

Dr hab. Andrzej Andrejczuk, prof. UwB  
Wydział Fizyki  
Uniwersytet w Białymstoku

## Recenzja

rozprawy doktorskiej Iwanny Jacyny pt. „**Własności układów warstwowych Pt/Co/Pt oraz ich modyfikacja pod wpływem promieniowania z zakresu skrajnego nadfioletu i nadfioletu**”

Rozprawa doktorska mgr Jacyny zawiera opis badań trójwarstw Pt/Co/Pt po względem zmian jakie w nich zachodzą pod wpływem impulsów promieniowania elektromagnetycznego o długościach fal od 1 nm do 300 nm i fluencji rzędu kilkudziesięciu  $\text{mJ/cm}^2$ . We wspomnianych trójwarstwach występuje zjawisko zmiany kierunku anizotropii magnetycznej polegające na tym, że dla grubości warstwy Co o wartości poniżej około 2 nm spontaniczne namagnesowanie jest prostopadłe do płaszczyzny warstwy zaś dla grubości większych namagnesowanie ustawia się w płaszczyźnie warstwy. Prostopadłe namagnesowanie jest cenne z technologicznego punktu widzenia w dziedzinie spintroniki. We wstępie pracy Autorka cytuje publikację [1], w której za pomocą naświetlania impulsami promieniowania podczerwonego uzyskano modyfikację wartości remanencji namagnesowania prostopadłego w tego typu trójwarstwach. W przedstawionej rozprawie Autorka kontynuuje te badania poszerzając je o badania strukturalne i naświetlanie promieniowaniem ultrafioletowym.

Rozprawa zawiera bardzo bogaty materiał doświadczalny. Autorka przedstawiła wyniki pomiarów zmian strukturalnych w trzech seriach próbek naświetlanych kilkoma różnymi fluencjami z trzech różnych źródeł promieniowania i zbadanych pięcioma metodami eksperymentalnymi. Praca jest skonstruowana logicznie. We wstępie Autorka przedstawia krótkie opisy idei poszczególnych metod badawczych. Wyjątkiem są tutaj metody reflektometrii rentgenowskiej (ang. X-Ray Reflectometry, XRR) oraz badań fluorescencji przy nisko-kątowych rozproszeniach promieniowania rentgenowskiego (ang. Grazing Incidence X-Ray Fluorescence, GIXRF), którym Autorka poświęca więcej miejsca. Są to zresztą metody zastosowane w stosunku do wszystkich próbek poddanych badaniom. W dalszej części rozprawy, w kolejnych trzech rozdziałach, przedstawiony jest opis wyników pomiarów wieloma metodami doświadczalnymi wykonanymi na próbkach naświetlonych z wykorzystaniem trzech różnych źródeł promieniowania: w rozdziale 4) źródła laserowo-plazmowego w Instytucie Optoelektroniki Wojskowej Akademii Technicznej (IO WAT) emitującego promieniowanie elektromagnetyczne w paśmie o długościach fal kilkudziesięciu nanometrów, w rozdziale 5) źródła laserowo-plazmowego w Instytucie Fizyki Plazmy Czeskiej Akademii Nauk (ang. Prague Asterix Laser System, PALS) świecącego w obszarze pojedynczych nanometrów i w rozdziale 6) nadfioletowego lasera ekscymerowego w ośrodku Helmholtz-Zentrum Dresden-Rossendorf, HZDR w Dreźnie w Niemczech emitującego pojedynczą linię o długości fali 308 nm. Każdy z tych rozdziałów poprzedzony jest opisem przygotowania próbek, na końcu zaś przedstawione jest podsumowanie uzyskanych wyników z wykorzystaniem danego źródła. Rozprawa zakończona jest ogólnym podsumowaniem i szeregiem wniosków. Autorka odniosła się do 25 pozycji literaturowych.

Wszystkie próbki były wielowarstwami napyłonymi na podłożu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  i składały się z warstwy buforowej Pt, warstwy magnetycznej Co i warstwy przykrywkowej Pt. W większości przypadków grubość warstwy buforowej i przykrywkowej wynosiła 5 nm natomiast grubość warstwy magnetycznej wynosiła 3.5 nm. Warstwa buforowa była napyłana w temperaturze 750 °C. W przypadku próbek naświetlanych w IO WAT oprócz wymienionej trójwarstwy zbadano również wyraźnie grubsze podłoże (25 nm), gdzie grubość warstwy Co wynosiła 3 lub 10 nm, przykrywkowa warstwa zaś była cieńsza (3 nm). Dla tej ostatniej konfiguracji zbiór danych doświadczalnych jest najbogatszy. Wykorzystano w tym przypadku wszystkie wymienione w

pracy metody eksperymentalne. Najbardziej klarowne wyniki otrzymano przy użyciu transmisyjnego mikroskopu elektronowego, gdzie przy wykorzystaniu dodatkowej techniki badania fluorescencji rentgenowskiej emitowanej z próbki (ang. Energy Dispersive Analysis of X-rays, EDX) wyznaczono koncentrację atomów platyny i kobaltu w funkcji głębokości warstwy. Wymagało to przygotowania metodą trawienia jonowego małych wycinków próbek wzdłuż głębokości warstwy. Wyniki z mikroskopu elektronowego były w zgodzie z wynikami badań dyfrakcji rentgenowskiej (ang. X-Ray Diffraction, XRD) oraz XRR i GIXRF co udowodniło poprawność funkcjonowania tych metod badania struktury warstw. Oprócz już wymienionych wykorzystano w pracy również metodę obrazowania powierzchni próbek za pomocą mikroskopii interferencyjno- polaryzacyjnej (mikroskop Nomarskiego). Do pomiaru własności magnetycznych wielowarstw użyto magnetoptycznego efektu Kerra (ang. Magneto-Optic Kerr Effect, MOKE), a w zasadzie głównie konfiguracji w której mierzy się pozostałość magnetyczną (remanencję) w polaryzacji prostopadłej do powierzchni próbki (tzw. polar – MOKE, p-MOKE). Część eksperymentów była wykonywana we współpracy z innymi osobami (np. pomiary pozostałości magnetycznej były wykonywane przez dra Sveklo a pomiary dyfrakcji rentgenowskiej przez dr Dynowską) ale duża część opisanych badań była bez wątpienia wykonana przez mgr Jacynę o czym świadczy praca [2], której Pani Jacyna jest pierwszym autorem.

Próbki (10 mm x10 mm x 0.5 mm) były naświetlane impulsami promieniowania o różnych fluencjach, od 10 mJ/cm<sup>2</sup> w przypadku źródła PALS do 600 mJ/cm<sup>2</sup> w przypadku źródła HZDR. W przypadku źródła IO WAT wiązka miała profil Gaussowski o szerokości połówkowej ~1.5 mm i fluencji w środku równej 73 mJ/cm<sup>2</sup>. Dzięki temu, przy naświetlaniach pojedynczymi impulsami, można było określić zmiany namagnesowania oraz zmiany morfologii powierzchni dla fluencji mniejszych obserwując zmiany w różnych odległościach od środka plamki. W ten sposób otrzymano Rys. 4.11 w przedstawionej rozprawie, gdzie widać, że progowa wartość fluencji indukująca zmianę namagnesowania prostopadłego oraz zmianę morfologii powierzchni wynoszą odpowiednio około 47 mJ/cm<sup>2</sup> i 50 mJ/cm<sup>2</sup> dla grubości warstwy Co o wartości 3 nm. Oba progi rosną do wartości 55 mJ/cm<sup>2</sup> gdy grubość warstwy Co zwiększa się do 10 nm, jednak remanencja w takiej próbce jest o połowę mniejsza w stosunku do próbki z cieńszą warstwą Co. W celu zastosowań innych metod doświadczalnych naświetlono próbki metodą skanowania pokrywając całą powierzchnię próbki impulsami promieniowania, których ślady zachodziły na siebie. W przypadku źródeł PALS i HZDR wiązka oświetlająca próbki była szeroka i naświetlono jednorodnie duże powierzchnie warstw.

Metody XRD, XRR oraz GIXRF pokazują, że w wyniku naświetlania wielowarstw Pt/Co/Pt następuje mieszanie się atomów Pt i Co i tworzenie warstw stopów o różnym składzie i grubości. Proces ten nasila się w miarę wzrostu fluencji aż do całkowitego wymieszania się składników i utworzenia jednorodnego stopu. Autorka użyła oprogramowania GIMPY do jednoczesnego dofitowania krzywych teoretycznej do danych doświadczalnych otrzymanych metodami XRR i GIXRF. Trzeba stwierdzić, że jakość dopasowań jest bardzo dobra we wszystkich zaprezentowanych przypadkach, jednak jak Autorka sama to podkreśla w podrozdziale 3.6.2, dokładność określenia ilości warstw, ich grubości, składu atomowego oraz nierówności powierzchni je rozgraniczających jest niska (na poziomie 10%). Wynika to prawdopodobnie z dość szerokiego głębokościowego rozkładu natężenia pola elektrycznego przy pierwszym maksimum fali stojącej. Zatem, interpretacja wyników oparta na tych metodach jest w zasadzie orientacyjna i należało by użyć innych metod w celu potwierdzenia że uzyskane liczby są prawdziwe (np. metodą mikroskopii elektronowej o której była mowa wyżej). Recenzent rozumie jednak że mogło to być niemożliwe ze względów organizacyjnych i technicznych.

Zmiany strukturalne korelują ze zmianą anizotropii magnetycznej w badanych warstwach. Niestety ta korelacja nie była dokładnie zbadana w tej pracy w związku z niemożliwością dokładnego sterowania fluencją użytych źródeł. Z pracy wynika jedynie, że remanencja prostopadłego namagnesowania rośnie gwałtownie (200-300 % wartości, która występuje spontanicznie w warstwach Co o grubości poniżej 2 nm) dla fluencji tuż powyżej

progu zmian a następnie zanika wraz ze wzrostem fluencji. Zmiany strukturalne w większości były mierzone dla fluencji wyższych niż fluencja progu zmiany anizotropii magnetycznej. Najbardziej dokładne dane zostały zebrane z użyciem źródła PALS gdzie zaobserwowano przejście magnetyczne dla fluencji pomiędzy 15 a 23 mJ/cm<sup>2</sup> dla próbki o grubości warstwy buforowej równej 5 nm. Pomiary XRR i GIXRF zostały wykonane dla fluencji 26 mJ/cm<sup>2</sup>, jak widać niezbyt odległej od tego progu, na próbce schodkowej gdzie warstwa buforowa zmieniała się w 4 krokach od 5 do 80 nm. W przypadku grubości bufora 5 nm zaobserwowano całkowite wymieszanie się Pt i Co i powstanie jednej warstwy stopu Pt<sub>0.69</sub>Co<sub>0.31</sub>. Zwiększenie grubości bufora prowadzi do zmniejszenia maksymalnej obserwowanej remanencji namagnesowania prostopadłego. Warto tutaj nadmienić, że w pracy zbadano również zależność remanencji prostopadłej oraz zmian strukturalnych w próbkach w których napyłano warstwę buforową w temperaturze pokojowej. Zaobserwowano, że obniżenie temperatury napyłania bufora zmniejsza wartość maksymalnej obserwowanej remanencji.

Z merytorycznego punktu widzenia brakuje mi w rozprawie porównania zaobserwowanych progowych fluencji dla różnych źródeł, które w sposób istotny różniły się długością fali promieniowania. Najniższy próg występuje dla najkrótszych długości fal zaś najwyższy dla fal najdłuższych. Autorka nie postawiła tu żadnej hipotezy.

Niestety rozprawa nie została starannie przygotowana pod względem edytorskim. Można w niej znaleźć wiele powtórzeń oraz zbędne elementy. Na przykład na rysunku 4.9 przedstawione są zdjęcia z mikroskopu Nomarskiego. Niestety na tych zdjęciach nic nie widać (choć recenzent usilnie chciał coś zobaczyć). Wydaje się że można było wybrać jedno zdjęcie i tak je powiększyć i odpowiednio wykontrastować aby ślad modyfikacji powierzchni był widoczny. Raziło mnie również powtarzanie tych samych opisów części rysunków od a) do d) przedstawiających dopasowania do danych XRR i GIXRF. Recenzent podałby ten opis na pierwszym rysunku z serii (Rys. 4.18) w kolejnych podpisach na końcu napisał: „Opis poszczególnych części rysunków taki sam jak pod rysunkiem Rys. 4.18.

Dorobek naukowy mgr. Jacyny oceniam jako zadowalający. Pani Jacyna jest współautorem dwóch prac z tematyki związanej z przedstawioną rozprawą, gdzie w jednej z prac jest pierwszym autorem. Ponadto jest współautorem trzech innych publikacji dotyczących zniszczeń różnych materiałów pod wpływem silnych impulsów promieniowania elektromagnetycznego, zagadnienia zbliżonego do tematyki rozprawy.

Podsumowując, uważam że niedociągnięcia edytorskie nie przyćmiewają bardzo bogatego materiału doświadczalnego przedstawionego w pracy. Choć niedokładności w określeniach zmian strukturalnych są duże, to jednak jest to solidny udokumentowany materiał, który mam nadzieję posłuży jako punkt wyjściowy do dalszych badań z wykorzystaniem XRR i GIXRF, w których pani Jacyna ewidentnie się wyspecjalizowała. Stwierdzam zatem, że przedstawiona praca spełnia wymogi stawiane rozprawom doktorskim i wnoszę o dopuszczenie magister Iwanny Jacyny do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

## Bibliografia

- [1] J. Kisielewski, W. Dobrogowski, Z. Kurant, A. Stupakiewicz, M. Tekielak, A. Kirilyuk, A. Kimel, Th. Rasing, L.T. Baczewski, A. Wawro, K. Balin, J. Szade, A. Maziewski, "Irreversible modification of magnetic properties of Pt/Co/Pt ultrathin films by femtosecond laser pulses", J. Appl. Phys. 115 (2014) 053906
- [2] I. Jacyna, D. Klínger, J.B. Pełka, R. Minikayev, P. Dłużewski, E. Dynowska, M. Jakubowski, M.T. Klepka, D. Zymińska, A. Bartnik, Z. Kurant, A. Wolska, A. Wawro, I. Sveklo, J.R. Plaisier, D. Eichert, F. Brigidi, I. Makhotkin, A. Maziewski, R. Sobierajski, "Study of ultrathin Pt/Co/Pt trilayers modified by nanosecond XUV pulses from laser-driven plasma source", Journal of Alloys and Compounds 763 (2018) 899



Dr hab. Andrzej Andrejczuk, prof. UwB