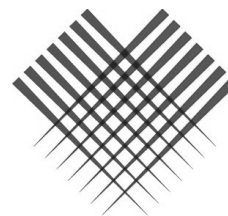


Instytut Fizyki Molekularnej  
Polskiej Akademii Nauk



NANOBIOMEDICAL  
CENTRE  
ADAM MICKIEWICZ UNIVERSITY IN POZNAN

Centrum NanoBioMedyczne  
Uniwersytet im. Adama Mickiewicza  
w Poznaniu

ROZPRAWA DOKTORSKA

*Wpływ utleniania plazmowego na  
właściwości magnetyczne warstw Co/Ni*

mgr inż. Błażej Anastaziak

Promotor: dr hab. inż. Piotr Kuświk, prof. IFM PAN

Promotor pomocniczy: dr Weronika Andrzejewska

Poznań, 2023

## Streszczenie

*W pracy przedstawione zostały badania dotyczące wytwarzania dwuwarstw Co/Ni i modyfikacji ich właściwości magnetycznych za pomocą utleniania plazmowego. Badano trzy typy układów warstwowych: 1) bufor/Co/Ni (jednorodne oraz z klinową warstwą Ni) z i bez ochronnej warstwy Au, co pozwoliło określić wpływ naturalnego i plazmowego utleniania na właściwości magnetyczne dwuwarstw Co/Ni; 2) bufor/Co/Au/Co/Ni, co umożliwiło określenie korelacji pomiędzy redukcją grubości i zmianami anizotropii wywołanymi procesem utleniania plazmowego; oraz 3) bufor/Co/Ni po procesie utleniania plazmowego, pokryty dodatkową warstwą NiO, co pozwoliło jednoznacznie wykazać obecność oddziaływania exchange bias pomiędzy Co i utlenionym Ni.*

*Dla układów w stanie po naniesieniu, a także po każdym kroku utleniania plazmowego rejestrowano proces przemagnesowania w temperaturze pokojowej, za pomocą magnetometru wykorzystującego magnetoptyczny efekt Kerra w konfiguracji polarnej. Wykazano, że dla odpowiednio dobranych grubości Co i Ni, utlenianie warstwy Ni prowadzi do przejścia od anizotropii typu łatwa płaszczyzna do anizotropii prostopadłej. Pomiar procesu przemagnesowania w niskich temperaturach (od temperatur azotowych), przeprowadzone po procesie utleniania plazmowego, pozwoliły wykazać obecność oddziaływania exchange bias, wskazującego na tworzenie się antyferromagnetycznego tlenku Ni, którego obecność wzmacnia prostopadłą anizotropię magnetyczną. Obecność warstwy NiO potwierdzono w badaniach realizowanych z wykorzystaniem spektroskopii fotoelektronów emitowanych pod wpływem promieniowania rentgenowskiego. Wykazały one, że podczas utleniania plazmowego, zachodzi zmniejszanie grubości metalicznego Ni i tworzenie się stechiometrycznej warstwy NiO. Zmiany anizotropii i jej źródła badane były w układach wielowarstwowych typu Co/Au/Co/Ni z zastosowaniem pomiarów magnetooporowych. Pozwoliły one wyznaczyć zmiany podstawowych parametrów charakteryzujących właściwości magnetyczne warstwy Co i dwuwarstwy Co/Ni, w szczególności zmiany anizotropii magnetycznej, po utlenianiu plazmowym. Na tej podstawie wykazano, że redukcja grubości Ni nie jest jedynym źródłem zmian anizotropii. Pokazano, że wkład do prostopadłej anizotropii magnetycznej rośnie w zakresie czasów utleniania plazmowego, dla których grubość Ni nie podlega dalszej redukcji. Ten efekt skorelowano z tworzeniem się warstwy NiO. Ponadto stosując mikroskop sił atomowych wykazano, że utlenianie plazmowe nie wpływa znacząco na chropowatość powierzchni i wielkość ziaren.*

*Przeprowadzono również obserwacje zmian struktury domenowej pod wpływem pola magnetycznego. Pozwoliły one na określenie chiralności ścian domenowych w funkcji temperatury. Zaobserwowano silną asymetrię gęstości centrów nukleacji w zależności od kierunku pola magnetycznego, co powiązano z obecnością oddziaływania exchange bias. Pokazano, że w badanych warstwach występuje oddziaływanie Dzyaloshinskiego-Moriya faworyzujące prawoskrętną chiralność, która nie zmienia się w funkcji temperatury.*

*Bazując na uzyskanych wynikach zaproponowano metodę lokalnej modyfikacji właściwości magnetycznych, w szczególności anizotropii magnetycznej. Taka modyfikacja została przeprowadzona z wykorzystaniem polimerowych rezystów pozytywnych. Wykorzystując litografię optyczną wytworzono maski, których grubość została dobrana tak, aby zapewnić ochronę obszarów (matrycy) pokrytych rezystem przed działaniem plazmy. Zaproponowana metoda strukturyzacji umożliwia w zależności od grubości warstwy Ni uzyskanie różnych czterech stanów magnetycznych matrycy i obszarów modyfikowanych.*

**Słowa kluczowe:** *cienkie warstwy Co/Ni, utlenianie plazmowe, tlenki antyferromagnetyczne, exchange bias, prostopadła anizotropia magnetyczna, strukturyzacja magnetyczna*

## Abstract

**Title:** *The influence of plasma oxidation on magnetic properties of Co/Ni thin films.*

*In this thesis the fabrication of Co/Ni systems and their magnetic modification by plasma oxidation were studied. Three types of layered system were investigated: 1) buffer/Co/Ni layered systems (homogeneous and with a wedge-shaped Ni layer) with and without a protective Au layer, which allowed determining the effect of natural and plasma oxidation on the magnetic properties of Co/Ni bilayers; 2) the buffer/Co/Au/Co/Ni system, to correlate thickness reduction and plasma oxidation-induced anisotropy changes; and 3) the buffer/Co/Ni system after plasma oxidation, covered with an additional NiO layer, so that the presence of exchange bias interaction between Co and oxidized Ni could be clearly demonstrated.*

*For the systems in the as-deposited state, as well as after each step of the plasma oxidation process, the magnetization process was registered at room temperature with polar magneto-optical Kerr effect magnetometer. It was shown that for properly adjusted thicknesses of Co and Ni, oxidation of the Ni layer leads to a transition from easy-plane anisotropy to perpendicular magnetic anisotropy. After plasma oxidation, magnetization process measurements at low-temperature (from nitrogen temperatures up to room temperature) revealed the presence of exchange bias coupling, indicating the formation of antiferromagnetic NiO, which increases perpendicular magnetic anisotropy. The presence of a NiO layer was confirmed by X-ray photoelectron spectroscopy. This has shown that during plasma oxidation, there is a process of reducing the thickness of metallic Ni and forming a stoichiometric NiO layer. Changes in anisotropy and its sources were studied in Co/Au/Co/Ni multilayer systems using magnetoresistance measurements. Based on these results, it was possible to determine changes in the basic parameters characterizing the magnetic properties of the Co layer and the Co/Ni bilayer after plasma oxidation, in particular changes of magnetic anisotropy. These data reveal that Ni thickness reduction would not be the only source of anisotropy changes. It was shown that the contribution to*

*perpendicular magnetic anisotropy increases in the range of plasma oxidation times for which Ni thickness is not further reduced. This change was correlated with the formation of the NiO layer. Moreover, using an atomic force microscope, it was shown that plasma oxidation does not significantly affect surface roughness and grain size.*

*Also, magnetic domain structure at different magnetic field as a function of temperature were carried out. They allows to determine the chirality of the domain walls. A strong asymmetry in the density of nucleation centers depending on the direction of the magnetic field was observed, which was associated with the presence of exchange bias coupling. It was also shown that there is a Dzyaloshinski-Moriya interaction favoring right-handed chirality, which does not change as a function of temperature.*

*Based on this results, a method for local modification of magnetic properties, in particular magnetic anisotropy, was proposed. Using optical lithography the masks made from positive resist were produced. Their e thickness was adjusted to ensure that the areas (matrix) covered by the resist were protected from plasma. This techniques allowed fabrication of four different magnetic states of the matrix and modified areas.*

**Key words:** *Co/Ni thin films, plasma oxidation, antiferromagnetic oxides, exchange bias, perpendicular magnetic anisotropy, magnetic patterning*