок. Первый тип проволок состоял из массивных контактов, соединенных проволокой из того же материала. Второй тип образцов отличался от первого тем, что проволока соединяла медные массивные контакты. Такая конструкция необходима для уменьшения влияния массивного ферромагнитного материала на распределение намагниченности в нанопроволоке. Третий тип образцов представлял собой отдельно расположенную Ni нанопроволоку без контактов. Все типы нанопроволок представлены на рисунке 2.5а, б, и в соответственно. Для СЭЛ, а также для контролирования геометрических размеров полученных проволок, использовался АСМ Solver P47 с зондом D300.

На образцы нанопроволок Ni первого и второго типов, для изучения влияния тока на их доменную структуру, подавались импульсы тока разной величины. После каждого импульса образец исследовался с помощью МСМ. С целью предотвращения изменения распределения намагниченности за счет отжига протекающим током, перед началом измерений через нее подавался импульс тока, превышающий по амплитуде все последующие импульсы. Кроме того, его величина была такой, чтобы нагреть проволоку существенно выше температуры Кюри (для объемного Ni составляет 631 К [111]).

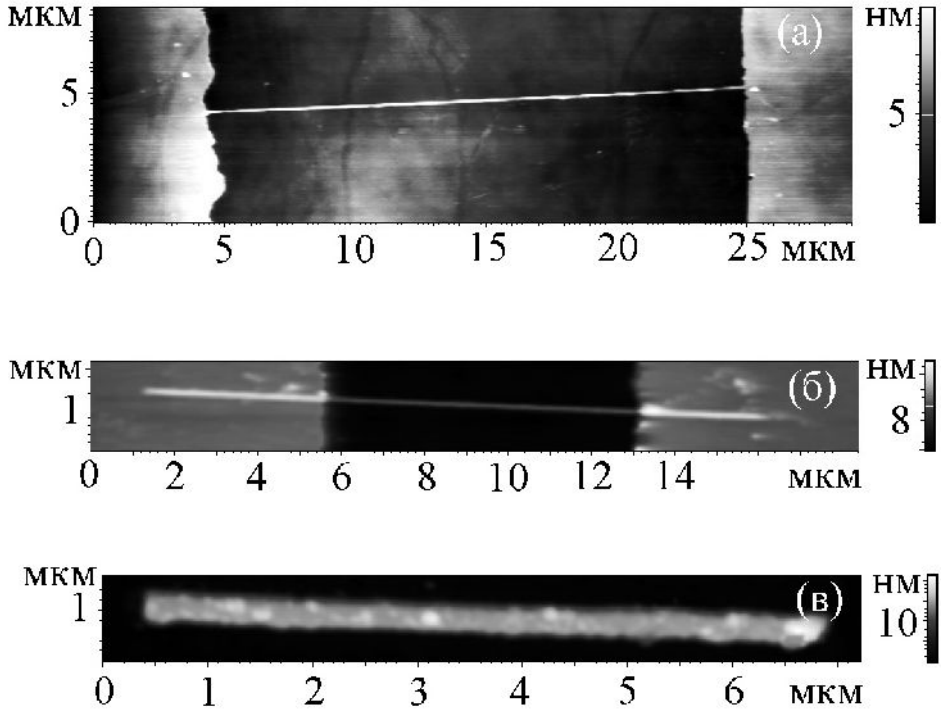

Рисунок 2.5. – АСМ изображение изготовленных Ni проволок. (а) – с контактными площадками из того же материала (первый тип), (б) – с медными контактными площадками (второй тип), (в) – без контактных площадок (третий тип).

Для проведения магнитных измерений использовался прибор Solver HV. Весь цикл измерений проводился в вакуумной камере данного микроскопа при давлении 10^{-3} Па для предотвращения возможного окисления нанопроволок при их нагреве. Также, для предотвращения изменения магнитной структуры нанопроволоки полем иглы, перед началом измерений толщина магнитного покрытия используемых стандартных зондов уменьшалась путем ионного распыления. Вследствие этого падала чувствительность таких зондов. Но поскольку измерения проходили в вакууме, то это изменение компенсировалось. С этой же целью, во время МСМ измерений использовалась однопроходная методика, при которой зонд МСМ перемещается над поверхностью образца на расстоянии в несколько десятков нанометров. Перед началом измерений плоскость образца выставлялась параллельно плоскости движения МСМ зонда во

время сканирования. Это позволило исключить изменение картины распределения намагниченности в проволоке за счет непостоянного расстояния зонд − образец и возможного перемагничивания нанопроволоки полем зонда.

Глава 3. Сканирующая зондовая литография

Сканирующая зондовая литография (СЗЛ) приобретает все большую популярность для создания разного рода объектов на поверхности подложек. Помимо уже хорошо известных механических методик СЗЛ, таких как статическая, динамическая литографии и индентирование, стали появляться все более новые методы. К ним можно отнести Dip-Pen литографию (ДПЛ) электрическую или зарядовую литографию. СЗЛ обладает рядом преимуществ относительно других методов литографии. Первое – данный метод является сравнительно дешевым, а его распространенность делает его доступным. Немаловажным преимущество СЗЛ заключается в возможности контролировать качество получаемых масок с помощью того же зондового микроскопа, который использовался для литографии. Кроме того, данный микроскоп может использоватья для получения информации о морфологии, магнитных и электрических свойствах изготовленной после напыления структуры. Что говорит об универсальности СЗМ. СЗЛ успешно используется для создания массивов упорядоченных отдельно расположенных частиц или нанопроволок [А3, А13-А16]. Массивы магнитных частиц используются для исследований процессов перемагничивания, в том числе для термоассистируемого перемагничивания (HAMR) [140]. Нанопроволоки на диэлектрической подложке являются хорошим объектом для изучения перестройки их магнитной структуры под воздействием импульса тока высокой плотности, так как за счет малых размеров исследуемого объекта можно легко достичь плотности тока 10^{13} А/м^2 [41, 43, 44, 127].

3.1. Сканирующая зондовая литография толстых полимерных пленок для создания массива частиц

В большинстве случаев механические СЗЛ методики хорошо работают для тонких (~40 нм) полимерных пленок. Это связано в первую очередь с тем, что при изготовлении масок используется сила давления зонда на поверхность образца. Применяемые в СЗЛ зонды имеют в основном коническую форму. По мере погружения кончика иглы в полимер происходит резкое увеличение площади контакта. Это приводит к заметному сопротивлению со стороны резистивной пленки и достижению заданного оператором значения силы давления зонда на образец. В результате, при использовании толстой полимерной пленки (>50 нм) при тех же параметрах, что и для тонкой пленки, изготовить маску не удастся. Конечно, можно пойти по известному пути и не использовать толстые пленки. Но в этом случае можно забыть и о толщине создаваемой структуры, так как при «взрывной» литографии для успешного процесса удаления лишнего материала необходимо, чтобы толщина напыленного слоя была меньше толщины полимера. А для структур с вертикальной намагниченностью необходимо иметь достаточную толщину. Но полностью отказываться от такого простого метода изготовления масок не стоит. Можно задать достаточно большую силу давления АСМ зонда на поверхность, при которой в конечном итоге полимер будет продавлен. Минусом использования большой силы воздействия зонда на образец является увеличение вероятности повреждения зонда в процессе литографии, это ведет к уширению минимально возможных структур, уменьшению резкости получаемого изображения, а также к ухудшению разрешающей способности при изучении топологии полученных структур без замены кантилевера. О том, какие виды искажений происходят, при использовании стандартных методов СЗЛ на толстом полимере, описано в работе [141].

Базовыми методами силовой СЗЛ являются статическая, динамическая литография и индентирование. Во всех перечисленных методах СЗЛ,

минимальные размеры получаемых структур зависят от геометрических характеристик зонда – радиуса закругления иглы и угла схождения при ее вершине. Далее будут рассматриваться возможности и ограничения СЗЛ методик, позволяющих формировать в полимерном слое ПММА маски, которые будут использоваться для создания металлических структур.

СЗЛ позволяет создавать литографические маски (поры в полимере) для формирования на подложке ансамблей частиц с заданной формы. Так, например, для создания круглых частиц с одинаковыми размерами лучше всего подходит методика индентирования [А3]. Схема работы прибора в этом режиме представлена на рисунке 3.1.

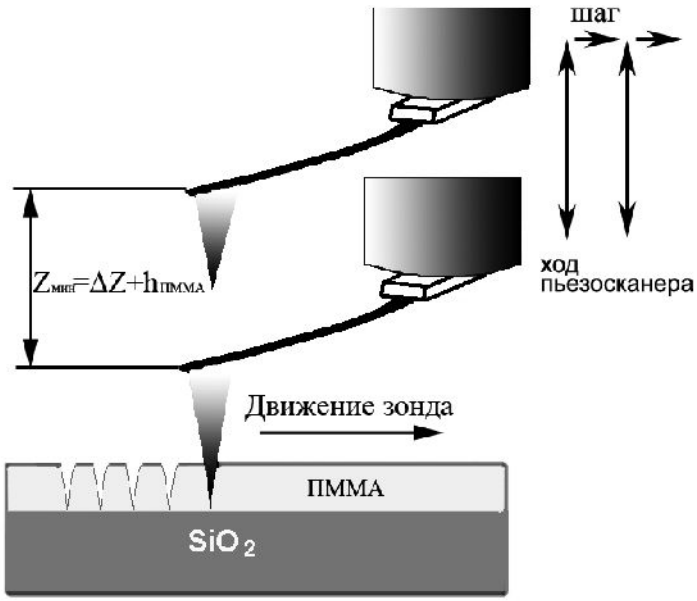

Рисунок 3.1. – Схема работы АСМ в режиме индентирования. $Z_{мин}$ – минимальное значение хода пьезосканера АСМ в направлении оси Z, ΔZ – высота подъема иглы над ПММА, $h_{ПММА}$ – толщина слоя ПММА, шаг – расстояние на которое должен передвинуться зонд по горизонтали над образцом от предыдущего до следующего воздействия (шаг индентирования).

Рассмотрим процесс создания круглых пор методом индентирования. Главным параметром, от которого зависит размер пор при использовании методов СЗЛ, является сила, с которой зонд давит на поверхность ПММА при индентировании. По анализу кривых атомно-силовой спектроскопии (АСС) ее удается определить [48]. Поскольку упругие свойствах ПММА и подложки разные, то силовые кривые, от подложки без полимера и с ним будут отличаться (рисунок 3.2) [А13-А16]. Сплошная линия показывает вид силовой кривой, полученной от твердой подложки (кремний) без нанесенного слоя ПММА. На ней виден перегиб в точке 1. Он отражает момент, когда зонд касается поверхности. Силовая кривая от подложки, покрытой слоем ПММА изображена пунктирной линией. Для толстых пленок ПММА (более 100 нм) наблюдаются три точки перегиба. В точке 2 происходит касание зондом поверхности ПММА. Поскольку ПММА обладает существенно меньшей упругостью, чем кремниевая подложка, то силовая кривая будет иметь другой наклон к оси абсцисс, по сравнению с чистой подложкой. На рисунке соответствует участку 2-3. В точке 3 зонд начинает чувствовать сильное сопротивление со стороны пленки вследствие увеличения площади соприкосновения. Поэтому участок 3-4 плавно изгибается и меняет свой наклон. Тем не менее, зонд постепенно продавливает пленку и наконец в точке 4 полностью прокалывает слой полимера. В этой точке зонд начинает взаимодействовать с поверхностью подложки, поэтому на участке 4-5 кривые совпадают. Поскольку на участке 4-5 продолжает действовать и усиливаться сила давления зонда на поверхность, то зонд начинает скользить вдоль нее, и тем самым будет уширять размер поры. Таким образом, задавая глубину проникновения зонда в ПММА во время индентирования можно изменять размеры получаемых пор в полимере. Если бы пленка ПММА имела меньшую толщину (менее 100 нм), то участок 2-3 был бы линейным до пересечения со сплошной кривой, и участка 3-4 не было.

С целью определения оптимальной СЗЛ методики для получения масок в пленке ПММА в виде одинаковых пор, исследовались четыре методики индентирования. Данные методики зависели от технических возможностей

используемых приборов. Для сравнения и выбора лучшей методики для получения масок использовался один и тот же шаблон.

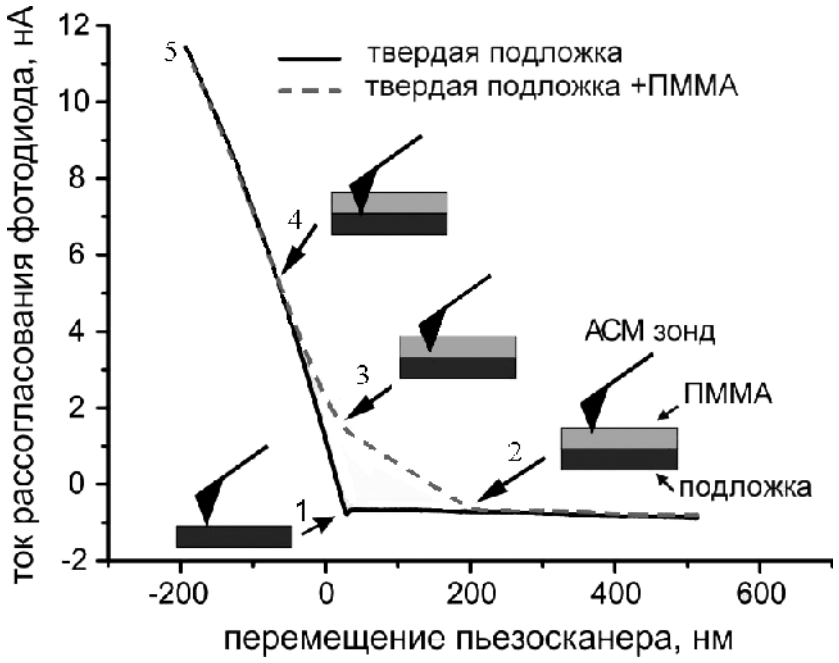

Рисунок 3.2. – Силовые кривые, полученные на твердой подложке (сплошная линия) и на подложке с нанесенной пленкой ПММА (пунктирная линия). Стрелками обозначены места контакта зонда с разными поверхностями.

Рассмотрим самый простой и быстрый способ формирования пор в пленке ПММА – индентирование с отключенной обратной связью. В этом случае пьезосканер АСМ полностью сжат, и зонд отведен от поверхности образца на максимальное расстояние. Для создания поры в полимере в программе управления микроскопом задается расстояние, на которое необходимо переместить зонд в направлении к поверхности во время индентирования ($Z_{мин}$ на рисунке 3.1). Поскольку, расстояние, на которое зонд опускается в полимер, всегда в этом режиме одинаковое, то данный метод имеет существенный недостаток. Он связан с тем, что расстояние зонд-образец в каждой точке скана должно быть постоянным. Другими словами, поверхность образца должна быть выровнена и сориентирована параллельно плоскости сканирования. Условие

параллельности поверхности образца и плоскости сканирования трудно реализовать в реальном эксперименте. На рисунке 3.3а представлено АСМ изображение пленки ПММА с порами, сформированными по первой методике. Из рисунка видно, что в нижнем левом углу полученного скана контур сформированных пор имеет не четкий характер. В то время как в верхнем правом углу они имеют четкие очертания и форму. Это связано с тем, что образец имел наклон в плоскости сканирования. На приведенном профиле поверхности (рисунок 3.3в) отчетливо видно увеличение глубины пор при переходе слева направо вдоль белой линии на рисунке 3.3а. Данный факт говорит о том, что с помощью такой литографической маски получение одинаковых наночастиц невозможно. Тем не менее, при установке образца параллельно плоскости сканирования, данная методика изготовления маски является самой быстрой – до 200 пор/мин.

Для того чтобы избежать упомянутого недостатка первого метода индентирования СЗЛ, используется второй метод. В нем индентирование происходит с включенной обратной связью. В этом случае зонд все время касается поверхности и за этим следит электроника микроскопа. Поэтому оператору необходимо указать расстояние, на которое должен опуститься зонд, равное толщине слоя ПММА. Это позволяет не ориентировать поверхность образца относительно плоскости сканирования. В данном методе зонд опускается из начального положения (далеко от поверхности) в точку, где будет формироваться пора, и на некоторое время перед продавливанием останавливается. Только после этой остановки производится индентирование и дальнейший переход к следующей точке шаблона. Остановка происходит вследствие «отработки» обратной связи. Это приводит к увеличению времени индентирования по сравнению с предыдущим способом примерно в 6 раз. Скорость изготовления маски падает до 33 пор/мин. Поскольку глубина проникновения в каждой точке скана одинакова, то везде (рисунок 3.3б) получаются абсолютно одинаковые поры по размерам и глубине (рисунок 3.3г).

Выше описанные два метода индентирования хорошо подходят как для тонких полимерных пленок, так и для сравнительно толстых (50 < h < 100 нм) при использовании острых зондов с малым углом схождения при вершине.

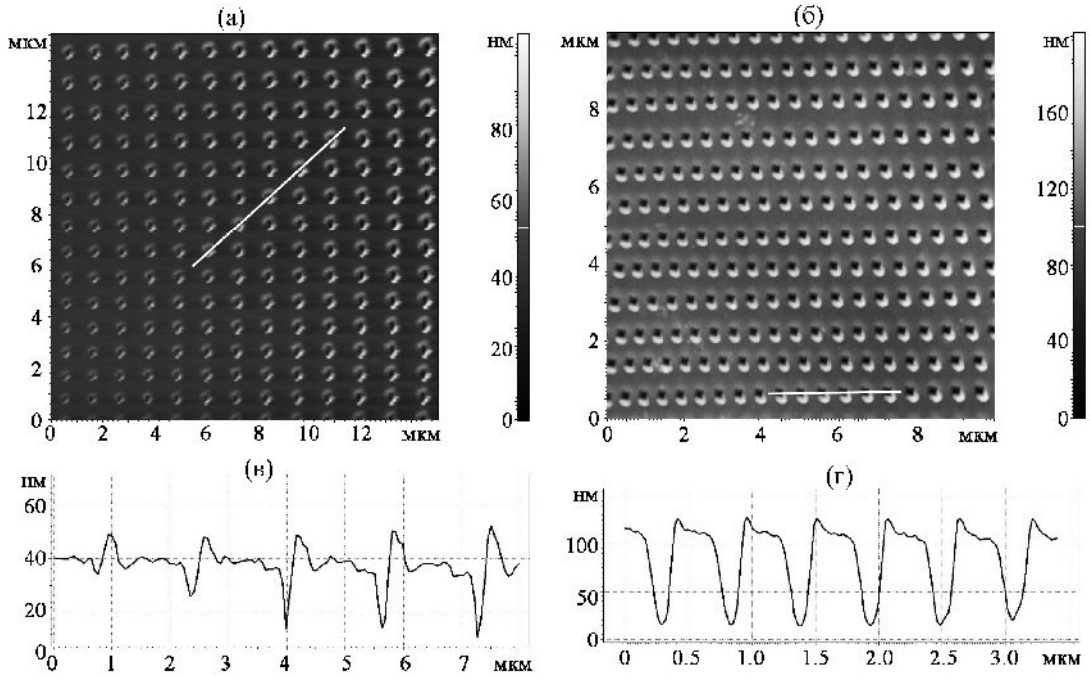

Рисунок 3.3. – АСМ изображения поверхности пленки ПММА толщиной менее 100 нм после индентирования с отключенной (а) и включенной (б) обратной связью и соответствующие профили поверхности по линиям (в, г). Белыми линиями показаны места и направление снятия представленных профилей.

Изготовление пор методом индентирования в толстой (более 100 нм) пленке ПММА является затруднительным. По мере движения зонда в глубь ПММА происходит резкое увеличение площади взаимодействия поверхности зонда и пленки. Это приводит к увеличению сопротивления со стороны пленки. Поскольку жесткость балки кантилевера имеет конечную величину, она начинает прогибаться. И при опускании зонда на заданную глубину, как в тонких пленках, уже не происходит прокалывания полимера до подложки. Для получения поры необходимо не линейно изменять расстояние, на которое зонд должен опуститься

в образец. В этом случае на зонд будет действовать большая сила, что может привести к разрушению кончика зонда, в момент контакта с жесткой подложкой. Это разрушение приведет к увеличению размеров соседних пор маски.

Для решения этой проблемы была произведена модификация второй методики. Она основана на способе управления сканером во время АСС. Это дало возможность получить еще две методики индентирования.

Третья методика использовала задержку зонда в нижней точке индентирования. Другим словами, зонд опускался вглубь ПММА и оставался там до 10 секунд. Затем отводился и переходил в другую точку. Во время задержки зонд продолжал действовать на ПММА с максимальной силой. Это дает возможность ему еще глубже проникнуть в пленку. На рисунке 3.4а представлено АСМ изображение поверхности пленки ПММА толщиной 160 нм с порами, изготовленными по такому принципу. Несмотря на то, что зонд воздействовал на пленку только в одной точке при индентировании, часть получаемых пор отличалась от круглой формы. Изменение формы пор в виде дуги обусловлено крипом пьезосканера во время задержки зонда в нижней точке. Крип – запаздывание реакции пьезокерамики сканера АСМ на изменение величины управляющего электрического поля. Вытянутая форма дуги по оси X обусловлена нелинейностью пьезосканера. Она обусловлена порядком перехода от точки к точке по используемому шаблону при индентировании. Данный переход осуществляется слева направо и снизу вверх относительно приведенного рисунка. Данный эффект сказывается и на образовании бортиков высотой 150 – 250 нм в нижней правой части поры (рисунок 3.4а, в) - зонд тащит перед собой часть полимера. Поэтому, данная методика не подходит для изготовления одинаковых пор.

Четвертая методика изготовления пор в пленке ПММА заключается в использовании многократного воздействия АСМ зонда в одну точку, как при забивании сваи в грунт. Для изготовления одной поры зонд несколько раз поднимался и опускался в одну и ту же точку используемого шаблона, и только

потом переходил к следующей. В этом случае при индентировании толстой пленки ПММА вероятность разрушения кончика зонда уже не так высока. Это обусловлено тем, что при повторном опускании зонда в эту же точку толщина ПММА будет уже другой и силу воздействия зонда на полимер можно поставить значительно меньше, чем в стандартном варианте. С целью изучения влияния кратности воздействия в каждой точке на форму получаемой поры, на поверхности образца были сформированы ряды из пор после 5-тикратного (крайняя левая линия), 10, 15, 20, 25 и 30-тикратного (крайняя правая линия) воздействия с одной и той же силой (рисунок 3.4б). Из полученного АСМ изображения можно заметить, что при одинаковой кратности воздействия происходит удлинение пор при переходе от поры к поре снизу вверх (рисунок 3.4г). Вытянутая вдоль вертикальной оси Y форма пор, обусловлена теми же особенностями используемого прибора, что в предыдущей методике.

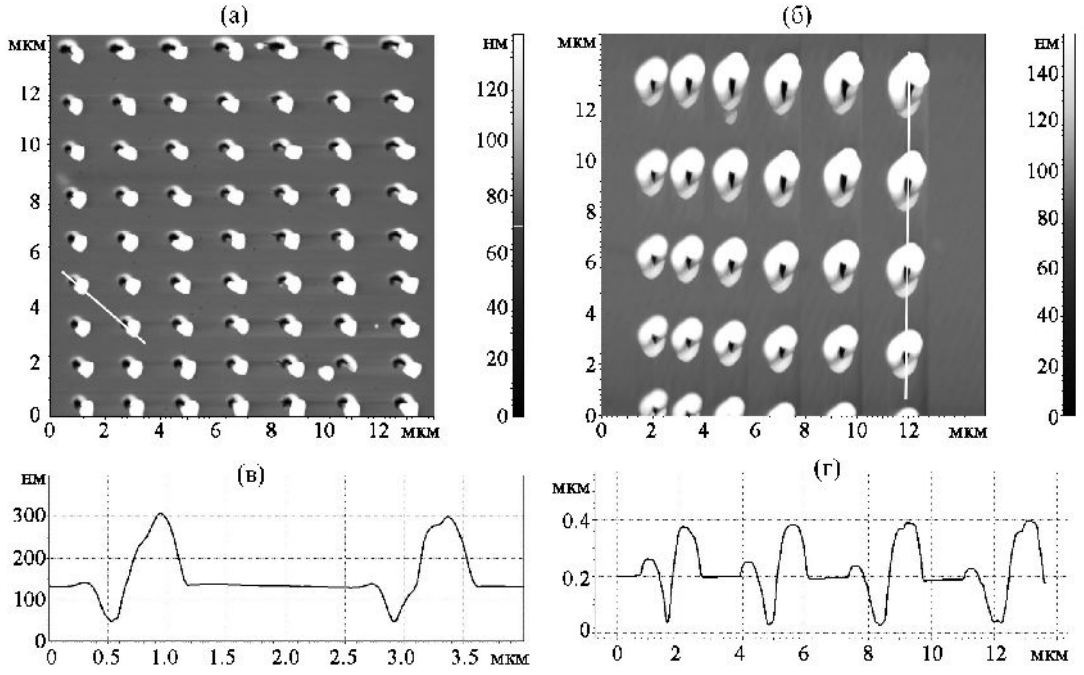

Рисунок 3.4. – АСМ изображения пленки ПММА с порами, полученными в режиме индентирования с включенной обратной связью: (а) с задержкой зонда в нижней точке, (б) многократным индентированием в одну точку, и соответствующие профили по белым линиям (в, г).

На основании выше изложенного можно сделать вывод, что для формирования пор одинакового размера округлой формы на используемых приборах необходимо использовать вторую методику – индентирование в одну точку с включенной обратной связью. В этом случае накладывается ограничение на зонд. Желательно использовать специальные зонды с алмазным кончиком для избегания его разрушения. Полученные с помощью данного метода частицы Ni представлены на рисунке 3.5. Возможно, использование СЗМ, в которых решены проблемы крипа и нелинейности за счет аппаратной корректировки [142], позволит использовать методики три и четыре для создания одинаковых пор в более толстых пленках ПММА.

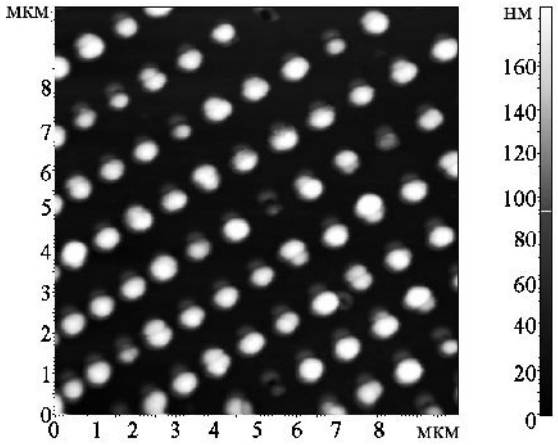

Рисунок 3.5. – Частицы Ni, сформированные с помощью второй методики СЗЛ.

3.2. Сканирующая зондовая литография толстых полимерных пленок для создания нанопроволок или прямоугольных частиц

Вытянутые прямоугольные частицы хорошо подходят для исследования процессов перемагничивания во внешнем магнитном поле в разных условиях, будь то температура или деформация. А длинные одиночные нанопроволоки на

диэлектрической подложке могут использоваться для изучения изменения их магнитной структуры под воздействием импульса тока высокой плотности. Поэтому необходимо уметь изготавливать маски для подобных структур.

Для создания вытянутых прямоугольных частиц или проволок можно использовать статическую литографию в режиме растровой или векторной литографии. Недостатки этих методов заключаются в том, что в программе управления используется графический шаблон, который представляет собой рисунок-маску в виде линий. Ввиду того, что программа должна однозначно считывать заложенную в рисунке информацию, линии должны быть широкими. Поэтому узкие частицы таким методом создавать не удастся. А при использовании векторного режима литографии еще ко всему выше сказанному добавляется неоднородность по ширине получаемых масок (рисунок 3.6).

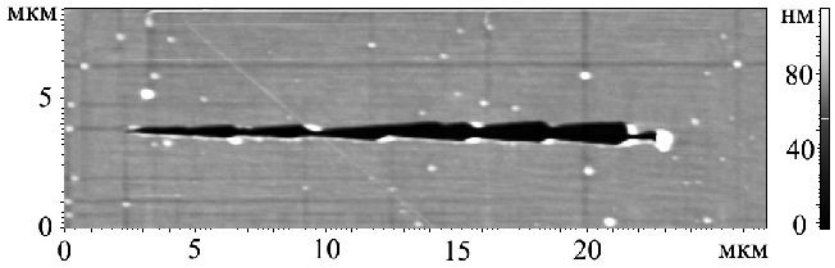

Рисунок 3.6. – Неоднородная по ширине канавка в ПММА.

Данный недостаток связан с тем, что сначала зонд сильно вдавливается в поверхность, чтобы проткнуть полимер, и затем с этой же силой пытается передвигаться вдоль поверхности в заданном направлении. Схема работы в таком режиме представлена на рисунке 3.7. Во время движения вдоль поверхности зонд начинает собирать перед собой вытесняемый материал полимера. В результате его скапливается достаточно, чтобы оказать сопротивление зонду и тот отходит от поверхности. К тому же, этот вытесненный материал еще и сам выступает в роли плоского зонда, что постепенно приводит к уширению маски. Поэтому эти методы работают только на тонких полимерных пленках.

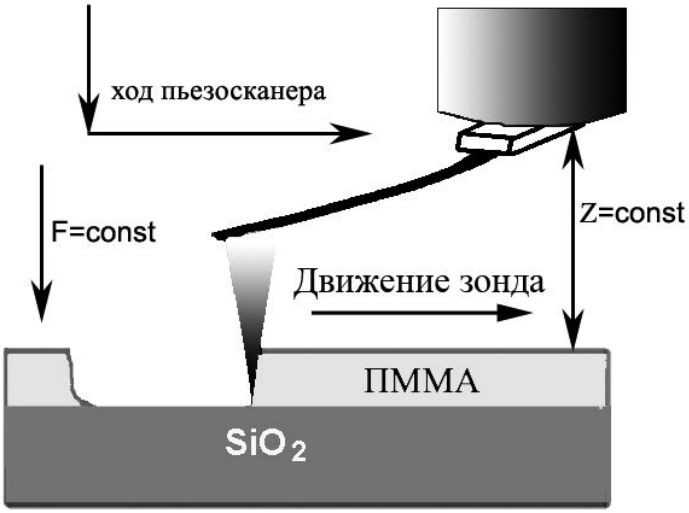

Рисунок 3.7. – Схема работы АСМ в контактном режиме для создания маски.

Для получения равномерных по ширине прямоугольных частиц или проволок в толстой полимерной пленке лучше использовать два других метода. Один из которых был рассмотрен в предыдущем параграфе 3.1. Это индентирование [А13-А15]. Для получения проволок нужно изготовить канавку. Для этого необходимо чтобы расстояние между точками воздействия (шаг индентирования) было меньше диаметра вершины зонда. На рисунке 3.8а показано АСМ изображение полученной таким образом маски в пленке ПММА. При этом использовался стандартный кремниевый зонд. Направление формирования канавок проводилось слева направо. Можно заметить, что каждая полоска в самом начале (слева) изгибается. Это связанно с крипом пьезосканера (рисунок 3.8а). Ширина полосок обусловлена радиусом закругления зонда, углом при его вершине и силой давления на поверхность. С помощью стандартного кремниевого зонда удалось получить канавки в пленке ПММА шириной 470 нм. Схема работы микроскопа в этом режиме представлена на рисунке 3.1.

Для того чтобы удостовериться в качестве маски, на ее поверхность была напылена пленка никеля (параграф 2.3). После химического растворения ПММА

(метод «взрывной» литографии) на поверхности остались нанопроволоки (рисунок 3.8б).

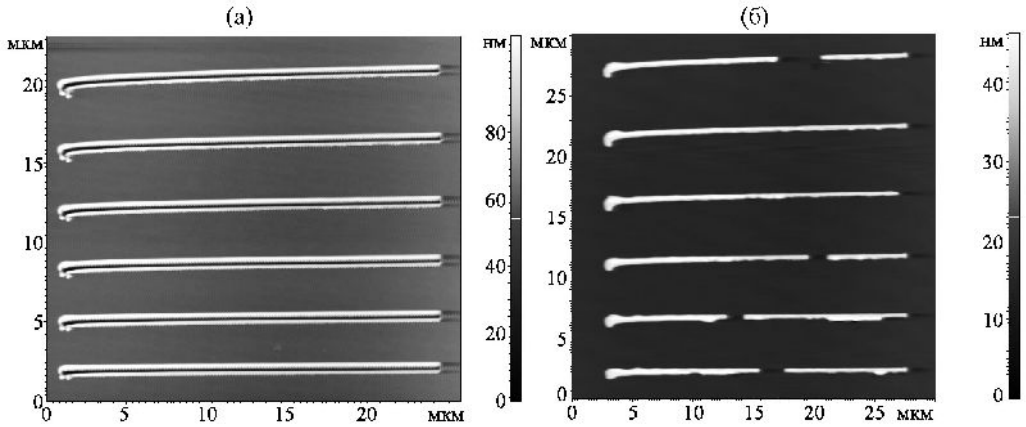

Рисунок 3.8. – АСМ изображение литографической маски (а), сформированной индентированием с включенной обратной связью и никелевых проволок (б), полученных с помощью этой маски.

Из приведенного рисунка заметно, что форма полученных проволок полностью соответствует изготовленной маске. Кроме того, имеются разорванные проволоки. Это связано с тем, что при индентировании полимер может быть не до конца вытеснен из формируемой канавки из-за шага индентирования. При дальнейшем напылении никель попадает не на подложку, а на эти остатки ПММА. Последующая химическая обработка приводит к удалению таких участков проволок вместе с растворенным полимером. Ширина сформированных проволок соответствовала ширине маски и составила 470 нм.

Вторым методом формирования маски для изготовления проволок, или вытянутых прямоугольных частиц, является методика многократного сканирования. В этом методе модификация полимера производится сканированием одной и той же области в контактном режиме с включенной обратной связью. Для модификации полимера достаточно установить силу взаимодействия зонда с образцом немного выше, чем при работе в обычном

сканировании в контактном режиме. В этом случае полимер постепенно, шаг за шагом удаляется с места сканирования зонда. Вытесняемого зондом материала недостаточно, чтобы оказать ему сопротивление и никаких артефактов, как в режиме векторной литографии, не наблюдается. Размеры маски зависят в первую очередь от области сканирования, которую задает оператор. Например, для формирования маски, используемой для создания прямоугольной частицы, использовалась площадь сканирования равная по размерам одного из 8 углублений, представленных на рисунке 3.9а. Для получения нанопроволок на образец с сформированной маской напыляется металлическая пленка. Как и всегда, толщина напыляемого материала должна быть меньше толщины ПММА при использовании «взрывной» литографии [А13, А16]. С помощью полученной маски (рисунке 3.9а) были сформированы короткие нанопроволоки кобальта шириной от 200 до 270 нм и длинной 2 мкм (рисунок 3.9б). Магнитная структура полученных проволок имела характерный для таких образцов вид (рисунок 3.9в).

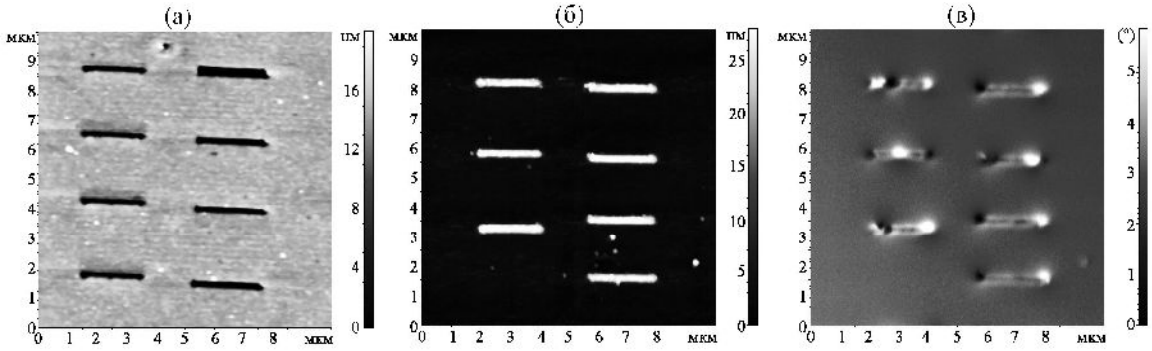

Рисунок 3.9. – АСМ изображения литографической маски в пленке ПММА (а), полученной многократным сканированием одной области; АСМ изображение нанопроволок кобальта (б), сформированными по маске (а), и МСМ изображение последних (в).

Использование стандартных кремниевых зондов не позволяет сформировать в толстой полимерной пленке литографическую маску шириной меньше 470 нм. Это связано с большим углом схождения при вершине у таких зондов. Для того,

чтобы удалось изготовить маску меньшего размера необходимо использовать специальный зонд D300. Характеристики данного зонда приведены в параграфе 2.1. Время разрушения кончика такого зонда гораздо больше по сравнению с обычным кремниевым зондом [46]. Маска в ПММА, полученная с помощью такого зонда, представлена на рисунке 3.10а. Для сравнения двух выше описанных методик получения длинных нанопроволок, на одном участке полимера с их помощью были изготовлены маски. Нижние четыре канавки, представленные на рисунке 3.10а, сформированы индентированием. Верхние три – многократным сканированием одной узкой области.

Можно заметить, что при использовании индентирования наблюдаются четкие гладкие канавки с полимером по краям линии в виде бортов высотой примерно 30 нм. Однако необходимо помнить о недостатке, описанном выше (рисунок 3.8а, б).

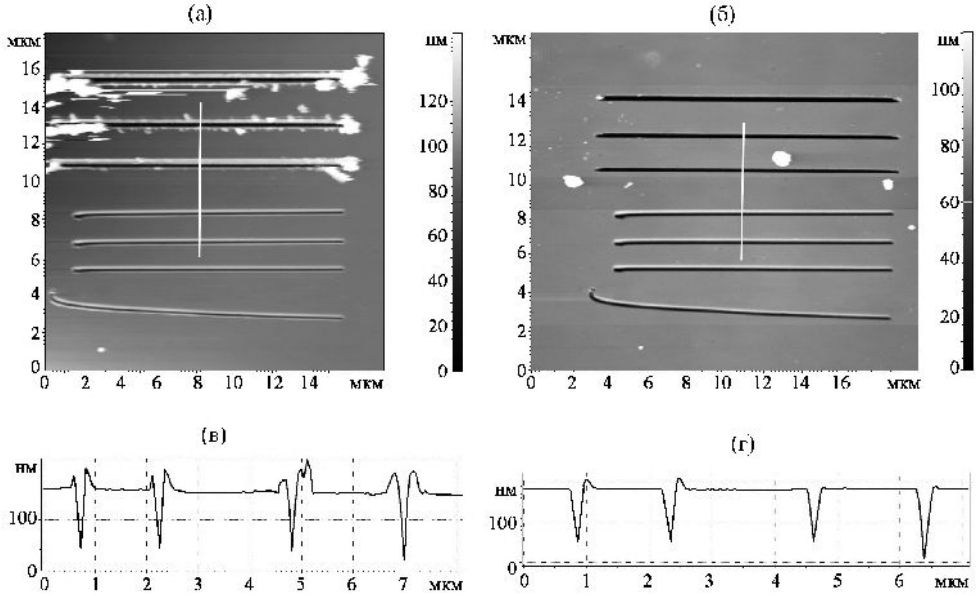

Рисунок 3.10. – АСМ изображения маски в пленке ПММА, изготовленной индентированием (нижние 4 полоски) и многократным сканированием вдоль одной линии (верхние 3 полоски), до (а) и после (б) химического травления, и соответствующие профили поверхности по линиям (в, г).

При методе построчного сканирования, формируемые канавки более прямые, но содержат большое количество материала, вытесненного по краям. В некоторых местах вытесненный полимер даже закрывает сформированные канавки, что может привести к некачественному получению нанопроволоки. Кроме того, из-за использования алмазного зонда может происходить и модификация самой подложки. Об этом можно предположить по анализу профиля сформированной маски (рисунок 3.11в). Одна из канавок имеет большую глубину, по сравнению с другими. Для удаления лишнего материала на поверхности маски использовалось химическое травление раствором, содержащим изопропиловый спирт и метилизобутилкетон (3:1). Данный раствор применяется как проявитель ПММА при его засветке ультрафиолетовым излучением (оптическая литография) или при электронном экспонировании (электронная литография). После применения проявителя удалось практически полностью избавиться от лишнего материала на поверхности сформированной маски. АСМ изображение полученной маски в ПММА после химического растворения представлено на рисунке 3.10б. Из приведенного на рисунке 3.10г профиля поверхности видно, что произошло выравнивание поверхности пленки.

К применению такого проявителя в СЗЛ приводит то обстоятельство, что при молекулярном весе используемого ПММА 35000 единиц образуются молекулярные цепочки длинной в несколько сотен нанометров. Даже если они не будут вытянуты в одном направлении и скручены, эта цепочка все равно будет больше острия используемого зонда. А медленное построчное сканирование будет производить постепенное погружение в толщу полимера и тем самым разрывать его цепочки. Разорванные цепочки обладают большей растворимостью, по сравнению с целым полимером. Это хорошо видно на приведенном рисунке 3.11. Здесь приведено изображение поверхности ПММА, полученное в полуконтактном режиме работы АСМ, после сканирования его центральной части поверхности в контактном режиме (участок показан пунктирной линией) с малой силой воздействия, меньшей, чем при изготовлении маски (рисунок 3.11а). А также этот же участок после использования проявителя (рисунок 3.11б). Если до

использования проявителя на поверхности полимера не имелось каких-либо ее модификаций, то после на ней можно увидеть углубление, равное площади сканирования во время просмотра поверхности в контактном режиме АСМ. Таким образом, острый зонд в контакте с поверхностью ПММА модифицировал цепочки полимера, и проявитель смог их растворить.

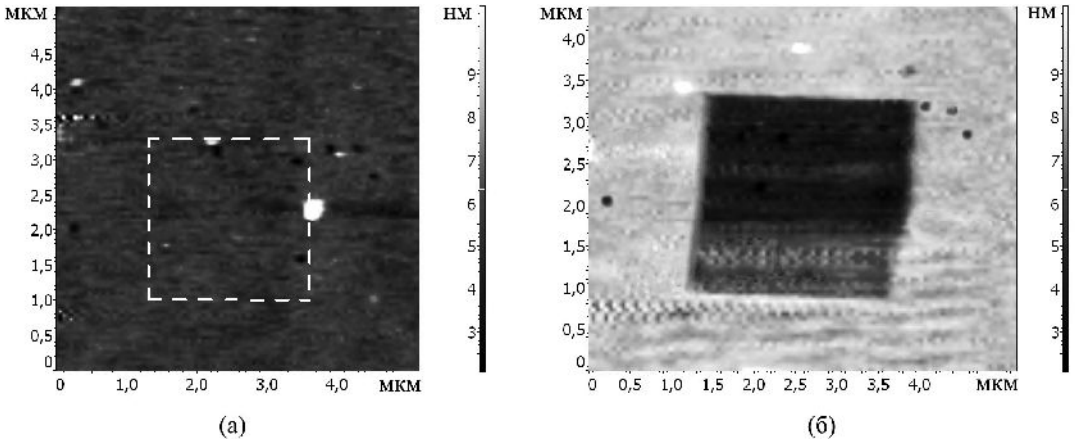

Рисунок 3.11. – (а) – АСМ изображение участка поверхности ПММА до использования проявителя. Пунктирной линией обозначен участок, который сканировался в контактном режиме АСМ. (б) – АСМ изображение того же участка поверхности ПММА после использования проявителя.

Кроме того, при использовании в контактном режиме зонда после индентирования, когда кончик кремниевого зонда уже немного затупился, такой модификации поверхности не происходит. Радиус закругления зонда больше размеров цепочек полимера и не разрывает их. Если зонд не может модифицировать поверхность, то полимер не травится какое-то время (примерно 40 секунд), а затем происходит постепенное травление уже всей пленки в целом во всех направлениях. В свою очередь, когда формируется маска в полимере, даже если зонд уже затупился, но все еще продавливает полимер, происходит растворение остатков полимера по краям сформированной маски и выравниваю

последней. Это приводит к значительному улучшению качества полимерных масок в СЗЛ [А3].

С помощью алмазного зонда удалось получить полосы шириной 270 нм для обеих методик изготовления маски при толщине ПММА более 100 нм. Это существенно меньше, чем при использовании обычного кремниевого зонда (470 нм) [А3]. При толщине ПММА менее 100 нм с помощью алмазного зонда удалось получить нанопроволоку шириной 100 нм [А15].

Таким образом, для создания масок для изготовления нанопроволок лучшей методикой является построчное сканирование одной области с последующим использованием проявителя.

Для исследования процессов перестройки магнитной структуры в нанопроволоках под действием электрического тока высокой плотности к полученным нанопроволокам необходимо подвести массивные контактные площадки из немагнитного материала [А14, А15]. Это было необходимо для того, чтобы массивная площадка из магнитного материала не влияла на распределение намагниченности в проволоке. Для этого было необходимо уметь создавать многослойные структуры. Методами СЗЛ такое тоже возможно. В этом случае формирование маски и самой структуры будет происходить в несколько этапов. На первом этапе с помощью СЗЛ формируется маска для получения нанопроволоки. После этого на нее наносится необходимый материал. Затем методом «взрывной литографии» лишний материал и ПММА удаляются. На следующем этапе на уже сформированную структуру наносится новый слой полимера согласно параграфу 2.2. В нем с помощью СЗЛ снова формируется маска и наносится следующий материал. Этапы повторяются до тех пор, пока структура не будет получена. Необходимо помнить, что при формировании второго и последующих слоев нужно подбирать силу воздействия на поверхность такую, при которой не будут разрушаться ниже лежащие сформированные слои структуры. Подобным образом была создана никелевая проволока между

медными контактами (рисунок 3.12а, б). Размеры полученной проволоки составили 16 мкм в длину, 255 нм в ширину и 19 нм в высоту [А3].

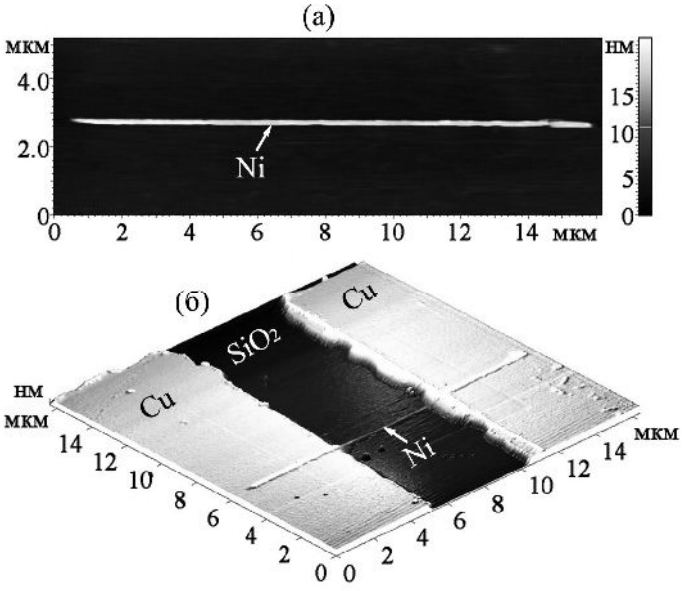

Рисунок 3.12. – АСМ изображение Ni проволоки: (а) – отдельно расположенная проволока, в проекции «вид сверху», (б) – с нанесенными на нее медными контактами, в «трехмерной» проекции.

Таким образом, с помощью СЗЛ можно получать многослойные структуры. Вследствие того, что создание структуры происходит поэтапно, существенно возрастает время изготовления таких образцов. К преимуществам можно отнести возможность контролировать качество получаемых масок и структур на каждом этапе.

3.3. Исследование локально-индуцированных состояний, сформированных АСМ зондом в лантан-стронциевых манганитах, в зависимости от времени воздействия и внешнего магнитного поля

Наряду с традиционными способами создания масок в полимерных покрытиях с помощью СЗЛ существуют и другие методики СЗЛ, позволяющие формировать наноструктры без литографических масок. К ним относятся такие методы как ДПЛ, ЛАО и зарядовая литография [8, 77, А4, А5, А11, А12].

В зарядовой литографии структуры создаются в виде заряженных областей, сама же поверхность образца не изменяется. Однако изменить рельеф структуры можно при использовании дальнейшей химической обработки поверхности [65]. В зарядовой литографии создание структур происходит за счет действия электрического напряжения между иглой и поверхностью образца. Причем в качестве образца могут выступать как полупроводники [А4, А5, А11, А12] так и диэлектрики [64, 65]. Размер получаемых структур в основном зависит от нескольких внешних факторов. К ним можно отнести такие как радиус закругления иглы зонда, влажность окружающего воздуха при прочих равных условиях. Интересным является процесс управления размерами созданных зарядовых структур какими-либо внешними факторами, такими как время записи структуры, потенциал на игле, а также внешнее магнитное поле [3, 9, 62, А4, А5, А11, А12].

Манганиты обладают развитой фазовой диаграммой и особыми мультифункциональными свойствами. В последнее время было проведено исследование явления колоссального магнитосопротивления [143, 144], обнаруженного в таких образцах. Было представлено объяснение этого явления с помощью модели зарядового и фазового разделения. Оно основано на образовании перколяции между металлическими нанообластями (кластерами), которые обладают как электрическим зарядом, так и магнитными свойствами [143, 144]. Также была обнаружена возможность создания заряженных областей в

виде локальных индуцированных состояний в лантан-стронциевых манганитах $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ с помощью зарядовой литографии [3, 10].

В данной работе на поверхности монокристалла $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ (x = 0.10, 0.11) в отсутствие внешнего магнитного поля была произведена «запись» локальных индуцированных состояний в зависимости от электрического потенциала, приложенного между АСМ зондом и кристаллом. Потенциал изменялся от +2 до +9 В с шагом 1 В. Время «записи» каждого состояния составляло 60 секунд. Затем регистрировалось изображение «заряженного» участка с помощью АСМ работающего в режиме КЗМ. Результат представлен на рисунке 3.13.

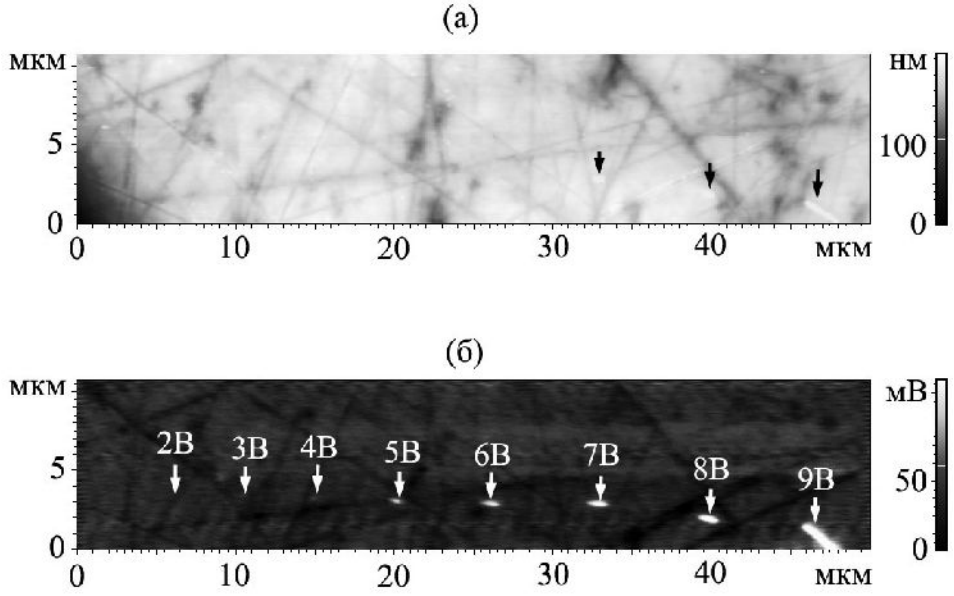

Рисунок 3.13. – АСМ изображение поверхности манганита после воздействия разных потенциалов между зондом и образцом (а). Черными стрелками обозначены места изменения топографии. Изображение, полученное в режиме КЗМ этого же участка (б). Белыми стрелками с цифрами обозначены места действия потенциала с указанием величины потенциала.

Анализируя полученные изображения топографии и величины поверхностного потенциала в центре записанных индуцированных состояний

было установлено, что при напряжениях больше +6 В происходит изменение топографии поверхности. Поэтому необходимо было выбрать меньший потенциал. В тоже самое время при потенциалах меньше 4 В структуры не всегда получались или ошибка их измерения сильно возрастала. Таким образом, оптимальным потенциалом, приложенным между АСМ зондом и поверхностью, для создания локальных индуцированных состояний был выбран потенциал, равный +5 В.

Далее, методом, описанным в параграфе 2.4, были сформированы индуцированные состояния в виде отдельно расположенных конических возвышений, которые отображали величину локального электрического потенциала, сформированного в точке, в зависимости от времени действия электрического потенциала между иглой и образцом (рисунок 3.14) [А4, А5, А11, А12]. Интересным является то, что данные состояния живут достаточно долго (несколько суток), несмотря на малые времена (порядка нескольких наносекунд) максвелловской релаксации в образцах с хорошей проводимостью. Причиной этого является зарядовое и фазовое разделение, которое возникает в данных кристаллах ниже 310 К.

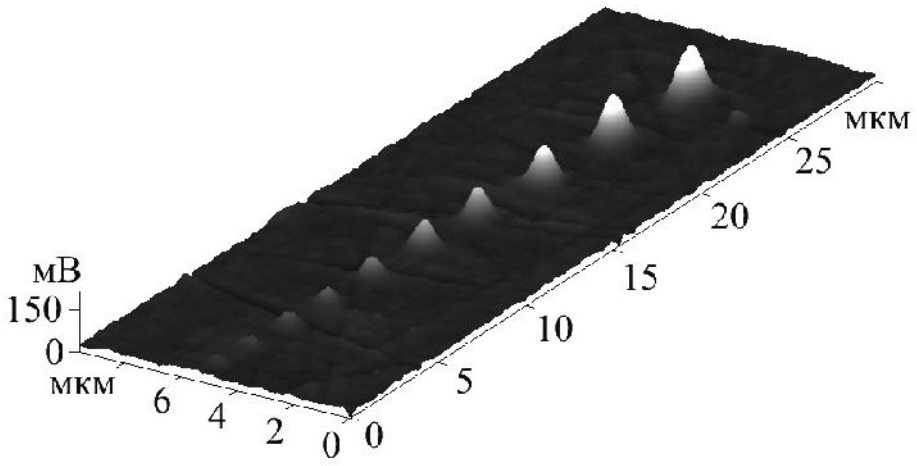

Рисунок 3.14. – Зависимость поверхностного потенциала индуцированных состояний от времени «записи», полученное в режиме КЗМ.

В результате этого разделения образуются кластеры с размерами 1-2 нм, обладающие положительным зарядом (рисунок 3.15). Кроме этого, они обладают еще и магнитным порядком [144, 145]. При приложении напряжения между АСМ зондом и образцом, на кончике иглы образуется сильное электрическое поле напряженностью в несколько кВ·см$^{-1}$. В таком внешнем локальном электрическом поле возникает сдвиг этих кластеров относительно своих начальных положений (эти положения до воздействия электрического поля показаны на рисунке 3.15 штриховыми кружочками), и остального объема, имеющего отрицательный заряд. Как следствие в месте воздействия зонда наводится поляризация. Кроме того, по аналогии с сегнетоэлектриками, при таком воздействии образуется дополнительный заряд экранирования на поверхности индуцированного состояния (знак заряда зависит от знака прикладываемого электрического напряжения между иглой и образцом) и противоположный заряд экранирования на межфазной границе этого состояния (рисунок 3.15). Это приводит к появлению двойного заряженного поверхностного слоя, который регистрируется в режиме КЗМ в виде поверхностного электрического потенциала. Вследствие этого в области воздействия электрического поля от зонда появляется индуцированное состояние. Данное состояние обладает поверхностным электрическим зарядом и пьезоэлектрическими свойствами. Кроме того, при приложении положительного напряжения между образцом и зондом (случай, представленный на рисунке 3.15), происходит инжекция дополнительного заряда в область воздействия через иглу. Это содействует росту концентрации положительно заряженных кластеров. Увеличение их количества, приводит к увеличению поверхностного потенциала в данной точке образца, а также степени поляризации.

На основе полученных данных (рисунок 3.14) можно построить зависимость величины поверхностного электрического потенциала в центре индуцированного состояния от времени действия электрического потенциала между иглой и образцом (рисунок 3.16) [А4, А5, А11, А12]. Из анализа этого графика (рисунок 3.16) можно сделать вывод, что изменение электрического потенциала в центре индуцированного состояния происходит с разной скоростью. На

начальном этапе рост электрического потенциала идет сравнительно медленно. С увеличением времени воздействия зависимость потенциала от времени становится почти логарифмической.

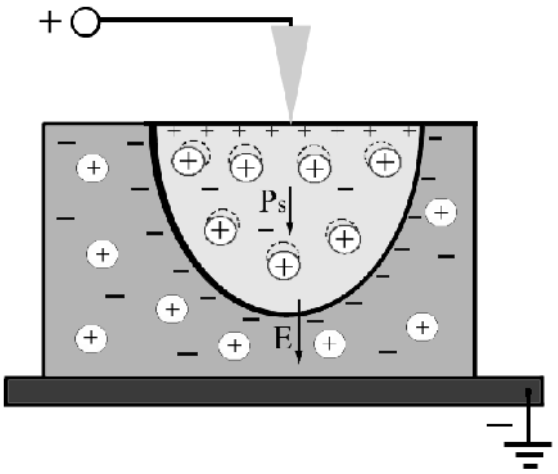

Рисунок 3.15. – Схематическое изображение области индуцированного состояния в модели с зарядовым разделением.

Таким образом, имеются два временных отрезка. Они определяются двумя различными механизмами роста индуцированных состояний. На начальном этапе рост величины поверхностного электрического потенциала определяется процессами появления новых заряженных кластеров. При увеличении времени воздействия рост потенциала уже определяется движением межфазной границы индуцированного состояния. Поскольку действие электрического поля имеет преимущественное направление вглубь кристалла, то межфазная граница в большей степени движется вглубь образца, тем самым увеличивая объем индуцированного состояния. Это приводит к увеличению поляризации и, как следствие, величины поверхностного электрического потенциала в центре такого состояния [А4, А5, А11, А12].

О влиянии внешнего магнитного поля на макроскопические свойства исследуемых объектов лантан–стронциевых манганитов $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ (x = 0.10,

0.11) было известно из [145]. Оно связано с мультифункциональными свойствами объекта, и проявлялось в изменении магниторезистивных свойств всего кристалла при приложении внешнего магнитного поля. Также хорошо известно, что диэлектрическая проницаемость в этих материалах велика и сильно зависит от внешнего магнитного поля [10]. Поэтому, вероятно, что и на образование индуцированных состояний это поле тоже может оказывать какое-либо действие. Для обнаружения возможного влияния магнитного поля на величину поверхностного потенциала в центре индуцированных состояний необходимо было прикладывать электрический потенциал между зондом и образцом в момент создания заряженных областей при разном внешнем магнитном поле.

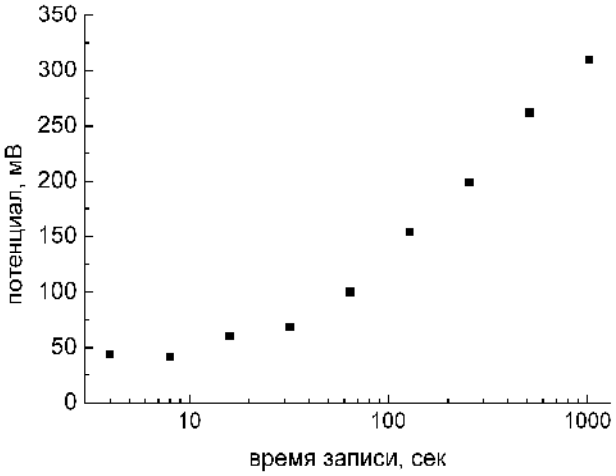

Рисунок 3.16. – Зависимость потенциала в центре индуцированных состояний от времени действия напряжения между иглой и образцом.

Формирование индуцированных состояний производилось по методике, описанной в параграфе 2.4, с различным по величине внешним магнитным полем. Направление магнитного поля выбиралось параллельно легкой оси намагничивания кристалла (в данном случае ростовой оси ***c***) параллельно плоскости сканирования АСМ. Визуализация записанных состояний осуществлялась с помощью АСМ, работающего в режиме КЗМ. КЗМ

изображение индуцированных областей и полученные величины поверхностного электрического потенциала в центре записанных состояний представлены на рисунке 3.17.

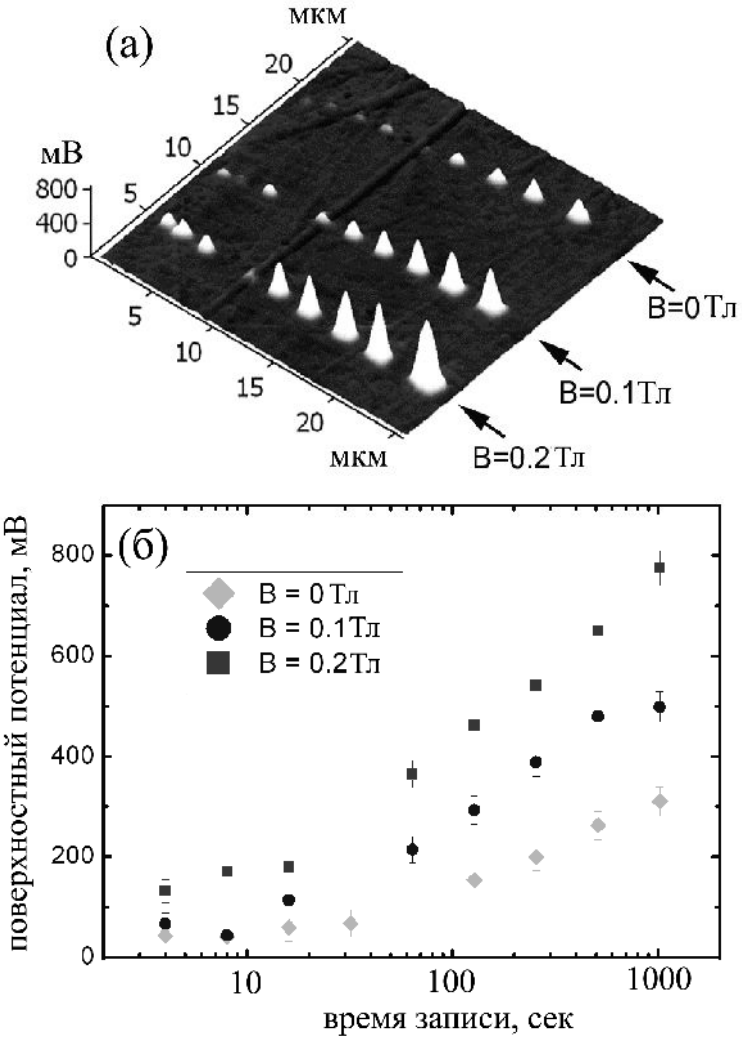

Рисунок 3.17. – КЗМ изображение поверхностного потенциала (а) и зависимость поверхностного потенциала индуцированных состояний от времени «записи» и величины внешнего магнитного поля (б).

Как можно заметить из представленных на рисунке 3.17 данных, величина поверхностного электрического потенциала в центре индуцированных состояний сильно зависит от величины внешнего магнитного поля [А4, А5]. Данная зависимость может быть связана с магниторезистивным эффектом, характерным

для манганитов. Тем не менее, изменение проводимости в данных образцах меньше, чем 3% для магнитного поля величиной до 0.3 Тл [10]. В результате такое изменение проводимости не может объяснить наблюдаемое увеличение поверхностного электрического потенциала примерно на 100%.

Для объяснения влияния внешнего магнитного поля на величину поверхностного потенциала в центре индуцированных состояний можно использовать модель зарядовых и фазовых разделений внутри кристалла. В областях с повышенной концентрацией носителей заряда имеется ферромагнитный порядок. Кроме того, образование таких областей - кластеров энергетически выгодно для слабо легированных манганитов, поскольку понижают силу Кулоновского взаимодействия внутри кристалла, вследствие экранирования зарядом противоположного знака такого кластера. В манганитах гигантское магнетосопротивление обусловлено увеличением размера этих кластеров во внешнем магнитном поле. Данное изменение размеров зависит от величины внешнего магнитного поля и направления к магнитному моменту области. Это поле создает благоприятные условия для расширения имеющихся магнитных кластеров за счет движения их межфазной границы [145]. Помимо этого, как и в предыдущем случае, при приложении электрического потенциала между иглой и образцом, происходит смещение кластеров относительно своих положений. Появляется поляризация в данной точке воздействия зонда. Поскольку радиус закругления кончика зонда с проводящим напылением составляет примерно 50 нм, то захватывается большое количество таких кластеров. В дополнение ко всему, некоторые кластеры из-за увеличения размеров и смещения во внешнем электрическом поле могут образовывать перколяционную структуру. Это приводит к появлению больших по величине связанных областей. В этом случае степень поляризации растет еще больше. В результате всего вышеизложенного происходит значительный рост размеров индуцированных состояний во внешнем электрическом и магнитном поле [145]. Это приводит к росту величины поверхностного электрического потенциала. Таким образом, управляя временем воздействия электрического потенциала между АСМ иглой и поверхностью

образца [А4, А5, А11, А12], а также величиной и направлением внешнего магнитного поля [А4, А5], можно управлять размерами индуцированных состояний, а также величиной поверхностного электрического потенциала в них.

3.4. Выводы по 3 главе

1. Усовершенствованы и сопоставлены различные способы СЗЛ для формирования литографических масок для последующего изготовления наночастиц с разным аспектным соотношением, а также металлических наноразмерных проволок как отдельно расположенных, так и с массивными контактами из одного или разных металлов.
2. Было установлено, что методика точечного индентирования с включенной обратной связью является наиболее оптимальной при создании литографической маски для формирования круглых наночастиц при толщине пленки ПММА меньше 100 нм с использованием специальных алмазных зондов. При более толстых пленках полимера форма получаемой маски искажается, вследствие конструктивных особенностей прибора.
3. При создании маски для получения прямоугольных частиц или нанопроволок наиболее оптимальной является методика многократного сканирования одной области в контактном режиме. В данном методе немаловажным является то, что нет сильного давления со стороны зонда. В этом случае острие зонда служит гораздо дольше, чем при стандартном методе СЗЛ, как для тонких, так и для толстых полимерных пленок.
4. Использование специальных алмазных зондов с малым углом и радиусом закругления при вершине позволяет уменьшить латеральные размеры получаемых структур. Однако при работе

такими зондами, необходим постоянный контроль над формируемой структурой, так как при большом давлении на образец зонд может разрушить подложку или ранее сформированную структуру (при изготовлении многослойных структур).

5. Качество литографических масок можно повысить, если после формирования маски использовать химическое травление в растворе изопропилового спирта и метилизобутилкетона (3:1), для удаления вытесненного материала ПММА.
6. Изменение величины электрического потенциала в центре индуцированного состояния происходит с разной скоростью в зависимости от времени действия приложенного потенциала между иглой и образцом. На малых временах рост определяется процессами активации новых заряженных нанообластей (кластеров), а на больших временах он характеризуется равномерным движением межфазной границы индуцированного состояния.
7. Методом сканирующей зарядовой литографии в присутствии внешнего магнитного поля на поверхности кристаллов лантан-стронциевого манганита $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ (x = 0.10, 0.11) сформированы индуцированные состояния. Величина поверхностного электрического потенциала таких состояний растет с увеличением напряженности внешнего магнитного поля. Это связано с расширением имеющихся в кристалле магнитных областей (кластеров) за счет действия внешнего магнитного поля и увеличением заряда в них, а также с возможным образованием из них перколяционной структуры.

Глава 4. Коэрцитивная сила магнитных зондов, используемых в магнитно-силовой микроскопии

Магнитная силовая микроскопия (МСМ), является мощным инструментом для изучения процессов перемагничивание магнитных элементов внешним магнитным полем. Для микро- и макроразмерных объектов таким процессом является перестройка доменной структуры, а для субмикронных или нанометровых элементов – перемагничивание. Кроме того, с помощью МСМ все эти процессы можно изучать как после воздействия на объекты, так и in situ, то есть непосредственно во время действия внешних факторов на образец.

В связи с развитием новых способов изготовления отдельно расположенных массивов наночастиц и все более возрастающими потребностями компьютерных технологий в носителях информации большой емкости также растет и потребность в изучении процессов перемагничивания таких объектов. Одним из способов увеличения плотности записи информации на магнитных носителях является использование паттернированной среды в виде отдельно расположенных, упорядоченных, однодоменных ферромагнитных частиц [25-27].

Изображения, получаемые с помощью МСМ, являются следствием действия магнитных сил между иглой микроскопа и полем, создаваемым образцом. По этой причине вклад МСМ иглы в получаемое МСМ изображение является определяющим. Форма магнитного покрытия иглы и количество магнитного материала на ней сильно влияют на разрешающую способность метода. Поскольку процесс перемагничивания происходит во внешнем магнитном поле, то его действие может изменять как магнитную структуру частицы, так и самой иглы, что обязательно скажется на получаемых МСМ изображениях [79, А1, А2, А8-А10]. Поэтому для получения достоверной информации необходимо знать, как внешнее магнитное поле будет влиять на намагниченность МСМ зонда. Кроме того, стандартные магнитные зонды имеют обычно толстое магнитное покрытие

(~50 нм). Это не позволяет получать информацию о распределении намагниченности у исследуемого объекта, который сравним или меньше размера самой иглы. А именно такого размера наночастицы и нанопроволоки исследуются в последнее время. В связи с этим, появляется необходимость в изготовлении специальных магнитных зондов [28-34]. Если у коммерчески доступных зондов, коэрцитивные свойства обычно указываются изготовителем, то у нестандартных зондов они неизвестны. В связи с этим появляется необходимость в их определении каким-либо методом.

4.1. Определению коэрцитивной силы магнитных зондов по профилю МСМ изображения

Как было показано в главе 1.1, знание коэрцитивной силы магнитной иглы позволяет определить диапазон полей, в которых не нужно делать поправки на поворот вектора намагниченности в игле.

В относительно малых по величине внешних магнитных полях происходит трансформация доменной структуры образца и, вследствие большой коэрцитивной силы магнитного зонда не происходит изменений в намагниченности иглы. Таким образом, можно наблюдать перестройку доменной структуры объекта (рисунок 4.1а, б), поскольку изначально распределение намагниченности в игле находится вдоль оси легкого намагничивания в вертикальном направлении. Как только величина внешнего магнитного поля будет больше коэрцитивной силы частицы, ее МСМ изображение будет простым (рисунок 4.1в), соответствующим однородно намагниченной частице [82]. По мере того как внешнее магнитное поле будет приближаться к величине коэрцитивного поля иглы, МСМ изображение будет становиться более сложным. Это связано с тем, что вектор намагниченности в игле будет поворачиваться вдоль приложенного поля. Что приведет к появлению вместо одной вертикальной Z компоненты еще и продольных X или Y компонент, которые будут давать свой

вклад в формируемое МСМ изображение. При достаточно сильном магнитном поле, распределение намагниченности в игле и в сформированном образце будет однородным и сонаправленным вдоль приложенного поля. Как видно из профиля и МСМ изображения (рисунок 4.1г) на краях частицы в этом случае появляются дополнительные элементы (отмечены кругами на профиле) по сравнению с профилем и МСМ изображением, приведенных на рисунке 4.1в. Такое сложное МСМ изображение не характерно для частиц, находящихся в однородно намагниченном состоянии. Если бы магнитная игла была с гораздо большей коэрцитивной силой, другими словами сохранялось только вертикальное направление намагниченности в ней, то МСМ изображение было бы таким же, как на рисунке 4.1в, с двумя полюсами, а не парными выступами/впадинами. Очевидно, что эти два дополнительных элемента связаны с иглой, и их не надо учитывать при расшифровке МСМ изображений.

Таким образом, наблюдать за перестройкой доменов во внешнем магнитном поле можно только в определенном интервале прикладываемых полей, которые ниже суммы коэрцитивного поля иглы и поля рассеяния образца. Также, само МСМ изображение хранит в себе информацию по изменению направления намагниченности иглы.

Для определения коэрцитивной силы магнитных зондов использовалась установка, описанная в параграфе 2.1 и был изготовлен тестовый образец из микрочастиц Co. Способ изготовления описан в параграфе 2.3. С помощью данной установки была получена серия МСМ изображений прямоугольных микрочастиц кобальта в нулевом и внешних магнитных полях. Для получения полного цикла петли внешнее магнитное поле изменялось от 0 Э до +2500 Э, затем от +2500 Э до -2500 Э и снова до +2500 Э с шагом в 50 Э в полях до 500 Э, при более высоких полях шаг увеличивался постепенно до 100 Э. При анализе полученных МСМ изображений было замечено, что в высоких полях у частицы, которая находится в однородно намагниченном состоянии, имеются не два элемента (выступ/впадина, соответствующие магнитным полюсам), а четыре. Казалось, что полюса расщепились надвое (рисунок 4.2а, б, в, о, п, р).

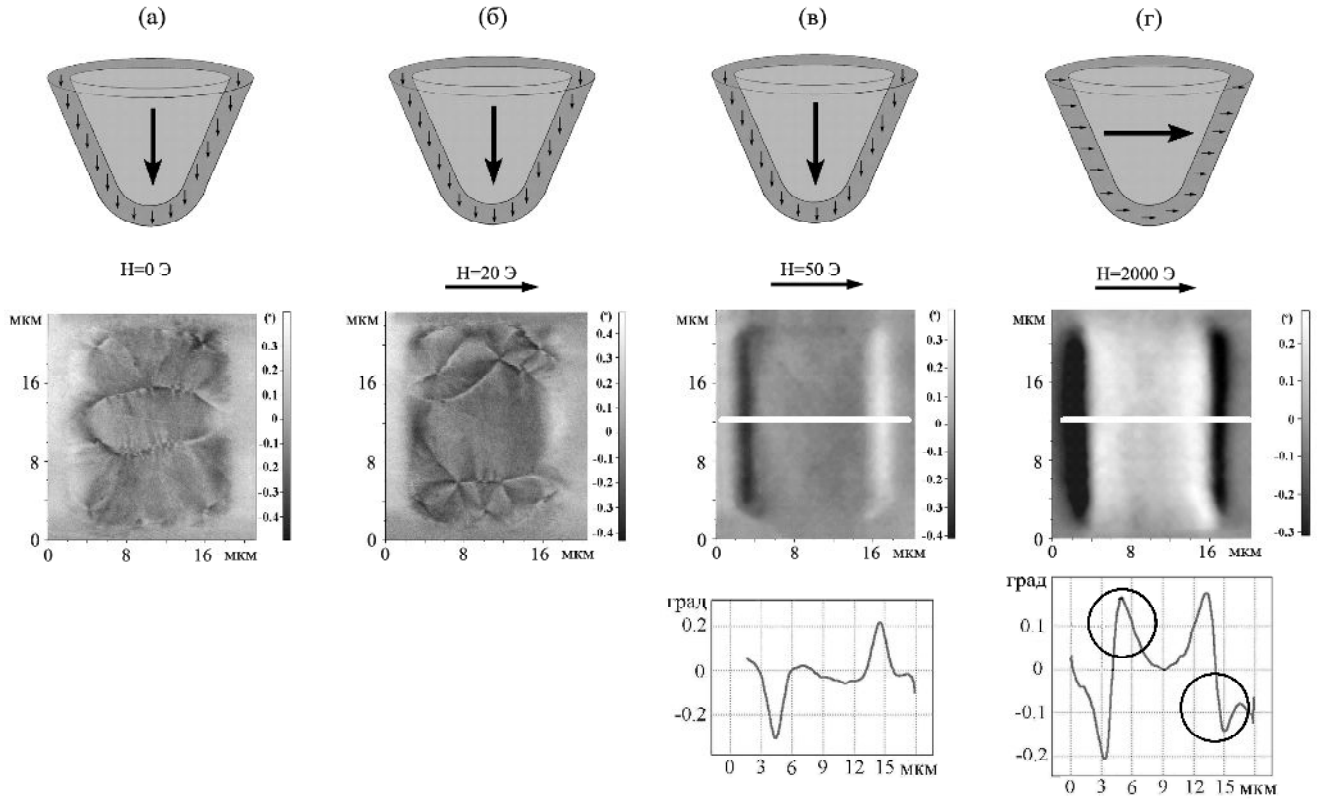

Рисунок 4.1. – Схематическое распределение магнитных моментов в игле и МСМ изображение от частицы Со для разных по величине внешних магнитных полей: (а) – без поля, (б) – 20 Э, (в) – 50 Э, (г) – 2000 Э. Для полей 50 и 2000 Э приведены соответствующие профили. Кругами на профиле в поле 2000 Э отмечены дополнительные элементы. Стрелки в игле показывают направление суммарного магнитного момента в ней. Стрелки над частицей показывают направление внешнего магнитного поля.

При более детальном рассмотрении полученных профилей (рисунок 4.2) оказалось, что два дополнительных элемента изменяются по величине в соответствии с изменением внешнего магнитного поля. Было сделано предположение, что данный факт связан с поворотом вектора намагниченности иглы, так как вектор намагниченности в частице уже повернут по полю, и больше никаких изменений претерпевать не мог.

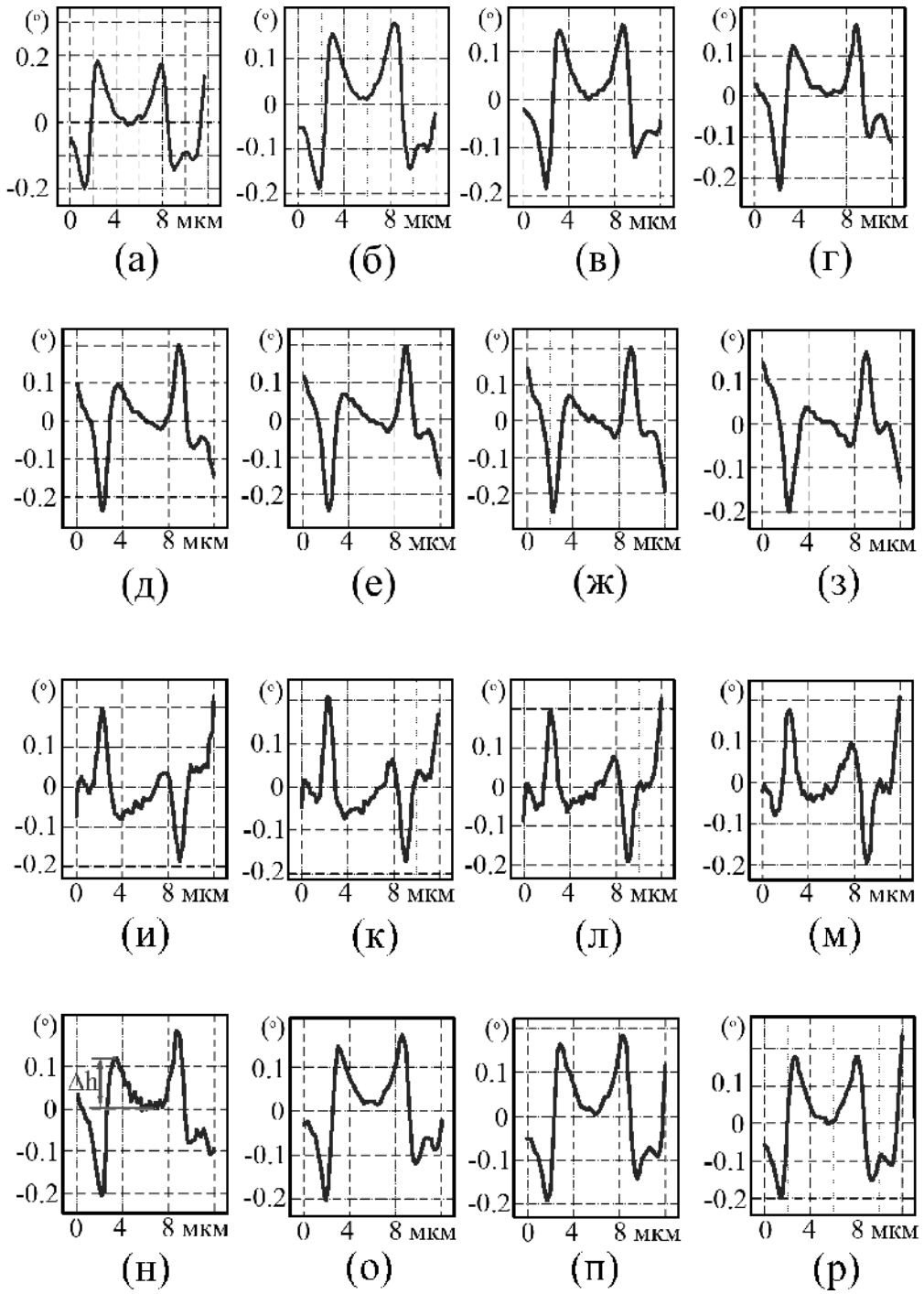

Рисунок 4.2. – Экспериментальные профили МСМ изображений, полученных от частицы Co (коэрцитивная сила меньше 50 Э [82]) в разных магнитных полях: а – +2000 Э, б – +1200 Э, в – +700 Э, г – +400 Э, д – +250 Э, е – +150 Э, ж – +100 Э, з – +50 Э, и – -50 Э, к – -100 Э, л – -150 Э, м – -250 Э, н – -400 Э, о – -700 Э, п – -1200 Э, р – -2000 Э. По данным профилям строилась часть петли гистерезиса при проходе от +2000 Э к -2000 Э. Δh – величина дополнительного пика от точки отсчета высоты (середина частицы).

Дальнейший анализ полученных данных показал, что величину, на которую увеличивается дополнительный выступ/впадина частицы можно связать с поворотом вектора намагниченности в игле. Таким образом, измеряя высоту Δh дополнительного выступа/впадины, можно построить петлю гистерезиса для данной иглы, поскольку величина внешнего магнитного поля уже известна. Высота Δh является сдвигом фазы колебаний кантилевера в зависимости от величины внешнего магнитного поля. Это позволяет использовать данный параметр в качестве величины намагниченности (уравнение 1.2 из главы 1). Высота Δh отсчитывается от точки в центре частицы (рисунок 4.2н), где взаимодействие иглы и частицы минимально, до максимального значения второго элемента, который находится сбоку от основного. Положение основного выступа/впадины определяется по МСМ изображению во внешнем магнитном поле величиной ±50 Э (рисунок 4.2з, и). Однако данный способ определения коэрцитивной силы имеет те же недостатки, что в работах [86, 87]. А именно, необходимо однозначное позиционирование в одну и ту же точку, как над образцом, так и на получаемом профиле МСМ изображения. Это является затруднительным, поскольку изображение не является непрерывной функцией, а состоит из интерполированных кривой точек, в которых было произведено измерение. По этой причине при анализе профиля с помощью стандартных методов, встроенных в программу управления микроскопа, попасть между этими точками, и как следствие в одно и тоже место в профиле от разных частиц, или как в данном случае, для одной частицы в разном по величине и направлению внешнем магнитном поле, иногда является невозможным из-за смещения точки измерения в конкретном изображении. В свою очередь, произойдет смещение точки отсчета сдвига фазы (высоты) в измерениях. Следовательно, такой подход, как измерение от одного конкретного участка является не правильным. Чтобы избежать этого, необходимо увеличивать число точек – шаг между измерениями, в формируемом изображении. Это приводит к существенному увеличению времени получения одного изображения, что тоже является не удобным.

В данной работе представлен метод, который лишен описанных недостатков. С этой целью величину Δh лучше всего определять путем вычисления среднего значения высоты $\Delta h_{ср}$ от дополнительного выступа и впадины (рисунок 4.3), поскольку природа их образования одна и та же.

$$\Delta h_{ср} = (\Delta h_1 + \Delta h_2)/2, \quad (4.1)$$

где Δh_1 и Δh_2 – высоты от дополнительной впадины и выступа соответственно.

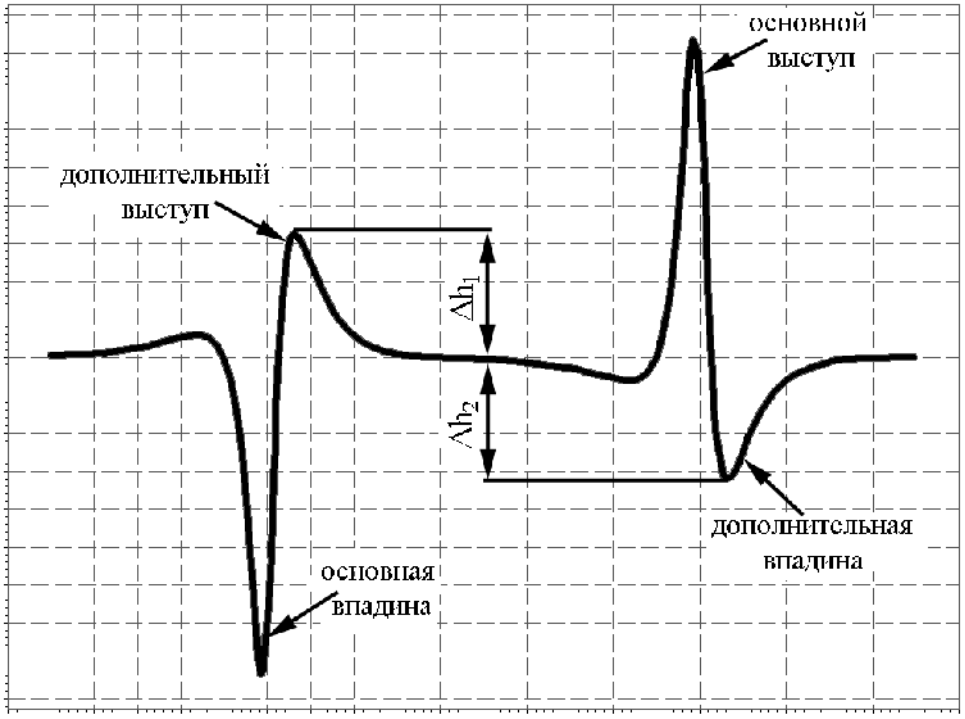

Рисунок 4.3. – Схема отсчета величин Δh_1 и Δh_2 для вычисления $\Delta h_{ср}$. Δh_1 и Δh_2 – высоты от дополнительного выступа и впадины соответственно. Здесь внешнее магнитное поле направлено слева направо.

Если точка отсчета по каким-либо причинам будет смещена, то высоты дополнительных выступа/впадины будут изменены на одинаковые значения, но противоположны по знаку и при усреднении нивелируется. Таким образом, измеряя высоту $\Delta h_{ср}$, можно построить петлю гистерезиса для данной иглы (рисунок 4.4).

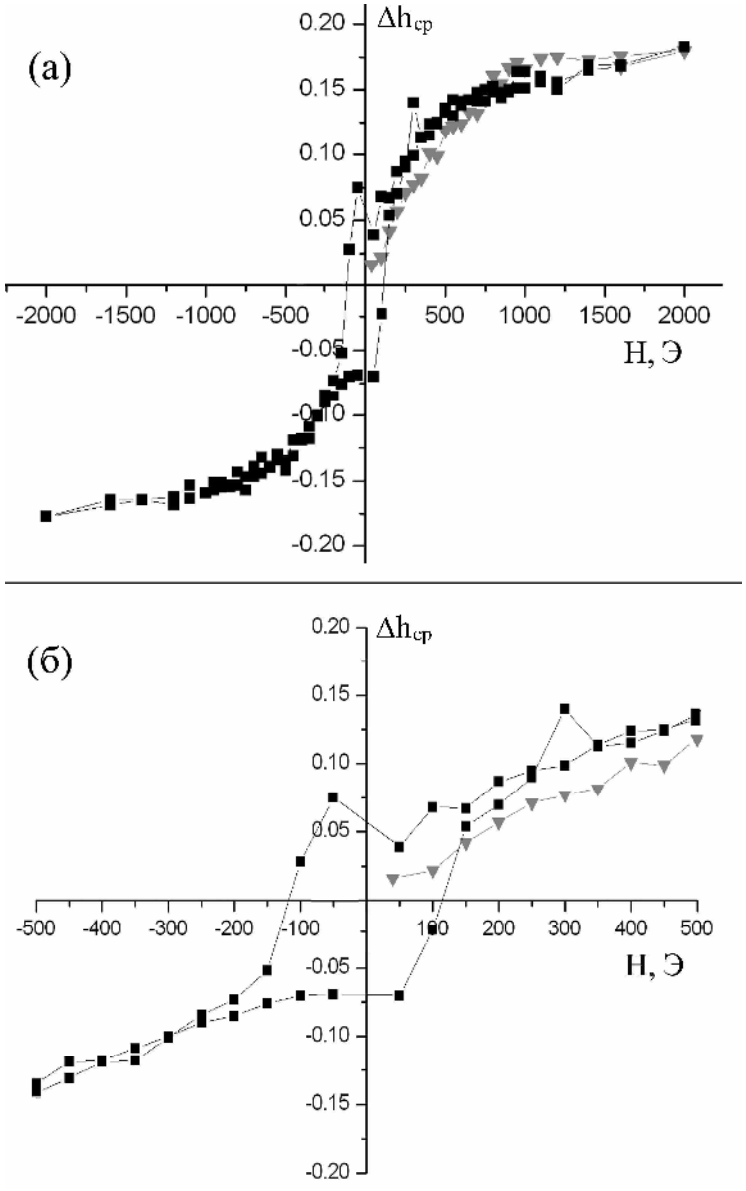

Рисунок 4.4. – Петля гистерезиса для иглы с Со магнитным покрытием. (а) общий вид петли гистерезиса. (б) – увеличенная область полученной петли. Квадратики – описывают саму петлю, треугольник – процесс намагничивания из исходного состояния.

Причину образования дополнительных выступа/впадины можно объяснить, если пошагово проанализировать получение МСМ изображения от такой частицы. На рисунке 4.5 схематически показано построение профиля МСМ изображения от частицы вдоль одной линии. При рассмотрении построения профиля МСМ изображения для простоты представим намагниченность иглы и образца в виде протяженных диполей с размерами равными размерам частицы и диаметру иглы

на высоте 500 нм соответственно. Такое приближение вполне оправдано, поскольку любой магнитный объект можно представить в виде сетки отдельных взаимодействующих между собой магнитных моментов со своей ориентацией. Направление и величина протяженного диполя определяется векторным суммированием всех магнитных моментов этой сетки.

Для начала разберем получение этого профиля для случая, когда частица однородно намагничена вдоль действия внешнего магнитного поля, а МСМ игла из-за большого значения коэрцитивной силы все еще удерживает однородную намагниченность вдоль оси легкого намагничивания – вертикально. В этом случае получаем стандартное изображение однородно намагниченной частицы с двумя магнитными полюсами (рисунок 4.1в).

При приближении слева иглы с вертикальной намагниченностью к левому краю частицы из-за того, что полюса диполей у частицы и иглы имеют противоположные знаки, эти два диполя будут испытывать притяжение. Формируется первый элемент в виде впадины в профиле МСМ изображения (рисунок 4.5а). Из-за того, что диполь имеет протяженный характер, противоположный знак у диполя иглы будет давать существенно меньший вклад в формирование МСМ изображения, поскольку взаимодействие двух магнитных диполей быстро спадает с увеличением расстояния. В центре частицы никакого контраста не наблюдается, поскольку диполь иглы равно удален от обоих краев протяженного диполя образца и находится от них на большом расстоянии (рисунок 4.5б). Кроме того, по причине однородности направления магнитных моментов, в центре частицы нет никакого градиента, к которому чувствительна фаза колебаний зонда. При приближении к правому краю частицы знаки у этих диполей одинаковы и на зонд действует отталкивающая сила. Формируется второй элемент в виде выступа (рисунок 4.5в). Эти два элемента (выступ/впадина) называются основными в МСМ изображении.

На следующем этапе рассмотрим формирование МСМ изображения в случае, когда и игла, и образец однородно намагничены в направлении действия внешнего магнитного поля. В этом случае получаем МСМ изображение с

четырьмя равными по величине элементами в виде выступов/впадин (рисунок 4.1г). При приближении иглы с направлением вектора намагниченности в плоскости к левому краю частицы с тем же направлением вектора намагниченности из-за того, что полюса диполей у частицы и иглы имеют сначала противоположные знаки, они будут испытывать притяжение. Формируется первый элемент в виде впадины в профиле МСМ изображения (рисунок 4.5г). Из-за того, что диполь имеет протяженный характер, противоположный знак у диполя иглы будет давать существенно меньший вклад в формирование МСМ изображения. Но по мере продвижения иглы к центру частицы наступает момент, когда противоположные знаки диполя иглы находятся на одинаковом расстоянии от левого полюса частицы и на МСМ изображении формируется нулевой контраст (рисунок 4.5д). Затем, при дальнейшем продвижении иглы к центру частицы, уже более сильным будет взаимодействие от другого полюса иглы с полюсом частицы. У них будут одинаковые знаки. В этом случае игла будет испытывать отталкивающее взаимодействие и формируется второй элемент в виде выступа на МСМ изображении левого края частицы (рисунок 4.5е). В центре частицы никакого контраста не наблюдается, поскольку полюса иглы равно удалены от обоих краев протяженного диполя образца, и они находятся на значительном расстоянии от полюсов частицы (рисунок 4.5ж). При приближении к правому краю частицы ситуация повторяется только с противоположным результатом. Сначала формируется третий элемент в виде выступа, потом проходит через нуль и формируется четвертый элемент – впадина (рисунок 4.5з).

В ситуации, когда направление вектора намагниченности в игле находится под каким-либо углом, отличающимся от 0 или 90 градусов к поверхности образца, формирование МСМ изображения проходит по такому же принципу, когда направление протяженных диполей иглы и образца совпадают. Но с одним отличием. Поскольку одни из полюсов протяженного диполя иглы будет находиться на некотором расстоянии дальше чем другой от полюсов протяженного диполя частицы, то вклад в формирование МСМ изображения от него будет меньше. Поэтому на МСМ изображении дополнительные элементы в

виде высот и впадин от дальнего полюса иглы имеют меньшую величину смещения фазы колебаний кантилевера, чем основные (рисунок 4.5и).

Теперь рассмотрим, как построить петлю гистерезиса по измеренным величинам $\Delta h_{ср}$. В процессе намагничивания иглы из исходного состояния величина дополнительного выступа/впадины увеличивается. Здесь нет никаких проблем в построении. Откладываем полученные величины $\Delta h_{ср}$. При приближении внешнего магнитного поля к нулю от максимального значения тоже никаких проблем не возникает. Но вот при переходе через нуль и последующем его увеличении могут возникнуть следующие проблемы. Когда внешнее поле перемагнитит частицу, то ее МСМ изображение инвертируется. В этом случае главное не спутать основные выступы/впадины и дополнительные. Иначе произойдет резкий скачек намагниченности иглы на графике при этих значениях поля.

Поскольку нет данных о выступах/впадинах на МСМ изображении в интервалах полей от +50 Э до -50 Э и наоборот, не ясно, какой знак приписывать к величине $\Delta h_{ср}$. Другими словами, перемагнитилась игла в этом интервале полей или нет. Об этом можно судить по МСМ изображению. Поскольку коэрцитивная сила Со образца меньше 50 Э, то в противоположном по величине внешнем магнитном поле МСМ изображение относительно середины частицы получается инвертированным по сравнению с предыдущим полем. Далее необходимо увеличить внешнее поле и посмотреть на величину дополнительного выступа/впадины. Если при увеличении поля они тоже увеличиваются, то игла перемагнитилась, если уменьшаются, то коэрцитивное поле иглы еще не пройдено.

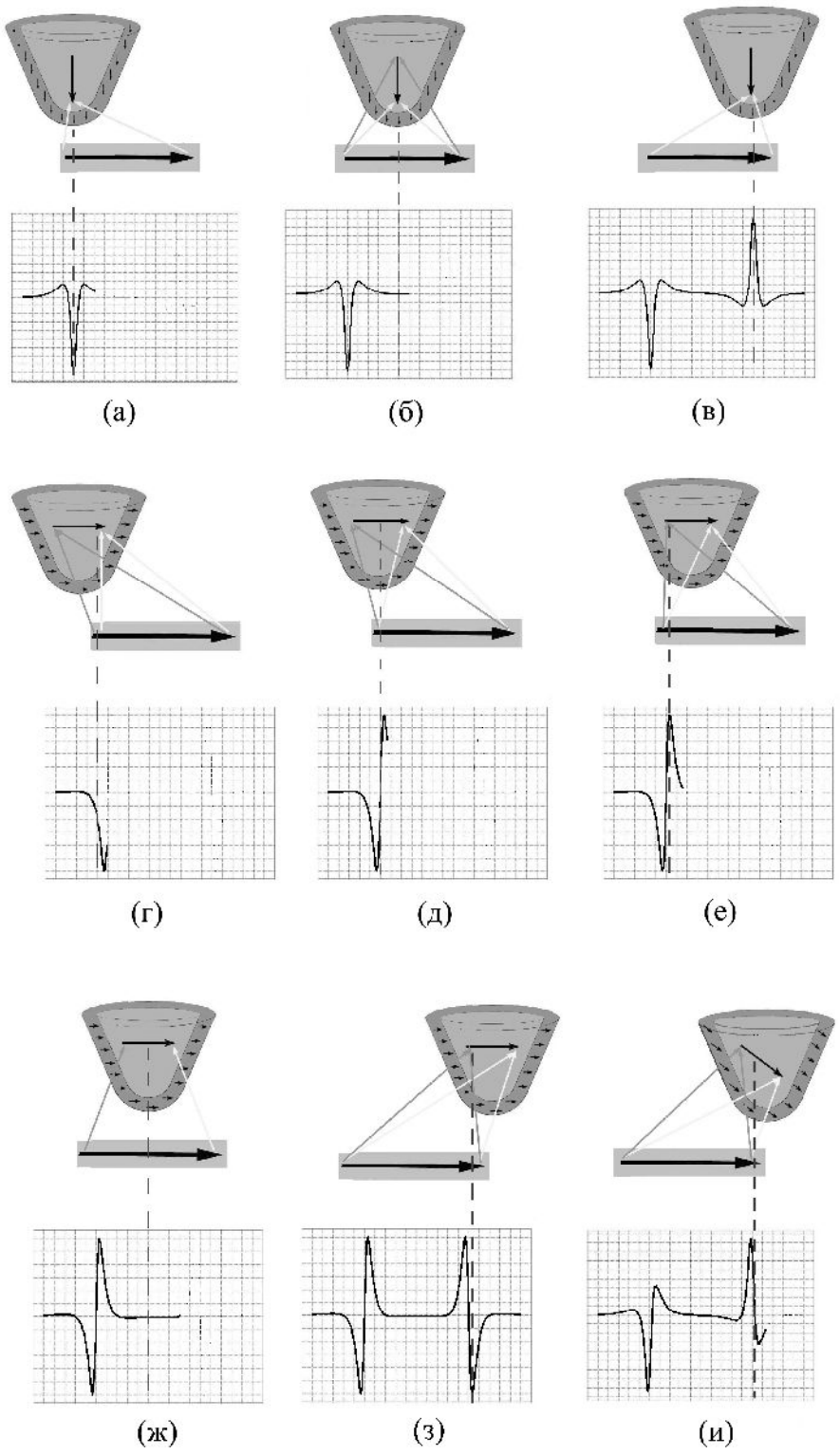

Рисунок 4.5. – Формирование профиля МСМ изображения от однородно намагниченной частицы. Этапы формирования профиля (а-в), когда игла не претерпевает изменений в направлении намагниченности (основное состояние). Этапы формирования профиля (г-з), когда вектор намагниченности в игле направлен вдоль внешнего поля, (и) – вектор намагниченности в игле повернут под углом к основному состоянию.

В результате были получены коэрцитивные силы для 3-х типов магнитных покрытий игл (таблица 1). Также было обнаружено, что у данных экспериментальных магнитных зондов не происходит поворота вектора намагниченности обратно в вертикальное состояние после перемагничивания, и, следовательно, энергии анизотропии формы недостаточно для возврата в исходное состояние. Это характерно для толстого магнитного покрытия стандартных зондов. По этой причине для получения достоверной информации о доменной структуре магнитного объекта необходимо до начала измерений производить намагничивание зонда вдоль оси симметрии.

Таблица 1. – Коэрцитивная сила магнитных игл в плоскости образца.

Магнитное покрытие иглы	Коэрцитивная сила, Э
Co (поликристалл)	125
CoCr (поликристалл)	50
$SmCo_5$ (поликристалл)	300
Co (поликристалл, после утонения)	165

Изначально все эксперименты по исследованию коэрцитивных свойств игл проводились на образце с Co микрочастицами. Но данный образец не очень подходил при прохождении внешнего поля через нуль и около него, поскольку. не наблюдается никаких магнитных полюсов, а наблюдается частица с доменной структурой. Поэтому, как ведет себя игла в интервале полей от -50 Э до +50 Э, не известно. Может иметь место два случая: первый – с суммарным вектором намагниченности иглы ничего не происходит ввиду малого поля, и он остается таким, каким был до этого момента. Второй – суммарный вектор намагниченности возвращается в исходное состояние с вертикальной намагниченностью ввиду анизотропии формы иглы. Данный образец не может дать четкого ответа на эти вопросы, но дает оценку коэрцитивной силы поскольку,

суммарный вектор намагниченности в игле обычно поворачивался в полях больше 100 Э.

Для того чтобы определить, поворачивается вектор намагниченности в игле в вертикальное исходное состояние из-за анизотропии формы или нет, нужен был другой образец. Вещество этого образца должно было обладать следующим свойством – однородная намагниченность вдоль плоскости образца в отсутствии внешнего поля. Таким свойством может обладать однодоменная частица. Но она имела очень малые размеры и не подходила для данного эксперимента. В качестве материала такого образца был выбран $SmCo_5$. Данный образец, до начала эксперимента, был намагничен в поле 1 Тл вдоль плоскости образца, что дало однородную намагниченность в нулевом поле. Коэрцитивная сила этого образца была больше 2000 Э. Далее применялась методика, описанная выше. Как оказалось, такой образец сильно влияет на МСМ иглу из-за большого магнитного момента. Магнитное поле частицы удерживало вертикальную намагниченность иглы. Поэтому измеренная коэрцитивная сила иглы в этом случае оказалась завышенной, по сравнению с образцом из Co. В результате такой образец не подходил для определения коэрцитивной силы магнитных зондов.

Для того чтобы проверить работоспособность предложенного метода, было решено сделать утонение магнитного покрытия уже измеренной иглы ионным пучком для увеличения влияния анизотропии формы зонда. Далее производилось определение коэрцитивной силы полученного зонда. В этом случае, вследствие тонкого магнитного покрытия и анизотропии формы иглы произошло увеличение коэрцитивной силы (таблица 1) и восстановление направления намагниченности зонда, что отражено на петле виде плато в районе нуля (рисунок 4.6).

Для определения оптимальных размеров частиц для тестового образца были изготовлены частицы Co разного размера благодаря методике напыления с перекрывающимися масками, это дало возможность определить оптимальные размеры для частицы в качестве тестового образца. Частицы с большими латеральными размерами хорошо подходили для такой работы ввиду четкого разделения между магнитными полюсами. Еще один плюс в пользу больших

частиц заключался в том, что в центре частицы магнитный контраст был таким же, как и в месте, где нет магнитного материала [86]. Это позволяло выбрать данный участок как точку отсчета высот выступа/впадины для последующих измерений. Можно также взять за эту точку и место, где не было ничего напылено, которое находилось между частицами.

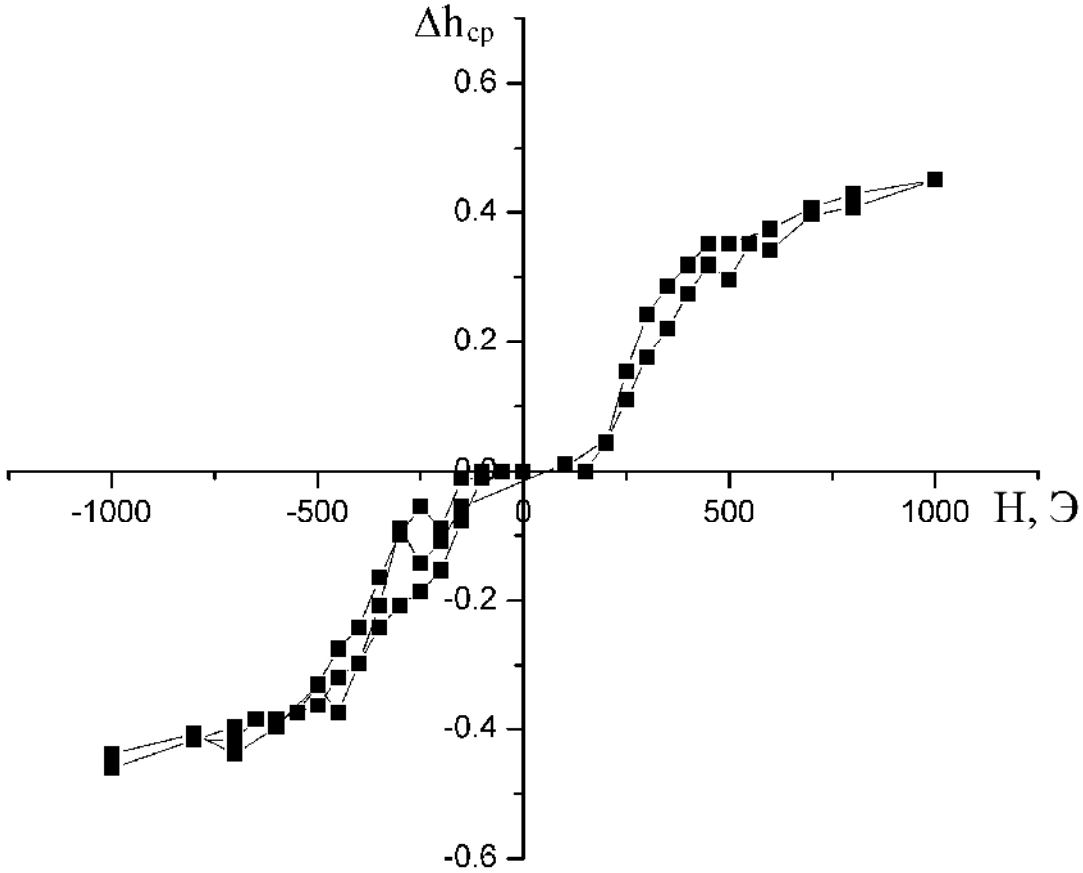

Рисунок 4.6. – Петля гистерезиса от той же иглы, петля которой приведена на рисунке 4.4, после утонения ее магнитного покрытия ионным пучком.

Если использовать частицы с меньшими латеральными размерами, то в центре частицы будет наблюдаться не нулевой контраст. Это связано с тем, что расстояние между полюсами иглы и образца будет не большим. В этом случае произойдет смещение точки отсчета высоты вверх на расстояние, которое будет зависеть от того, насколько близко полюса частицы будут находиться друг к другу (рисунок 4.7а, б). В предельном случае, когда размеры частицы будут сопоставимы с диаметром сечения иглы на высоте 500 нм от ее кончика,

произойдет вырождение двух выступов. МСМ изображение будет состоять не из четырех элементов (выступы/впадины), а из трех (рисунок 4.7в, г), причем выступ в центре будет немного больше чем впадины по краям [А10].

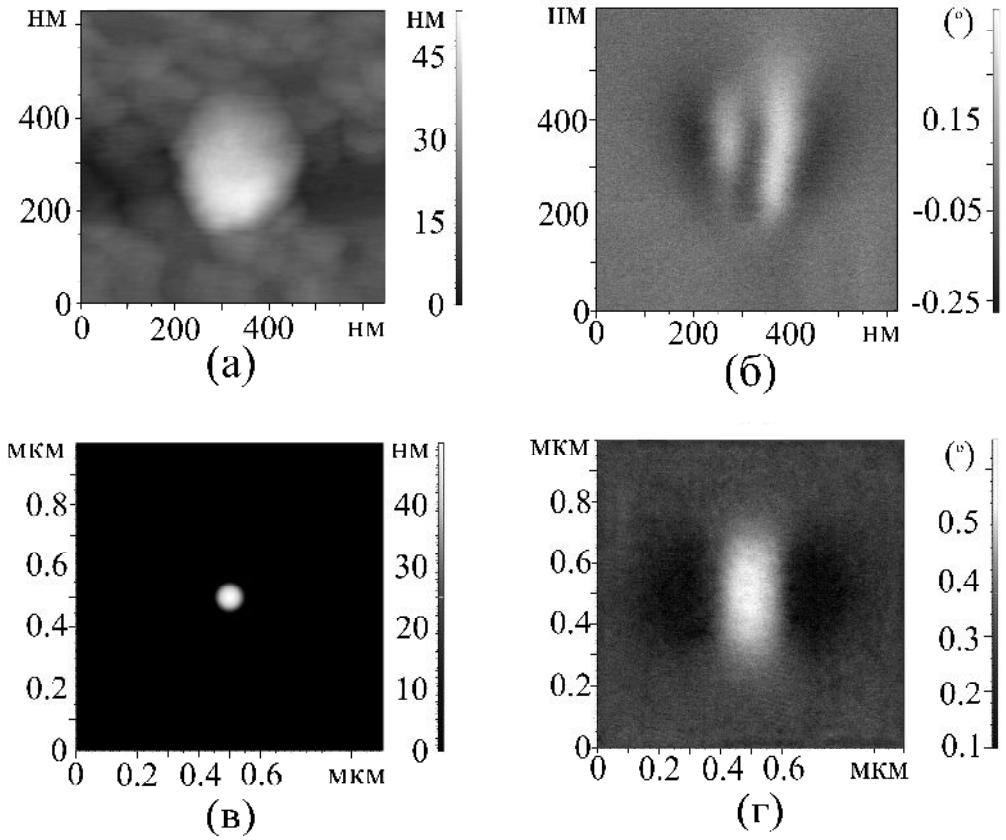

Рисунок 4.7. – АСМ изображение частицы Co диаметром 200 нм (а) и соответствующий ей МСМ контраст (б), АСМ изображение частицы диаметром 100 нм (в) и соответствующий ей МСМ контраст (г). МСМ изображения получены во внешнем магнитном поле 2000 Э.

Таким образом, наиболее подходящим образцом для определения коэрцитивной силы зондов стали квадратные поликристаллические микрочастицы кобальта с размером в направлении прикладываемого внешнего магнитного поля не менее 5 мкм, толщина не должна превышать 200 нм (а лучше, как в работе [96], не иметь возвышений).

4.2. Моделирование МСМ изображения в сильных магнитных полях

Для интерпретации экспериментальных МСМ данных в КФТИ КазНЦ РАН был разработан алгоритм компьютерного анализа МСМ изображений. Данный метод базируется на моделировании МСМ изображений и сравнении их с экспериментально полученными. Для моделирования необходимо знание размеров и геометрий, как объекта исследования, так и кончика магнитной иглы. Кроме того, требуется знать их структуру намагниченности. В моделировании производится расчет взаимодействия магнитной иглы с магнитным полем образца (рисунок 4.8). Детальный алгоритм можно посмотреть в работе [30].

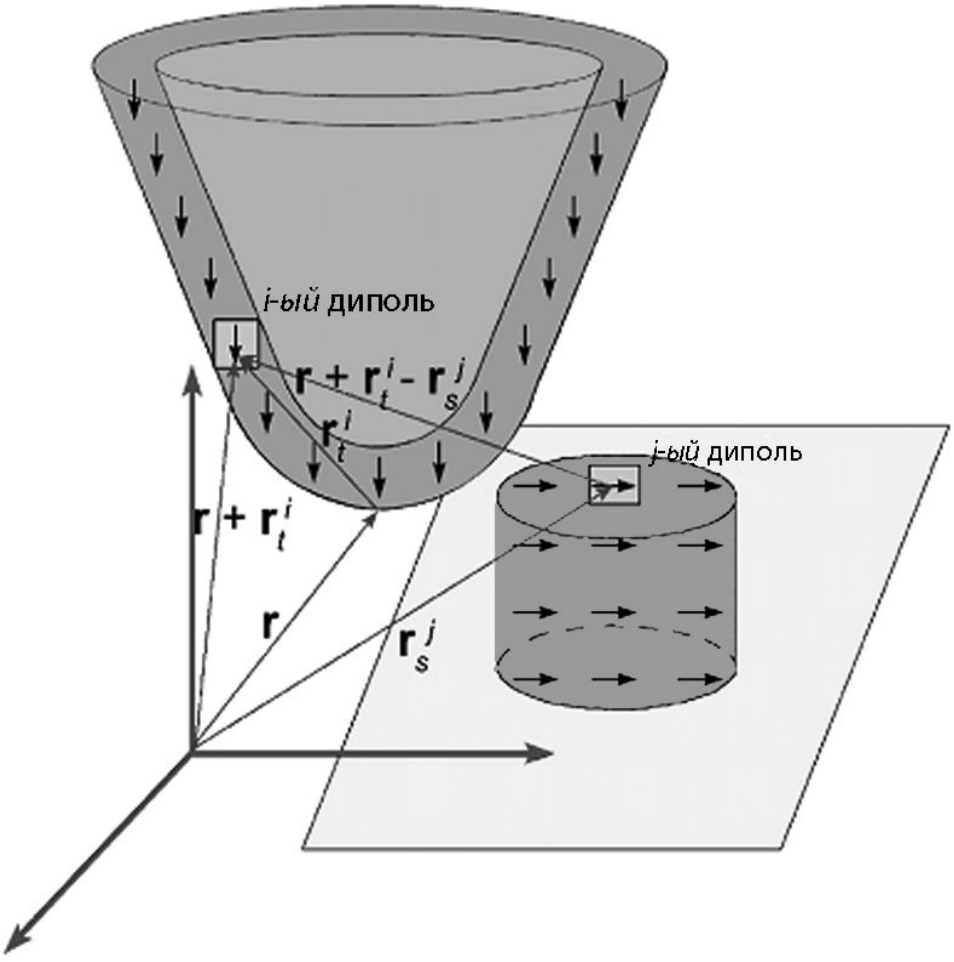

Рисунок 4.8. – Схема взаимодействия магнитной иглы с магнитным полем образца при компьютерном моделировании МСМ изображения.

Геометрию исследуемого объекта можно задать на основании экспериментальных измерений АСМ или сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Для распределения магнитных моментов в игле нужно задать реальную форму иглы. Как это сделать, можно посмотреть в [30]. Для упрощения расчетов, все локальные магнитные моменты в игле имеют одно и тоже направление и величину.

Программа моделирования МСМ изображений «виртуальный магнитно-силовой микроскоп», описанная в работе [30] была усовершенствована. Введение сферических координат позволило менять направление локальных магнитных моментов элементарных объемов иглы. Ранее в программе [30] задавалось только одно направление для зонда - строго вертикальное. Другими словами, игла обладала бесконечно большой коэрцитивной силой и не перемагничивалась внешним магнитным полем. С помощью усовершенствованной программы было выполнено моделирование МСМ изображений с учетом поворота направления локальных магнитных моментов элементарных объемов иглы относительно поверхности образца (рисунок 4.9 а-д). Моделирование проводилось только для случая однородно намагниченной частицы в направлении внешнего поля. Полученные профили от модельных изображений хорошо совпадают с профилями МСМ изображений, полученных экспериментально в разных полях (рисунок 4.9 е-к и л-п соответственно) [А1, А2, А8, А9]. Это говорит о том, что в магнитных полях, больших, чем коэрцитивная сила иглы, происходит поворот вектора намагниченности иглы в направлении действия внешнего магнитного поля.

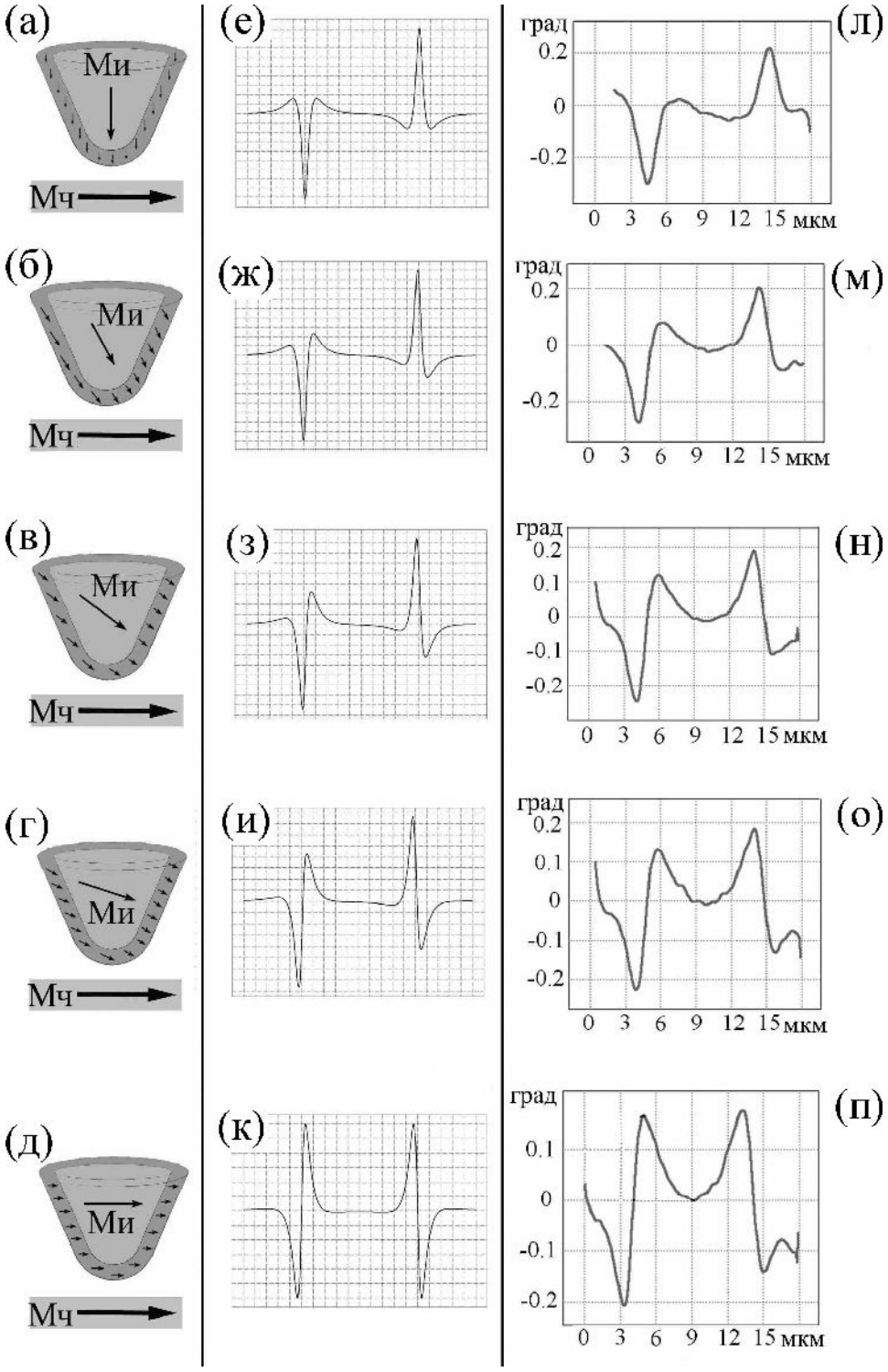

Рисунок 4.9. – (а-д) – направление суммарного магнитного момента в игле и частице при моделировании. (е-к) – смоделированный МСМ профиль, (л-п) – экспериментальный МСМ профиль. а, е, л – распределение магнитных моментов и МСМ профили в поле 50 Э, д, к, п – распределение магнитных моментов и МСМ профили в поле 2000 Э. б, в, г, ж, з, и, м, н, о – распределение магнитных моментов и МСМ профили в промежуточных полях.

4.3. Выводы по 4 главе

1. Обнаружено перемагничивание иглы во внешнем магнитном поле при МСМ измерениях. Такое перемагничивание сказывается на получаемых МСМ изображениях в виде появления дополнительных выступа и впадины.
2. Разработана методика определения коэрцитивных свойств магнитной иглы по МСМ изображению, основанная на измерении высоты дополнительного выступа/впадины в профиле, получаемом из МСМ изображения, с последующим усреднением.
3. Найдены оптимальные латеральные размеры микрочастиц тестового образца для определения коэрцитивных свойств магнитных игл. Наиболее подходящими для таких измерений по вышеописанной методике являются квадратные частицы Co с размерами не менее 5 мкм в направлении прикладываемого внешнего магнитного поля.
4. Определены коэрцитивные силы магнитных игл, имеющих разное магнитное покрытие и его толщину.
5. Усовершенствована программа по моделированию МСМ изображения. Модернизация позволила проводить моделирование МСМ изображений с учетом возможности поворота суммарного вектора намагниченности у магнитной иглы и образца. Результаты, полученные с помощью этой программы, позволили объяснить появление дополнительного выступа/впадины в МСМ изображении во внешних магнитных полях.

Глава 5. Металлические магнитные нанопроволоки под действием электрического тока

5.1. Магнитная структура нанопроволок под действием тока высокой плотности

В связи с развитием компьютерных технологий и новых методов хранения информации в последнее время было уделено много внимания процессу действия спин-поляризованного тока высокой плотности на магнитную структуру ферромагнитных образцов. Установлено, что ток плотностью 10^{11} А/м^2 [126, 127] может поменять магнитную структуру исследуемых объектов. Данное изменение может быть, как следствием передачи магнитного момента от спин-поляризованных электронов к атомам решетки, так и обусловлено нагревом образца выше температуры Кюри за счет джоулева нагрева [А6, А7, А17-А20]. Таким образом, знание, насколько нагревается проволока за счет протекающего по ней электрического тока, является очень важным.

В результате действия тока выделяется существенное количество джоулева тепла, что повышает температуру образца, в данном случае проволоки. Исследования, выполненные как на массиве Ni нанопроволок разного сечения с вертикальным расположением к подложке, так и на тонких пленках, лежащих на ней, показывают, что температура Кюри начинает уменьшаться при уменьшении объема материала (проволоки или пленки) [110-113]. В этих работах показано, что для проволок Ni, стоящих на подложке изменение температуры Кюри больше, чем для пленок, лежащих на ней. В большинстве своем, проволоки, которые используются для изучения влияния протекающего тока на ее доменную структуру, лежат на подложке. Поэтому появляется вопрос о том, изменится ли температура Кюри нанопроволоки в такой геометрии? Для этого необходимо

точно определять температуру Кюри этой проволоки, что является сложной задачей при использовании стандартных методов, поскольку используются импульсы тока в момент ее нагрева. Ни измерение сопротивления от температуры, ни методы магнитометрии не могут определить температуру фазового перехода в момент протекания импульса тока.

Далее предлагается новый метод определения температуры Кюри, основанный на графическом анализе зависимости критической мощности тока, найденной из ВАХ нанопроволоки при разных начальных температурах, от температуры нанопроволоки. Для этого использовались приборы и методика, описанные в параграфе 2.4.

Известно, что за счет нагрева протекающим током ферромагнитной нанопроволоки на ВАХ наблюдается перегиб, связанный с переходом из ферромагнитного состояния в парамагнитное (рисунок 5.1) [146, А6, А7, А17-А20]. Но определить температуру, соответствующую данному перегибу, по анализу только одной ВАХ является невозможным, т.к. на графике отсутствует температурная зависимость.

Для удобства восприятия полученных ВАХ, они легко преобразуются в зависимость сопротивления от подводимой мощности. На полученной кривой виден характерный для перехода из ферромагнитного в парамагнитное состояние перегиб [146] (рисунок 5.2). Величина мощности, при которой на полученной зависимости наблюдается перегиб, называется критической (P_{cr}) и соответствует мощности, необходимой для нагрева проволоки протекающим током до температуры Кюри. По такому виду кривой сопротивления от мощности точное значение P_{cr} точно тоже не определяется. Для этого строится зависимость производной сопротивления по мощности от мощности dR(P)/dP (рисунок 5.3).

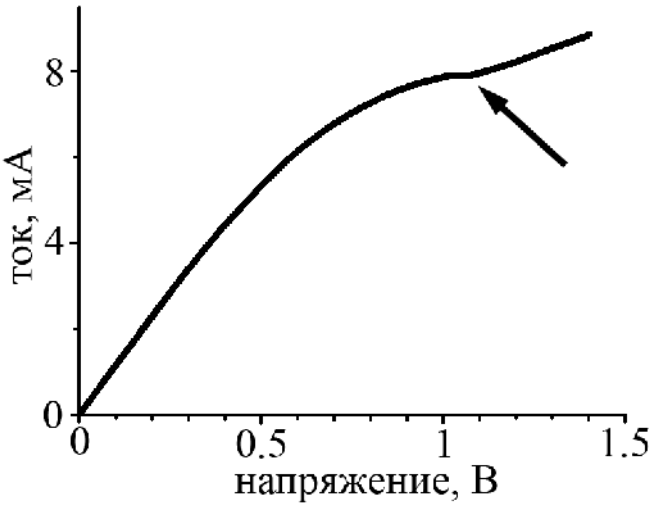

Рисунок 5.1. – ВАХ от Ni проволоки, полученная при температуре подложки 305 К. Стрелкой указан перегиб, означающий фазовый переход из ферромагнитного состояния в парамагнитное.

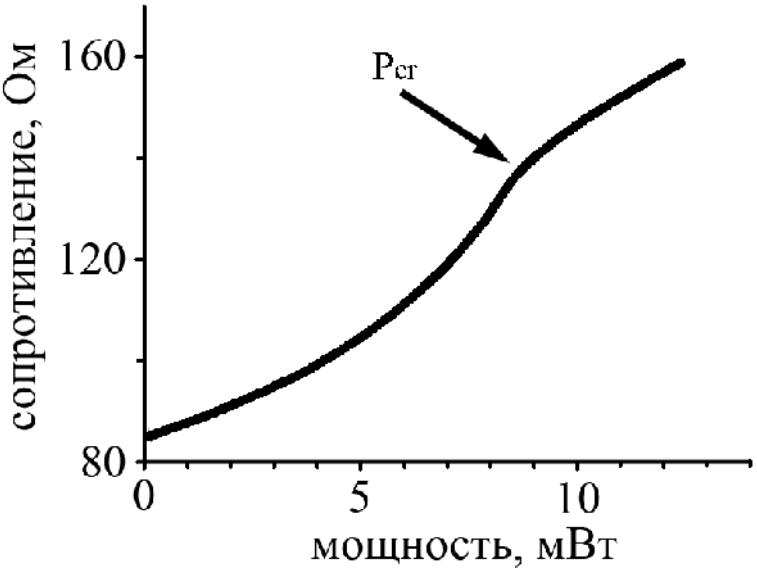

Рисунок 5.2. – Зависимость сопротивления проволоки от подводимой к ней мощности. Стрелкой указан перегиб, означающий фазовый переход из ферромагнитного состояния в парамагнитное.

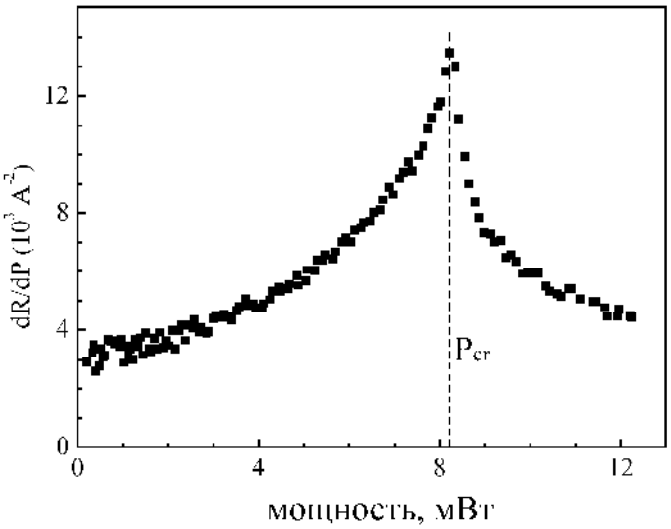

Рисунок 5.3. – График производной сопротивления от мощности. Исходная зависимость сопротивления от мощности представлена на рисунке 5.2.

5.1.1. Метод определения температуры Кюри нанопроволоки с помощью вольт-амперных характеристик

В работах [42, 129] были даны теоретические оценки температуры проволоки от протекающего по ней тока. В них рассматривалась ситуация, когда проволока прямоугольного сечения лежит на поверхности тонкого слоя SiO_2. Этот изоляционный слой располагается на поверхности толстого слоя Si. Через проволоку в такой конфигурации проходил импульс напряжения прямоугольной формы. При этом время установления стационарного теплового равновесия составляет меньше чем 1 микросекунда. Насколько изменилась температура проволоки в зависимости от подаваемой мощности можно определить по следующей формуле:

$$T - T_0 = \frac{P}{L\chi}\xi\left(\frac{w}{2d}\right), \tag{5.1}$$

где T_0 – начальная температура проволоки, P – мощность, выделяемая протекающим током по проволоке, L и w – длина и ширина проволоки

соответственно, d и χ – толщина и коэффициент теплопроводности диэлектрика. Функция ξ(α) определяется следующим образом:

$$\xi(\alpha)=\frac{1}{\pi\alpha}\left[\tan^{-1}\alpha+\frac{\alpha\ln\left(1+\alpha^{-2}\right)}{4}+\frac{\ln\left(1+\alpha^{2}\right)}{4\alpha}\right]. \qquad (5.2)$$

Поскольку, как описано в параграфе 2.4, частота подаваемого пилообразного импульса напряжения 10 Гц, а время установления теплового равновесия меньше 1 микросекунды, то соответственно температура проволоки при каждом измерении ВАХ является постоянной и можно использовать для оценки температуры формулу 5.1. С помощью этого выражения можно узнать, какую мощность надо подать на проволоку, чтобы нагреть ее до температуры Кюри. Однако, это справедливо при условии, что температура Кюри не изменилась из-за размерного эффекта. И если это произошло, то при подаче мощности, вычисленной по формуле 5.1, произойдет нагрев выше температуры фазового перехода. Поэтому ее можно использовать как оценочную. Кроме того, необходимо знать точные геометрические размеры проволоки и коэффициент теплопроводности диэлектрической подложки, а также проволока должна быть абсолютно ровной.

Для определения температуры Кюри с помощью ВАХ необходимо знать зависимость температуры проволоки от подводимой мощности. Анализируя только саму ВАХ определить температуру невозможно. Поэтому для нахождения такой зависимости необходимо получать ВАХ при разных температурах. Температура проволоки, при которой на ВАХ будет отсутствовать перегиб, является температурой Кюри. Практически из-за того, что нужно нагревать образец до температуры Кюри этот способ напоминает метод, основанный на измерении сопротивления от температуры. Однако с помощью предложенного метода можно сделать измерения ВАХ только для нескольких начальных значений температуры не далеко отстоящих от комнатной. Для более точного нахождения температуры необходимо использовать графический анализ [А6, А17, А18].

Данный анализ основывается на построении значений критической мощности при заданной начальной температуре проволоки (рисунок 5.4 квадратики). Эти значения находятся из зависимости производной сопротивления по мощности от мощности dR(P)/dP от ВАХ, полученных при разных начальных температурах (рисунок 5.5). Отложенные на графике данные аппроксимируются прямой линией, поскольку T_C материала постоянна для конкретных геометрических размеров проволоки. Приращение температуры подложки просто сдвигает значение подводимой мощности в сторону меньших величин. Пересечение этой прямой (пунктирная линия) с осью температур (когда не требуется подводить мощность) соответствует температуре Кюри объекта (рисунок 5.4).

Для проволоки с сечением 23.5×366 $нм^2$ и длинной 10 мкм (эффективный диаметр примерно 104.6 нм) температура Кюри, определенная таким методом, составила 610 K, что немногим меньше температуры Кюри массивного никеля (631 K [111]). Полученное значение хорошо согласуется с температурой Кюри 608 K, измеренной с помощью другого метода, основанного на измерении намагниченности образца от его температуры M(T), для проволоки никеля с эффективным диаметром 105 нм [111]. Плотность тока, необходимая для нагрева такой проволоки до этой температуры составила 5.6×10^{11} $А/м^2$. Сравнение измеренных с помощью данного метода температур T_C для других размеров нанопроволок Ni с данными из работы [111] представлено в таблице 2. Разброс сравниваемых в приведенной таблице значений температур Кюри обусловлен не точным определением геометрических размеров нано проволок с помощью АСМ из-за эффекта конволюции. Кроме того, на них имеются неровности по высоте и ширине. Тем не менее, разработанный оригинальный способ показывает хорошее соответствие получаемых результатов.

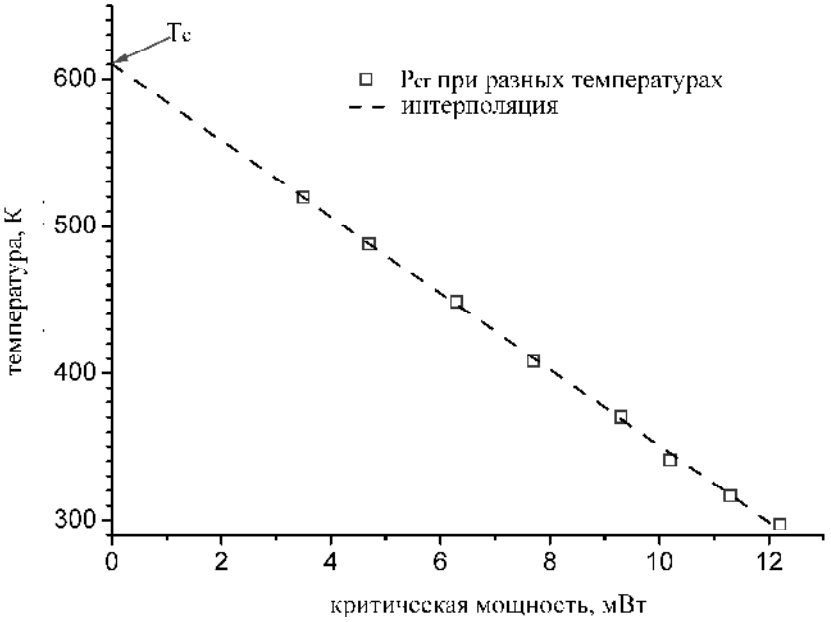

Рисунок 5.4. – Зависимость критической мощности от температуры образца.

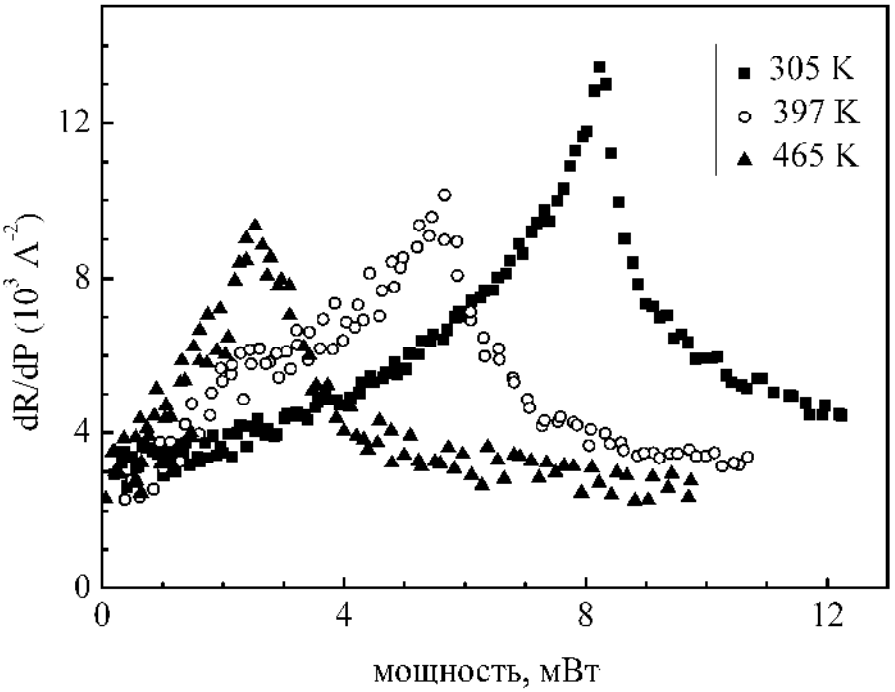

Рисунок 5.5. – Производные сопротивления по мощности в зависимости от подводимой мощности, полученные при разных температурах образца.

Таблица 2. – Температура Кюри от эффективного диаметра нанопроволок.

Ширина, нм	Высота, нм	Эффективный диаметр, нм	T_C с помощью ВАХ, К	T_C из работы [111] (метод М(Т)), К
380	9	66	600	596
605	21	127.2	610	612
273	8	52.7	592	588
505	23	121.6	608	611
405	23	108.9	607	609
366	23.5	104.6	610	608

5.1.2. Влияние протекающего импульса тока высокой плотности на доменную структуру Ni нанопроволоки

Исследование магнитной структуры микро- и нанообъектов а также возможность изменения этой структуры разными способами является весьма интересным [35-44]. В первую очередь внимание направлено на изучение влияния импульса тока высокой плотности на магнитную структуру нанопроволок. При этом различают два основных механизма, вследствие которых происходит трансформация распределения намагниченности в нанопроволоке. Первый – фазовый переход при нагреве проволоки выше температуры Кюри протекающим током [127, А6, А17, А18]. Происходит разрушение магнитного порядка. По окончании действия импульса тока образец остывает с последующим самопроизвольным намагничиванием. Как было показано в параграфе 5.1.1, установить, привел импульс тока к нагреву нанопроволоки выше температуры Кюри или нет, можно по ВАХ. Второй – связан с взаимодействием спин-

поляризованного тока с магнитными моментами атомов решетки проволоки (spin-transfer torque effect) [147]. Это приводит к перестройке магнитной структуры в нанопроволоке за счет увеличения размеров домена, имеющего туже ориентацию спинов, что и в спин-поляризованном токе. Он осуществляется при меньшем по амплитуде импульсе тока, чем в первом механизме.

В качестве материала для исследований был выбран Ni. Это связано с тем, что данный материал обладает интересной температурной зависимостью константы магнитной анизотропии, в отличие от исследованных другими авторами проволок из пермаллоя (параграф 1.3.2). Проволоки Ni были изготовлены и исследованы с помощью методов, описанных в параграфах 2.4 и 5.1.1.

Для исследований перестройки распределения намагниченности были изготовлены три типа нанопроволок длиной 5−50 мкм, шириной 0.2−1.5 мкм и высотой 8−30 нм (параграф 2.4). Предварительные результаты по перестройке распределения намагниченности Ni проволоки под действием импульса тока проводились на образцах первого типа (проволока и контактные площадки из Ni). Проведенные эксперименты показали, что магнитная структура нанопроволок начинает изменяться при импульсах тока, не приводящих к их нагреву до температуры Кюри [А7, А19, А20]. Использование нанопроволок разной ширины позволило установить, что у проволок шириной от 500 нм и больше образуется очень развитая структура распределения намагниченности (рисунок 5.6). Такая структура затрудняет достоверно зарегистрировать изменение в МСМ изображении после прохождения импульса тока. По этой причине последующие измерения проводились на проволоках шириной менее 500 нм. На рисунке 5.6а, б, в представлены АСМ изображение Ni проволоки и ее МСМ изображения до и после пропускания импульса тока, нагревающего проволоку выше температуры Кюри.

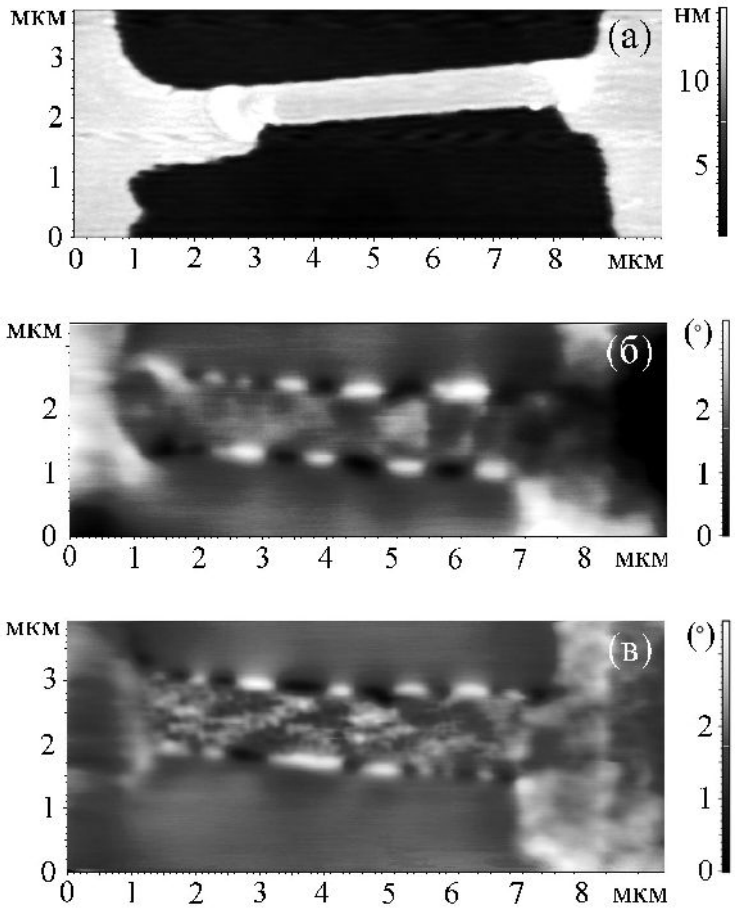

Рисунок 5.6. – АСМ изображение широкой проволоки Ni (а) и ее МСМ изображение до подачи импульса тока (б) и после импульса тока, нагревающего выше температуры Кюри (в).

Зарегистрированные от нанопроволок ВАХ (рисунок 5.7а) нетрудно преобразовать в зависимость сопротивления нанопроволоки от протекающего тока (рисунке 5.7б). На полученной зависимости имеется характерный перегиб (рисунок 5.7б), связанный с фазовым переходом из ферромагнитного в парамагнитное состояние. Точная величина критического тока (I_{cr}) находится по экстремуму на производной по току от зависимости сопротивления от тока (рисунок 5.7в).

Зная геометрические размеры нанопроволоки, которые были получены при АСМ измерениях, можно определить величину критической плотности тока, при которой происходит нагрев до температуры Кюри. Данная величина составила

примерно 1×10^{12} А/м^2. При этом наблюдалась полная перестройка структуры намагниченности нанопроволоки. Такая перестройка могла произойти вследствие температурного отжига дефектов в нанопроволоке. Для того чтобы этого избежать, перед началом измерений на все нанопроволоки подавался импульс с максимальной амплитудой, который нагревал ее существенно выше температуры Кюри и последующие импульсы подавались с меньшей амплитудой.

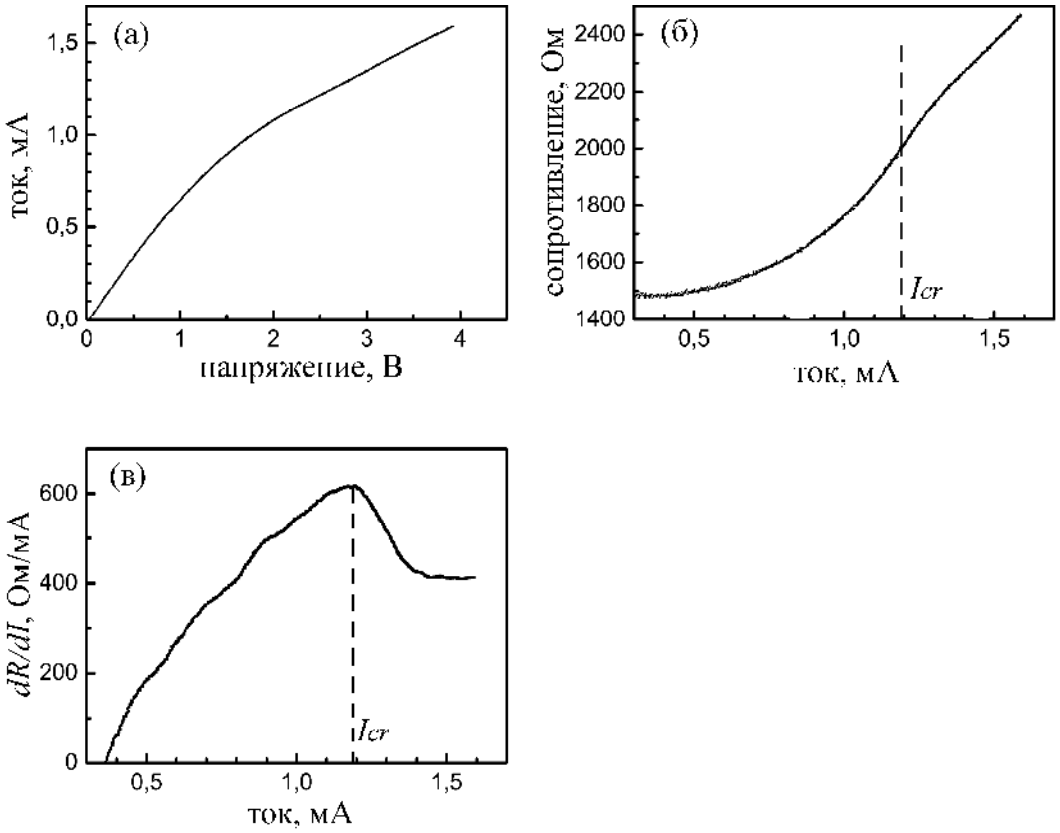

Рисунок 5.7. – ВАХ от Ni нанопроволоки – (а), (б) – зависимость сопротивления проволоки от тока, и (в) – производная по току от зависимости сопротивления от тока, полученная из этой ВАХ.

Случай перестройки распределения намагниченности за счет нагрева выше T_C является не таким интересным, по сравнению с изменением магнитной структуры при пропускании импульса тока не нагревающим проволоку до температуры фазового перехода.

На рисунке 5.8а представлено АСМ изображение Ni проволоки второго типа (Ni проволока с медными контактными площадками). Ввиду того, что она узкая (270 нм) и длинная (7 мкм), наблюдать мелкую магнитную структуру сложно. Поэтому был взят участок по меньше (на рисунке 5.8а выделен белым квадратом) для более детального рассмотрения происходящих изменений.

Первые изменения в МСМ изображении такой нанопроволоки появились после прохождения импульса тока амплитудой около 70% от критического (I_{cr} нагревает проволоку до T_C) на образцах первого и второго типов [А7, А19, А20]. Из представленных МСМ изображений можно заметить наличие изменения контраста в некоторых расположенных рядом друг с другом областях. Размеры двух соседних областей увеличиваются, а область между ними уменьшается (обозначены стрелкой на рисунке 5.8б, в). Значительное изменение распределения намагниченности в нанопроволоке на образцах первого и второго типа происходило при подаче импульса амплитудой выше критического (рисунок 5.8в, г). Иногда, при использовании импульсов тока с одинаковой амплитудой, нагревающих нанопроволоку выше T_C, создавалось разное распределение намагниченности.

По полученным данным можно сказать, что наблюдается зависимость распределения намагниченности от величины импульса тока. Однако настораживает тот факт, что минимальная величина тока, при котором начинает перестраиваться доменная структура, является достаточно большой, не менее 70% от критического. Такой ток может привести к существенному нагреву проволоки. Как известно [148], при нагреве происходят изменения магнитных параметров ферромагнетика, таких как намагниченность насыщения и величина константы магнитной анизотропии. Это в свою очередь может также приводить к изменению распределения намагниченности образца. Поэтому необходимо сделать дополнительные эксперименты, исключающие влияние тока на доменную структуру и при этом, чтобы проволока могла нагреваться.

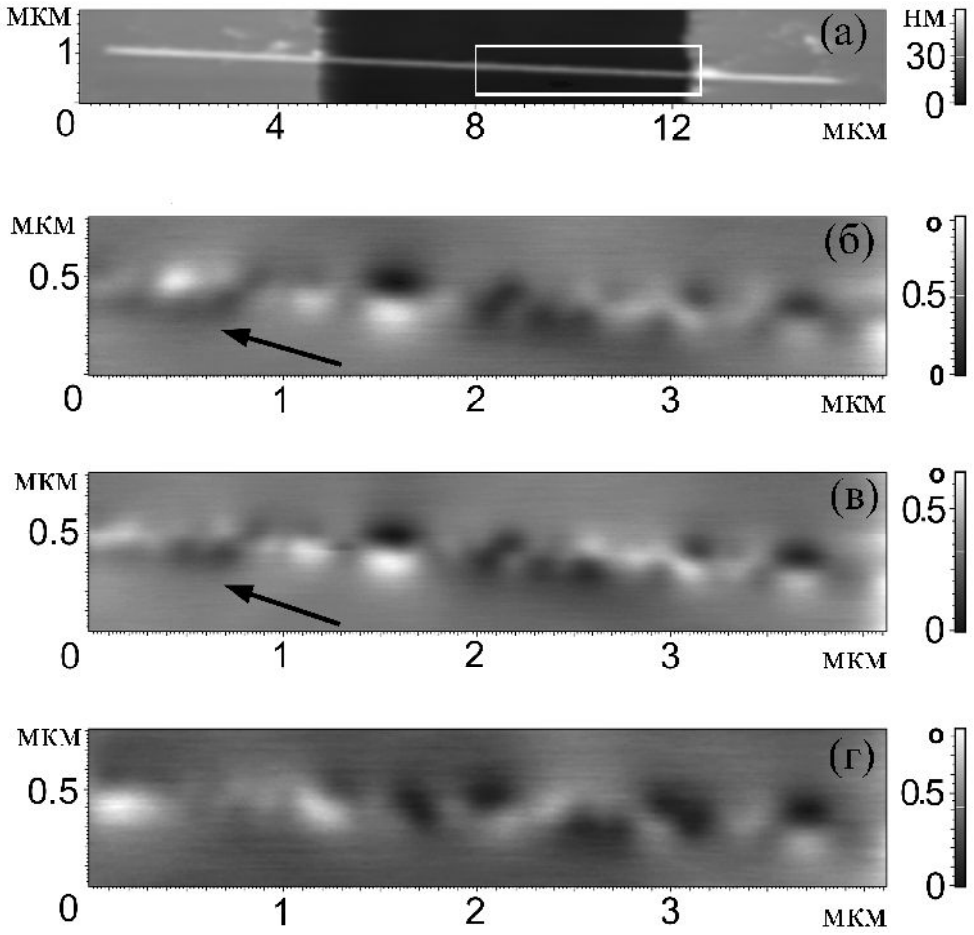

Рисунок 5.8. – (а) – АСМ изображение Ni нанопроволоки, с медными контактными площадками по бокам. (б) – МСМ изображение исходного распределения намагниченности фрагмента проволоки. Приведена только часть проволоки, обозначенная белым прямоугольником на АСМ изображении. (в) – МСМ изображение этого же фрагмента после импульса амплитудой 0.94 mA (слабые изменения). ВАХ этой нанопроволоки приведен на рисунке 5.7. Стрелкой обозначено место изменения магнитного контраста. (г) – МСМ изображение этого же фрагмента после импульса (амплитуда 1.4 mA), нагревающего проволоку выше температуры Кюри (сильные изменения).

С этой целью были исследованы образцы третьего типа – Ni проволока без электрических контактов (рисунок 5.9а). Нагрев образца производился с помощью температурной ячейки, которая была использована для определения температуры Кюри в параграфе 5.1.1. Визуализация распределения

намагниченности такого образца показала, что после термического нагрева в вакууме распределение намагниченности в нем тоже изменяется. Также, как и при подаче импульса тока амплитудой от 70% до критической, при термическом нагреве от 400 K до температуры Кюри (631 K [111]) наблюдались незначительные изменения (рисунок 5.9б, в). При термическом нагреве проволоки выше температуры Кюри, также, как и при нагреве током соответствующей амплитуды, происходили значительные изменения в распределении намагниченности (рисунок 5.9г) [A7, A20]. Иногда это приводило даже к смене полюсов на краях проволоки. Все наблюдаемые изменения в МСМ изображении на рисунке 5.9 отмечены стрелками.

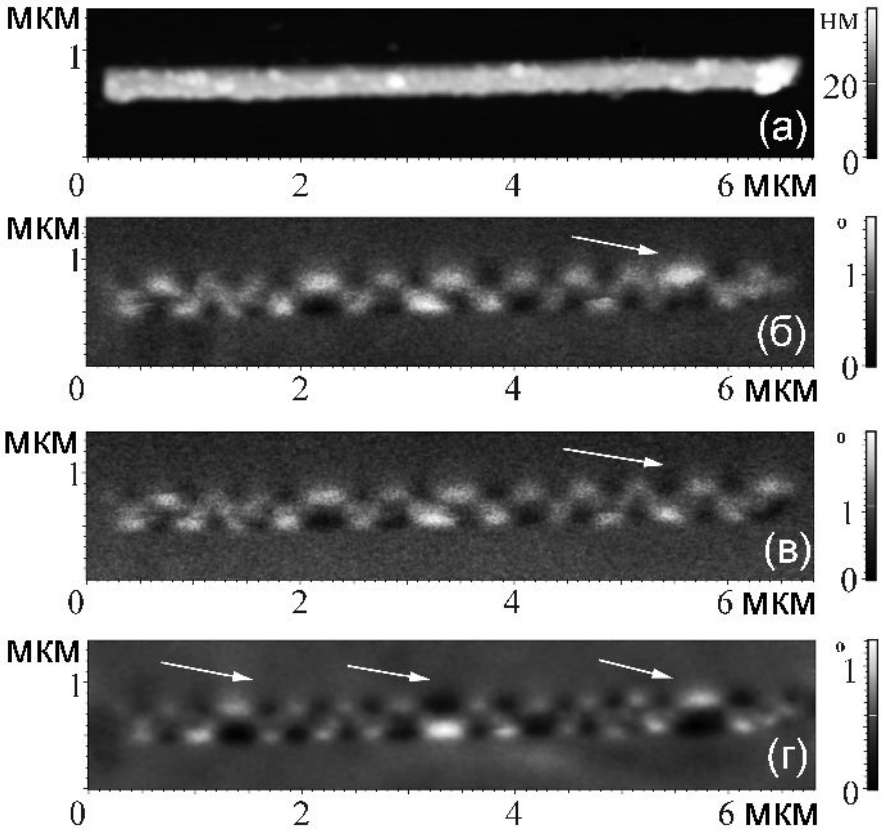

Рисунок 5.9. – (а) – АСМ изображение Ni нанопроволоки без контаков. (б) – МСМ изображения исходного состояния распределения намагниченности этой проволоки, (в) – состояние после нагрева до 400 K и состояние после нагрева до 650 K (г). Стрелками обозначены области, где происходит изменение магнитного контраста после температурного воздействия.

Проведенные МСМ измерения на образцах трех типов показали подобную перестройку распределения намагниченности нанопроволоки, как при термическом нагреве, так и при пропускании через нее импульса тока. Такое схожее поведение позволило предположить, что изменения в распределении намагниченности нанопроволоки при действии импульса тока в основном являются следствием ее нагрева этим током.

5.1.3. Влияние нагрева на доменную структуру Ni нанопроволоки, компьютерное моделирование

Для того чтобы разобраться в происходящем явлении, было решено прибегнуть к такому методу, как компьютерное моделирование. Основным программным продуктом для этого выступали программа OOMMF, разработанная M. J. Donahue и D. G. Porter [149], и разработанная в КФТИ КазНЦ РАН программа «виртуальный магнитно-силовой микроскоп» [30].

На первом этапе модель реальной проволоки взяли в виде планарной структуры, однородной по высоте. Данная высота вычислялась по АСМ измерениям проволоки, как средняя высота. Также у модельной проволоки были ровные края. В итоге, «идеальная» проволока имела форму параллелограмма со скругленными краями, с средней шириной и средней высотой, измеренной с помощью АСМ у реальной проволоки (рисунок 5.10а). С помощью программы OOMMF было получено распределение намагниченности у такой проволоки. Моделирование показало, что направление намагниченности плавно изменяется вдоль длинной стороны проволоки, образуя зигзагообразную структуру. На краях проволоки имеются полюса (рисунок 5.10б).

С помощью программы «виртуальный магнитно-силовой микроскоп» было построено модельное МСМ изображение (рисунок 5.10в). Данное изображение позволяет предварительно сопоставить и сравнить между собой

экспериментальное и модельное изображение от «идеальной» проволоки (рисунок 5.9б).

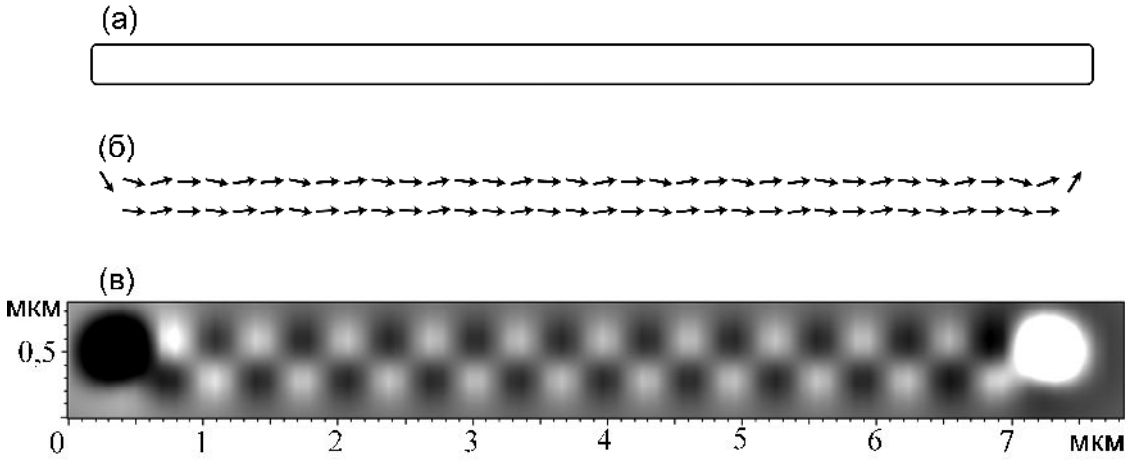

Рисунок 5.10. – (а) – контур модельной «идеальной» проволоки (параллелограмм со сторонами 30 × 300 × 6000nm), использованной для расчетов распределения намагниченности при разных температурах, смоделированное в программе OOMMF распределение магнитных моментов – (б) в этой проволоке при температуре 300 K. Соответствующее этому распределению виртуальное МСМ изображение – (в).

Использование в моделировании «идеальной» проволоки необходимо из-за возможного влияния на структуру намагниченности неровностей реальной проволоки. Если в такой модельной проволоке получается магнитная структура как у реальной, то в дальнейшем можно судить о правильности получаемых модельных изображений.

Для сравнения с реальной проволокой было сделано оконтуривание ее АСМ изображения с целью получения всех неровностей по ширине проволоки (рисунок 5.11а). К сожалению, неравномерность по высоте смоделировать не удалось, и проволока снова моделировалась со средней высотой. Для получения распределения намагниченности в такой проволоке с помощью OOMMF необходимо использовать минимально возможное разбиение изображения на

элементарные ячейки, иначе часть неровностей сгладится. Так же, как и с «идеальной» проволокой, намагниченность образовывала зигзагообразную структуру с полюсами на краях проволоки. При этом на краевых дефектах проволоки происходит пиннинг магнитных моментов, что приводит к изменению направления намагниченности (рисунок 5.11б). Полученное МСМ изображение от такого распределения с помощью программы «виртуальный магнитно-силовой микроскоп» позволяет сравнивать экспериментальное и смоделированное МСМ изображения (рисунок 5.9б и 5.11в соответственно). Сравнение полученных МСМ изображений показывает их схожесть друг с другом. Это дает возможность утверждать, что смоделированное распределение намагниченности соответствует экспериментальному. Видимые незначительные отличия, могут быть связаны с модельной проволокой однородной по высоте. Поскольку при моделировании объект разбивается на элементарные ячейки конечного объема, то может происходить также сглаживание некоторых неровностей по ширине [А7, А20]. В данном случае объем этой ячейки составил 3×3×3 нм^3.

Влияние нагрева на распределение намагниченности нанопроволоки моделировалось заданием в программе OOMMF значений константы магнитной анизотропии и намагниченности насыщения никеля. Температурная зависимость величины константы магнитной анизотропии K_1 бралась из графика, приведенного в работе [148]. Для более точного ее определения график предварительно был оцифрован. Зависимость намагниченности насыщения от температуры находилась путем использования трехмерной модели Гейзенберга:

$$M_s(T) = M_s(T_0) \cdot \left(1 - \frac{T}{T_c}\right)^{0.362}, \qquad (4.3)$$

где $M_s(T_0)$ — намагниченность насыщения при температуре 0 K, T_C — температура Кюри, T — температура проволоки в момент измерений.

Используемая модель Гейзенберга дает плавное поведение намагниченности насыщения от температуры, вплоть до 550 K. Такая зависимость

не должна существенно влиять на распределение магнитных моментов в нанопроволоке. Другое дело константа магнитной анизотропии никеля. У нее имеется сильная зависимость от температуры. И при 370 K происходит даже смена знака [148]. Вследствие этого также может произойти изменение распределения намагниченности в проволоке при ее нагреве.

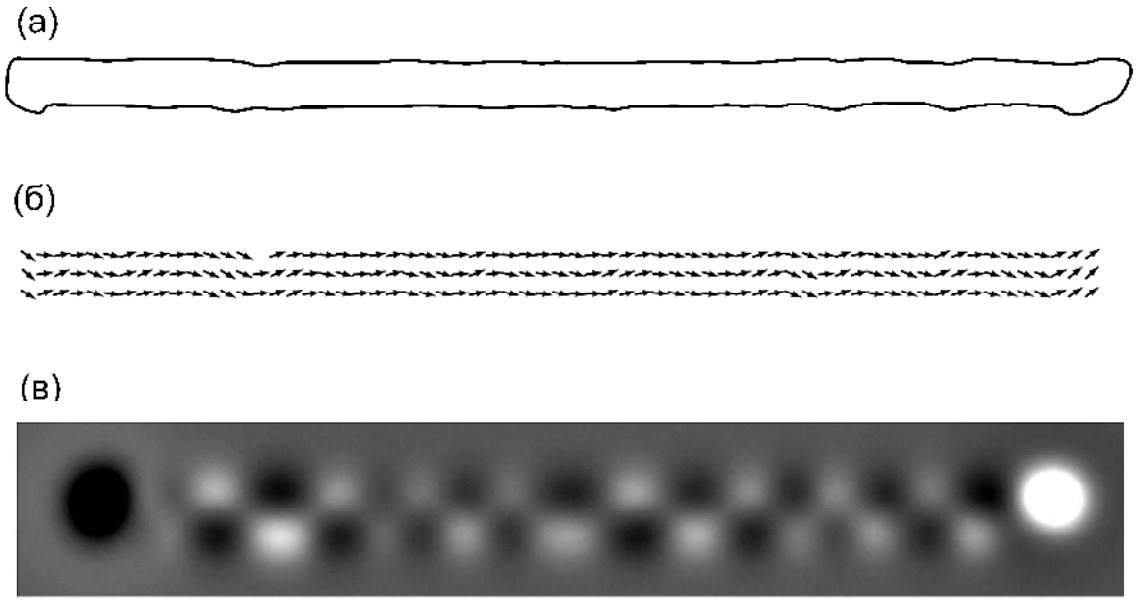

Рисунок 5.11. – (а) – контур реальной проволоки, и смоделированное в программе OOMMF распределение магнитных моментов – (б) в этой проволоке при температуре 300 K. Соответствующее этому распределению виртуальное МСМ изображение – (в).

Расчеты на модельной «идеальной» Ni нанопроволоке показали (контур приведен на рисунках 5.10а и 5.12а), что увеличение температуры влечет за собой изменение распределения намагниченности в ней. Изначально, при комнатной температуре (300 K) «идеальная» нанопроволока образует зигзагообразную структуру намагниченности (рисунок 5.12б). В интервале температур 350 − 400 K нанопроволока имеет однородно намагниченную структуру вдоль длинной оси (рисунок 5.12в). Дальнейший рост температуры снова приводит к образованию

зигзагообразного распределения намагниченности, однако у нее меняется период (рисунок 5.12г).

При моделировании реальной формы проволоки (контур приведен на рисунках 5.11а и 5.12д) изменение распределения намагниченности в ней при повышении температуры происходит по-другому, если сравнивать с «идеальной» проволокой. Здесь тоже происходит появление однородно намагниченной структуры в том же интервале температур 350 − 400 K. Однако в местах, где есть неоднородности на краях нанопроволоки, наблюдаются небольшие искажения в направлении намагниченности (рисунок 5.12ж). При температуре 500 K (рисунок 5.12з) распределение намагниченности в правой части нанопроволоки имеет такой же вид, как и при 300 K. Это объясняется тем, что правая часть нанопроволоки имеет сильную неоднородность по ширине проволоки в отличие от левой. В этом случае, период изменения направления намагниченности привязан к этим неоднородностям. Поведение намагниченности в левой части нанопроволоки (рисунок 5.12е, з) такое же, как и при моделировании у «идеальной» (рисунок 5.12б, г), поскольку данный участок имеет более ровные края.

Таким образом моделирование показало, что у Ni проволоки с сечением меньшим чем 30×500 нм^2, не создаются домены и как следствие нет ДС (рисунок 5.12). Поскольку изменение направления намагниченности носит плавный характер вдоль длинной оси нанопроволоки, то степень спиновой поляризации тока, протекающего в ней, очень низкая или совсем отсутствует. Поэтому, изменение намагниченности не может быть связано с действием спин-поляризованного тока из-за его отсутствия [А7, А19, А20].

Основываясь на результатах компьютерного моделирования и проведенных МСМ измерений можно сделать предположение о действующем механизме в Ni нанопроволоке, приводящим к изменению распределения намагниченности в ней при действии импульса тока высокой плотности. В момент протекания импульса тока происходит джоулев нагрев нанопроволоки. Когда температура

нанопроволоки достигает значения 350 K, распределение намагниченности в ней становится однородным. Это связано с тем, что в этот момент константа магнитной анизотропии близка к нулю и преобладающим фактором, влияющим на образование доменной структуры, является анизотропия формы нанопроволоки. Однако вследствие неровности краев нанопроволоки наблюдаются незначительные отклонения от однородно намагниченного состояния. При дальнейшем росте температуры выше 400 K вновь образуется зигзагообразная структура намагниченности, но с другим периодом. В реальной нанопроволоке после прохождения импульса тока происходит остывание. Поскольку другой период или однородно намагниченное состояние уже имели место, то вследствие неровности краев проволоки на них может наблюдаться пиннинг магнитных моментов. По этой причине распределение намагниченности может быть другим после импульса тока амплитудой от 70% до критической (или после термического нагрева выше 350 K). Это и происходило на проведенных экспериментах со всеми тремя типами нанопроволок. При импульсе тока, нагревающего нанопроволоку выше температуры Кюри, или термическом нагреве до той же температуры, при остывании происходит самопроизвольная организация распределения намагниченности проволоки, что может привести к образованию другого распределения намагниченности. Образовавшиеся структуры намагниченности до такого нагрева (термически или импульсом тока) и после него могут существенно отличаться друг от друга [A7, A19, A20].

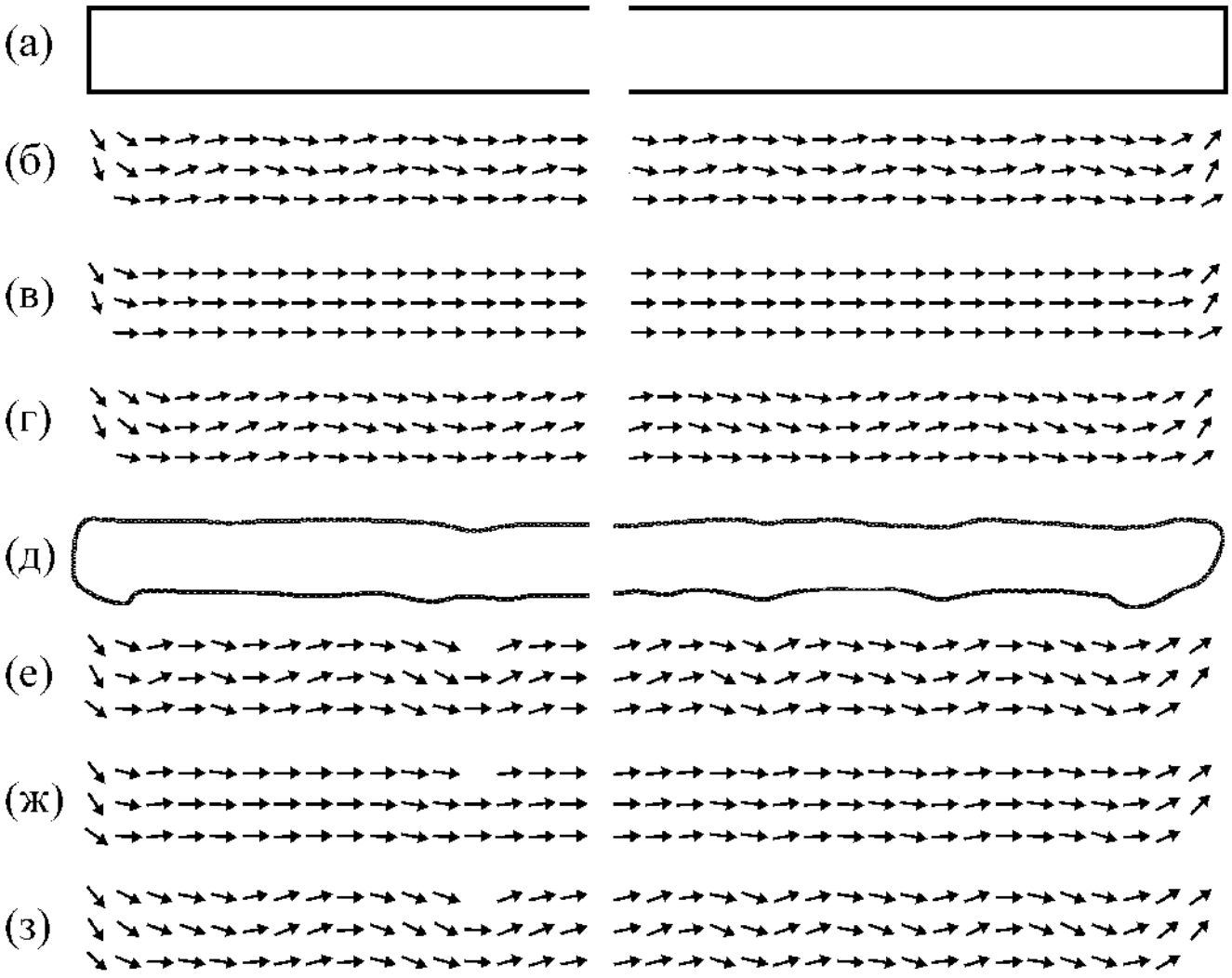

Рисунок 5.12. – (а) – контур «идеальной» проволоки и смоделированное в программе OOMMF распределение магнитных моментов в ней при температуре 300 K (б), 400 K (в), 500 K (г). (д) – контур реальной проволоки и смоделированное в программе OOMMF распределение магнитных моментов в ней при температуре 300 K (е), 400 K (ж),500 K (з).

5.2. Выводы по 5 главе

1. По ВАХ определена величина критического тока и мощности, при которой происходит нагрев проволоки до температуры фазового перехода.

2. С использованием ВАХ, полученных при разных начальных температурах нанопроволоки, построена зависимость критической мощности от температуры. По полученной зависимости, методом графического анализа, описанным в данной работе, определена температура Кюри для исследуемых нанопроволок никеля. Вследствие малого сечения нанопроволок их температура Кюри меньше, чем у объемного никеля.
3. При импульсах с плотностью тока от 70 до 100% от критического значения наблюдается перестройка распределения намагниченности в Ni нанопроволоке. Такое изменение структуры намагниченности можно объяснить зависимостью константы магнитной анизотропии никеля от температуры и пиннингом магнитных моментов на краевых дефектах нанопроволоки.
4. При импульсе тока выше критического происходит нагрев нанопроволоки никеля выше температуры Кюри. Это приводит к спонтанному намагничиванию проволоки при остывании. Такой импульс существенно изменяет начальную структуру намагниченности Ni проволоки.

Заключение

В заключение сформулируем основные результаты и выводы по работе:

1. Усовершенствованы и разработаны методики сканирующей зондовой литографии для получения литографических масок в тонких (< 50 нм) и толстых (> 50 нм) полимерных пленках для изготовления наночастиц с разным аспектным соотношением, а также металлических нанопроволок как отдельно расположенных, так и с массивными контактами из одного или разных металлов.

2. Методом сканирующей зарядовой литографии в присутствии внешнего магнитного поля на поверхности кристаллов лантан-стронциевого манганита сформированы индуцированные состояния. Величина электрического потенциала таких состояний растет с увеличением величины внешнего магнитного поля. Это связано с расширением имеющихся в кристалле магнитных областей (кластеров) и увеличением заряда в них за счет действия внешнего магнитного поля, а также с возможным образованием из этих кластеров перколяционной структуры.

3. С помощью усовершенствованной программы моделирования объяснены наблюдаемые особенности на МСМ изображениях, полученных от тестовых микрочастиц во внешнем магнитном поле.

4. Разработана методика определения коэрцитивной силы магнитной иглы в направлении ее трудной оси намагничивания по МСМ изображениям тестовых микрочастиц.

5. Зарегистрирован фазовый переход из ферромагнитного в парамагнитное состояние в нанопроволоке никеля при пропускании через нее импульса тока высокой плотности. Разработан новый способ

определения температуры Кюри, основанный на графическом анализе зависимости критической мощности тока от начальной температуры нанопроволоки.

6. Установлено, что перестройка распределения намагниченности никелевой проволоки при пропускании импульса тока высокой плотности связана с зависимостью константы магнитной анизотропии никеля от температуры и пиннингом магнитных моментов на краевых дефектах нанопроволоки.

Список условных обозначений и сокращений

АСМ – атомно-силовая микроскопия

МСМ – магнитно-силовая микроскопия

КЗМ – Кельвин-зондовая микроскопия

ЛАО – локально анодное окисление

СЗМ – сканирующая зондовая микроскопия

СЗЛ – сканирующая зондовая литография

ПММА – полиметилметакрилат

СТМ – сканирующая туннельная микроскопия

УФ – ультрафиолет

ДПЛ – Dip-Pen литография

ДС – доменная стенка

МКЭ – магнитокалорический эффект

HAMR – Heat-assisted magnetic recording (темрмоассистируемая магнитная запись)

ВОПГ – высокоориентированный пиролитический графит

АСС – атомно-силовая спектроскопия

ВАХ – вольт-амперная характеристика

Список публикаций автора по теме диссертации

I. Статьи в научных журналах, включенных в перечень ВАК

A1. Magnetic force microscopy of magnetization reversal of microstructures *in situ* in the external field of up to 2000 Oe [Text] / A. A. Bukharaev, **D. A. Biziaev**, P. A. Borodin, D. A. Ovchinnikov // Proceedings of SPIE, Micro- and Nanoelectronics. – 2003. – Vol. 5401. – P. 555-560.

A2. *In situ* Magnetization Reversal Measurement of Magnetic Tips in a Magnetic Force Microscope [Text] / A. A. Bukharaev, **D. A. Biziaev**, P. A. Borodin, D. V. Ovchinnikov // Physics of Low-Dimension Structures. – 2004. – Vol. 1/2. – P. 153-158.

A3. Создание литографических масок с помощью сканирующего зондового микроскопа [Текст] / **Д. А. Бизяев**, А. А. Бухараев, С. А. Зиганшина, Н. И. Нургазизов, Т. Ф. Ханипов, А. П. Чукланов // Микроэлектроника. – 2015. Т. 44. – № 6. – С. 437-447.

A4. Магнитоэлектрические свойства и локально-индуцированные состояния в манганитах [Текст] / Р. Ф. Мамин, **Д. А. Бизяев**, Р. В. Юсупов, А. А. Бухараев. // Известия РАН, Серия физическая. – 2016. – Т. 80. – № 9. – С. 1196-1199.

A5. Influence of magnetic field on electric-field-induced local polar states in manganites [Text] / R. F. Mamin, J. Strle, **D. A. Bizyaev**, R. V. Yusupov, V. V. Kabanov, A. Kranjec, M. Borovsak, D. Mihailovic, A. A. Bukharaev // Applied Physics Letters. – 2015. – Vol. 107. – № 19. – P. 192906.

A6. Определение температуры Кюри отдельной Ni нанопроволоки на основе анализа вольт-амперных характеристик [Текст] / Н. И. Нургазизов, **Д. А. Бизяев**, А. А. Бухараев, В. Н. Лисин, А. П. Чукланов // Письма в ЖЭТФ. – 2013. – Т. 97. – № 3. – С. 161-164.

A7. Нургазизов, Н. И. Магнитная структура никелевой нанопроволоки после воздействия импульса тока высокой плотности [Текст] / Н. И. Нургазизов, **Д. А. Бизяев**, А. А. Бухараев // ФТТ. – 2016. – Т. 58. – № 5. – С. 917-922.

II. Тезисы и труды научных конференций

A8. Measurement of magnetization reversal of microstructures with magnetic force microscope [Text] / A. A. Bukharaev, P. A. Borodin, D. V. Ovchinnikov, **D. A. Biziaev** // Trends in magnetism: Abstract book of Euro-Asian Symposium Eastmag-2004 (Krasnoyarsk, Russia, 24-27 August 2004 г) – Krasnoyarsk: Kirensky Institute of Physics, 2004. – P. 381.

A9. Сканирующая зондовая микроскопия микро- и наноструктур в сильных магнитных полях [Текст] / А. А. Бухараев, **Д. А. Бизяев**, П. А. Бородин, Р. Г. Гатиятов, Г. Г. Гумаров, В. Ю. Петухов, С. А. Зиганшина // Актуальные проблемы твердотельной электроники и микроэлектроники: Труды X Международной конференции и школы семинара ПЭМ-2006 (Дивноморское, Россия, 24-29 сентября 2006 г) в 2 ч. Часть 2. – Дивноморское, 2006. – С. 43-45.

A10. Атомно- и магнитно-силовая микроскопия наночастиц металлов с электрокаталитическими свойствами [Текст] / С. А. Зиганшина, Л. И. Шамсетдинова, **Д. А. Бизяев**, А. П. Чукланов, П. А. Бородин, А. А. Бухараев // Нанофизика и наноэлектроника: сборник тезисов XXII Международного симпозиума (Нижний Новгород, Россия, 10-14 марта 2008 г) в 2 т. Том 1. – Ниж. Новгород: Изд-во Нижегородского госуниверситета, 2008. – С. 73-76.

A11. Мамин, Р. Ф. Локально-индуцированные заряженные поляризационные состояния в манганитах [Текст] / Р. Ф. Мамин, **Д. А. Бизяев**, А. А. Бухараев // Нанофизика и наноэлектроника: сборник

тезисов XIV Международного симпозиума (Нижний Новгород, Россия, 15-19 марта 2010 г) в 2 т. Том 2. – Ниж. Новгород: Изд-во Нижегородского госуниверситета, 2010. – С. 319-320.

A12. Индуцированные состояния с мультифункциональным поведением на поверхности манганитов [Текст] / Р. Ф. Мамин, **Д. А. Бизяев**, Р. В. Юсупов, А. А. Бухараев // Всероссийская конференция по физике сегнетоэлектриков : Тезисы докладов XIX Всероссийской конференции ВКС-19 (Москва, Россия, 20-23 июня 2011 г) – Москва, 2011. – С. 216.

A13. Применение СЗМ нанолитографии для формирования магнитных микро- и наноструктур [Текст] / **Д. А. Бизяев**, А. А. Бухараев, Н. И. Нургазизов, Т. Ф. Ханипов [и др.] // Нанофизика и наноэлектроника: сборник тезисов XV Международного Симпозиума (Нижний Новгород, Россия, 14-18 марта 2011 г) в 2 т. Том 2. – Ниж. Новгород: Изд-во Нижегородского госуниверситета, 2011. – С. 550-551.

A14. Fabrication of magnetic nanostructures for the investigation of spin-dependent transport phenomena [Text] /A. Bukharaev, N. Nurgazizov, **D. Biziaev**, D. Lebedev, A. Chuklanov, I. Shakirov, T. Khanipov // Spin physics, spin chemistry, and spin technology: Abstract of International conference (Kazan, Russia, 1-6 November 2011 г) – Kazan: Zavoisky Physical-Technical Institute, 2011. – P. 36.

A15. Получение металлических наноконтактов и нанопроволок с помощью СЗМ методом индентирования [Текст] / А. А. Бухараев, Д. В. Лебедев, **Д. А. Бизяев**, Н. И. Нургазизов, И. И. Шакиров, Т. Ф. Ханипов // Нанофизика и наноэлектроника: сборник тезисов XVI Международного симпозиума (Нижний Новгород, Россия, 12 -16 марта 2012 г) в 2 т. Том 2. – Ниж. Новгород: Изд-во Нижегородского госуниверситета, 2012. – С. 468-469.

A16. Получение структур из металлических наночастиц заданной формы и размера методом сканирующей зондовой литографии [Текст] / А. А. Бухараев, **Д. А. Бизяев**, Д. В. Лебедев, Н. И. Нургазизов, И. И. Шакиров // Российская конференция по электронной микроскопии : труды XXIV Российской конференции РКЭМ-2012 (Москва, Черноголовка, Россия, 29 мая - 1 июня 2012 г) – Черноголовка, 2012. – С. 213.

A17. Current-induced phase transition in Ni nanowires [Text] / N. Nurgazizov, A. Bukharaev, **D. Biziaev**, A. Chuklanov, T. Khanipov // Applications and Properties: Abstracts of Proceedings of the International Conference Nanomaterials (NAP-2012) (Alushta, the Crimea, Ukraine, 17-22 September 2012 г) – Alushta: Sumy State University, 2012. – P. 04MFPN06.

A18. Определение температуры Кюри нанопроволоки Ni путем регистрации фазового перехода, индуцированного током высокой плотности [Текст] / Н. И. Нургазизов, **Д. А. Бизяев**, А. А. Бухараев, В. Н. Лисин, А. П. Чукланов // Нанофизика и наноэлектроника: сборник тезисов XVII Международного симпозиума (Нижний Новгород, Россия, 11-15 марта 2013 г) в 2 т. Том 1. – Ниж. Новгород: Изд-во Нижегородского госуниверситета, 2013. – С. 94-95.

A19. Нургазизов, Н. И. Изучение изменения магнитной структуры ферромагнитной нанопроволоки под действием тока высокой плотности [Текст] / Н. И. Нургазизов, **Д. А. Бизяев**, А. А. Бухараев // Нанофизика и наноэлектроника: сборник тезисов XIX Международного симпозиума (Нижний Новгород, Россия, 10-14 марта 2015 г) в 2 т. Том 1. – Ниж. Новгород: Изд-во Нижегородского госуниверситета, 2015. – С. 231-232.

A20. **Бизяев, Д. А.** Распределение намагниченности в структурах, полученных с помощью сканирующей зондовой литографии [Текст] /

Д. А. Бизяев, Н. И. Нургазизов, А. А. Бухараев // Актуальные проблемы нано- и микроэлектроники : сборник тезисов докладов 3-ей Всероссийской научной молодежной конференции (Уфа, Россия, 1-4 декабря 2015 г) – Уфа: Изд-во РИЦ БашГУ, 2015. – С. 134.

Цитируемая литература

1. Vazquez, M. Magnetic nano- and microwires: Design, Synthesis, Properties and Applications [Text] / M. Vazquez. – New Delhi : Woodhead Publ., 2015. – С. 870.
2. Grünberg, P. Nanoscale magnetic materials and applications [Text] / P. Grünberg. – London : Springer, 2009. – С. 719.
3. Mamin, R. F. Locally induced charged states in $La_{0.89}Sr_{0.11}MnO_3$ single crystals [Text] / R. F. Mamin, I. K. Bdikin, A. L. Kholkin // Appl. Phys. Lett. – 2009. – Vol. 94. – № 22. – P. 222901.
4. Tip-based nanomanufacturing by electrical, chemical, mechanical and thermal process [Text] / A. P. Malshe, K. P. Rajurkar, K. R. Virmani, [et al.] // CIRP Annals – Manufacruring Technology. – 2010. – Vol. 59. – P. 628-642.
5. A versatile nanotechnology to connect individual nano-objects for the fabrication of hybrid single-electron devices [Text] / A. Bernand-Mantel, K. Bouzehouane, P. Seneor [et al.] // Nanotechnology. – 2010. – Vol. 21. – № 44. – P. 445201-445206.
6. Electrical characterization of nanocontacts fabricated by nanoindentation and electrodeposition [Text] / J. Carrey, K. Bouzehouane, J. M. George // Appl. Phys. Lett. – 2002. – Vol. 81. – №. 4. – P. 760-762.
7. Агеев, О. А. Методы формирования структур элементов наноэлектроники и наносистемной техники [Текст] / О. А. Агеев, А. А. Федотов, В. А. Смирнов. – Таганрог : ЮФУ, 2010. – С. 72.
8. Зайкова, К. Н. Нанолокальная зарядовая литография в системе Ge/Si [Текст] / К. Н. Зайкова, А. Ю. Игуменов // Актуальные проблемы авиации и космонавтики – 2015. – Т. 1, № 11. – С. 166-168.
9. Imaging and engineering the nanoscale-domain structure of a $Sr_{0.61}Ba_{0.39}Nb_2O_6$ crystal using a scanning force microscope [Text] / K.

Terabe, S. Takekawa, M. Nakamura [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 2002. – Vol. 81. – № 11. – P. 2044.

10. Mamin, R. F. Giant dielectric susceptibility and magnetocapacitance effect in manganites at room temperature [Text] / R. F. Mamin, T. Egami, Z. Marton [et al.] // JETP Lett. – 2008. – Vol. 86. – № 10. – P. 643-646.
11. Martin, Y. High-resolution magnetic imaging of domains in terbium-iron by force microscopy [Text] / Y. Martin, D. Rugar, H. K. Wickramasinghe // Appl. Phys. Lett. – 1988. – Vol. 52. – P. 244-249.
12. DiCarlo, A. Magnetic force microscopy utilizing an ultrasensitive vertical cantilever geometry [Text] / A. DiCarlo, M. R. Scheinfein, R. V. Chamberlin // Appl. Phys. Lett. – 1992. – Vol. 61. – № 17. – P. 2108-2117.
13. Fabrication of large scale periodic magnetic nanostructures [Text] / E. F. Wassermann, M. Thielen, S. Kirsch [et al.] // J. Appl. Phys. – 1998. – Vol. 83. – № 3. – P. 1753-1757.
14. MFM probe control of magnetic vortex chirality in elliptical Co nanoparticles [Text] / V. L. Mironov, B. A. Gribkov, A. A. Fraerman [et al.] // J. Magn. Magn. Mater. – 2007. – Vol. 312. – P. 153-157.
15. Schneider, M. Magnetic force microscopy of domain wall fine structures in iron films [Text] / M. Schneider, St. Müller-Pfeiffer, W. Zinn // J. Appl. Phys. – 1996. – Vol. 79. – № 11. – P. 8578-8583.
16. Proksch, R. B. High resolution magnetic force microscopy of domain wall fine structures [Text] / R. B. Proksch, S. Foss, E. D. Dahlberg // IEEE Trans. Magn. – 1994. – Vol. 30. – № 6. – P. 4467.
17. Quantitative magnetic force microscopy on perpendicularly magnetized samples [Text] / H. J. Hug, B. Stiefel, P. J. A. van Schendel [et al.] // J. Appl. Phys. – 1998. – Vol. 83. – № 11. – P. 5609.
18. Quantitative determination of the magnetization and stray field of a single domain Co/Pt dot with magnetic force microscopy [Text] / J. Lohau, S. Kirsch, A. Carl [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 2000. – Vol. 76. – № 21. – P. 3094.

19. Quantitative magnetic field measurements with the magnetic force microscope [Text] / R. Proksch, G. D. Skidmore, E. D. Dahlberg [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 1996. – Vol. 69, –№ 17. – P. 2599-2601.
20. Scanning Hall probe microscopy [Text] / A. M. Chang, H. D. Hallen, L. Harriott [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 1992. – Vol. 61. – № 16. – P. 1974.
21. Measurement of the stray field emanating from magnetic force microscope tips by Hall effect microsensors [Text] / A. Thiaville, L. Belliard, D. Majer [et al.] // J. Appl. Phys. – 1997. – Vol. 82. – № 7. – P. 3182-3191.
22. High resolution scanning SQUID microscope [Text] / J. Kirtley, M. Ketchen, K. Stawiasz [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 1995. – Vol. 66. – № 9. – P. 1138.
23. Magnetization reversal processes in perpendicular anisotropy thin films observed with magnetic force microscopy [Text] / J. Schmidt, G. Skidmore, S. Foss [et al.] // J. Magn. Magn. Mater. – 1998. – Vol. 190. – № 1-2. – P. 81-88.
24. Magnetization reversal of nanostructured Co/Pt multilayer dots and films studied with magnetic force microscopy and MOKE [Text] / A. Carl, S. Kirsch, J. Lohau [et al.] // IEEE Trans. Magn. – 1999. – Vol. 35. – № 5. – P. 3106-3111.
25. Observation of the switching fields of individual Permalloy particles in nanolithographic arrays via magnetic force microscopy [Text] / G. A. Gibson, J. F. Smyth, S. Schultz [et al.] // IEEE Trans. Magn. – 1991. – Vol. 27. – № 6. – P. 5187-5189.
26. Chang, T. Method for investigating the reversal properties of isolated barium ferrite fine particles utilizing magnetic force microscopy (MFM) [Text] / T. Chang, J.-G. Zhu, J. H. Judy // J. Appl. Phys. – 1993. – Vol. 73. – № 10. – P. 6716.
27. Magnetization switching of submicrometer Co dots induced by a magnetic force microscope tip [Text] / M. Kleiber, F. Kümmerlein, M. Löhndorf [et al.] // Phys. Rev. B. – 1998. – Vol. 58. – № 9. – P. 5563.

28. Fabrication and characterization of advanced probes for magnetic force microscopy [Text] / P. Leinenbach, U. Memmert, J. Schelten [et al.] // Appl. Surf. Sci. – 1999. – Vol. 144–145. – P. 492-496.

29. Perforated tips for high-resolution in-plane magnetic force microscopy [Text] / L. Folks, M. E. Best, P. M. Rice [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 2000. – Vol. 76. – № 7. – №. 7. – P. 909-911.

30. Овчинников, Д. В. Компьютерное моделирование МСМ изображений в рамках статической модели распределения намагниченности и диполь-дипольного взаимодействия [Текст] / Д. В. Овчинников, А. А. Бухараев // ЖТФ. – 2001. – Т. 71. – № 8. – С. 85–91.

31. Нургазизов, Н. И. Оптимизация параметров зонда магнитного силового микроскопа для проведения измерений с высоким разрешением [Текст] / Н. И. Нургазизов, П. А. Ждан, Д. В. Овчинников // Письма в ЖТФ. – 2008. – Т. 34. – № 11. – С. 74–80.

32. Improvement of MFM tips using Fe-alloy-capped carbon nanotubes [Text] / N. Yoshida, T. Arie, S. Akita [et al.] // Physica B: Physics of Condensed Matter. – 2002. – Vol. 323. – № 1-4. – P. 149–150.

33. Properties and applications of cobalt-based material produced by electron-beam-induced deposition [Text] / Y. M. Lau, P. C. Chee, J. T. L. Thong [et al.] // Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surface, and Films. – 2002. – Vol. 20. – № 4. – P. 1295-1302.

34. Nanometer-scale scanning sensors fabricated using stencil lithography [Text] / A. R. Champagne, A. J. Couture, F. Kuemmeth [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 2003. – Vol. 82. – №. 7. – P. 1111-1113.

35. All-optical helicity dependent magnetic switching in an artificial zero moment magnet [Text] / C. Schubert, A. Hassdenteufel, P. Matthes [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 2014. – Vol. 104. – № 8. – P. 082406.

36. Ultrafast Path for Optical Magnetization Reversal via a Strongly Nonequilibrium State [Text] / K. Vahaplar, A. M. Kalashnikova, A. V. Kimel [et al.] // Phys. Rev. Lett. – 2009. – Vol. 103. – № 11. – P. 117201.

37. Huang, H. B. Micromagnetic Simulation of Strain-Assisted Current-Induced Magnetization Switching [Text] / H. B. Huang, C. P. Zhao, X. Q. Ma // Adv. Cond. Matter. Phys. – 2016. – Vol. 9. – № 22. – P. 1-6.
38. Strain-induced reversible modulation of the magnetic anisotropy in perpendicularly magnetized metals deposited on a flexible substrate [Text] / S. Ota, Y. Hibino, D. Bang [et al.] // Appl. Phys. Express. – 2016. – Vol. 9. – № 4. – P. 043004.
39. Acharjee, S. Current induced magnetization dynamics and magnetization switching in superconducting ferromagnetic hybrid (F|S|F) structures [Text] / S. Acharjee, U. D. Goswami // J. Appl. Phys. – 2016. – Vol. 120. – № 24. – P. 243902.
40. Hals, K. M. D. Supercurrent-induced spin-orbit torques [Text] / K. M. D. Hals // Phys. Rev. B. – 2016. – Vol. 93. – № 11. – P. 115431.
41. Effect of Joule heating in current-driven domain wall motion [Text] / A. Yamaguchi, S. Nasu, H. Tanigawa [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 2005. – Vol. 86. – № 1. – P. 012511.
42. Current-induced domain wall motion in a nanowire with perpendicular magnetic anisotropy [Text] / S.-W. Jung, W. Kim, T.-D. Lee [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 2008. – Vol. 92. – № 20. – P. 202508.
43. Nonlinear domain-wall-velocity enhancement by spin-polarized electric current [Text] / G. S. D. Beach, C. Knutson, C. Nistor [et al.] // Phys. Rev. Lett. – 2006. – Vol. 97. – № 5. – P. 057203.
44. Current-Controlled Magnetic Domain-Wall Nanowire Shift Register [Text] / M. Hayashi, L. Thomas, R. Moriya [et al.] // Science. – 2008. – Vol. 320. – № 5873. – P. 209-211.
45. Nanoscale materials patterning and engineering by atomic force microscopy nanolithography [Text] / X. N. Xie, H. J. Chung, C. H. Sow [et al.] // Mater. Sci. Eng., R. – 2006. – Vol. 54. – № 1. – P. 1-48.

46. Temiryazev, A. Pulse force nanolithography on hard surfaces using atomic force microscopy with a sharp single-crystal diamond tip [Text] / A. Temiryazev // Diamond & Related Materials. – 2014. – Vol. 48. – P. 60-64.
47. Wiesauer, K. Fabrication of semiconductor nanostructures by nanoindentation of photoresist layers using atomic force microscopy [Text] / K. Wiesauer, G. Springholza // J. Appl. Phys. – 2000. – Vol. 88. – №. 12. – P. 7289.
48. Наночастицы и нанопроволоки никеля, полученные с помощью сканирующей зондовой литографии методом точечного индентирования [Текст] / Д. А. Бизяев, А. А. Бухараев, Д. В. Лебедев [и др.] // Письма в ЖТФ. – 2012. – Т. 38. – № 14. – С. 8.
49. Chen, Y.-J. Fabrication of metal nanowires by atomic force microscopy nanoscratching and lift-off process [Text] / Y.-J. Chen, J.-H. Hsu, H.-N. Lin // Nanotechnology. – 2005. – Vol. 16. – № 8. – P. 1112-1115.
50. Porter, L. A. Jr., Metallic Nanostructures via Static Plowing Lithography [Text] / L. A. Porter, Jr., A. E. Ribbe, J. M. Buriak // Nano Lett. – 2003. – Vol. 3. – № 8. – P. 1043-1047.
51. Fabrication of silicon and metal nanowires and dots using mechanical atomic force lithography [Text] / S. Hu, A. Hamidi, S. Altmeyer [et al.] // J. Vac. Sci. Technol., B. – 1998. – Vol. 16. – № 5. – P. 2822-2824.
52. Bouchiat, V. Lift-off lithography using an atomic force microscope [Text] / V. Bouchiat, D. Esteve // Appl. Phys. Lett. – 1996. – Vol. 69. – № 20. – P. 3098-3100.
53. Fabrication of quantum point contacts by engraving GaAs/AlGaAs-heterostructures with a diamond tip [Text] / J. Regul, U. F. Keyser, M. Paesler [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 2002. – Vol. 81. – № 11. – P. 2023-2025.
54. Klehn, B. Nanolithography with an atomic force microscope by means of vector-scan controlled dynamic plowing [Text] / B. Klehn, U. Kunze // J. Appl. Phys. – 1999. – Vol. 85. – № 7. – P. 3897.

55. Dynamic plowing nanolithography on polymethylmethacrylate using an atomic force microscope [Text] / M. Heyde, K. Rademann, B. Cappella [et al.] // Rev. Sci. Instrum. – 2001. – Vol. 72. – №. 1. – P. 136-141.

56. Динамическая силовая литография на тонких металлических пленках в сканирующем зондовом микроскопе с пьезорезонансным датчиком локального взаимодействия [Текст] / А. О. Голубок, А. Л. Пинаев, Д. С. Чивилихин [и др.] // Научное приборостроение. – 2011. – Т. 21. – № 1. – С. 31-43.

57. Mechanism of nanoparticle manipulation by scanning tunnelling microscopy [Text] / J. Grobelny, D-H. Tsai, D-I. Kim [et al.] // Nanotechnology. – 2006. – Vol. 17. – № 21. – P. 5519-5524.

58. McCord, M. A. Direct deposition of magnetic dots using a scanning tunneling microscope [Text] / M. A. McCord, D. D. Awschalom // Appl. Phys. Lett. – 1990. – Vol. 57. – № 20. – P. 2153.

59. Takemura, Y. Modification of electrical properties and domain structures in magnetic nanostructures by AFM nanolithography [Text] / Y. Takemura, J. Shirakashi // Adv. Eng. Mater. – 2005. – Vol. 7. – № 7. – P. 170-173.

60. García, R. Local oxidation of silicon surfaces by dynamic force microscopy: Nanofabrication and water bridge formation [Text] / R. García, M. Calleja, F. Pérez-Murano // Appl. Phys. Lett. – 1998. – Vol. 72. – № 18. – P. 2295-2297.

61. Fang, T. Mechanisms of nanooxidation of Si(100) from atomic force microscopy [Text] / T. Fang // Microelectron. J. – 2004. – Vol. 35. – P. 701-707.

62. Создание доменов и доменных структур на неполярной поверхности кристаллов $Sr_xBa_{1-x}Nb_2O_6$ методом атомно-силовой микроскопии [Текст] / Т. Р. Волк, Р. В. Гайнутдинов, Я. В. Бондарчук [и др.] // Письма в ЖЭТФ. – 2013. – Т. 97. – № 8. – С. 554-560.

63. Influence of Adsorbed Surface Layer on Domain Growth in the Field Produced by Conductive Tip of Scanning Probe Microscope in Lithium

Niobat [Text] / V. Ya. Shur, A. V. Ievlev, E. V. Nikolaeva [et al.] // J. Appl. Phys. – 2011. – Vol. 110. – № 5. – P. 052017.

64. Процесс релаксации регулярных микродоменных структур, записанных в сегнетоэлектрических кристаллах ниобата бария-стронция в поле атомного силового микроскопа [Текст] / Т. Р. Волк, Р. В. Гайнутдинов, О. А. Лысова [и др.] // Письма в ЖЭТФ. – 2009. – Т. 90. – № 4. – С. 330-336.
65. Nassau, K. The domain structure and etching of ferroelectric lithium niobate [Text] / K. Nassau, H. J. Levinstein, G. M. Loiacono // Appl. Phys. Lett. – 1965. – Vol. 6. – № 11. – P. 228.
66. McCord, M. A. Lift-off metallization using poly(methyl methacrylate) exposed with a scanning tunneling microscope [Text] / M. A. McCord, R. F. W. Pease // J. Vac. Sci. Technol., B. – 1988. – Vol. 6. – № 1. – P. 293.
67. Mayer, T. M. Field emission characteristics of the scanning tunneling microscope for nanolithography [Text] / T. M. Mayer, D. P. Adams, B. M. Marder // J. Vac. Sci. Technol., B. – 1996. – Vol. 14. – № 4. – P. 2438.
68. Electron beam and scanning probe lithography: A comparison [Text] / K. Wilder, C. F. Quate, B. Singh [et al.] // J. Vac. Sci. Technol., B. – 1998. – Vol. 16. – № 5. – P. 3864.
69. Нанолокальная зарядовая запись в тонких слоях SiO_2 с встроенными Si нанокристаллами под зондом атомно-силового микроскопа [Текст] / М. С. Дунаевский, А. Н. Титков, С. Ю. Ларкин [и др.] // Письма в ЖТФ. – 2007. – Т. 33. – № 20. – С. 80-87.
70. Создание устойчивых зарядовых областей в массиве Ge-нанокристаллов внутри SiO_2 с помощью электростатической силовой микроскопии [Текст] / М. С. Дунаевский, П. А. Алексеев, П. А. Дементьев [и др.] // ЖТФ. – 2015. – Т. 85. – № 5. – С. 50-56.
71. Rapid turnaround scanning probe nanolithography [Text] / P. C. Paul, A. W. Knoll, F. Holzner [et al.] // Nanotechnology. – 2011. – Vol. 22. – № 27. – P. 275306.

72. Milner, A. A. Floating Tip Nanolithography [Text] / A. A. Milner, K. Zhang, Y. Prior // Nano Lett. – 2008. – Vol. 8. – № 7. – P. 2017-2022.

73. Material transport in dip-pen nanolithography [Text] / K. Brown, D. Eichelsdoerfer, X. Liao [et al.] // Front. Phys. – 2013. – Vol. 9. – P. 385-397.

74. Effect of dissolution kinetics on feature size in dip-pen nanolithography [Text] / B. L. Weeks, A. Noy, A. E. Miller [et al.] // Phys. Rev. Lett. – 2002. – Vol. 88. – № 25. – P. 255505.

75. Temperature-dependence of ink transport during thermal dip-pen nanolithography [Text] / S. Chung, J. R. Felts, D. Wang [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 2011. – Vol. 99. – № 19. – P. 129-132.

76. Temperature controlled dip-pen nanolithography [Text] / R. G. Sanedrin, N. A. Amro, J. Rendlen [et al.] // Nanotechnology. – 2010. – Vol. 21. – № 11. – P. 115302.

77. Nanoscale deposition of solid inks via thermal dip pen nanolithography [Text] / P. E. Sheehan, L. J. Whitman, W. P. King [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 2004. – Vol. 85. – № 9. – P. 1589-1591.

78. Polymer nanocomposite patterning by dip-pen nanolithography [Text] / A. C. Kandemir, D. Erdem, H. Ma [et al.] // Nanotechnology. – 2016. – Vol. 27. – № 13. – P. 135303.

79. Rice, P. Observation of the effects of tip magnetization states on magnetic force microscopy images [Text] / P. Rice, S. E. Russek // J. Appl. Phys. – 1999. – Vol. 85. – № 8. – P. 5163-5165.

80. Magnetic force microscopy study of electron-beam-patterned soft permalloy particles: technique and magnetization behavior [Text] / X. Zhu, P. Grütter, V. Metlushko [et al.] // Phys. Rev. B. – 2002. – Vol. 66. – № 2. – P. 024423.

81. Magnetic force microscopy study of the switching field distribution of low density arrays of single domain magnetic nanowires [Text] / M. R.

Tabasum, F. Zighem, J. De La Torre Medina [et al.] // J. Appl. Phys. – 2013. – Vol. 113. – № 18. – P. 183908.

82. In situ MFM investigation of magnetization reversal in Co patterned microstructures [Text] / D.V. Ovchinnikov, A.A. Bukharaev, P.A. Borodin [et al.] // Phys. Low-Dim. Struct. – 2001. – Vol. 3/4. – P. 103-108.
83. Probe calibration in magnetic force microscopy [Text] / T. Göddenhenrich, H. Lemke, M. Mück [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 1990. – Vol. 57. – № 24. – P. 2612.
84. Resonant torque magnetometry: a new in-situ technique for determining the magnetic properties of thin film MFM tips [Text] /G. P. Heydon, A. N. Farley, S. R. Hoon [et al.] // IEEE Trans. Magn. – 1997. – Vol. 33. – № 5. – P. 4059-4061.
85. Probe calibration in magnetic force microscopy [Text] / T. Göddenhenrich, H. Lemke, M. Mück [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 1990. – Vol. 57. – № 24 – P. 2612-2614.
86. Gomez, R. D. Magnetic imaging in the presence of external fields: Technique and applications [Text] / R. D. Gomez, E. R. Burke, I. D. Mayergoyz // J. Appl. Phys. – 1996. – Vol. 79. – № 8. – P. 6441-6446.
87. Field-dependence of microscopic probes in magnetic force microscopy [Text] / K. L. Babcock, V. B. Elings, J. Shi [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 1996. – Vol. 69. – № 5. – P. 705-707.
88. Magnetization reversal and coercivity of magnetic-force microscopy tips [Text] / A. Carl, J. Lohau, S. Kirsch [et al.] // J. Appl. Phys. – 2001. – Vol. 89. – № 11. – P. 6098-6104.
89. Kong, L. Study of magnetic properties of magnetic force microscopy probes using micronscale current rings [Text] / L. Kong, S. Y. Chou / J. Appl. Phys. – 1997. – Vol. 81. – № 8. – P. 5026.
90. Kebe, Th. Calibration of magnetic force microscopy tips by using nanoscale current-carrying parallel wires [Text] / Th. Kebe, A. Carl // J. Appl. Phys. – 2004. – Vol. 95. – № 3. – P.775-792.

91. Goryachev, A.V. Калибровочные параметры зондирующей иглы магнитного силового микроскопа в поле тестирующей токовой петли [Текст] / A.V. Goryachev, A. F. Popkov / ЖТФ. – 2006. – Vol. 76. – №. 9. – С. 115–120.

92. Quantitative determination of effective dipole and monopole moments of magnetic force microscopy tips [Text] / J. Lohau, S. Kirsch, A. Carl [et al.] // J. Appl. Phys. – 1999. – Vol. 86. – № 6. – P. 3410-3417.

93. Magnetization reversal and coercivity of a single-domain Co/Pt dot measured with a calibrated magnetic force microscope tip [Text] / J. Lohau, A. Carl, S. Kirsch [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 2001. – Vol. 78. – № 14. – P. 2020-2022.

94. Field-dependent behavior of a magnetic force microscopy tip probed by means of high coercive nanomagnets [Text] / M. V. Rastei, M. Abes, J. P. Bucher [et al.] // J. Appl. Phys. – 2006. – Vol. 99. – № 8. – P. 084316.

95. Characterization of magnetic force microscopy probe tip remagnetization for measurements in external in-plane magnetic fields [Text] / T. Weis, I. Krug, D. Engel [et al.] // J. Appl. Phys. – 2008. – Vol. 104. – № 12. – P. 123503.

96. Saito, H. In situ magnetic hysteresis measurement of magnetic tips in magnetic force microscope [Text] / H. Saito, K. Miyazaki, S. Ishio // J. Magn. Magn. Mater. – 2002. – Vol. 240. – № 1-3. – P. 73-75.

97. Fabrication and use of a nanoscale Hallprobe for measurements of the magnetic field induced by MFM tips [Text] / V. N. Matveev, V. I. Levashov, V. T. Volkov [et al.] // Nanotechnology. – 2008. – Vol. 19. – № 47. – P. 475502-475505.

98. Melo, L.V. Magnetic dynamic behavior of nanomagnets studied by Magnetic Force Microscopy with external field [Text] / L.V. Melo, P. Brogueira // Mater. Sci. Eng., C. – 2003. – Vol. 23. – № 6-8 – P. 935-938.

99. Tomlinson, S. L. Micromagnetic model for magnetic force microscopy tips [Text] / S. L. Tomlinson, A. N. Farl // J. Appl. Phys. – 1997. – Vol. 81. – № 8. – P. 5029-5031.

100. Magnetic force microscopy image restoration technique for removing tip dependence [Text] / J.-G. Zhu, X. Lin, R. C. Shi [et al.] // J. Appl. Phys. – 1998. – Vol. 83. – № 11. – P. 6223-6225.

101. Magnetic Antivortex-Core Reversal by Circular-Rotational Spin Currents [Text] / T. Kamionka, M. Martens, K. W. Chou [et al.] // Phys. Rev. Lett. – 2010. – Vol. 105, –№ 13. – P. 137204.

102. Real-space observation of current-driven domain wall motion in submicron magnetic wires [Text] / A. Yamaguchi, T. Ono, S. Nasu [et al.] // Phys. Rev. Lett. – 2004. – Vol. 92. – № 7. – P. 077205.

103. Direct observation of domain-wall configurations transformed by spin currents [Text] / M. Kläui, P.-O. Jubert, R. Allenspach [et al.] // Phys. Rev. Lett. – 2005. – Vol. 95. – № 2. – P. 026601.

104. Direct Imaging of Stochastic Domain-Wall Motion Driven by Nanosecond Current Pulses [Text] / G. Meier, M. Bolte, R. Eiselt [et al.] // Phys. Rev. Lett. – 2007. – Vol. 98. – № 18. – P. 187202.

105. Experimental determination of spin-transfer torque nonadiabaticity parameter and spin polarization in permalloy [Text] / S. Lepadatu, M. C. Hickey, A. Potenza [et al.] // Phys. Rev. B. – 2009. – Vol. 79. – № 9. – P. 094402.

106. Parkin, S. Magnetic domain-wall racetrack memory [Text] / S. Parkin, M. Hayashi, L. Thomas // Science. – 2008. – Vol. 320. – № 5873. – P. 190-194.

107. Current-Driven Magnetic Excitations in Permalloy-Based Multilayer Nanopillars [Text] / S. Urazhdin, N. O. Birge, W. P. Pratt [et al.] // Phys. Rev. Lett. – 2003. – Vol. 91. – № 14. – P. 146803.

108. Temperature Dependence of the Spin Torque Effect in Current-Induced Domain Wall Motion [Text] / M. Laufenberg, W. Bührer, D. Bedau [et al.] // Phys. Rev. Lett. – 2006. – Vol. 97. – № 4. – P. 046602.
109. Spin torque and heating effects in current-induced domain wall motion probed by transmission electron microscopy [Text] / F. Junginger, M. Kläui, D. Backes [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 2007. – Vol. 90. – № 13. – P. 132506.
110. Kamalakar, M. V. Resistance anomaly near phase transition in confined ferromagnetic nanowires [Text] / M. V. Kamalakar, A. K. Raychaudhuri // Phys. Rev. B. – 2010. – Vol. 82. – № 19. – P. 195425.
111. Sun, L. Finite-size effects in nickel nanowire arrays [Text] / L. Sun, P.C. Searson, C. L. Chien // Phys. Rev. B. – 2000. – Vol. 61. – № 10. – P. R6463(R).
112. Finite size scaling behavior of ferromagnetic thin films [Text] / F. Huang, G. J. Mankey, M. T. Kief [et al.] // J. Appl. Phys. – 1993. – Vol. 73. – № 10. – P. 6760-6762.
113. Zhangand, R. Thickness-Dependent Curie Temperatures of Ultrathin Magnetic Films: Effect of the Range of Spin-Spin Interactions [Text] / R. Zhangand, R. F. Willis // Phys. Rev. Lett. – 2001. – Vol. 86. – № 12. – P. 2665.
114. Arrott, A. Criterion for ferromagnetism from observations of magnetic isotherms [Text] / A. Arrott // Phys. Rev. – 1957. – Vol. 108. – № 6. – P. 1394-1396.
115. Arrott, A. Approximate equation of state for nickel near its critical temperature [Text] / A. Arrott, J. E. Noakes // Phys. Rev. Lett. – 1967. – Vol. 19. – № 14. – P. 786-789.
116. Белов, К. П. Магнитные превращения [Текст] / К. П. Белов. – М. : Физматгиз, 1959. – С. 259.
117. Franco, V. Scaling laws for the magnetocaloric effect in second order phase transitions: From physics to applications for the characterization of

materials [Text] / V. Franco, A. Conde // Int. J. Refrig. – 2010. – Vol. 33. – № 3. – P. 465-473.

118. The magnetocaloric effect in materials with a second order phase transition: Are T_C and T_{peak} necessarily coincident? [Text] / V. Franco, A. Conde, M. D. Kuz'min [et al.] // J. Appl. Phys. – 2009. – Vol. 105. – № 7. – P. 07A917.
119. A New Method for Determining the Curie Temperature From Magnetocaloric Measurements [Text] / L. M. Moreno-Ramírez, J. S. Blázquez, V. Franco [et al.] // IEEE Magn. Lett. – 2016. – Vol. 7. – P. 1-4.
120. Determining Curie temperatures in dilute ferromagnetic semiconductors: High Curie temperature (Ga,Mn)As [Text] / M. Wang, R. A. Marshall, K. W. Edmonds [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 2014. – Vol. 104. – № 13 – P. 132406.
121. Determining Curie temperature of (Ga,Mn)As samples based on electrical transport measurements: low Curie temperature case [Text] / A. Kwiatkowski, M. Gryglas-Borysiewicz, P. Juszyński [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 2016. – Vol. 108. – № 24. – P. 242103.
122. Shacklette, L. W. Specific heat and resistivity of iron near its Curie point [Text] / L. W. Shacklette // Phys. Rev. B. – 1974. – Vol. 9. – № 9. – P. 3789.
123. Transport Properties at Critical Points: The Resistivity of Nickel [Text] / P. P. Craig, W. I. Goldburg, T. A. Kitchens [et al.] // Phys. Rev. Lett. – 1967. – Vol. 19. – № 23. – P. 1334.
124. Curie Point Singularity in the Temperature Derivative of Resistivity in (Ga,Mn)As [Text] / V. Novák, K. Olejník, J. Wunderlich [et al.] // Phys. Rev. Lett. – 2008. – Vol. 101. – № 7. – P. 077201.
125. Fisher, M. E. Resistive Anomalies at Magnetic Critical Points [Text] / M. E. Fisher, J. S. Langer // Phys. Rev. Lett. – 1968. – Vol. 20. – № 13. – P. 665.

126. Fangohr, H. Joule heating in nanowires [Text] / H. Fangohr, D. S. Chernyshenko, M. Franchin // Phys. Rev. B. – 2011. – Vol. 84. – № 5. – P. 054437.

127. Temperature estimation in a ferromagnetic Fe–Ni nanowire involving a current-driven domain wall motion [Text] / A. Yamaguchi, A. Hirohata, T. Ono [et al.] // J. Phys.: Condens. Matter. – 2012. – Vol. 24. – № 2. – P. 024201.

128. Magnetic domain-wall depinning with reduced current density by short pulse rise time [Text] / H. H. Langner, L. Bocklage, B. Krüger [et al.] // Appl. Phys. Lett. – 2010. – Vol. 97. – № 24. – P. 242503.

129. You, C.-Y. Temperature increment in a current-heated nanowire for current-induced domain wall motion with finite thickness insulator layer [Text] / C.-Y. You, S.-S. Ha // Appl. Phys. Lett. – 2007. – Vol. 91. – № 2. – P. 022507.

130. Current-induced three-dimensional domain wall propagation in cylindrical NiFe nanowires [Text] / D. W. Wong, I. Purnama, G. J. Lim [et al.] // J. Appl. Phys. – 2016. – Vol. 119. – № 15. – P. 153902.

131. Current-induced domain wall motion in magnetic nanowires with various widths down to less than 20nm [Text] / S. Fukami, T. Iwabuchi, H. Sato [et al.] // Jpn. J. Appl. Phys. – 2016. – Vol. 55. – № 4. – P. 04EN01.

132. Moretti, S. Influence of Joule heating on current-induced domain wall depinning [Text] / S. Moretti, V. Raposo, E. Martinez // J.Appl.Phys. – 2016. – Vol. 119. – № 21. – P. 213902.

133. Slonczewski, J. C. Current-driven excitation of magnetic multilayers [Text] / J. C. Slonczewski // J. Magn. Magn. Mater. – 1996. – Vol. 159, –№ 1-2. – P. L1-L7.

134. Berger, L. Exchange interaction between ferromagnetic domain wall and electric current in very thin metallic films [Text] / L. Berger // J. Appl. Phys. – 1984. – Vol. 55. – № 6. – P. 1954-1957.

135. Micromagnetic analysis of current driven domain wall motion in nanostrips with perpendicular magnetic anisotropy [Text] / S. Fukami, T. Suzuki, N. Ohshima [et al.] // Appl. Phys. – 2008. – Vol. 103. – № 7. – P. 07E718.
136. Depinning assisted by domain wall deformation in cylindrical NiFe nanowires [Text] / M. C. Sekhar, S. Goolaup, I. Purnama [et al.] // J. Appl. Phys. – 2014. – Vol. 115. – № 8. – P. 083913.
137. Wieser, R. Domain wall mobility in nanowires: Transverse versus vortex walls [Text] / R. Wieser, U. Nowak, K. D. Usadel // Phys. Rev. B. – 2004. – Vol. 69. – № 6. – P. 064401.
138. Миронов, В. Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии [Текст] / В. Л. Миронов. – Нижний Новгород : ИФМ РАН, 2004. – С. 114.
139. Nonnenmacher, M. Kelvin probe force microscopy [Text] / M. Nonnenmacher, M. P. O'Boyle, H. K. Wickramasinghe // Appl. Phys. Lett. – 1991. – Vol. 58. – № 25. – P. 2921.
140. Исследование процессов перемагничивания частиц пермаллоя при высоких температурах методами магнитно-силовой микроскопии [Текст] / Н. И. Нургазизов, Т. Ф. Ханипов, Д. А. Бизяев [и др.] // ФТТ. – 2014. – Т. 56. – № 9. – С. 1756-1762.
141. Получение магнитных микро- и наноструктур методом сканирующей зондовой литографии [Текст] / А. А. Бухараев, Д. А. Бизяев, Н. И. Нургазизов [и др.] // Микроэлектроника. – 2012. – Т. 41. – № 2. – С. 90-97.
142. Михайлов, М. А. Обзор методов измерения малых перемещений в приложении системы автоматического регулирования сканеров СЗМ [Текст] / М. А. Михайлов, В. В. Манойлов // Научное приборостроение. – 2013. – Т. 23. – № 2. – С. 27.
143. Dagotto, E. Colossal magnetoresistant materials: the key role of phase separation [Text] / E. Dagotto, T. Hotta, A. Moreo // Phys. Rep. – 2001. – Vol. 344. – № 1. – P. 1-153.

144. Kugel, K. I. Phase Separation in Jahn-Teller Systems with Localized and Itinerant Electrons [Text] / K. I. Kugel, A. L. Rakhmanov, A. O. Sboychakov // Phys. Rev. Lett. – 2005. – Vol. 95. – № 26. – P. 267210.

145. Mamin, R. F. Giant dielectric susceptibility and magneto-capacitance effects in low doped manganites [Text] / R. F. Mamin, V. V. Kabanov // New J. Phys. – 2014. – Vol. 16. – P. 073011.

146. Decker, D. L. High-precision measurement of electrical resistivity of nickel near the ferromagnetic phase transition at high pressure [Text] / D. L. Decker, W. Chen // Phys. Rev. B. – 1992. – Vol. 46. – № 13. – P. 8237.

147. Ralph, D. C. Spin Transfer Torques [Text] / D. C. Ralph, M. D. Stiles // J. Magn. Magn. Mater. – 2008. – Vol. 320. – № 7. – P. 1190-1216.

148. Бозорт, Р. Ферромагнетизм [Текст] / Р. Бозорт. – М. : ИИЛ, 1956. – С. 784.

149. Donahue, M. J. The Object Oriented MicroMagnetic Framework (OOMMF) [Электронный ресурс] / M. J. Donahue, D. G. Porter // ITL/NIST. – 2006. – Режим доступа: http://math.nist.gov/oommf/. Проверено 15.03.2017.