

prof. IFM PAN dr hab. Tomasz Toliński  
Instytut Fizyki Molekularnej  
Polskiej Akademii Nauk  
w Poznaniu

**Recenzja rozprawy doktorskiej mgr Małgorzaty Błaszyk  
pt. „Właściwości elektryczne i magnetyczne układów wielowarstwowych  
Ni-Fe/Au/Co/Au otrzymywanych metodami rozpylania jonowego  
i naparowania termicznego”**

Odkrycie gigantycznego magnetooporu (GMR) w 1988 roku zapoczątkowało intensywne i niesłabnące do dziś badania materiałów warstwowych, mające na celu optymalizację GMR dla zastosowań w spintronice. Wzrost gęstości zapisu danych jest możliwy poprzez zastosowanie zapisu prostopadłego. Z kolei liniowe obszary przebiegów magnetooporu w funkcji pola magnetycznego są istotne w pracy sensorów pola magnetycznego. Mgr Małgorzata Błaszyk, której promotorem jest prof. IFM PAN dr hab. Tadeusz Luciński, w swojej rozprawie doktorskiej badała wpływ wybranych parametrów technologicznych na własności magnetyczne i elektryczne układu warstw wielokrotnych  $(\text{Py}/\text{Au}/\text{Co}/\text{Au})_N$ , które wykazują anizotropię prostopadłą dla warstw kobaltu, natomiast warstwa permaloju z anizotropią typu łatwa płaszczyzna służy do zamknięcia strumienia magnetycznego.

Rozprawa doktorska przedstawiona przez mgr Małgorzatę Błaszyk napisana została poprawnie językowo, z zastosowaniem właściwej, polskiej terminologii fizycznej, natomiast obfituje w błędy drukarskie (przestawienia liter, brak polskich znaków), których jest ponad 100 (np. w nazwie instytutu na stronie tytułowej). Szczególnym utrudnieniem dla czytelnika jest często powtarzający się w całej pracy brak w wydruku znaku mniejszości/większości w przedstawianych relacjach między różnymi parametrami. Wiele zastrzeżeń może budzić jakość niektórych rysunków. Dla części z nich (np. rysunki 3.5, 3.7-3.10, 3.12) szerokość

strony pozwoliłaby na ich znaczne powiększenie poprawiając czytelność. Z kolei dla wielu rysunków przedstawiających pętle namagnesowania autorka omawia niewidoczne w zastosowanej skali szczegóły dotyczące zakresu niskich pól, wskazane więc byłoby pokazanie dodatkowych rysunków lub wstawek z powiększeniem tych obszarów. Bardzo utrudniona jest ocena jakości dopasowań zależności oporu od grubości warstw przedstawionych na rysunkach 5.11-5.13 oraz 5.32-5.34, czego łatwo można było uniknąć stosując skalę logarytmiczną lub powiększenie wybranych obszarów oraz odpowiedni dobór symboli.

Rozprawa składa się z 6 rozdziałów, ogółem 160 stron tekstu, z czego wyniki własnych badań autorka zawarła na 71 stronach. Spis treści dla wyników własnych (rozdział 5) w sposób nieco mylący sugeruje, że badania warstw wytworzonych metodą rozpylania magnetronowego dotyczą tylko liczby powtórzeń  $N = 15$ , podczas gdy omawiany jest również przykład  $N = 6$ . We wstępie autorka podaje podstawowe cele pracy, które dotyczą porównania dwóch metod otrzymywania warstw (rozpylanie jonowe i naparowanie termiczne) pod kątem morfologii otrzymanych układów i jej wpływu na właściwości magnetyczne i elektryczne. Głównym, testowanym parametrem technologicznym była temperatura nanoszenia. Otrzymano również układy warstwowe dla różnej liczby powtórzeń sekwencji podstawowej  $N$ , jednakże dobór wartości  $N$  wydaje się nie do końca zaplanowany i bardziej klarowne porównanie własności warstw dla podobnych  $N$  jest przedstawione dopiero pod koniec pracy, w rozdziale 5.3.

Rozdział 2 zawiera zwięzły opis podstawowych zagadnień teoretycznych, dobrze powiązanych z przedstawianymi później badaniami własnymi. Autorka omawia anizotropię w warstwach, oddziaływania międzywarstwowe oraz efekty galwanomagnetyczne w sposób przejrzysty, dokonując właściwego doboru literatury źródłowej.

W rozdziale 3 mgr Małgorzata Błaszyk dokonuje przeglądu własności warstw wielokrotnych Py/Au/Co/Au w oparciu o dane literaturowe. Z wcześniejszych badań wiadomo, że dla układu Au/Co/Au namagnesowanie Co może przyjmować kierunek prostopadły do warstwy lub leżeć w jej płaszczyźnie, w zależności od grubości warstwy Co oraz innych czynników technologicznych i strukturalnych. Warstwy wielokrotne typu (Py/Au/Co/Au) $_N$ , otrzymane w technologii rozpylania jonowego, były już wcześniej intensywnie badane w grupie prof. Feliksa Stobieckiego w IFM PAN i autorka przytacza

wyniki tych badań. W szczególności, w poprzednich pracach określono zależność własności magnetycznych i transportowych (namagnesowanie, GMR) tych układów od grubości poszczególnych subwarstw, określono rodzaj i rolę struktury domenowej, korelację między pętlami  $M(H)$  i  $R(H)$  oraz wpływ na te własności liczby powtórzeń i wygrzewania. W rozdziale 3 objaśnienia niektórych rysunków są niepełne, np. Rys. 3.8 i 3.9 ilustrują pętle histerezy magnetycznej, autorka nie podaje jednak, że są one celowo przesunięte na osi odciętych a nie jest to wynik właściwości fizycznych. Dla wzoru (3.1) autorka nieprawidłowo definiuje  $R_1$  i  $R_2$  jako opory warstw magnetycznych, w rzeczywistości odpowiadają one oporom dwóch różnych konfiguracji namagnesowań. W rozdziale 3 pominięto całkowicie opis interesujących badań dotyczących strukturyzacji warstw  $(\text{Py}/\text{Au}/\text{Co}/\text{Au})_N$ . Mgr Małgorzata Błaszyk jest współautorką pracy [7], która dotyczy bombardowania jonowego takich układów i chociaż nie jest to przedmiot badań autorki, krótki opis tych wyników powinien znaleźć się w części literaturowej.

Rozdział 4 poświęcony jest opisowi technik doświadczalnych i aparatury i nie budzi większych zastrzeżeń. Jedyne, nasuwające się uwagi i pytania są następujące:

- Niektóre możliwości opisywanej aparatury nie zostały w pełni wykorzystane (np. badania XPS, oscylacje RHEED). Z opisu aparatury magnetronowej wynika możliwość utrzymywania temperatury podłoża w zakresie 100-1000K. Nasuwa się więc pytanie, dlaczego nie przetestowano temperatur otrzymywania poniżej temperatury pokojowej?
- Nie zostało wyjaśnione czy w pomiarach oporu *in-situ* można zaniedbać wpływ prądu pomiarowego na wzrost warstw; jaka jest i jak zmienia się wraz z grubością gęstość tego prądu?
- Jeśli opis w punkcie 4.4.3 dotyczy aparatury PPMS dostępnej w IFM PAN to maksymalne pole magnetyczne wynosi 9T, podczas gdy autorka podaje 14T.
- W rozprawie pojawiają się liczne obrazy AFM/STM próbek, brakuje jednak jakiegokolwiek obrazu powierzchni samego podłoża.

Wyniki badań przeprowadzonych przez mgr Małgorzatę Błaszyk zebrane są w rozdziale 5 i 6. Przedstawiona w punkcie 5.1 lista wykonanych serii próbek jest bardzo pomocna, przy czym brakuje krótkiego uzasadnienia doboru liczby powtórzeń, zwłaszcza dla  $N = 6$ . W rozdziale 5.1 omówione zostały badania warstw otrzymanych metodą rozpylania

magnetronowego. Interesującym wynikiem jest skorelowanie zależności  $GMR(H_{\perp})$  z obrazami MFM dla różnych temperatur otrzymywania. Potwierdza to trafność wcześniejszych interpretacji GMR w oparciu o pojawianie się pasiastej struktury domenowej. Szczegółem technicznym jest brak pełnego opisu Rys. 5.2 w punkcie 5.1.1 - informacja o tym, że pomiar wykonano w temperaturze pokojowej pojawia się dopiero w punkcie 5.1.3. Porównanie pomiarów GMR, namagnesowania, pętli Halla oraz obrazów MFM i STM pozwoliło autorce na wysnucie wniosków na temat modu wzrostu warstw, zmian w anizotropii prostopadłej subwarstw Co, czy udziale wkładu superparamagnetycznego dla różnych temperatur otrzymywania. Opisywane przez autorkę zmiany pola nasycenia dla pola w płaszczyźnie warstwy (Rys. 5.5) nie są widoczne na rysunku, nie jest więc jasne w jaki sposób pole nasycenia zostało wyznaczone.

Bardzo interesującym uzupełnieniem badań magnetycznych oraz strukturalnych (STM, AFM, SAXRD) jest pomiar *in-situ* oporu elektrycznego. Pozwolił on na pośrednie śledzenie zmian struktury tworzącej się warstwy wielokrotnej. W oparciu o wybrane modele teoretyczne Autorka przeprowadza ciekawą analizę i dyskusję przewodnictwa w specjalnie przygotowanej serii pojedynczych warstw Py, Au i Co. Pewien problem stanowi wspomniana już słaba czytelność rysunków ilustrujących dopasowanie punktów eksperymentalnych i brak analizy błędów. Trudno w związku z tym ocenić czy wartość oporu resztkowego dla Co w modelu Mayadasa-Schatzkesa odbiega o rząd wielkości (tabela 5.1) od pozostałych wyników z powodu specyfiki modelu, czy też błędnej analizy. Nie podano również jakiej temperatury nanoszenia dotyczą te rysunki.

W oparciu o uzyskane wartości oporu resztkowego i średniej drogi swobodnej dla warstw pojedynczych oraz stosując model równolegle połączonych oporników mgr Małgorzata Błaszyk określiła rolę międzywierzchni Au/Py i Au/Co w transporcie elektronowym. Analizę zmiany prawdopodobieństwa rozpraszania elektronów przy tworzeniu się kolejnych subwarstw układu wielowarstwowego uważam za jeden z ważniejszych elementów rozprawy. Pewne wątpliwości budzi jedynie zasadność opierania się na parametrach uzyskanych dla pojedynczych warstw, które rosną bezpośrednio na podłożu i których właściwości mogą różnić się gdy mamy do czynienia z układem wielowarstwowym.

Wiele zastrzeżeń budzi dyskusja pomiarów niskotemperaturowych, przedstawiona w punkcie 5.1.3. Moment magnetyczny zmierzony w funkcji temperatury, w zakresie 2-300K

związany jest nie tylko z Co ale i z Py. Poza granulami superparamagnetycznymi Co, źródłem rozejścia się krzywych FC i ZFC mogą być inne efekty, np. zmiany anizotropii. Brak również informacji o temperaturze  $T_C$  dla Co i Py. Ponadto w ramach badań magnetycznych pominięto dyskusję i nie wyznaczono takich wielkości jak namagnesowanie nasycenia, anizotropia efektywna, anizotropie powierzchniowe dla różnych międzywierzchni, mimo że grunt pod taką analizę został przygotowany w rozdziale 2 pt. „Zagadnienia wprowadzające”. Wpływ na wyniki badań niskotemperaturowych mógł mieć fakt, że niektóre z tych wielkości zmieniają się istotnie wraz z temperaturą. Łatwo dostępną techniką, pozwalającą na wyznaczenie stałych anizotropii jest rezonans ferromagnetyczny. Kolejnym zagadnieniem poruszonym przez autorkę w rozdziale 2 jest międzywarstwowe sprzężenie wymienne, biliniowe i bikwadratowe. W przeprowadzonych badaniach zastosowano niemagnetyczną przekładkę Au o grubości 2nm, dla której oddziaływanie to można było zaniedbać, założenie to powinno być jednak szerzej przedyskutowane w pracy doktorskiej. Wiadomo również, że międzywarstwowe sprzężenie wymienne zależy od temperatury. Nasuwa się więc pytanie, czy w dyskusji niskotemperaturowych pomiarów, np. pętli histerezy można nadal zaniedbywać wpływ tego sprzężenia?

Rozdział 5.2 dotyczy własności układów otrzymanych metodą naparowania termicznego i przedstawia pomiary i analizę wyników analogiczne do opisanych w poprzednim rozdziale dla nanoszenia magnetronowego. Uwagi techniczne dotyczące tego podrozdziału są następujące:

- niepełny opis pod Rys. 5.20.
- na stronie 110 podany jest zakres pola magnetycznego w teslach - nie jest to jednostka pola  $H$ .
- Dyfraktogramy SAXRD na Rys. 5.26 wykonano dla  $N = 5$ . Biorąc pod uwagę porównawczy charakter pracy (dwie różne techniki nanoszenia) należało przedstawić dyfraktogram dla  $N=15$ , co odpowiada rysunkowi 5.8 dla nanoszenia magnetronowego, zwłaszcza biorąc pod uwagę wnioski wynikające z pomiarów RHEED i innych na temat zmian wzrostu dla  $N \geq 5$ .

Syntetyczny opis realizacji głównego celu pracy, czyli porównanie właściwości warstw otrzymanych metodą rozpylania magnetronowego i naparowania termicznego zawarty został w rozdziale 5.3 oraz we wnioskach końcowych (rozdział 6). Nie zawsze jest jednoznacznie

wskazane, czy autorka porównuje układy o tej samej liczbie powtórzeń, np. w przypadku zależności amplitud GMR od temperatury podłoża omawianych na str.139.

Główne osiągnięcia pracy to powiązanie zmian własności magnetycznych i transportowych ze zmianami mikrostruktury, poprzez porównanie zarówno dwóch różnych metod nanoszenia warstw jak i różnych temperatur podłoża. Poza badaniami o charakterze technologicznym, wysoko oceniam przeprowadzoną przez autorkę, ciekawą analizę fizycznych mechanizmów rozpraszania elektronów przewodnictwa na międzywierzchniach i granicach ziaren. Wrażenie to psują przytoczone wcześniej niedociągnięcia w formie graficznego przedstawienia wyników pomiarów oporu i brak analizy błędów dopasowań.

W końcowych wnioskach autorka podsumowuje, że mimo większych amplitud GMR dla naparowywania termicznego, lepszą jakość wykazują układy otrzymane metodą rozpylania magnetronego. Natomiast oczywistym wnioskiem jest większa przydatność metody rozpylania magnetronego ze względu na szybsze wykonanie układów wielowarstwowych.

Mgr Małgorzata Błaszyk jest współautorką 6 publikacji, z czego 3 dotyczą bezpośrednio tematyki omawianej w rozprawie doktorskiej. Jest to ilość umiarkowana, natomiast główny zarzut dotyczy rangi czasopism. Wiele przedstawionych w pracy, wartościowych wyników reprezentuje poziom wystarczający do publikacji w czasopismach wyżej punktowanych i w większym stopniu specjalizujących się w zagadnieniach, których rozprawa dotyczy.

Podsumowując, mimo wymienionych uwag krytycznych, przedstawiona mi do recenzji rozprawa zawiera wiele oryginalnych i naukowo wartościowych wyników i spełnia wszystkie wymogi stawiane pracom doktorskim. W związku z powyższym, wnoszę o dopuszczenie mgr Małgorzaty Błaszyk do publicznej obrony rozprawy doktorskiej.

Poznań, dnia 16 listopada 2010

