

第一章 緒論

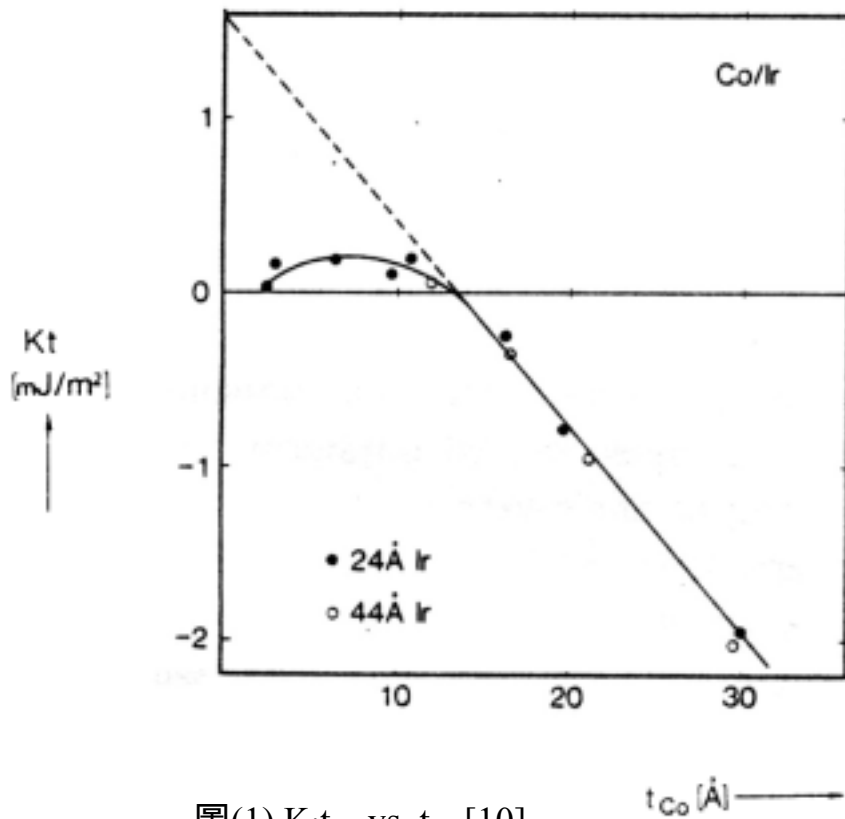
目前工業界普遍利用各種鍍膜技術將所設計之微電子電路結構製成電子元件，然而由於科技的進步以及市場需求，所有電子元件的設計目標皆朝向提高單位面積積集度以及穩定度的方向發展。換言之，想達到此目標，薄膜厚度的減少是一必然的趨勢。

磁性薄膜的應用為一世界性的工業，國際市場上估計每年有關磁性薄膜及磁性技術的產品，銷售金額高達數千億美金[1]。主要應用在電腦記憶方面的資料儲存與讀寫，因此，對於高密度磁光記憶材料的研究，已成為資訊尖端科技時代刻不容緩的課題。

在鈷的磁性薄膜中，Co/Pd [2~4]、Co/Pt [2,3,5]、Co/Au [6~8]的樣品顯示當 Co 很薄時具有垂直磁異向性，使這些組合成了高密度磁光材料很好的選擇，而這現象曾被解釋為當超薄膜介面及表面因原子層很薄而造成對稱性被破壞 (3D→2D)，因此產生很強的表面磁異向性[9,10]，這種表面異向性主要由磁晶軸表面磁異向性所貢獻[11~13]，亦有研究顯示其他因素也會引起磁異向性的變化，如薄膜與基底的晶格常數(lattice mismatch)所引起的應變[14~16]、介面的斷裂及結構上的缺陷[17]等。所以超薄膜(ultrathin film)本身不同於塊材的物性表現，以及膜層間的介面(interface)現象，逐漸成為當今研究領域中的一大課題。

由於 Co 薄膜的矯頑力約在幾百 Oe 左右，適合作為記憶媒體材料，甚至在許多基材上具有垂直異向性可應用於高密度磁光記憶材料上[24]。Ir 在催化作用中與 Pt 類似，常用於觸媒轉化等用途[54]，因而 Co-Ir 的合成系統可能在薄膜氧化等題材上有所突破，而其磁性性質更是我們有興趣的題材，因此本實驗室便著手查閱與 Co 相關的磁性研究。在 1999 年時，H. A. M. van den Berg 等人更以離子束濺射(ion beam sputter, IBS)的方式成長 Co (30 Å)/Ir(t Å)多層膜，進而發現其磁阻效應隨著 Ir 厚度的變化出現震盪行為，震盪周期約為 10 Å [20]；而 Salamon 等人在研究中曾利用分子束磊晶(molecular beam epitaxy, MBE)方式成長 Co/Ir 多層膜，發現此多層膜具有很強的反鐵磁性質與磁阻效應[19]；S. S. P. Parkin 等人發現 Co (12 Å)/Ir (16 Å)多層膜蒸鍍在 MgO 基材上，具有單軸磁異向性[18]。在 Bloemen 等人的研究中顯示[10]，以 XRD(X-ray diffraction)探測多層膜在低角度和高角度散射所得的結果，發現鈷膜厚在 14 Å 以下有相當弱的低角度散射，反映出界面的粗糙度或擴散行為，當鈷膜厚在 15 Å 以下時，隨著膜厚減少，鈷每單位體積的 $\mu_0 M$ 也隨之減少至大約 1.3 T，這顯示由鈷和鈷的電子交互作用所形成的介面，隨著鈷原子在介面上減少而降低居禮溫度或原子擴散，在文獻中指出 Co (t Å)/Ir (24 Å)多層膜在薄膜厚度較薄($t < 12$ Å)時，具有垂直方向的磁異向性，不過磁

異向性強度並非隨膜厚減少而線性增加，在此膜厚內不具有強垂直磁異向性，原因是由於晶格匹配度差異大(7.7%)，造成磁化強度減少或表面結構粗糙，當薄膜厚度超過臨界厚度($t=12 \text{ \AA}$)後，則具有平行樣品表面方向的磁異向性，如圖(1)所示[10]。由於鈷銻多層膜在鈷膜厚較薄時有垂直磁異向性，但實驗觀察出其磁異向性強度甚弱[10]，因此我們在超高真空系統下藉由精準控制膜的品質，期望能深入而完整了解此一系統，更期待能藉由控制薄膜成長參數或退火處理，並研究其相對應之特性，來達到超薄膜系統具強垂直異向性。



圖(1) $K \cdot t_{Co}$ vs. t_{Co} [10]

在我們所查閱的 Co/Ir 多層膜的研究中，可知 Co/Ir 實具有其磁性研究的價值，然而絕大部分的研究都針對 Co/Ir 多層膜，從事不同厚度的 Co 超薄膜與 Ir (111)單晶間界面的磁性研究卻很少。因此針對本實驗室儀器系統的特性，可對不同厚度的 Co 超薄膜成長在 Ir (111) 基材間的介面，進行磁性研究與分析，如此所得之 Co/Ir 介面性質訊息，將可對多層膜系統之物性有更深入的认识，我們更可由單一原子層磊晶成長方式，在介面形成過程中探究物性之變化，控制介面品質與其物理特性。更進一步藉由熱退火效應，系統化研究不同厚度的 Co 超薄膜在 Ir (111)基板上所形成的合金現象，探討 Co-Ir 介面對其表面及磁性行為的影響。

第二章 基本原理

2-1 磁性物質

所謂磁性薄膜，是指以磁性物質沉積於某種基板 如：Si、Ge、MgO...等，厚度約只有幾個微米(μm)或者更薄的樣品。其磁性現象的表現，主要是由於沉積於基板上的磁性物質本身的特性，以及在製膜過程中所產生的變化；因此在研究磁性薄膜的磁性現象前，我們必須先對磁性物質的基本特性具有一些了解。

2-1-1 磁性物質的種類

一般而言，對於物質的宏觀磁性現象我們可以利用物質的磁化率 χ (magnetic susceptibility)來描寫；磁化率的定義是材料在某一磁化場 (H)下被磁化的量(M)間之比值，即 $\chi=M/H$ 。依照磁化率的大小，磁性物質的磁性大致可分成下列幾類[21~23]，而鐵磁性物質則於 2-1-2 節中作詳細之說明：

(1) 順磁性 (paramagnetism)：

順磁性物質的磁性主要來自於物質內部電子自旋產生磁矩，其磁化率 χ 為數值較小的正數，且 χ 的大小在高溫時會和溫度 T 成反比，以數學形式表示為： $\chi = \mu_0 C/T$ ，此式稱為「居里定律」(Curie law)，其中 C 為居里常數[24]。

(2) 反磁性 (diamagnetism) :

反磁性物質的磁化率 χ 為數值很小的負數，且其值幾乎不隨溫度變化，一般情形約為 -10^{-5} 。

(3) 鐵磁性 (ferromagnetism) :

鐵(Fe)、鈷(Co)、鎳(Ni)為典型且最常見的鐵磁性物質；其 χ 為數值極大的正數，在居里溫度 T_C (Curie temperature) 下，即使沒有外加磁場也會有自發的磁化強度。在高於 T_C 的溫度時，其磁性會變成順磁性，其磁化率與溫度關係為： $\chi = \mu_0 C / (T - T_C)$ 。

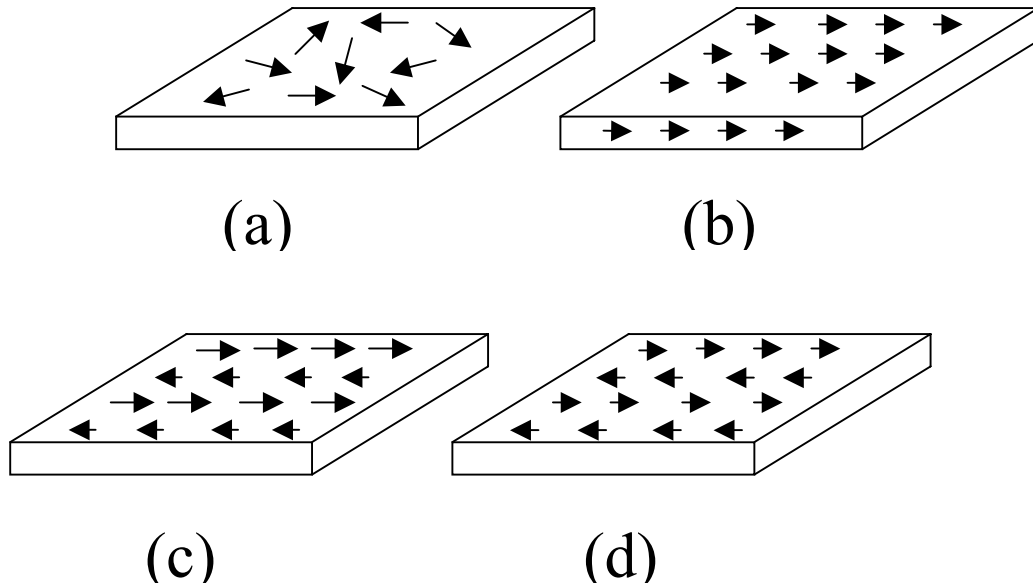
(4) 陶鐵磁性 (ferrimagnetism) :

溫度低於 T_C 時，陶鐵磁性物質的磁性行為像鐵磁性物質，但磁化率及自發磁化強度並沒有鐵磁性物質的來得大。然而當溫度高於 T_C 時，其磁性表現則與順磁性物質相同。

(5) 反鐵磁性 (antiferromagnetism) :

反鐵磁性物質的磁化率 χ 為很小的正數；在溫度低於尼爾溫度 T_N (Néel temperature) 時，其 χ 值的大小跟磁場的取向有關。在溫度高於 T_N 後，其磁性會變得像順磁性；此時，反鐵磁性物質的磁化率和溫度間的函數關係為： $\chi = \mu_0 C / (T + T_N)$ 。

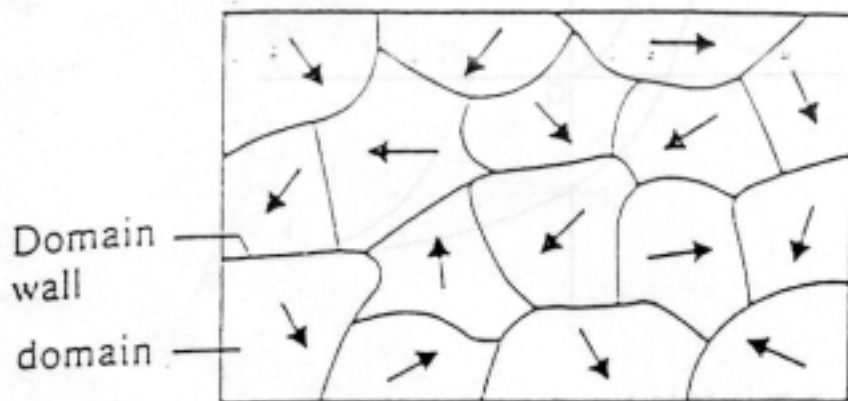
對於不同磁性之磁矩排列情形見下圖(2.1)：



圖(2.1) 不同磁性之磁矩排列情形示意圖：(a)順磁性 (b)鐵磁性
(c)陶鐵磁性 (d)反鐵磁性[27]

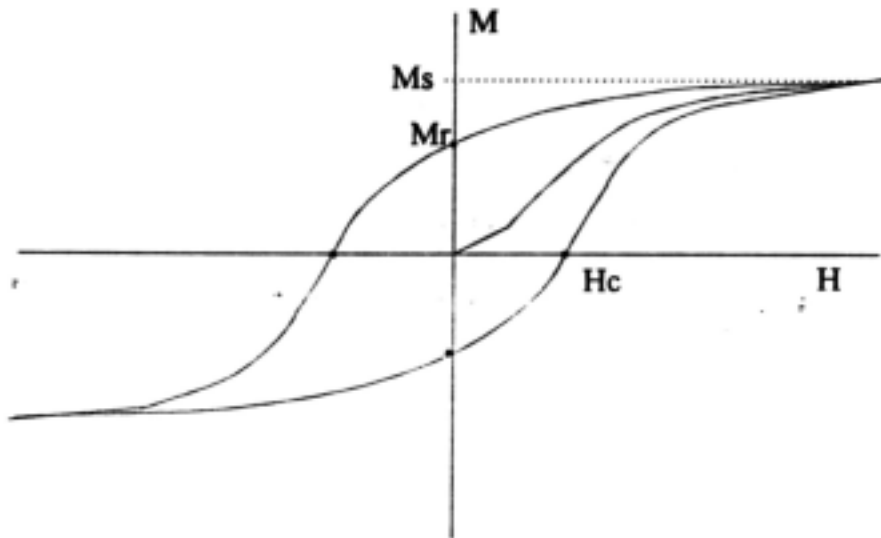
2-1-2 鐵磁性物質的特性[25]

鐵磁性物質主要特性為具有極大之導磁係數 μ (permeability)。鐵磁性可以用磁域(magnetic domain)來解釋。鐵磁性材料是由很多細小的磁域所組成。每一個磁域介於幾微米到 1 毫米之間，大約包含 $10^{15} \sim 10^{16}$ 個原子。縱使沒有外加磁場，仍擁有來自自旋電子並且排列整齊的磁矩。由於磁域中原子磁偶極矩間的強烈耦合作用，使得各磁矩互相平行排列，所以同一個磁域內的磁矩皆指向同一個方向。相鄰磁域間有一寬於 100 個原子的過渡區域，稱為磁域壁(domain wall)。在未磁化狀態，鐵磁性材料的各相鄰磁域之磁偶極矩指向不同，整體而言，淨磁化效應為零，如圖(2.2) [26]所示



圖(2.2) 鐵磁性材料的磁域結構[26]

當外加磁場作用在鐵磁性材料上，由於磁域的磁矩受到一磁力矩的作用，使得磁域中的磁矩開始旋轉至與外加磁場同方向。旋轉開始時，磁域間的磁壁亦會移動。如果外加磁場夠大，則最後整個鐵性材料會由多重磁域狀態(multi-domain)轉變為單一磁域狀態(single domain)，此時的磁化值我們稱之為飽和磁化 M_S (saturation magnetization)。當外加磁場降為零時，磁化值並未回到零，而會有一殘留的磁化值，我們稱之為殘磁 M_R (remanence)。當磁場繼續往反向增加時，磁化值會降為零，此時的外加磁場稱為矯頑力 H_C (coercive force)。若將外加磁場強度與鐵磁性材料的磁化強度作圖，可得一磁滯曲線(hysteresis loop)，如圖(2.3) [29]所示。此為鐵磁性材料的重要特徵之一。



圖(2.3) 典型的鐵磁性材料磁化曲線[29]

鐵磁性物質還有一項重要的特徵，就是當溫度漸漸升高時，磁矩的排列受到熱擾動的影響，排列秩序開始變得凌亂，此時的自生磁化值因磁矩抵消而減少。直到溫度高於居里溫度時，熱能超過耦合能，磁域被破壞，自生磁化值便完全消失。超過此溫度，鐵磁性材料就跟順磁性材料一樣[26]。大部分鐵磁性材料的居里溫度介於數百至一千度之間，以塊材的 Fe、Co、Ni 為例，其居里溫度分別為 770 、1115 、354.2 [22]。

2-2 薄膜成長理論

材料的結構特性為一切物質的基礎，磁性薄膜的磊晶結構當然也會影響其磁性現象，所以在做磁性測量及分析前，先了解基礎的薄膜成長機制，有助於我們磁性分析的工作。

2-2-1 成長模式

通常在薄膜磊晶時，我們首先必須要考慮到的問題便是所謂的成長模式(growth mode)；一般常見的磊晶成長模式大致可分為三種 [27~30]：

(1) Frank-van der Merwe mode：

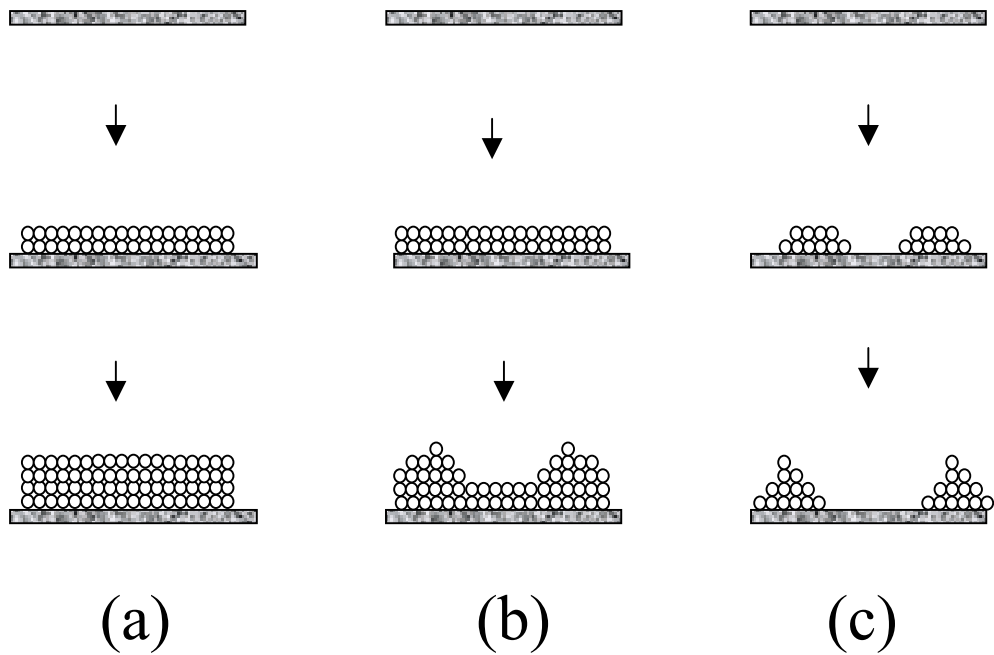
又稱為層接式(layer-by-layer mode)，是指蒸發原子在基板表面趨向於一層一層的往上成長，此種薄膜的表面較為平整。

(2) Stranski-Krastanov mode：

當蒸發原子到達基板表面時，會先以層狀型式成長數層薄膜，接著便改以三維島狀的型式繼續成膜，而不再是層狀。

(3) Volmer-Weber mode：

即所謂的三維島狀、或島嶼型(island mode)；是指蒸發原子在基板表面並沒有長成一層平整的薄膜，而是以三維島狀的型式成長。



圖(2.4) 薄膜磊晶成長模式示意圖: (a) FM mode (層接狀)

(b) SK mode (先層狀再島狀) (c) VW mode (島嶼狀) [29]

2-2-2 成長理論

薄膜的形成是由外來原子吸附於基板上、成核、成長、在基板上表面遷移(surface migration)運動等過程所組成；從物理的觀點而言，影響薄膜成長的因素主要有[27~30]：

- (1) 基板溫度和基板結構
- (2) 沈積原子與基板間的表面自由能
- (3) 蒸發速率和沈積原子的動能
- (4) 沈積物和基板的晶格匹配度(lattice mismatch)
- (5) 沈積原子入射角度

這些物理量會影響核的形成、生長、連續膜的形成、缺陷形式、薄膜

密度和最終的結構。

較常見的是以熱力學上的自由能來解釋[31]。另一個觀點，是由兩種原子的大小判別，也就是從晶格匹配度來解釋[32]。

一、 表面自由能

由熱力學上的自由能來解釋：

$$\gamma = (\gamma_{adsorbate} - \gamma_{substrate}) + \gamma_{interface} \quad \text{式(2-1)}$$

式中， $\gamma_{adsorbate}$ ：吸附層的表面自由能

$\gamma_{substrate}$ ：基底的表面自由能

$\gamma_{interface}$ ：吸附層與基底間的表面自由能

由式(2-1)，當 $\gamma > 0$ 時，吸附原子較傾向於黏附在和自己同種的原子上，成長模式為 V. W. mode；反之，當 $\gamma < 0$ 時，則較有利於 S. K. mode 和 F. M. mode 的成長模式。本實驗室吸附層(Co)的表面自由能為 2.79 J/m^2 [59]。

二、 晶格匹配度

晶格匹配度是由兩種原子的大小來判別，即從兩種原子的晶格常數來看：

$$\eta = \frac{|r_B - r_A|}{r_B} \times 100 \% \quad \text{式(2-2)}$$

式中， η ：晶格匹配度(lattice mismatch)

r_A : 吸附層原子的晶格常數

r_B : 基底原子的晶格常數

如果 $\eta < 2\%$, 表示基底原子與吸附原子的大小差不多, 則有利於 S. K. mode 和 F. M. mode 的成長模式; 如果 $\eta > 2\%$, 那麼表示原子的大小相差太大, 薄膜成長傾向呈現 V. W. mode 成長 [33]。就我們實驗室而言, 吸附層原子(Co)的晶格常數為 2.5 埃, 基底原子(Ir)的晶格常數為 2.71 埃[22], 計算出晶格匹配度為 7.7% , 可見 Co/Ir(111)系統傾向為 V. W. mode 的成長模式。

2-3 磁異向性理論

所謂磁異向性(magnetic anisotropy)是指物質內在能量會隨著自發磁化方向改變而產生變化的一種現象。即當一固定的外加磁場沿著磁性物質的不同方向磁化時, 各方向上的磁化強度大小各不相同, 其中較容易達到磁化飽和的方向我們稱為易磁化軸(easy axis), 較難達到磁化飽和的方向稱為難磁化軸(hard axis), 而此種內在的能量則稱為「磁異向能」; 磁異向性是令磁滯曲線呈現不同形狀的眾多因素中, 影響最大的。

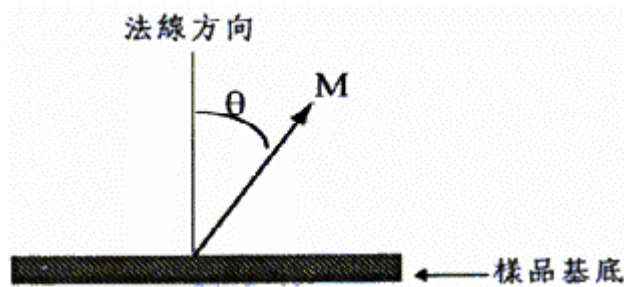
通常我們都會用磁異向能來討論異軸及難軸方向。所謂的磁異向能 E 是欲將自生磁化方向轉至外加磁場方向所要做的功, 而易軸方向

即為 E 最小的方向，一般而言可以以下式表示：

$$E = K \sin^2 \theta \quad \text{式(2-3)}$$

K ：磁異向性常數，通常以 erg/cm^2 為單位。

θ ：如圖(2.5) [29]，磁化方向與法線方向的夾角。



圖(2.5) θ 角示意圖[29]

由式(2-3)可知，當 $K > 0$ 時， θ 角越小則 E 越小，代表易軸偏向於垂直樣品表面。反之，當 $K < 0$ 時， θ 角越大則 E 越小，代表易軸偏向於平行樣品表面。

K 通常可以分成塊材部份 K_v 及薄膜部份 K_s ，以多層膜為例：若磁性層的厚度為 t ，則有效的磁異向性常數 K_{eff} 可以表示為[30]

$$K = K_{\text{eff}} = K_v + 2 K_s/t \quad \text{式(2-4)}$$

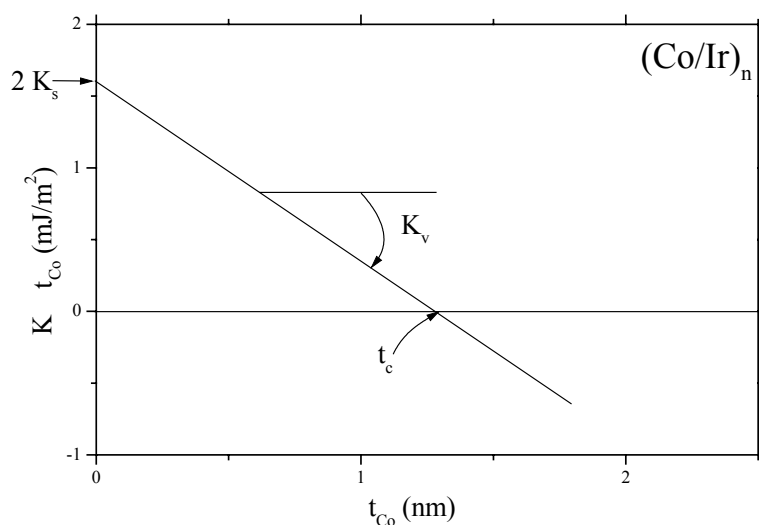
其中，2 倍 K_s 是考慮兩個介面對 K_s 的貢獻相同。由式可知，我們如果以 Kt 對 t 作圖，便可由其斜率得知 K_v ，而由與 Kt 軸的交點可得 $2 K_s$ ，如圖(2.6)所示[34]。由圖中斜率為負值可知 K_v 為小於零的常數，從 Kt 軸截距可知 K_s 為大於零的常數。

當磁性層厚度增加時，由式可看出 K_{eff} 隨 $1/t$ 減少，直到厚度增

加至某臨界厚度 t_c 以上時，樣品的易磁化軸會垂直樣品表面轉至平行於樣品表面，這種現象稱之為 spin reorientation transition (SRT)，此臨界厚度 t_c 可表示為

$$t_c = -2 K_s / K_v \quad \text{式(2-5)}$$

以 $(\text{Co}/\text{Ir})_n$ 為例，由 $K_s = 0.8 \text{ mJ/m}^2$ 、 $K_v = -1.2 \text{ MJ/m}^3$ ，可以估算出其垂直與水平磁化轉變厚度 t_c 為 1.3 nm [35]，大約為 5.9 ML 。以上的討論均是假設 K_s 及 K_v 不隨厚度而改變；若 K_s 及 K_v 會隨厚度而改變，在樣品結構隨厚度改變之情況下則不能用如此簡單的方式來討論。



圖(2.6) $K \cdot t_{\text{Co}}$ vs. t_{Co}

當應用於超薄磁性單層膜時，公式(2-4)中之 $2K_s$ 則應修正為 $K_s + K_s^{\text{metal/UHV}}$ ，其中 $K_s^{\text{metal/UHV}}$ 表示為「磁性層/真空」介面貢獻之單位面積磁異向能，以 $\text{Co}(111)/\text{UHV}$ 介面而言， $K_s^{\text{Co}(111)/\text{UHV}} =$

-0.17mJ/m²[55]，可估計其 t_c 為 0.525 nm，大約為 2.38 ML。實際應用於材料系統時，須考慮介面粗糙度(roughness)、交互擴散(interdiffusion)與薄膜應力等因素，它們有可能影響 K_v 與 K_s ，進而影響所決定之磁化方向轉變厚度[56]。

一般磁異向性的種類大致可分為[30,36~40]：

(1) 形狀異向性(shape anisotropy)：

當一磁性薄膜樣品被磁化後，在樣品的兩端會產生表面磁極；而兩者間之交互作用會產生一個和磁化方向相反的等效磁場。此等效磁場的大小和樣品的幾何形狀有關，且正比於磁化強度；故稱之為形狀異向性。

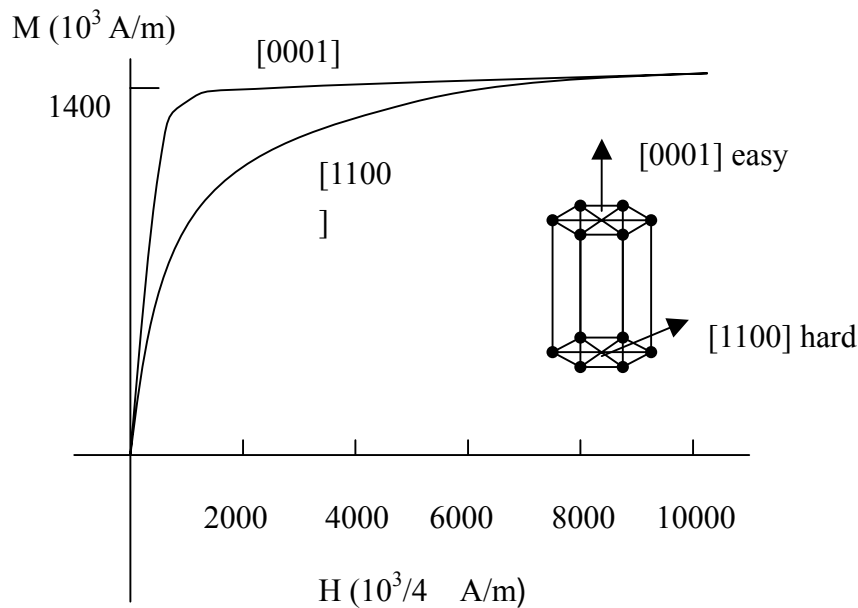
(2) 磁晶異向性(magnetocrystalline anisotropy)：

在磁單晶（晶格排列整齊有序）的晶體中，磁異向能與自發磁化強度和晶軸的方向有關，即與材料的晶體對稱性有關的現象我們稱之為磁晶異向性，這種磁晶異向性產生於晶體結構本身上的異向性，是各種磁異向性中最基本的一種。磁晶異向性產生的主要原因為自旋-軌道耦合(spin - orbital coupling)，自旋-軌道的交互作用會使得物質的自發磁化方向沿著晶軸的方向，所以通常磁晶異向性的易磁化軸方向即為晶體的晶軸方向。若晶體只具有單一的異磁化軸，則稱為「單軸異向性」(uniaxial anisotropy)，是磁晶異向性中最

簡單的一種形式。通常我們會利用磁晶異向能 F_c 來描述薄膜之磁異向性；對於單軸異向性的樣品，其磁晶異向能可表示為：

$$F_c = K_c \sin^2\theta$$

其中 K_c 為磁晶異向性常數， θ 為磁化方向與易磁化軸的夾角。對於超薄膜的磁晶異向性而言，由於薄膜很薄，其三維對稱性會被破壞而變成二維對稱；然而表面對稱性的維度降低會使磁晶表面異向性增強許多，在某些薄膜系統中當表面異向性(surface anisotropy)之重要性大於體異向性(volume anisotropy)時，會使易磁化軸呈現垂直樣品表面的現象。



圖(2.7) 鈷單晶的易磁化軸 (easy axis) 和難磁化軸 (hard axis) 的磁化曲線[27]

(3) 應力異向性(stress anisotropy)：

將一磁性物質置入一磁場中，會因外加磁場的作用而產生磁化現象；其內部各方向上原子間的耦合作用會因此發生變化，造成物質產生極小的形變，此形變量的大小也是各向異性的；磁晶軸的對稱性也會受到破壞，而其自發磁化方向亦跟著改變。此種現象我們便稱為磁彈異向性(magnetoelastic anisotropy)或磁伸縮異向性(magnetostriction anisotropy)，統稱為應力異向性。對於一個各方向磁伸縮相同的樣品，其應力異向能可表示為：

$$E = \frac{3}{2} \lambda_m \sigma \cos^2 \theta$$

其中： λ_m 為磁致伸縮係數、 σ 為應力、 θ 為自發磁化方向和應力方向間之夾角。

(4) 感應磁異向性(induced magnetic anisotropy)：

所謂感應磁異向性，是指材料的備製或處理過程中所產生之磁異向性，依其不同之成因大致可分為三種：

- a、生長感應磁異向性
- b、熱處理感應磁異向性
- c、晶體形變感應磁異向性

(5) 交換異向性(exchange anisotropy)：

由於一種鐵磁性物質和另一種反鐵磁性物質的界面間形成交換

耦合所產生的一種現象。此時磁化強度的優勢傾向於某一方向，而不是僅沿某一軸線。

2-4 合金效應

針對 Co/Ir(111)系統表面成長行為與加熱退火後合金現象的產生，我們就不同原子的電負度(electronegativity)及電子親和力(electron affinity)來討論之。本章節介紹電負度及電子親和力的定義與本系統相關元素的值，討論 Co/Ir(111)系統表面成長行為與加熱退火後合金所產生的歐傑電子能譜峰值偏移的現象。

2-4-1 電負度[58]

週期表中各元素的原子吸引電子能力的一種相對標度。在週期表橫列的元素，由左至右，則電負度逐漸升高；縱的一行，由輕的元素到重的元素，則電負度緩緩下降；氟(F)的電負度最大，為 3.98，其他元素的電負度為與氟的比較值。吸引電子的傾向愈大，電負度愈大，非金屬性也愈強。根據原子對電子的吸引力，可將元素分為兩類，那些對電子吸引力小的元素，叫作金屬；對電子吸引力大的元素，叫作非金屬。因此，週期表右上角諸元素(氫族不在內)的非金屬性質最強，左下角諸元素的金屬性質最強。查閱實驗室所研究的相關元素的

電負度，就目前獲取的最新資料顯示，我們所得數據如下：Ir =2.2、
Co=1.88、C=2.55 和 O=3.44 [57]。

Periodic Table of the Electronegativity [57]

Period	Group																	
	IA	IIA	IIIB	IVB	VB	VIB	VIIB	VIIIB			IB	IIB	IIIA	IVA	VA	VIA	VIIA	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
1	¹ H 2.2																	² He -
2	³ Li 0.98	⁴ Be 1.57											⁵ B 2.04	⁶ C 2.55	⁷ N 3.04	⁸ O 3.44	⁹ F 3.98	¹⁰ Ne -
3	¹¹ Na 0.93	¹² Mg 1.31											¹³ Al 1.61	¹⁴ Si 1.9	¹⁵ P 2.19	¹⁶ S 2.58	¹⁷ Cl 3.16	¹⁸ Ar -
4	¹⁹ K 0.82	²⁰ Ca 1	²¹ Sc 1.36	²² Ti 1.54	²³ V 1.63	²⁴ Cr 1.66	²⁵ Mn 1.55	²⁶ Fe 1.83	²⁷ Co 1.88	²⁸ Ni 1.91	²⁹ Cu 1.9	³⁰ Zn 1.65	³¹ Ga 1.81	³² Ge 2.01	³³ As 2.18	³⁴ Se 2.55	³⁵ Br 2.96	³⁶ Kr -
5	³⁷ Rb 0.82	³⁸ Sr 0.95	³⁹ Y 1.22	⁴⁰ Zr 1.33	⁴¹ Nb 1.6	⁴² Mo 2.16	⁴³ Tc 2.1	⁴⁴ Ru 2.2	⁴⁵ Rh 2.28	⁴⁶ Pd 2.2	⁴⁷ Ag 1.93	⁴⁸ Cd 1.69	⁴⁹ In 1.78	⁵⁰ Sn 1.96	⁵¹ Sb 2.05	⁵² Te 2.1	⁵³ I 2.66	⁵⁴ Xe 2.6
6	⁵⁵ Cs 0.79	⁵⁶ Ba 0.89	⁵⁷ La 1.1	⁷² Hf 1.3	⁷³ Ta 1.5	⁷⁴ W 1.7	⁷⁵ Re 1.9	⁷⁶ Os 2.2	⁷⁷ Ir 2.2	⁷⁸ Pt 2.2	⁷⁹ Au 2.4	⁸⁰ Hg 1.9	⁸¹ Tl 1.8	⁸² Pb 1.8	⁸³ Bi 1.9	⁸⁴ Po 2	⁸⁵ At 2.2	⁸⁶ Rn -
7	⁸⁷ Fr 0.7	⁸⁸ Ra 0.9	⁸⁹ Ac 1.1															

Lanthanides	⁵⁸ Ce	⁵⁹ Pr	⁶⁰ Nd	⁶¹ Pm	⁶² Sm	⁶³ Eu	⁶⁴ Gd	⁶⁵ Tb	⁶⁶ Dy	⁶⁷ Ho	⁶⁸ Er	⁶⁹ Tm	⁷⁰ Yb	⁷¹ Lu
Series	1.12	1.13	1.14	-	1.17	-	1.2	-	1.22	1.23	1.24	1.25	-	1
Actinides	⁹⁰ Th	⁹¹ Pa	⁹² U	⁹³ Np	⁹⁴ Pu									
Series	1.3	1.5	1.7	1.3	1.3									

假設有 A、B 兩種元素的原子，A 的電負度較大，當 A、B 原子靠近時，由於 A 原子的電負度較大，因此會把 B 原子的電子部分轉移到 A 原子上面，如此的電子轉移會造成 A 原子周圍電子雲的膨脹；平均而言，原子核對電子的吸引力降低，也就是電子束縛能下降，如此的現象對應到歐傑電子能譜峰值，相較於原始的 A 原子往高能量方向偏移。相對的，對 B 原子而言電子轉移造成電子雲的收縮，原子核對電子的束縛力增加，因此造成歐傑電子能譜峰值相較於原始的 B 原子往低能量方向偏移。

對 Co/Ir(111)系統而言，在鈷的成長過程中發現鈱的歐傑電子能譜峰值位置有往高能量方向偏移的趨勢，這趨勢是由於鈱的電負度較大 $EN_{Ir}=2.2$ 、 $EN_{Co}=1.88$ 。當鈷蒸鍍到鈱(111)面上時，在鈱與鈷接觸面的化學環境下，鈱的鍵結由鈱-鈱鍵結逐漸變為鈷-鈱鍵結，由於鈱比較容易把電子拉過來，如此的電子轉移會造成鈷-鈱周圍電子雲的膨脹，對電子的吸引力降低，也就是電子束縛能下降，因此造成鈱的歐傑電子能譜峰值往高能量偏移。同樣的，在成長過程中發現鈷的歐傑電子能譜峰值位置亦往高能量方向偏移，對鈷而言由鈷-鈱鍵結逐漸變為鈷-鈷鍵結，電子轉移回鈷原子附近造成電子雲的膨脹，鈷原子核對電子的束縛力降低，因此造成鈷的歐傑電子能譜峰值往高能量偏移。

針對 Co/Ir(111)系統去做一系列的加熱退火研究，發現到在退火溫度 450 K 時，鈷開始有擴散現象。以 3 ML Co/Ir(111)為例，利用歐傑電子能譜儀發現到在退火溫度 450 K 以後，鈷開始往鈱(111)內部擴散，退火溫度愈高，擴散效應越明顯，且此時鈱的歐傑電子能譜峰值往低能量方向偏移，同樣的鈷歐傑電子能譜峰值亦往低能量方向偏移。原因是隨著退火溫度的上升，鈷開始往鈱(111)內部擴散，相對之下樣品表面的鈱比例會升高，鈷的鍵結由鈷-鈷鍵結逐漸變為鈷-鈱鍵結，因此鈱的歐傑電子能譜峰值逐漸往低能量方向偏移，鈷的歐傑電子能譜峰值亦往低能量方向偏移。相關討論詳見 4-2-1。

整理 Co/Ir(111)系統有關電負度的討論，我們畫成表格更清楚表示之，如表 2-1 英文版本請見附錄一 所示：

電負度(Electronegativity):

$$EN_{Co} = 1.88, EN_{Ir} = 2.2$$

原子	束縛能	歐傑電子動能	表面行為		鍵結方式
鈷	鈷-鈷<鈷-鈱	鈷-鈷>鈷-鈱	薄膜成長	歐傑電子動能增加，亦即歐傑電子能譜峰值往高能量偏移	鈷-鈱→鈷-鈷
			熱退火處理	歐傑電子動能減少，亦即歐傑電子能譜峰值往低能量偏移	鈷-鈷→鈷-鈱
鈱	鈱-鈱>鈷-鈱	鈱-鈱<鈷-鈱	次原子層的鈷		
			薄膜成長	歐傑電子動能增加，亦即歐傑電子能譜峰值往高能量偏移	鈱-鈱→鈷-鈱
			熱退火處理	需考慮電子平均自由徑與不同的混合態	鈷-鈱→濃度稀薄之鈷與鈱表面
			大於一原子層的鈷		
			薄膜成長	歐傑電子動能不變，亦即歐傑電子能譜峰值固定	
			熱退火處理	需考慮電子平均自由徑與不同的混合態	鈷-鈱→濃度稀薄之鈷與鈱表面

表 2-1

2-4-2 電子親和力[58]

將一個電子加至原子中以形成陰離子的能量變化，稱為電子親和力。電子親和力為負值表示放熱，放熱愈多代表對電子的吸引力愈大，通常非金屬元素的電子親和力均比金屬元素大。對大部分的中性原子和陽離子而言，加入一個電子會放出能量，其電子親和力以負值表示；但有些中性原子及陰離子在加入電子時需要供給能量，其電子親和力就是正值。在週期表裡，從左到右的趨勢，電子親和力是逐漸增大的，但不免有幾個例外：鈹和鎂、氮和磷、氬族元素。鈹原子、鎂原子的 s 層已經填滿電子，再加一個電子就必須填在另一個擁有更高能的電子殼裡。因此鈹原子、鎂原子的電子親和力當然是零。在氬族元素尤其顯著：氬族元素的 s 層、p 層都已填滿電子，再加一顆電子就要跳到比主量子數 n 大的電子殼裡去。氮原子和磷原子各有半滿的 p 層，它們也特別穩定。我們查閱相關元素的電子親和力，最新資料顯示值為 Ir=1.5638 eV、Co=0.662 eV、C=1.26 eV 和 O=1.4611 eV [57,60]。

Periodic Table of the Electron Affinities^[57]

Period	Group																	
	IA	IIA	IIIB	IVB	VB	VIB	VIIIB	VIII B			IB	IIB	IIIA	IVA	VA	VIA	VIIA	18
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	
1	¹ H 0.75																	² He 0
2	³ Li 0.62	⁴ Be <0.5											⁵ B 0.28	⁶ C 1.26	⁷ N 0	⁸ O 1.46	⁹ F 3.4	¹⁰ Ne 0
3	¹¹ Na 0.55	¹² Mg 0											¹³ Al 0.44	¹⁴ Si 1.39	¹⁵ P 0.75	¹⁶ S 2.08	¹⁷ Cl 3.62	¹⁸ Ar 0
4	¹⁹ K 0.5	²⁰ Ca <0.5	²¹ Sc 0.19	²² Ti 0.08	²³ V 0.53	²⁴ Cr 0.67	²⁵ Mn 0	²⁶ Fe 0.16	²⁷ Co 0.66	²⁸ Ni 1.16	²⁹ Cu 1.23	³⁰ Zn 0	³¹ Ga 0.3	³² Ge 1.2	³³ As 0.81	³⁴ Se 2.02	³⁵ Br 3.36	³⁶ Kr 0
5	³⁷ Rb 0.49	³⁸ Sr <0	³⁹ Y 0.31	⁴⁰ Zr 0.43	⁴¹ Nb 0.89	⁴² Mo 0.75	⁴³ Tc 0.55	⁴⁴ Ru 1.14	⁴⁵ Rh 1.14	⁴⁶ Pd 0.56	⁴⁷ Ag 1.3	⁴⁸ Cd 0	⁴⁹ In 0.3	⁵⁰ Sn 1.15	⁵¹ Sb 1.15	⁵² Te 1.97	⁵³ I 3.06	⁵⁴ Xe 0
6	⁵⁵ Cs 0.47	⁵⁶ Ba <0	⁵⁷ La 0.5	⁷² Hf 0	⁷³ Ta 0.32	⁷⁴ W 0.82	⁷⁵ Re 0.12	⁷⁶ Os 1.12	⁷⁷ Ir 1.57	⁷⁸ Pt 2.13	⁷⁹ Au 2.31	⁸⁰ Hg 0	⁸¹ Tl 0.3	⁸² Pb 0.37	⁸³ Bi 0.95	⁸⁴ Po 1.9	⁸⁵ At 2.8	⁸⁶ Rn 0
7	⁸⁷ Fr	⁸⁸ Ra	⁸⁹ Ac															

Lanthanides Series	⁵⁸ Ce	⁵⁹ Pr	⁶⁰ Nd	⁶¹ Pm	⁶² Sm	⁶³ Eu	⁶⁴ Gd	⁶⁵ Tb	⁶⁶ Dy	⁶⁷ Ho	⁶⁸ Er	⁶⁹ Tm	⁷⁰ Yb	⁷¹ Lu
	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
Actinides Series	⁹⁰ Th	⁹¹ Pa	⁹² U	⁹³ Np	⁹⁴ Pu									

一般說來，當一原子電負度愈大，其電子親和力也愈大，而電負度與電子親和力在原子形成鍵結時則扮演類似角色，以 Co/Ir(111)系統為例，由於鈹的電子親和力較大，比較容易把電子拉過來，如此的電子轉移會造成鈹原子周圍電子雲的膨脹，對電子荷的吸引力降低，

也就是電子束縛能下降；相對的，對鈷而言電子轉移造成電子雲的收縮，原子核對電子的束縛力增加，因此在鈷的成長過程中以及一系列 Co/Ir(111)的加熱退火研究也和前一章節 2-4-1 電負度 有著相似的討論。

第三章 儀器設備與工作原理

3-1 超高真空系統(UHV)

3-1-1 真空的定義

想要做出好的表面分析研究結果，良好的真空環境是絕對必要的，然而會影響真空的因素實在太多了：大到真空腔體的材料設計，小到接合處所使用的螺絲都有可能；所以在介紹製膜設備前，我們必須先對基本的真空理論，以及可能影響真空度的因素做系統性的認識了解，以期能備製較為良好的真空環境。

真空(vacuum)這個名詞字義上係表示絕對沒有任何物質存在的空間，但是這個空間到目前為止還沒有人找到，也沒有任何方法可以造成，所以絕對空間是不存在或者是不可能造成的。因此相對於大氣，我們製造出一個氣體分子密度較小，降低空間中氣體分子對實驗結果影響的環境。

一般的真空應用考量氣體平均自由徑之影響，在中高真空就已足夠，但若要進行表面研究，則真空度非到 $10^{-9} \sim 10^{-10}$ mbar 不可。因為即使是在 10^{-9} mbar 的壓力下，根據估計在半個小時之內就會有一層氣體分子附著在樣品表面(假設附著機率是 1) [25]。對於許多種表面探測儀器的有效訊息只在最外層幾層原子的靈敏度來說，表面若附著其他雜質分子，勢必會影響到表面訊息的精準。

下表是對在不同的真空度下，各種氣體運動參數的整理[27]：

$$n = \frac{\text{分子數}}{\text{cm}^3}, \text{ 在 } 0 \text{ 時, 每立方公分所含的分子數。}$$

$$= \frac{\text{入射分子數}}{\text{cm}^2}, \text{ 在 } 0 \text{ 時, 每平方公分每秒鐘的入射分子數。}$$

$$= \text{平均自由徑, 單位為 cm。}$$

$$= \text{假設附著機率為 1 時, 單分子層形成的時間。}$$

壓力(mbar)	10^3	10^{-6}	10^{-8}	10^{-10}	10^{-12}
n	2.7×10^{19}	2.7×10^{10}	2.7×10^8	2.7×10^6	2.7×10^4
ν	2.8×10^{23}	2.8×10^{14}	2.8×10^{12}	2.8×10^{10}	2.8×10^8
λ	6×10^{-6}	6×10^3	6×10^5	6×10^7	6×10^9
τ	3×10^{-19}	3 秒	5 分	8.5 小時	35 天

表 3-1 不同壓力下氣體分子的各種參數值[27]

通常我們會使用「托爾」(Torr)做為量度氣壓的單位，一托爾約為一毫米汞柱高的氣壓。也常用巴(bar)或毫巴(mbar)作單位，1 Torr=1.33 mbar。依照空間中殘餘氣體的量，我們可將真空分為[30,42~45]：

(1) 普通真空：

或稱為低真空，其壓力約從小於一大氣壓(760 Torr)到 10^{-3}

Torr 常用於化學蒸鍍上。

(2) 高真空：

壓力範圍為 $10^{-4} - 10^{-8}$ Torr 的空間，常用於濺鍍、真空蒸

鍍、低倍率電子顯微鏡。

(3) 超高真空：

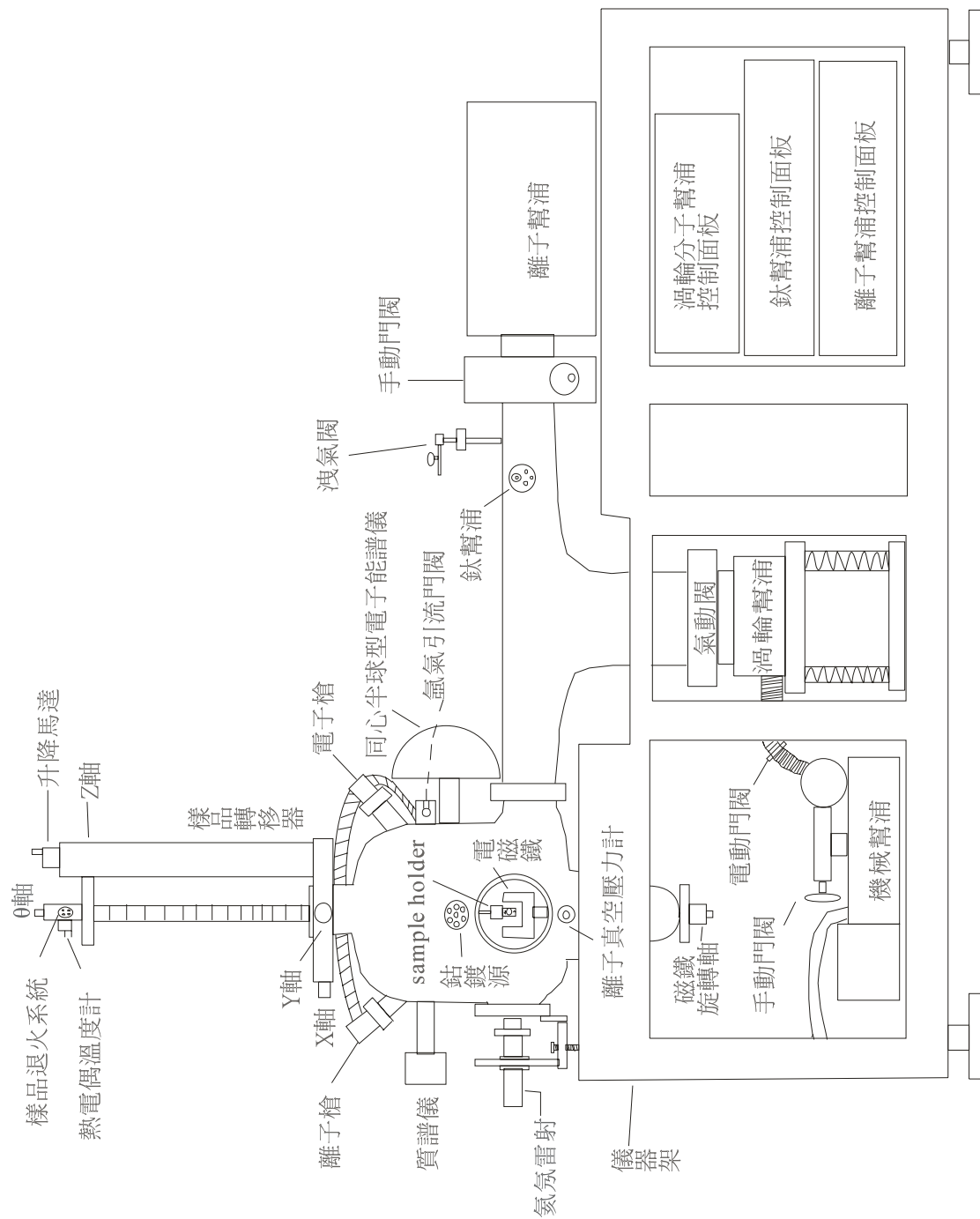
氣壓低於 10^{-9} Torr，是做表面分析所必須的環境，如：電子能譜化學分析儀(ESCA)、掃描式電子顯微鏡(SEM)、分子束磊晶(MBE)皆須超高真空的環境。

	粗真空	中真空	中高真空	高真空	超高真空
壓力範圍 (Torr)	760 - 100	100 - 1	$1 - 10^{-4}$	$10^{-4} - 10^{-8}$	10^{-9}
分子數/cm ³ (at 20 °C)	2.5×10^{19} 至 3.3×10^{18}	3.3×10^{18} 至 3.3×10^{16}	3.3×10^{16} 至 3.3×10^{13}	3.3×10^{13} 至 3.3×10^9	3.3×10^8
平均自由路 徑(λ ; cm)	5×10^{-6} 至 5×10^{-5}	5×10^{-5} 至 5×10^{-3}	5×10^{-5} 至 5	5 至 5×10^4	$>5 \times 10^4$

表 3-2 不同真空度的區分和相對物理參數[27]

3-1-2 超高真空系統裝置[46]

本實驗室之超高真空系統包含超高真空腔、抽氣系統、蒸鍍系統、壓力量測系統、樣品清潔系統、樣品溫度控制系統、樣品轉移器、分析儀器系統和繼電保護系統等設備。圖(3.1)為超高真空系統簡易配置圖。



圖(3.1) 超高真空系統簡易配置圖

(1) 超高真空腔

本實驗室所使用的超高真空腔體為自行設計，英國 CVT 公司承製。

(2) 抽氣系統

本實驗室的抽氣系統包含以下四部份，目前真空最低壓力可達 3×10^{-10} Torr。

(2-1) 機械幫浦：

可從大氣狀態抽到 10^{-3} Torr。幫浦上面附有一組分子篩過濾器，在其中裝有許多吸油粒子，其主要功能是避免幫浦裡面的油氣回滲進入真空腔體，當分子篩過濾器吸附油氣達飽和時，可以利用加熱棒對分子篩過濾器進行烘烤，趕走油氣。本實驗室的機械幫浦為 PFEIFFER VACUUM 公司所製，型號為 DUO 10C。

(2-2) 渦輪分子幫浦：

其工作壓力達 2×10^{-10} Torr，主要是利用高速轉動的葉片撞擊氣體分子，使其獲得動能而向高壓處運動，達到抽氣的目的，優點是較機械幫浦安靜，且到達更低的真空，缺點為價格昂貴，且因為利用扇形葉片高速轉動，所以容易有震動的問題。本實驗室的渦輪分子幫浦為 PFEIFFER VACUUM 公司所製型號為 TMU 521 P，抽氣速率 520 liter/sec。

(2-3) 離子幫浦：

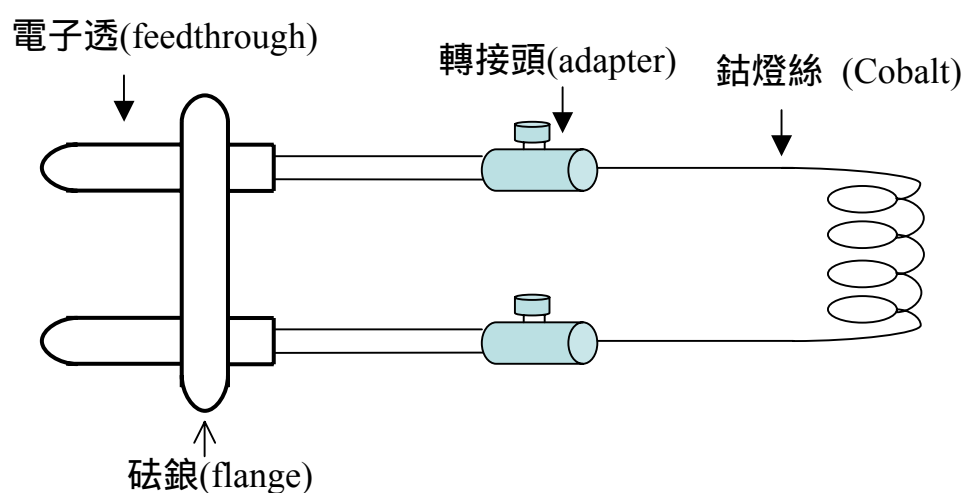
其工作壓力是從 $10^{-7} \sim 10^{-11}$ Torr。離子幫浦的基本原理是將真空系統中的氣體分子離子化，然後加負電壓將其吸附在鈦板上。離子幫浦優點很多，例如：操作時寂靜無聲、清潔(無油)、不用冷卻或冷凍劑、操作時所需能量少、壽命長、、、等等優點，雖然有許多優點，然而在實際應用上仍有一些問題存在，如：體積大、重量重、且不適合從低真空抽氣，然而對於本實驗最大影響是離子幫浦需使用永久磁鐵，在幫浦附近會有雜散磁場，這對於實驗中磁性數據的量測會造成影響，因此在儀器位置的設計上，我們將離子幫浦較一般儀器遠離磁光柯爾效應儀，且選擇絕緣層較為完善的離子幫浦。

(2-4) 鈦昇華幫浦：

此幫浦常配合其他高真空幫浦來應用，以增高真空度，其對各種氣體除了惰性氣體之外，均有不錯的抽氣效用。其工作原理是利用大電流加熱鈦燈絲，使鈦金屬昇華為氣體，而由於鈦容易游離，活性也大，容易黏附其他原子，所以可以吸附剩餘的雜質氣體，然後經由其他幫浦抽掉或吸附起來。本實驗室的鈦昇華幫浦為英國 CVT 公司所製，型號為 TSPC-1，共有三根鈦金屬燈絲，工作電流為 40~50 安培。

(3) 蒸鍍系統

本實驗室是採用蒸鍍的方式鍍膜，Co 可以直接昇華，因此採用直熱式的設計。將 Co 鍍源製作好後，直接在電子透(feedthrough)上接上轉接頭(adapter)，將鍍源固定於轉接頭上，如圖(3.2)所示。直接由電子透上通與電流，即可使 Co 鍍源發熱，放出 Co 原子。Co 鍍源的工作電流為 3.9 安培



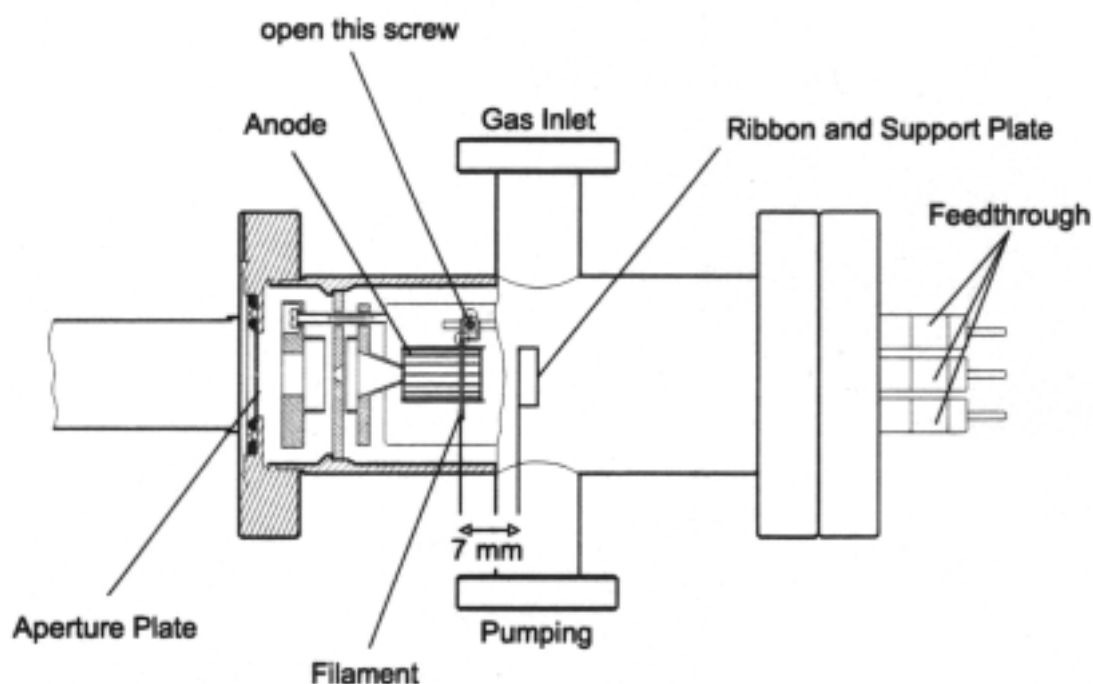
圖(3.2) 鍍源結構圖

(4) 壓力量測系統

此系統包含量測粗真空壓力的熱電偶真空壓力計(thermocouple gauge) (大於 10^{-4} mbar)及量測超高真空壓力的離子壓力計(ion gauge) (小於 10^{-4} mbar)。此系統為 ARUM MICROELECTRONICS 公司所製，型號為 PGC2D。

(5) 樣品清潔系統

本實驗室是利用離子濺射(ion sputtering)的方法來清潔 Ir(111)基材表面上的雜質。首先使用微調閥門將氬氣引入真空腔體中，加上高電壓將氬氣分子游離成氬離子，以 45° 角打向基材表面，使原本附著在基材表面上的雜質，因為氬離子的撞擊而脫落。在做離子濺射時，我們會將真空腔體與離子幫浦間的手動門閥關閉。實驗時之離子濺射工作條件為：離子動能為 1500 eV，氣體壓力為 4×10^{-5} Torr。圖(3.3)[48]為離子槍結構圖。離子槍為 OMICRON 公司所製，型號為 ISE 10。



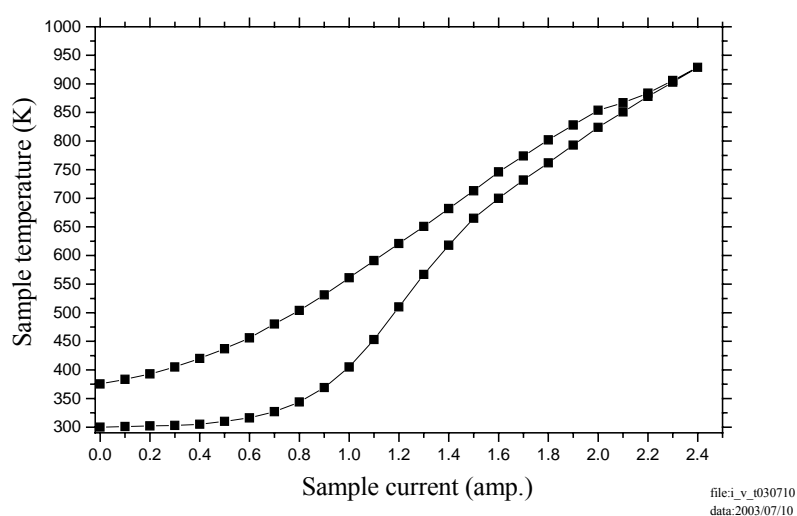
圖(3.3) 離子槍結構圖[48]

(6) 樣品溫度控制系統

基材在經過濺射清潔過後，其表面原子會被打亂，形成凹凸不平

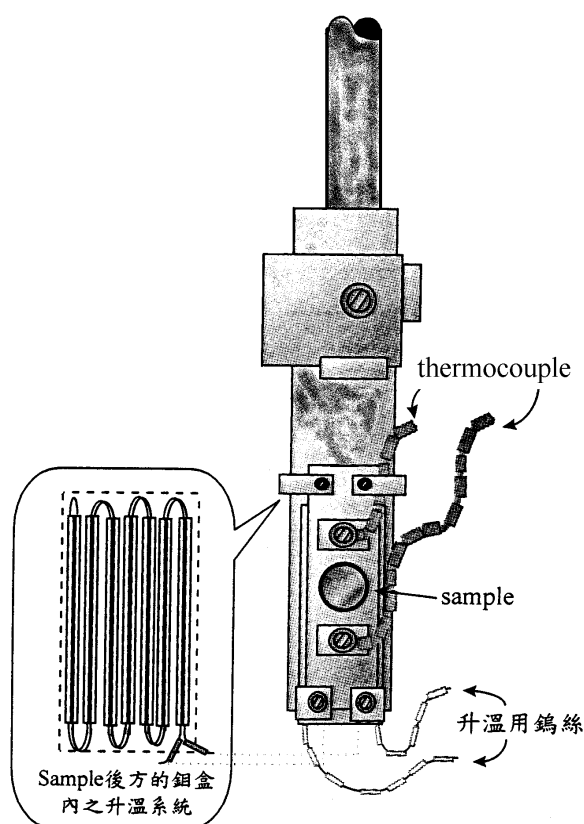
整的面，因此我們必須對基材進行退火步驟(annealing)，藉此提供足夠的能量給基材表面的原子，使其重新排列成 Ir (111)的結構，才能有結構規則的單晶面以做實驗。所謂的退火，就是將電流通過穿有陶瓷的鎢絲，間接對基材加熱，使原本被氫離子打亂的基材表面原子獲得足夠的動能，重新排列到能量最低的位置。除此之外，退火過程也可以將一些吸附在基材表面上的雜質趕走。

一般來說，往往會有許多碳吸附在基材表面上，而碳又是最難以清除的雜質，唯一的辦法是不斷的反覆進行濺射及退火步驟，直到碳完全清除。當用歐傑電子能譜儀確定 Ir (111)基材上沒任何雜質時，最後再對基材進行約 2 個小時的退火處理，接著慢慢降至室溫，便能開始鍍膜。經過測試，只需要通過 2.4 安培，即可以達到我們所需要的退火溫度 925 K，見圖(3.4)。



圖(3.4) 電流與溫度圖

圖(3.5)[46]為本實驗中所使用的樣品平台及其樣品溫度控制系統。在樣品平台上裝有一組 K-type 的熱電偶溫度計(thermocouple)，我們只需要將其接上掌上型電表，便可以量到基材溫度。而升溫設計是利用鎢絲穿過多段的雙孔陶瓷(ceramic)形成柵狀排列，再將其放於鉬盒內，置於基材後方，如此只要將電流通過鎢絲使其發熱在傳導熱能至基材即可。當基材在加熱時，鎢絲正通著電流，若需要轉動樣品轉移器來移動樣品位置時，容易有陶瓷滾動而導致鎢絲短路燒斷的情形發生，所以此雙孔陶瓷採扁形設計，讓轉動樣品轉移器時比較不易滾動。



圖(3.5) 樣品平台及溫度控制系統[46]

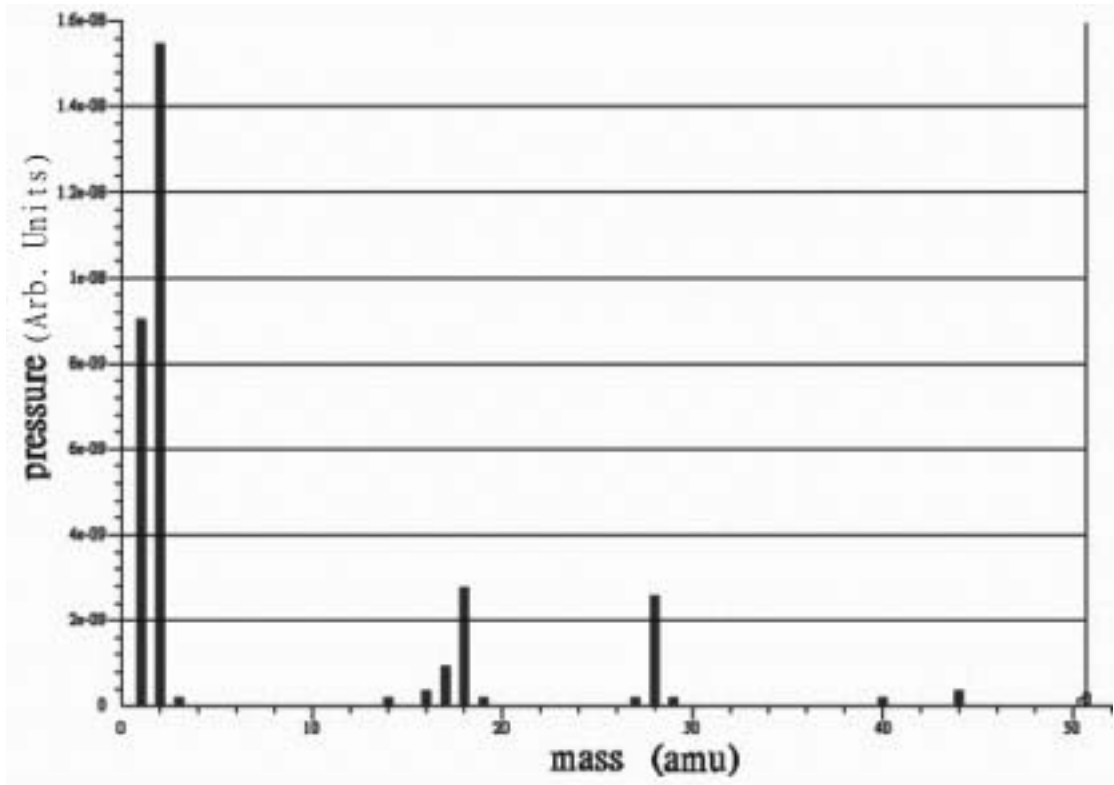
(7) 樣品轉移器

包含了可以控制樣品位置的 x 軸、y 軸、z 軸與角度 θ 角旋鈕，用來加熱樣品或釋氣的加熱鎢絲與絕緣陶瓷，以及用來量測溫度的熱電偶。

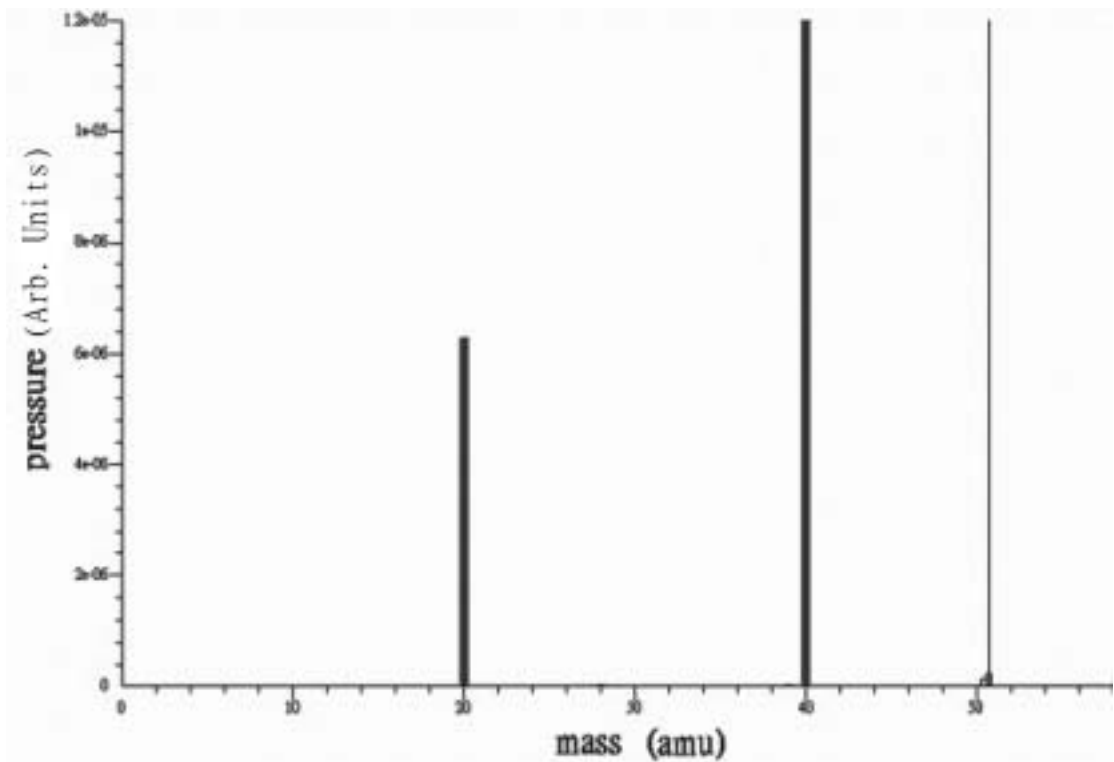
(8) 分析儀器系統

(8-1) 質譜儀：可監測、分析真空腔體內雜質的成分。圖(3.6)為 $P = 5 \times 10^{-10}$ Torr 時，真空腔中殘餘氣體成分及含量圖，殘餘氣體主要為 H_2 、 H_2O 和 CO 以及微量的 Ar 及 CO_2 。圖(3.7)為濺射清潔樣品時，以質譜儀所分析而得的氬氣成分及含量圖，可見大部分氣體為 Ar 。本實驗室所使用的質譜儀為 HIDEN ANALYTICAL 公司所製，型號為 HAL RC 201。

(8-2) 歐傑電子能譜分析儀：本實驗室所使用的歐傑電子能譜分析儀是半球形電子能量分析儀 (concentric hemispherical analyzer ; CHA)，可分析表面原子元素、成分比例、厚度和成長模式，此分析儀為 OMICRON 公司所製，型號為 EA 125。



圖(3.6) $P = 5 \times 10^{-10}$ Torr 時質譜儀分析圖



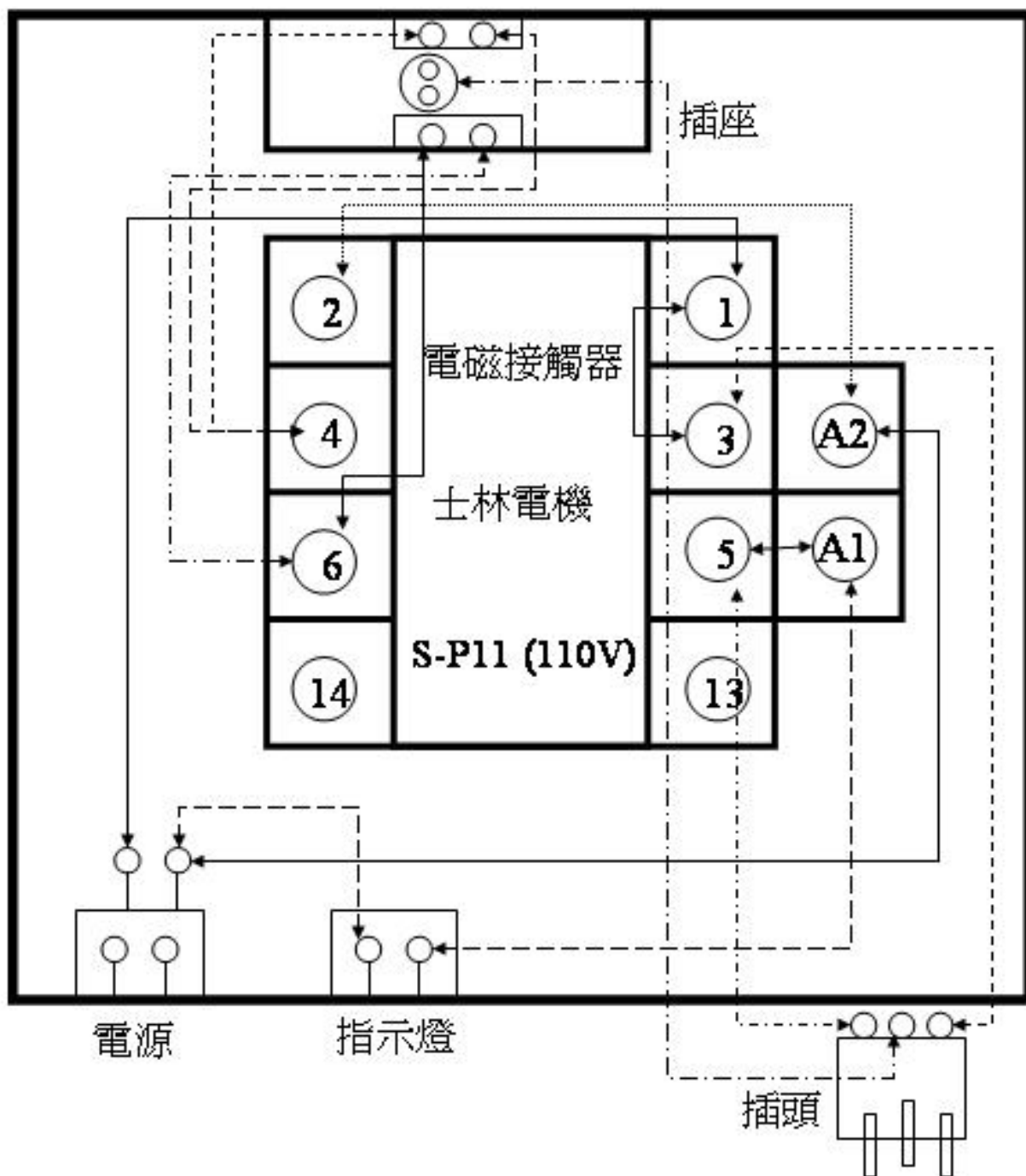
圖(3.7) 濺射清潔基材時質譜儀分析圖

(9) 繼電保護系統

本實驗室製作了多組 110 V 和 220 V 的繼電保護系統，分別將抽氣線路上的氣動門閥、電動門閥以及其他儀器設備電源接在繼電保護系統上，此舉可避免跳電時大氣回灌真空腔體，並可防止電力恢復時產生的突波造成儀器損害，圖(3.8)為繼電保護裝置圖。

(10) 表面磁光柯爾效應系統(surface magneto-optic Kerr effect)

本實驗室的表面磁光柯爾效應系統包含了：雷射光源、可調式光圈、偏振器、光偵測器、可程式數位電表及電源供應器、IEEE488 介面卡、電磁鐵，在章節 3-3 將作更詳細的介紹。



圖(3.8) 繼電保護裝置圖

3-1-3 達到超高真空的步驟

要從一大氣壓(7.6×10^2 Torr)達到超高真空(10^{-10} Torr 以下)往往需花費一段很長的時間，若非迫不得已，儘可能的避免破真空。若無法避免，能將破真空的時間縮短，則恢復真空的時間也就越短。接著我將介紹本實驗室此系統如何達到超高真空的步驟：

1. 首先確認機械幫浦上面的手動門閥以及電動閥和氣動閥是開啟的狀態，各個真空視窗(viewport)及砧碯(flange)已均勻鎖緊，便可使用機械幫浦進行粗抽。約 10 分鐘後，粗抽壓力應可進到 10^{-2} Torr (thermocouple gauge 的讀值)以下，此時便可準備開啟渦輪分子幫浦。
2. 開啟渦輪分子幫浦後，控制器的顯示面板會出現渦輪分子幫浦的轉速，大約 4 分 50 秒後便可全速，其轉速是 833 Hz，換算可得每分鐘 50,000 轉，若無法到達全速表示真空腔體仍有氣漏，須再次檢查各個真空視窗及砧碯是否已均勻鎖緊。
3. 在渦輪分子幫浦全速後，最好在經過 1 小時半或 2 小時後再開啟離子真空壓力計，此時壓力應該會進入 10^{-6} 以下。若在開啟離子真空壓力計後壓力下不去，須進行測漏檢查。可用丙酮針對真空視窗及砧碯進行測漏，對於裝有 O 形環的地方則改以甲醇測漏，避免丙酮侵蝕 O 形環造成損壞而無法達到氣密的功能。

4. 確定整個腔體並無漏氣，即可開始對真空腔體、分析儀、渦輪分子幫浦及離子幫浦進行烘烤。先將加熱帶(heating tape)纏繞在真空腔體及分析儀外，並避免加熱帶互相交疊造成損害或橫跨過真空視窗使視窗破裂。
5. 接著先在真空視窗墊一層厚厚的圓形鋁箔紙(aluminum foil)，避免烘烤時受熱不均而導致破裂。在樣品轉移器的 Z 軸上裝有風箱形接管(bellows)，因此須先在風箱形接管外面包上一層鋁箔紙，然後再繞上加熱帶，最後再包一層鋁箔紙。在離子槍、電子槍...等有燈絲的儀器，於真空腔體外其外部接腳應填塞鋁箔，但不可將其接腳折斷或彎曲。
6. 使用三用電表量測所有的加熱帶與真空腔體間必須絕緣，然後將整個真空腔體以及分析儀由下往上包一層鋁箔，在繞有加熱帶的部位插上溫度計。
7. 一切準備就緒後，便可開始進行烘烤。將電源供應器或變壓器接到繼電保護系統，然後開始升電壓，在升電壓的過程中切莫操之過急，以免溫度上升過高，造成無可挽回的損害。至於渦輪分子幫浦的烘烤，只需在控制器操作，開啟 heating 的功能。
8. 在烘烤時，真空腔體溫度以不超過 120℃，而分析儀以不超過 150℃為佳，至於有風箱形接管的地方不超過 100℃，有 O 形環的

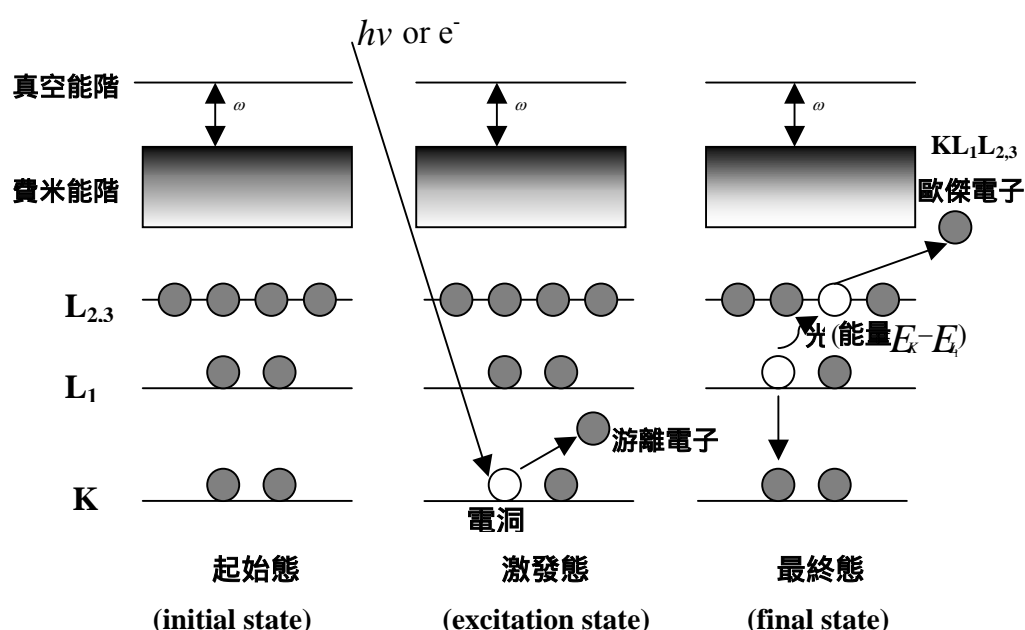
部份不超過 70 (氣動閥門及離子幫浦的手動閥門)。同時可設定鈦幫浦每 12 小時執行 60 秒，加速壓力的下降。依照經驗，渦輪分子幫浦只需要 10 小時與真空腔體一起烘烤，一般是在系統烘烤之 10 小時後停止其加熱，而真空腔體烘烤時間大約 48 小時左右，不過實際情況應以當時的壓力環境為主要參考。

9. 烘烤後可將溫度降至 70 左右，而分析儀約 100 左右，以利進行燈絲釋氣。可從較粗的燈絲開始進行釋氣，建議先從離子真空壓力計、質譜儀開始，接著依序為電磁鐵、離子槍、蒸鍍源、基材，最後為電子槍。在釋氣過程中，須注意壓力盡量不要高於 1×10^{-8} Torr；尤其是電子槍，須在低於 5×10^{-9} Torr 壓力以內方可進行釋氣以增長燈絲使用壽命。建議可再進行兩次烘烤，使真空腔體內壓力更為良好，但仍需再一次重複以上燈絲釋氣的步驟。
10. 完成以上步驟，可將整個真空腔體及分析儀降回室溫，結束烘烤。一般而言，烘烤時壓力在進行釋氣過後約會下降一個數量級 (order)，降回室溫後又約會再降一個數量級。例如：烘烤時壓力為 5×10^{-8} Torr，釋氣後為 5×10^{-9} Torr，最後降回室溫時為 5×10^{-10} Torr。

3-2 歐傑電子能譜儀(Auger electron spectroscopy ; AES)

3-2-1 歐傑電子產生機制[46]

歐傑電子的發現最早是法國人 Pierr Auger 於 1924 年發現[49]，故以歐傑電子為名。歐傑電子是由歐傑效應(Auger effect)而來的，圖(3.9)[50]即為 $KL_1L_{2,3}$ 的歐傑電子產生過程：



圖(3.9) 歐傑電子產生過程示意圖[50]

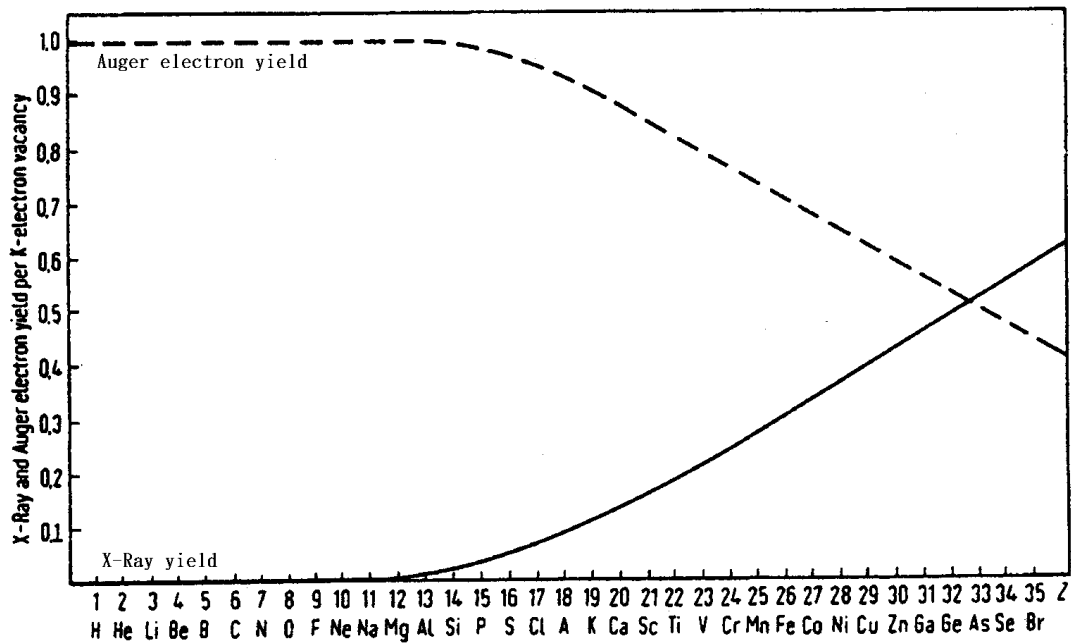
- 原子的初始狀態， E_f 為費米能階(Fermi level)。
- 原子的內層軌域(K)受到高能量 E_i 的入射電子的外力激發而游離， K 軌域即產生一個電洞，使原子成為激發的不穩定態。
- 為了降低這處於游離激發態的原子系統能量，較高能階的電子將會填補此一電洞而釋放出能量，這能量可以轉換成 X 光的形式釋放出來，也可以以無輻射的方式，藉由電子雲重排

釋放出歐傑電子。

- (d) 以歐傑效應為例：較高能階(L_1)的電子將會填補此一電洞而釋放出能量，藉由與同能階或上層軌域($L_{2,3}$)電子之間的庫倫靜電交互作用方式，將能量轉移給 $L_{2,3}$ 電子，當這轉移能量大於 $L_{2,3}$ 電子的束縛能 $E_{L_{2,3}}$ 時，該電子即可脫離電子核的束縛進入自由態，這自由態電子即稱為 $KL_1L_{2,3}$ 的歐傑電子，其動能可以下式表示：

$$E_{KL_1L_{2,3}} = E_K - E_{L_1} - E_{L_{2,3}}$$

然而在填補電洞的過程中到底會產生 X 光還是歐傑電子？這與原子序有很大的關係，如圖(3.10) [51]，基本上，歐傑效應是一個電子重新排列組合的結果。原子序大的原子，電子較多，其互相的牽扯也較多，不易重排，因此產生歐傑電子的機率也較低。反之，原子序小的原子則較易產生歐傑電子。



圖(3.10) 歐傑電子與 X 光的產生機率與原子序的關係[51]

由 $E_{KL_1L_{2,3}} = E_K - E_{L_1} - E_{L_{2,3}}$ ，我們可以知道歐傑電子能量與入射電子動能 E_i 無關，只與原子內各軌域間之能量差有關，因此歐傑電子能譜術具有鑑別表面成分的能力。通常一種原子會放出數種歐傑電子，常見的有 KLL、LMM、 \dots 等等。我們以一個一般的通式來表示歐傑電子能量：

$$E_{XYZ} = E_X - E_Y - E_Z$$

其中，下標的 XYZ 分別代表被游離電子、填補電洞的電子和成為歐傑電子之電子軌域的代號。由於必須有三個電子參與歐傑效應，因此，氫與氦兩種原子序小於三的元素無法產生歐傑電子。在本實驗室 Co/Ir(111)系統上，鈹、鈷、碳和氧歐傑電子訊號主峰的敘述如下

[64,66]：

Ir 154 eV 歐傑電子訊號主峰值為 $N_5N_6N_6$ [64]

Ir 162 eV 歐傑電子訊號主峰值為 $N_5N_6N_7$ [64]

Ir 171 eV 歐傑電子訊號主峰值為 $N_5N_7N_7$ [64]

Ir 229 eV 歐傑電子訊號主峰值為 $N_4O_2O_2$ [66]

Co 95 eV 歐傑電子訊號主峰值為 $M_1M_4M_4$ [66]

Co 775 eV 歐傑電子訊號主峰值為 $L_3M_{45}M_{45}$ [66]

C 272 eV 歐傑電子訊號主峰值為 KL_1L_2 [66]

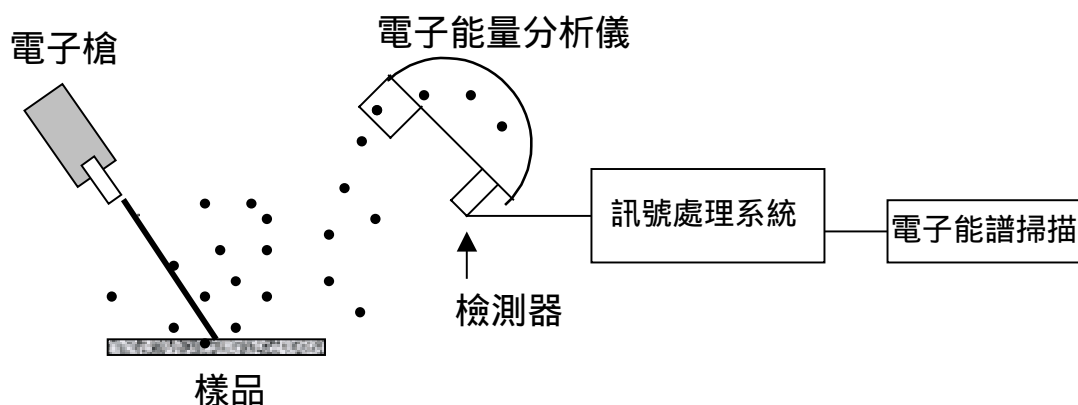
O 512 eV 歐傑電子訊號主峰值為 KL_1L_2 [66]

其中我們針對較表面的原子來加以分析，因為在深層的原子所放出的歐傑電子無法穿透表面，而越上層的原子所放出的歐傑電子越容易被我們測到，且能量越低者是由越表面的原子所發出的，因此選用表面敏感度較高的低能量電子能譜來討論表面原子的行為。

3-2-2 歐傑電子能譜儀的裝置[27]

本實驗室所使用的歐傑電子能譜(Auger electron spectroscopy ; AES)分析儀，主要是由一電子槍與能量分析器所組合，如圖(3.11)所示。以能量約為數千電子伏特的電子束照射樣品，當歐傑電子產生時，我們以一電子能量分析器收集歐傑電子、分析其動能，並在能量分析儀的出口處置一檢測計來統計所通過的電子數目。由於我們的電子槍僅做定位式的入射不具有掃描的功能，所以在電子槍中我們只以

熱燈絲配合高壓來產生初級電子束；配合歐傑電子能譜手冊[53]使用的電壓 3 kV 來激發初級電子。

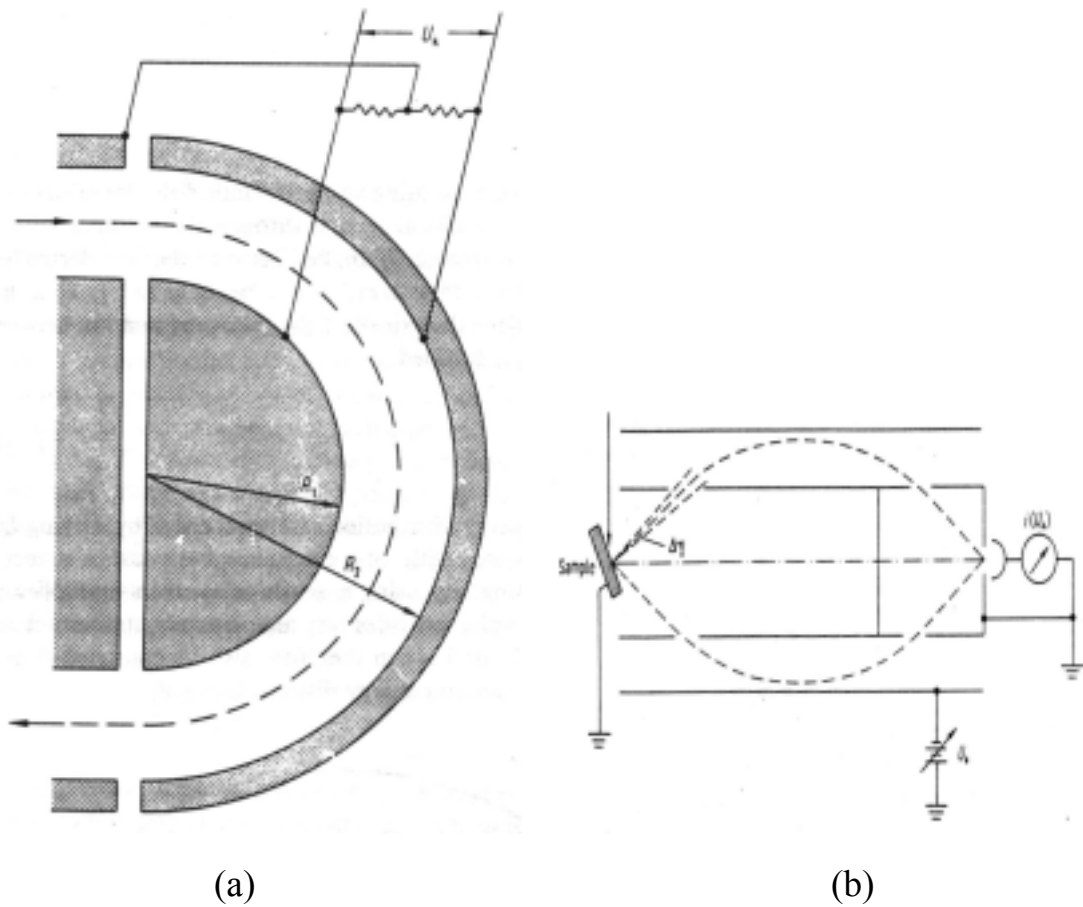


圖(3.11) 歐傑電子能譜分析儀結構示意圖[27]

若想到得到好的歐傑電子能譜圖，則能量分析器的選擇是極為重要一環；能量分析器掌控了分析的解析度、準確度、信噪比和時效性等重要因素，能量分析器的兩大重要特性分別為：能量解析度(energy resolution)，傳送率(transmission)，若想要能區分出微小能量差的粒子，就必須使用較好的靈敏度、及較好的聚焦性質的能量分析器。

一般常見的能量分析器有兩種：半球型偏轉能量分析器(concentric hemisphere analyzer；CHA)及筒鏡分析器(cylindrical mirror analyzer；CMA)，這兩者皆屬於電場偏折擴散的能量分析器，其大致結構如圖(3.12) [51]。半球型偏轉能量分析器，主要是由半徑分別為 R_1 和 R_2 的內外兩個同心半球所組成，在兩球間我們通上電壓 U_k ，在

兩半球的中間會產生一等電位面 圖中虛線 ；當電子射入分析器中，僅有具有某適當能量的電子才能射出，到達檢測計。筒鏡分析器主要是由兩個同軸心的柱狀圓筒組成，通以 U_a 的電壓於外筒，而內筒則接地，電子入射後由於動能的不同會有不同的偏折半徑，只有具有某適當能量的電子才能到達出口，所以我們可以利用不同的電壓使特定動能的電子射出被探測到。



圖(3.12) 能量分析器結構示意圖：

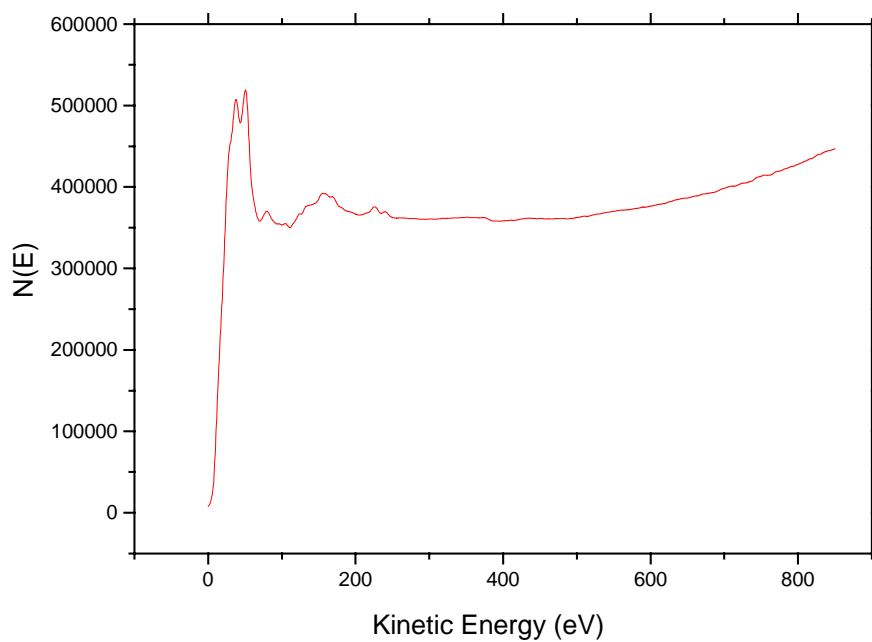
(a)半球型偏轉能量分析器(CHA) (b)筒鏡分析器(CMA) [51]

在本實驗裝置中所使用的能量分析器為 CHA；在相同的能量解析度下，CHA 的穿透率較 CMA 小，所以 CHA 分析器的入口前設計一電子聚焦透鏡，以提高 CHA 的傳輸率和靈敏度，克服前述的弱點 [52]。

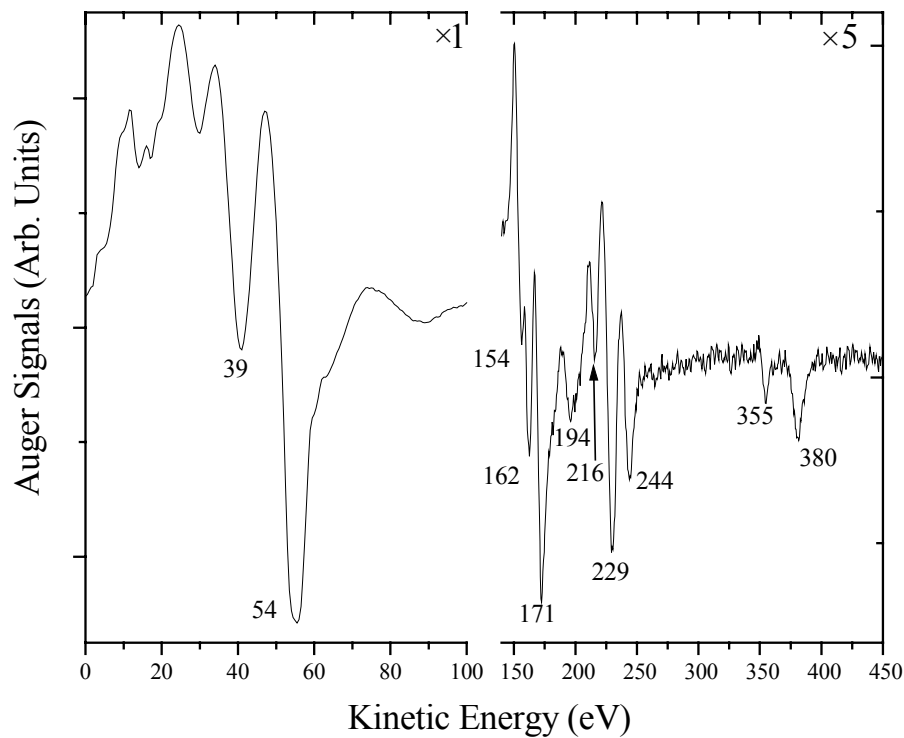
本實驗室經過濺射及退火處理過的鈱(111)單晶，由半球形電子能量分析儀可得到如圖(3.13)所示的歐傑電子能譜圖，由圖(3.13)及圖(3.14)我們可以得知 Ir (111)表面已無其他雜質，且碳與鈱的歐傑訊號比亦低於 0.2，從圖(3.13)中可以發現多個極為明顯的峰值，這些峰值就是鈱的歐傑電子，Ir 39 eV、Ir 54 eV、Ir 171 eV、Ir 229 eV 和 Ir 380 eV 等等，而峰值下的面積即為歐傑電子的個數。接著我們把圖(3.13)做平滑(smooth)與微分，就可以得到圖(3.14)的歐傑電子能譜之微分圖，由圖(3.14)便可以對照我們所量測到的鈱歐傑電子能量是否與歐傑電子能譜術手冊[53]相吻合。

由高斯函數的微積分理論得知，我們所求的電子能量 E 之電子個數會正比於微分圖上極大值與極小值的高度差[51]，所以當我們在做歐傑電子能譜術時，先由同心半球形電子能量分析儀取得歐傑電子能譜圖 $N(E)$ ，再經由電腦軟體計算得到歐傑電子微分圖 $N'(E)$ ，然後計算 $N'_{\max} - N'_{\min}$ 值，並以此值當作電子能譜中峰值能量下的電子個數。此外，在歐傑電子能譜術手冊上所附的各元素的歐傑電子能譜圖都是

經過微分處理，而我們平常用來標記歐傑電子的符號如 Ir 229 eV、
Co 775 eV 等，其數字都是 N'_{\min} 所表示的能量。下頁圖(3.13)、圖(3.14)
為本實驗中所使用材料的 AES 標準圖：



圖(3.13) 銱(111)的歐傑電子能譜圖



圖(3.14) 鈱(111)的歐傑電子能譜圖之微分圖

3-3 表面磁光柯爾效應 (surface magneto-optic Kerr effect ; SMOKE)

3-3-1 磁光柯爾效應理論[21,27,29,37]

當一磁性物質在外加磁場作用下磁化或鐵磁性物質本身自發性的磁化會使得物質本身的折射率產生磁雙折射的現象 (magnetic birefringence) , 即其右旋折射率和左旋折射率不會再相同。此時若一線偏振入射光入射至此一磁性薄膜時, 其反射光之偏振態會由原本之

線偏振光轉換成橢圓偏振；此橢圓偏振光之旋轉角，即橢圓長軸和參考軸之夾角，稱為柯爾旋轉角(Kerr rotation angle θ_k)，以及橢圓偏振光的橢圓率 ϵ_k ，稱之為柯爾橢圓率。 θ_k 和 ϵ_k 皆很小($\ll 1^\circ$)，且與磁性物質的磁化大小 M 成正比，而外加磁場 H_a 的強弱會影響 M 的大小，所以我們藉由測量 θ_k 與 H_a 或 ϵ_k 與 H_a 間的函數關係，可畫出磁滯曲線(magnetic hysteresis loop)圖。

然而磁雙折射的發生及光偏振態的改變，主要是因為磁性物質本身的介電張量 $[\epsilon]$ ，在外加磁場作用下會產生非對角線元素；所以當線性偏振光入射至物質時，我們可將線性偏振光視為右旋圓偏振和左旋圓偏振的組合。由於不同的偏振態擁有不同的折射係數、吸收係數、以及反射係數，所以經過物質的反射後，右旋圓和左旋圓偏振間因傳播速率的不同而產生了相位差，也因被吸收程度不同造成振幅的不同；而此兩種反射光的結合就是我們所得到的橢圓偏振光。

若以數學式的形式來表示； $n_{右}$ 、 $n_{左}$ 分別表示右旋及左旋圓的折射率，則由 Fresnel equations 得知，其反射係數可分別寫為[29,37]：

$$\begin{aligned} r_{右} &= (n_{右}-1)/(n_{右}+1) & ; & & r_{左} &= (n_{左}-1)/(n_{左}+1) \\ &= r_{右} e^{i\psi} & & & &= r_{左} e^{i\delta} \end{aligned} \quad \text{式(3-1)}$$

而入射光可以利用 Jones Matrix 表示為：

$$J_{線} = J_{左} + J_{右} = E_0 \begin{bmatrix} 1 \\ i \end{bmatrix} + E_0 \begin{bmatrix} 1 \\ -i \end{bmatrix} \quad \text{式(3-2)}$$

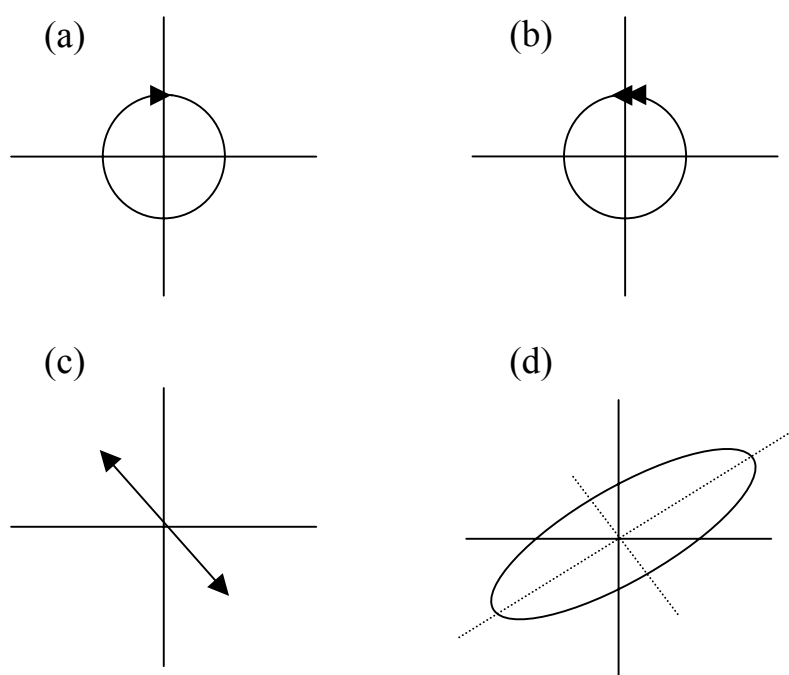
則其反射光則為：

$$\begin{aligned}
 J_{\text{反}} &= r_{\text{左}} E_0 \begin{bmatrix} 1 \\ i \end{bmatrix} + r_{\text{右}} E_0 \begin{bmatrix} 1 \\ -i \end{bmatrix} \\
 &= r_{\text{左}} E_0 \left\{ \begin{bmatrix} 1 \\ i \end{bmatrix} + \frac{r_{\text{右}}}{r_{\text{左}}} e^{i(\psi-\delta)} \begin{bmatrix} 1 \\ -i \end{bmatrix} \right\} \quad \text{式(3-3)}
 \end{aligned}$$

為橢圓偏振形式，且其柯爾旋轉角為：

$$\theta_k = -E_0(\psi - \delta) \quad \text{式(3-4)}$$

其中 ψ 、 δ 分別表示右旋圓和左旋圓之相位角。



圖(3.15) 光偏振狀態示意圖：(a)右旋圓偏振

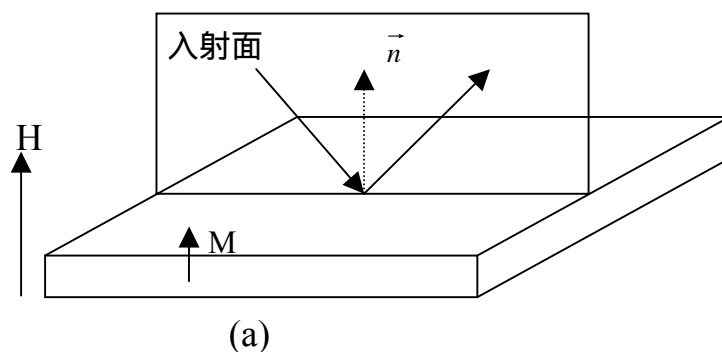
(b)左旋圓偏振(c)線性偏振(和 x 軸夾 45° 角)

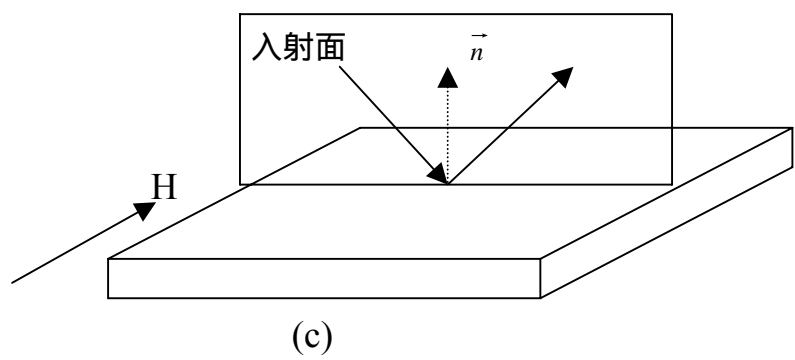
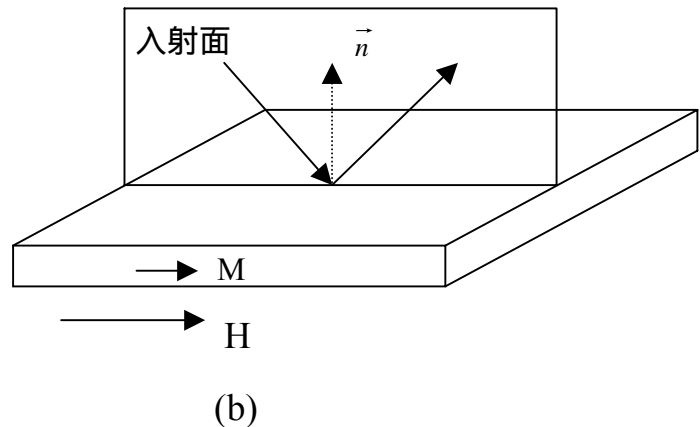
(d)橢圓偏振[37]

依照磁化方向和入射面間的關係，我們可將磁光柯爾效應分成三種形態[21,27,29,37]：

- (1)極向磁光柯爾效應(PMOKE)：磁化方向在入射面上且與法線向量平行。
- (2)縱向磁光柯爾效應(LMOKE)：磁化方向在入射面上但與法線向量垂直。
- (3)橫向磁光柯爾效應(TMOKE)：磁化方向同時與入射面及法線向量垂直。

三種形態的磁光柯爾效應中，極向和縱向的磁光效應只會令入射光的偏振狀態改變，而不會影響光的強度；而在橫向磁光柯爾效應中，光的偏振狀態並不會被改變，只有在使用 p 偏振態的入射光時，其反射光的強度會受到磁化強度的影響[27]，因此我們的實驗室目前是量測極向及縱向的磁光柯爾效應分別量度垂直樣品面及在樣品面方向之磁化曲線。量測三種不同形態之磁光柯爾效應如圖(3.16) [27] 所示：





圖(3.16) 三種不同形態之磁光柯爾效應示意圖：[27]

(a)極向磁光柯爾效應(PMOKE)

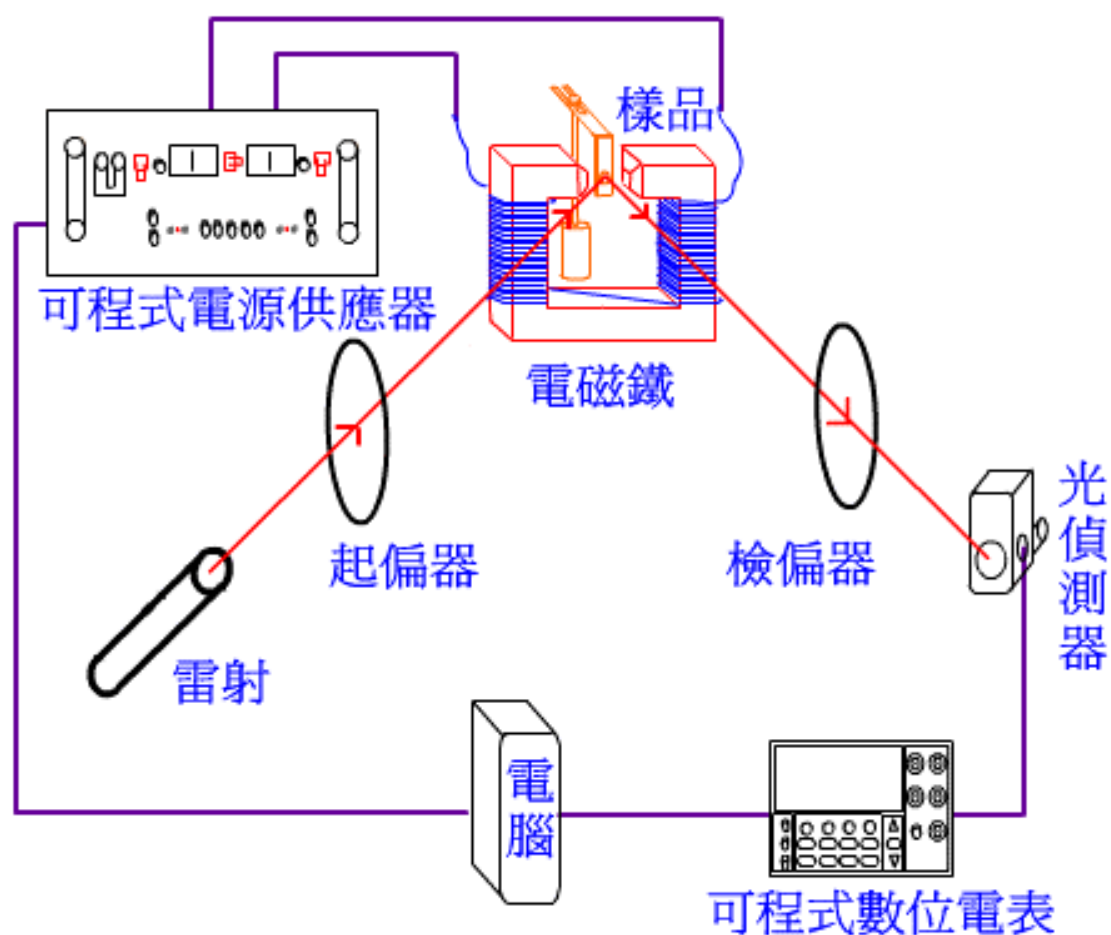
(b)縱向磁光柯爾效應(LMOKE)

(c)橫向磁光柯爾效應(TMOKE)

3-3-2 SMOKE 儀器裝置[27,46]

磁光柯爾效應儀之儀器架設圖如圖(3.17)所示。首先將雷射光源調整為 P 波以 45 °角入射樣品，首先通過高消光比的 Glan-Thompson 起偏器(或稱為偏振器)，以過濾剩餘 S 波，再經由樣品反射通過

Glan-Thompson 檢偏器(或稱為偏振器)，過濾 P 波，最後由光偵測器接收訊號，將訊號轉換成光電流後，並以內建之放大器將光電流訊號放大後，輸出至數位電表，再由數位電表將光電流訊號轉換成電壓值，藉由 IEEE488 介面卡輸入至個人電腦，經由電腦語言程式輔助處理成我們所需要的數據或圖表。實驗中樣品所需之外加磁場，是由電腦控制電源供應器之輸出電流予電磁鐵所產生的。



圖(3.17) 磁光柯爾效應儀之儀器架設圖

器材與元件[46]

(1) 雷射光源

本實驗試所使用的雷射光源為宏惠公司所代理，波長為 632.8 nm 的氦氖雷射，功率 5 mW 的線偏振光，偏振度為 500 : 1，強度穩定度在 2 % 內，型號 61322。

(2) 偏振器

我們所使用的為 Glan-Thompson 偏振器，此為兩塊方解石所製成的高精度晶體檢偏器，具高消光比(1×10^{-6})。

(3) 光偵測器(photodiode)

宏惠公司製造的 Silicon 光偵測器。利用光電效應將雷射光轉換成光電流，並以內建之放大器將光電流訊號放大後輸出，型號為 ST-TO8。

(4) 可程式數位電表

接收光偵測器所輸入之光電流，將之轉換成電壓值輸出，透過 IEEE488 介面卡與電腦連線，交由電腦分析數據，為 Keithley 公司製造，型號 Model 2000。

(5) 可程式電源供應器

為美國 Kepco 公司製造，最大輸出為 $\pm 6A$ 、 $\pm 72V$ ，透過 IEEE488 介面卡，由電腦控制輸出，型號 BOP 72-6M。

(6) IEEE488 介面卡

實驗中以 labview 電腦語言程式撰寫所需之控制程式，再經由 IEEE488 介面卡控制電源供應器及電表。

(7) 電磁鐵

本實驗室以矽鋼片自製，提供外加磁場用的電磁鐵，通過 2.25 安培電流後，中心磁場可達 2000 Oe。

3-3-3 SMOKE 儀器的架設[27]

(1) 磁鐵的架設：

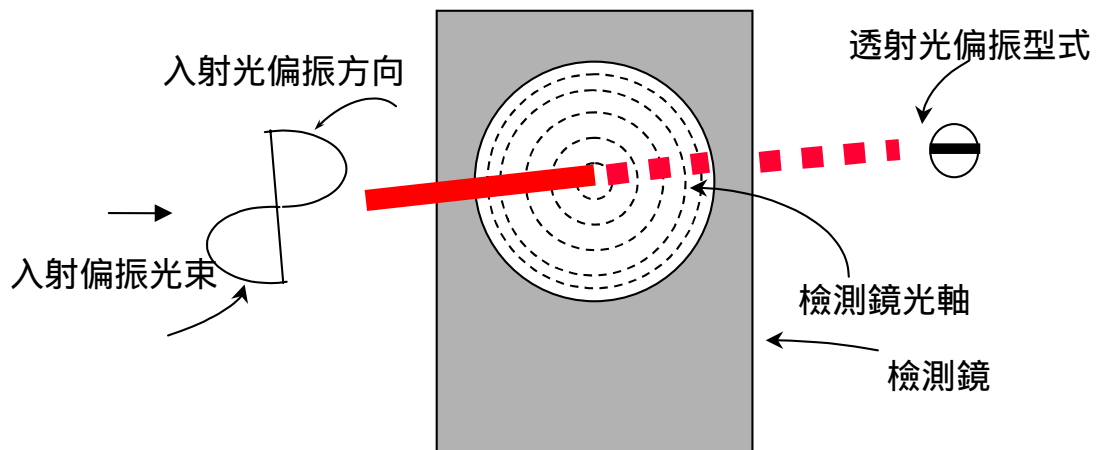
為了避免樣品受到污染，我們的測量必須在超高真空腔中進行；然而超高真空腔的腔體空間有限，而我們的測量又必須有磁場與樣品相互垂直與平行兩種方位；所以在架設磁鐵時，我們必須注意磁鐵和樣品的相互位置，避免磁鐵在旋轉角度時和樣品相撞，也須注意使磁鐵不會擋住雷射光的入射。

(2) 雷射光與起偏鏡：

雖然雷射光的輸出本身已經是線偏振光的形態，但是為了確保其偏振態的可靠度，我們還是在光源前方置一片偏振片。在實驗過程中，我們主要是以 p 偏振光入射，而量測反射光的 s 偏振改變量。所以我們希望能使入射光在 p 方向上有最大輸出量，所以在量測前我們須先以檢測光偏振方向的檢測鏡來確定雷

射入射光的偏振方向為 p 方向，其檢測方式及裝置如下圖(3.18)

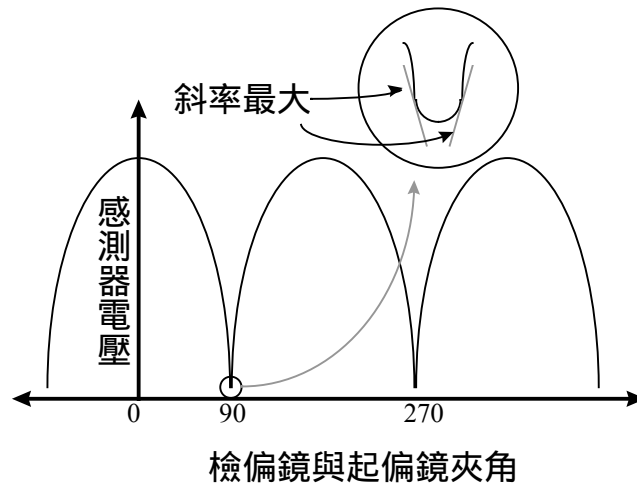
[21]。



圖(3.18) 檢測鏡示意圖[21]

(3) 檢偏鏡與 photo-detector :

一般而言檢偏鏡與起偏鏡的角度相差 90° 時，表示兩者互相垂直，能透射過的偏振光強度最小。但在訊號的檢測上，兩者互相垂直並非是取點的最佳角度，因為以磁光柯爾訊號而言，是取柯爾旋轉角的改變量。因此，如下圖(3.19) [21]所示，應取在感測器強度斜率最大的地方，約為兩偏振鏡夾角 $90^\circ \pm 0.4^\circ$ 的地方 [21]。而反射光束也應垂直於檢偏鏡平面，以取得最佳訊噪比。



圖(3.19) 起偏鏡與檢偏鏡夾角對光感測器接收圖[21]

(4) SMOKE 儀器的架設流程：

1. 首先利用檢測鏡來確定雷射主要是以 p 偏振光入射。
2. 將樣品放置於電磁鐵的中心，且避免樣品觸碰到電磁鐵(至少從平行樣品的方向轉到垂直樣品的方向)。
3. 將電磁鐵轉至平行樣品的方向，然後將雷射光入射在樣品上，此時調整雷射光垂直入射真空視窗(viewport)。若雷射光入射高度和反射高度一致，表示入射光和反射光在同一平面，即雷射光縱向垂直入射；若入射面的真空視窗無雷射水平分光，即雷射光橫向垂直入射。然後安裝光偵測器和檢偏器於雷射光反射後的真空視窗中心。
4. 將調校好的雷射光入射在樣品中央，然後微調樣品的 θ 軸，讓雷射光能夠以 45 度角入射，經由樣品以 45 度角反射，最後可由光偵測器接收。

5. 轉動電磁鐵至垂直樣品方向，檢查雷射光是否會被電磁鐵擋到。
若會被擋到，則水平移動雷射或微轉電磁鐵直至雷射光可以入射樣品且經樣品反射至光偵測器。
6. 確定電磁鐵無論平行或垂直樣品，雷射光都沒有被擋到。若有阻礙，則須重複步驟 4 及步驟 5 來改善此一情形。
7. 找到樣品之一組(X,Y,Z,θ)可同時進行 PMOKE 和 LMOKE 實驗
8. 將起偏器安裝。過程中要確定入射雷射光是置中的，而且是垂直入射。然後開啟可程式數位電表來調整起偏器和檢偏器讓透射過的偏振光強度最小，最後將檢偏器往逆時鐘轉三圈(約 2.475°)來取得最佳訊噪比。
9. 完成以上的步驟後，架設的工作便告一段落，接下來就可以進行儀器操作了。

3-3-4 SMOKE 儀器的操作流程

1. 先確認電磁鐵已在 LMOKE 的位置。
2. 打開雷射光源。
3. 將樣品緩緩降下至電磁鐵的中心。下降的過程中隨時注意樣品是否有觸碰到儀器，快接近電磁鐵時，先轉動樣品 X、Y 軸及 θ 軸到實驗量測的設定值，此時樣品應在電磁鐵中心的上方，接著轉動樣品的 Z 軸，讓樣品緩緩下降到實驗量測的位置，此時樣品便

在電磁鐵中心。

4. 微調樣品的 θ 軸，讓雷射光能夠經由樣品反射到光偵測器。
5. 打開可程式電源供應器及可程式數位電表，接著執行程式，量測樣品的 LMOKE；量測完後，轉動電磁鐵至量測 PMOKE 的位置，再次執行程式去量測樣品的 PMOKE。建議在每次量測前，先執行程式跑兩遍，確定可程式電源供應器及可程式數位電表已被驅動，避免一時疏忽而量測到錯誤的資訊。

第四章 實驗結果與討論

本研究包含薄膜樣品製作及表面特性量測，皆在超高真空環境下進行，背景壓力約 3×10^{-10} Torr，主要使用歐傑電子能譜儀來確定表面原子的相對濃度並以表面磁光柯爾效應儀觀察樣品表面的磁性性質。實驗包含了樣品清潔、Co 薄膜蒸鍍及樣品的熱退火等，利用超高真空系統的歐傑電子能譜儀和表面磁光柯爾效應儀來量度 Co/Ir(111)超薄膜之表面成分和磁性性質，並將所量得的數據加以整理，再深入探討分析。

4-1 Co/Ir(111)之薄膜成長

本系統的歐傑電子能譜儀，主要用於表面成分之測定及膜厚之計算。在表面成分之測定方面，除了用以檢測基材表面之純淨度外，亦觀測薄膜成長之品質；在膜厚計算方面，則利用歐傑電子微分能譜中波峰波谷之差值來求取歐傑電子訊號之強度，再利用比較之方式來界定薄膜厚度。

4-1-1 薄膜成長分析

我們利用歐傑電子能譜所提供的相對濃度關係，藉由電腦程式模擬計算 Co 775 eV 與 Ir 229 eV 的歐傑電子訊號比之理論值，並與鈷在鉱(111)面上的原子層數做關係圖，可推算出薄膜厚度，其計算式如下：

$$R = \frac{I_{Co775}}{I_{Ir229}} = \left[\frac{I_{Co775}^{\infty}}{I_{Ir229}^{\infty}} \right] \frac{1 - e^{-\frac{d}{\lambda_{775}}}}{e^{-\frac{d}{\lambda_{229}}}} = R_0 \frac{1 - e^{-\frac{d}{\lambda_{775}}}}{e^{-\frac{d}{\lambda_{229}}}} \quad \text{式(4-1)}$$

其中 I : 歐傑訊號強度

I^{∞} : 塊材的歐傑訊號強度

$$R_0 = \left[\frac{I_{Co775}^{\infty}}{I_{Ir229}^{\infty}} \right] = \left[\frac{\frac{I_{Co775}}{2.5} / I_{Ag351}}{\frac{I_{Ir229}}{10} / I_{Ag351}} \right] = \left[\frac{\frac{8.9}{2.5} / 13.6}{\frac{4.2}{10} / 13.6} \right] = 8.476 : \text{鈷與鈱的 } I^{\infty} \text{ 比值(歐}$$

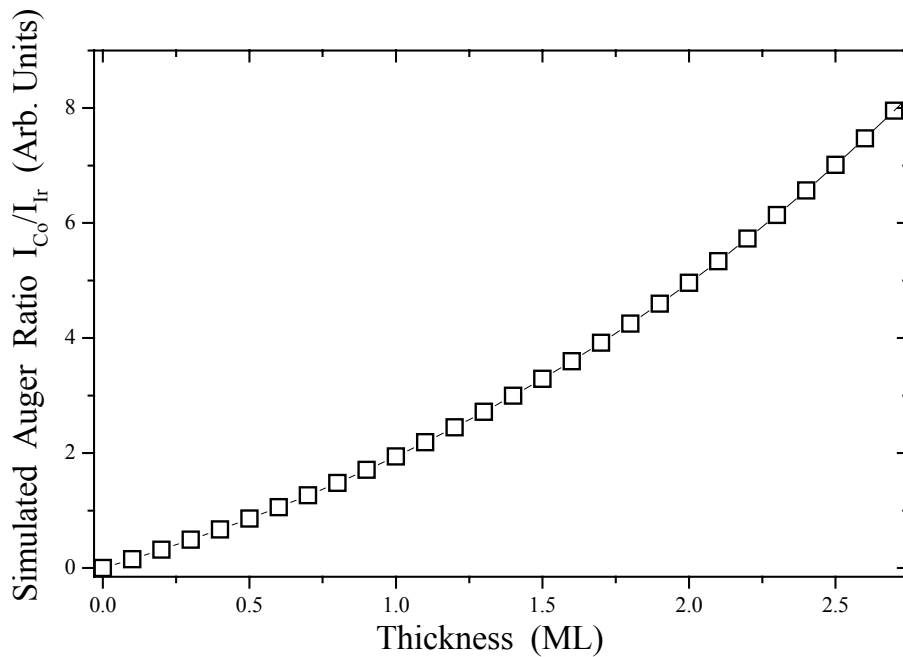
傑訊號相對敏感度)[61]

d : 鈷超薄膜的厚度, 覆蓋一層鈷在鈱(111)表面上為 0.221 nm

$\lambda_{775} \cong 12.27 \text{ \AA}$ 是鈷的電子在 775 eV 時的平均自由徑[62]

$\lambda_{229} \cong 6.7 \text{ \AA}$ 是鈱的電子在 229 eV 時的平均自由徑[63]

我們可以由實驗得到 R 值, 依上式來計算樣品的厚度與覆蓋率。一般說來, 以歐傑電子能譜儀方式求得之薄膜厚度誤差在 10 % 以內。本實驗所使用之 quickBasic 程式詳見附錄二。

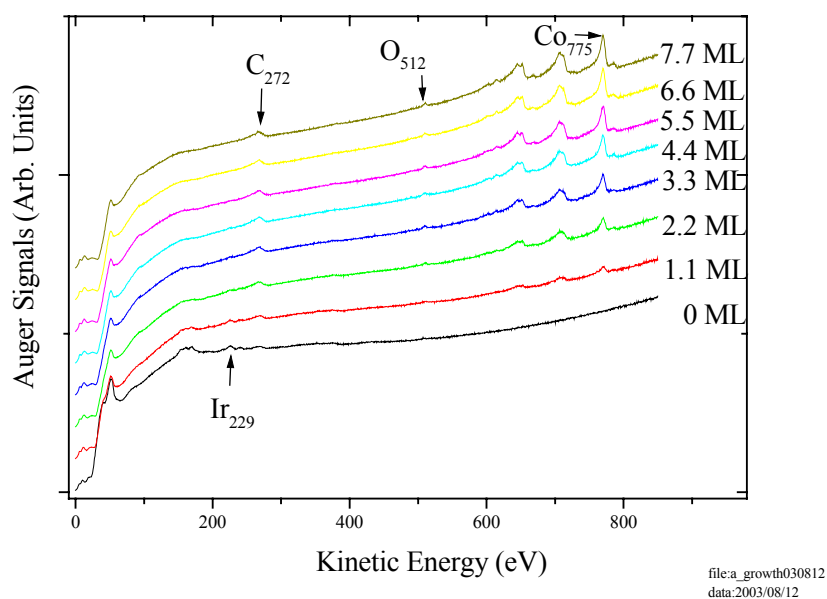


圖(4.1) 理論計算的歐傑訊號比值與原子層數關係圖[46]

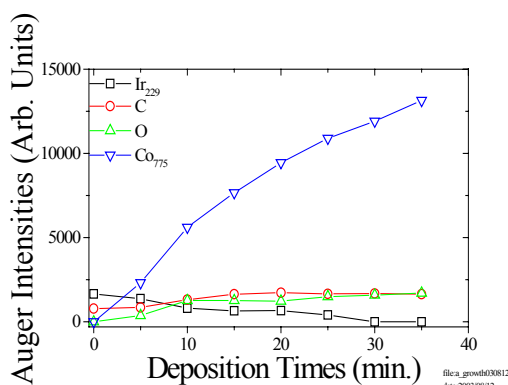
4-1-2 鈷蒸鍍在鈱(111)上的成長行為

在超高真空環境下，首先我們以 Ar^+ 離子反覆濺射並且加熱退火 Ir(111)樣品，接著讓樣品降到室溫 300 K 左右便開始蒸鍍鈷，時間間隔每五分鐘蒸鍍鈷一次，在每次鍍完鈷之後以歐傑電子能譜儀測量，觀察樣品表面組成的變化，如圖(4.2)所示。隨著蒸鍍鈷的時間增加，Co 775 eV 歐傑訊號強度漸增，基底 Ir 229 eV 訊號強度則逐漸衰減；而碳和氧的歐傑訊號強度在蒸鍍鈷的十五分鐘內漸增，十五分鐘後則呈現穩定的狀態，碳跟鈱以及氧跟鈱的訊號強度比在 0.2 以下。由於碳、氧之歐傑電子敏感度較大，其相對濃度在百分之五以內，因此可將雜質對實驗結果的影響排除在外，如圖(4.3)(a)所示。將 Co 775 eV

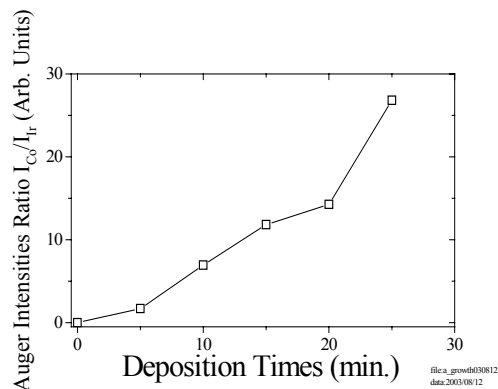
以及基底 Ir 229 eV 此二訊號強度相除，可得歐傑訊號強度比(I_{Co}/I_{Ir}) 隨蒸鍍時間比值關係圖，如圖(4.3)(b)所示。考慮電子在物質中的平均自由徑與穿透深度關係，將圖(4.1)與圖(4.3)(b)比較我們可以估計出約蒸鍍 4.5 分鐘可得一原子層厚度之 Co 薄膜在基底 Ir(111)面上，之後的實驗蒸鍍一原子層厚度的 Co 薄膜所需時間不一樣，原因是鈷燈絲在多次蒸鍍實驗後越來越細造成鍍率不一致，因此在每次蒸鍍實驗都重新估算一原子層厚度所需的蒸鍍時間。



圖(4.2) Co/Ir(111)隨 Co 膜厚增加的 AES 圖



(a)

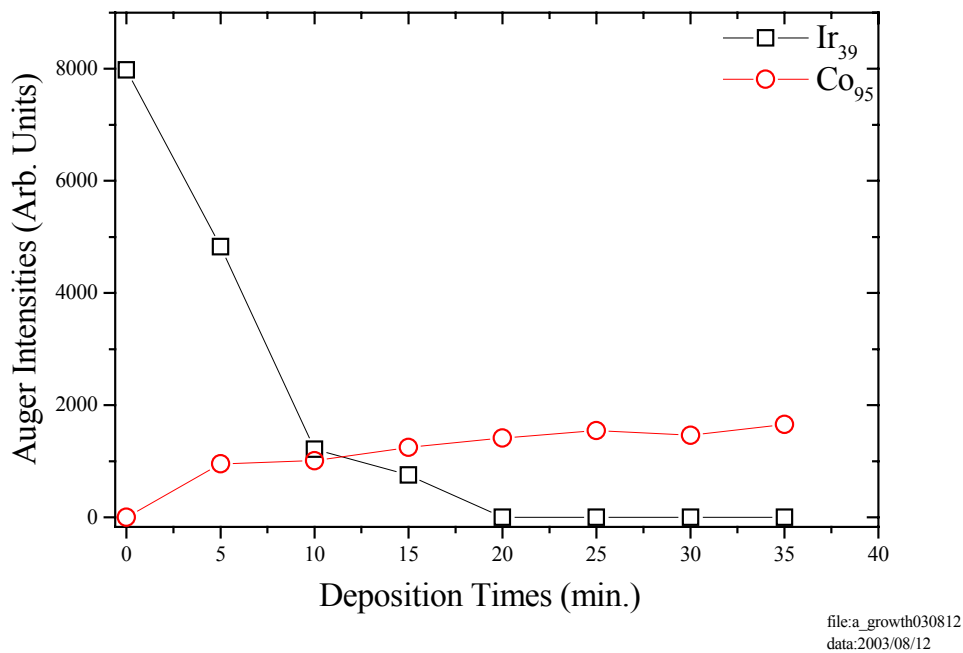


(b)

圖(4.3) (a) Co/Ir(111)的 AES 強度對蒸鍍時間關係圖

(b) Co 與 Ir 之 AES 強度比與蒸鍍時間關係圖

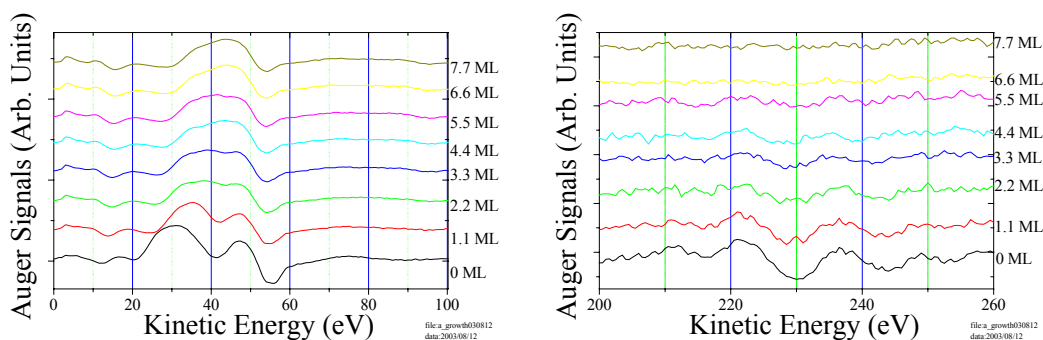
由於低能量電子之表面敏感度較高能量者更好，因此在此也針對基底 Ir 39 eV 訊號強度與 Co 95 eV 歐傑電子能譜訊號強度進行討論。隨著蒸鍍鈷的時間增加，Co 95 eV 歐傑訊號強度漸增而基底 Ir 39 eV 訊號強度則遞減，在蒸鍍時間 20 分鐘後基底 Ir 39 eV 訊號強度已經為零，此時鈷原子層已完全覆蓋基底鈱，並且從圖(4.4)兩個清楚的轉折點可判斷鈷原子是以層接層的方式成長。



圖(4.4) Ir₃₉ 與 Co₉₅ 之 AES 強度與蒸鍍時間關係圖

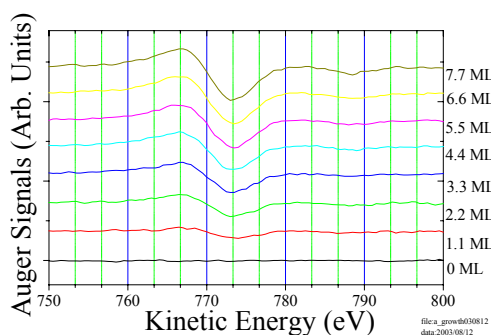
接著我分析了一系列的歐傑電子能譜峰值偏移。基底 Ir 39 eV 訊號強度隨鈷膜厚增加而減少，到了 4.4 原子層之後已無訊號，此時鈷原子層已完全覆蓋基底鈱；基底 Ir 54 eV 歐傑電子能譜峰值則隨鈷膜厚增加往 Co 53 eV 歐傑電子能譜峰值的方向偏移，原因是鈷原子層逐漸覆蓋基底鈱，表面原子逐漸由鈱轉變為鈷，如圖(4.5)(a)所示。在此次成長過程中，基底訊號 Ir 229 eV (N₄O₂O₂)的歐傑電子能譜峰值偏移並不明顯，如圖(4.5)(b)所示。在成長過程中發現 Co 775 eV (L₃M₄₅M₄₅)的歐傑電子能譜峰值位置往高能量方向偏移，對鈷而言由鈷-鈱鍵結逐漸變為鈷-鈷鍵結，電子轉移回鈷原子附近造成電子雲的

膨脹，鈷原子核對電子的束縛力降低，因此造成 Co 775 eV ($L_3M_{45}M_{45}$) 的歐傑電子能譜峰值往高能量偏移，如圖(4.5)(c)所示。



(a)

(b)



(c)

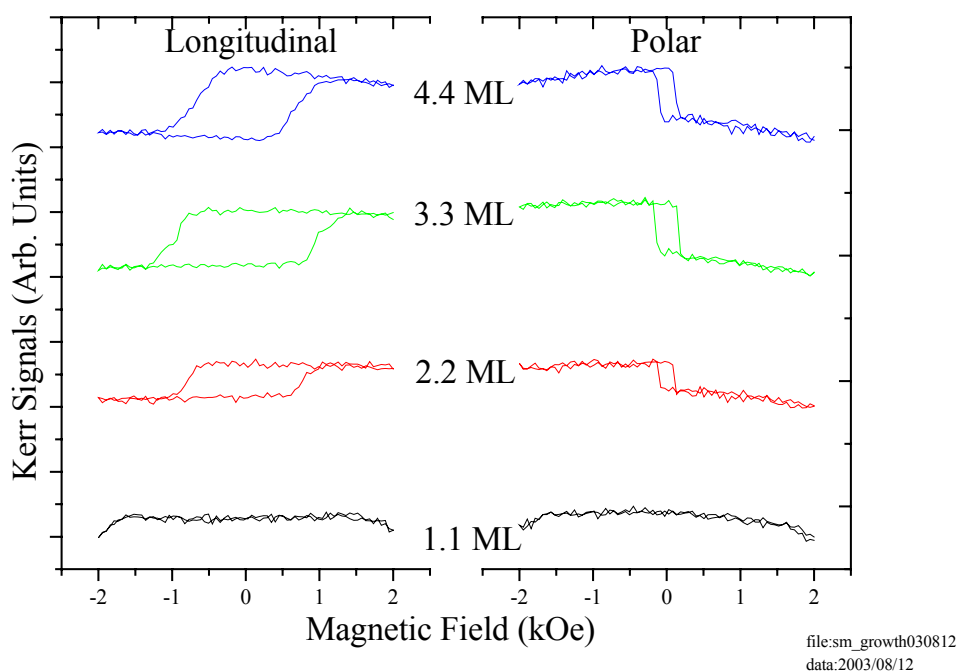
圖(4.5) (a) Co/Ir(111)上成長，基底 Ir 54 eV 往 Co 53 eV 的 AES 峰值
偏移

(b) Co/Ir(111)上成長，基底 Ir 229 eV 的 AES 峰值偏移

(c) Co/Ir(111)上成長，Co 775 eV 的 AES 峰值偏移

隨著薄膜厚度之增加，以表面磁光柯爾效應儀觀察 Co/Ir(111)薄膜之磁性變化，如圖(4.6)所示。在 1.1 原子層下外加最大磁場為 2 kOe 情況下沒有磁滯現象，反應出樣品為非鐵磁性，當薄膜厚度增加到

2.2 原子層，在極向與縱向方向皆出現磁滯現象，這表示樣品轉變為鐵磁性，比較極向與縱向的表面磁光柯爾效應訊號，可知極向矯頑力較小。當 Co 厚度漸增，由於在極向與縱向之飽和磁化量也逐漸增加，反應出總原子磁矩數隨薄膜厚度漸增，而起初之非磁性現象(1.1 原子層)，原因則可能是由於樣品居禮溫度低於量度溫度所致[56]。



圖(4.6) 不同厚度的 Co 薄膜在 Ir(111)基底成長:縱向及極向柯爾效應的磁化曲線變化情形

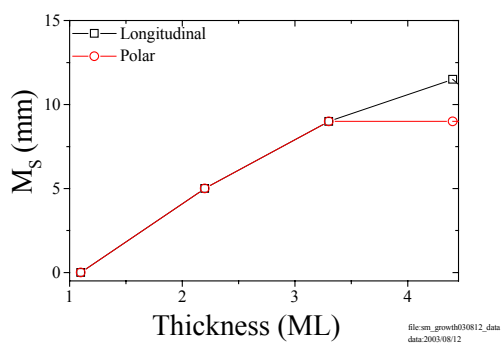
隨著薄膜厚度增加，極向與縱向 M_S 值與 M_R 值隨之增加，反應出總原子磁矩數隨薄膜厚度漸增，如圖(4.7)(a)(b)所示。隨著薄膜厚度增加，極向與縱向 H_C 逐漸增加至 3.3 原子層達到最大，如圖(4.7)(c)

所示。

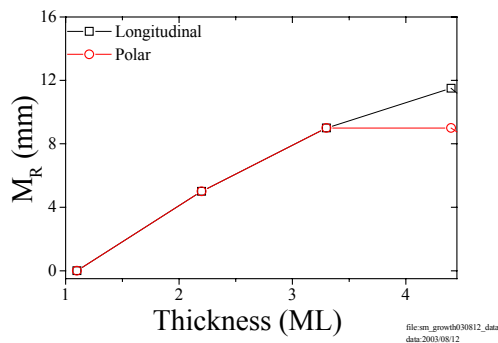
由論文 2-3 磁異向性章節中所介紹的三種主要影響磁化曲線因素的異向性：磁晶異向性、外型異向性與磁彈異向性，可以解釋此系統中之磁異向性行為。當薄膜厚度較薄時，樣品的表面及介面效應顯著，由於自旋-軌道耦合，使自生磁化方向會沿著晶軸方向，所以產生了磁晶異向性，這種因素是造成易軸方向為垂直於樣品表面的原因。當薄膜厚度逐漸增厚時，磁晶異向性的影響逐漸減弱，相反地因受到樣品外型逐漸增厚的影響，磁偶極矩間的交互作用亦逐漸增強，產生了外型異向性，此異向性為使易軸在平行樣品表面方向的主因。因此當磁性層厚度增加時，直到厚度增加至某臨界厚度以上時，樣品的易磁化軸會垂直樣品表面轉至平行於樣品表面，這種現象稱之為 spin reorientation transition (SRT)。

當應用於超薄磁性單層膜時，以本系統介面而言，可估計其臨界厚度為 0.525 nm，大約為 2.38 ML 見 2-3 磁異向性理論。在鈷膜厚 4.4 ML 以下比較極向與縱向的表面磁光柯爾效應訊號，可知極向矯頑力較小。

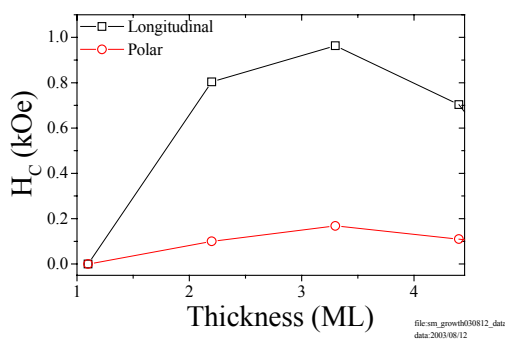
又因 Co、Ir 的晶格匹配度差異大(7.7 %)，Co 在 Ir 表面成長可能為非同調性(incoherent)的磊晶成長，因此當薄膜厚度較薄時產生了磁彈異向性，此因素亦可影響系統之磁化異軸方向。



(a)



(b)



(c)

圖(4.7) (a) 縱向及極向飽和磁化與 Co 薄膜厚度關係圖

(b) 縱向及極向殘磁與 Co 薄膜厚度關係圖

(c) 縱向及極向矯頑力與 Co 薄膜厚度關係圖

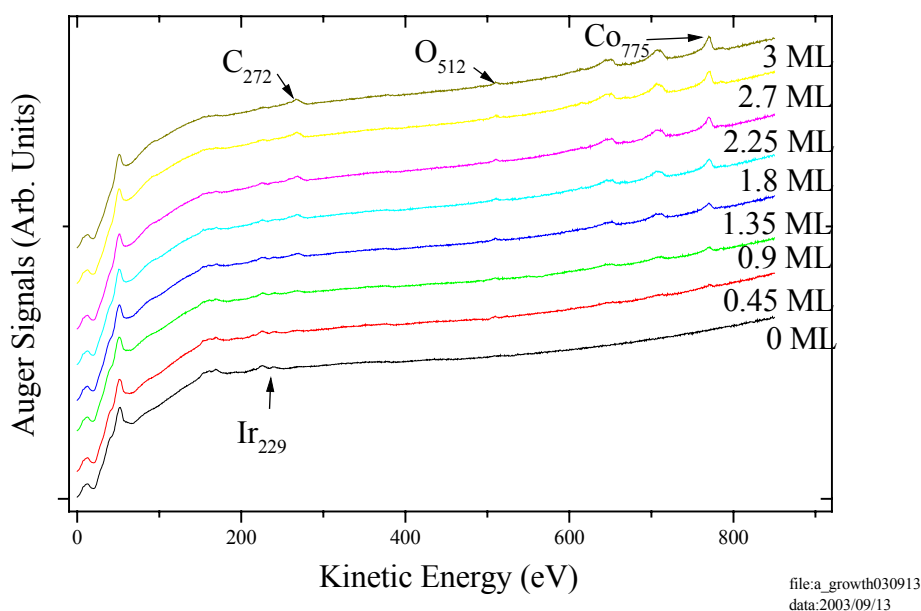
4-2 Co/Ir(111)系統加熱退火效應

接著我們選定一系列 Co 薄厚度進行加熱退火處理，研究溫度對 Co/Ir(111)系統表面組成與表面磁性現象之影響。此一系的熱退火處理針對 3、1、2 和 4 原子層厚度之 Co/Ir(111)進行探討，由於樣品加熱退火後降到室溫須花費大量時間，考量長時間實驗下樣品清潔度

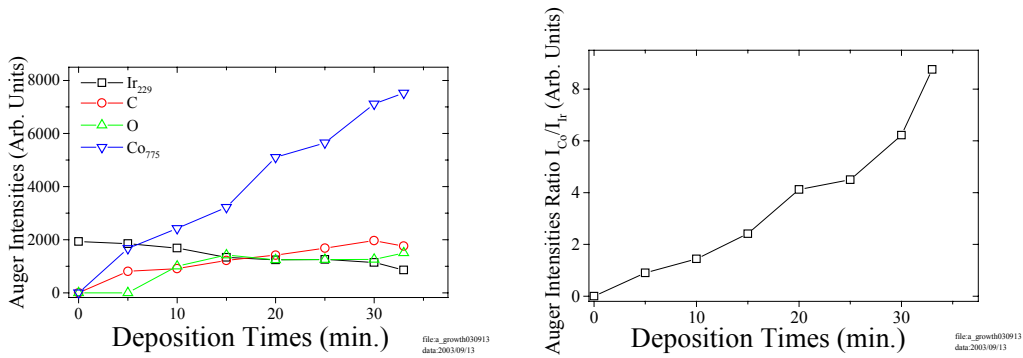
問題，因此溫度降到 375 K 便進行實驗量測。

4-2-1 三原子層厚度之 Co/Ir(111)退火後的表面磁性分析

先在 Ir(111)上成長數原子層的 Co 薄膜，並以歐傑電子能譜儀觀察樣品表面組成的變化，直至我們所需的薄膜厚度(3 ML)，如圖(4.8)所示。隨著蒸鍍時間的增加，Co 775 eV 歐傑電子能譜訊號強度漸增而基底訊號 Ir 229 eV 強度則隨時間而遞減，如圖(4.9)(a)所示。將此二訊號強度相除，可得歐傑訊號強度比(I_{Co}/I_{Ir})隨蒸鍍時間比值關係圖，如圖(4.9)(b)所示。考慮電子在物質中的平均自由徑與穿透深度關係，將圖(4.1)與圖(4.9)(b)比較我們可以估計出約蒸鍍 11 分鐘可得一原子層厚度之 Co 薄膜。



圖(4.8) 3 ML Co/Ir(111)的成長 AES 圖



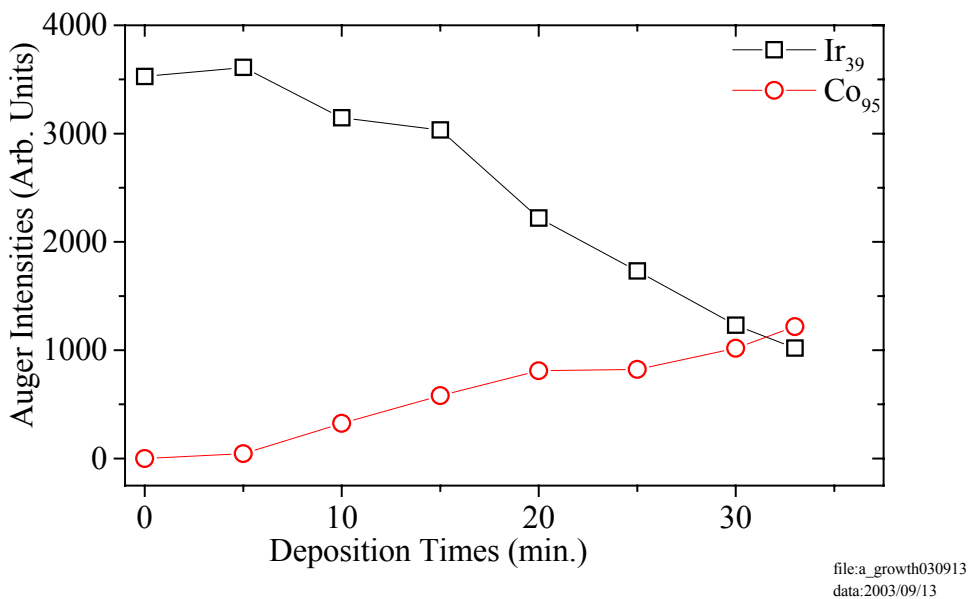
(a)

(b)

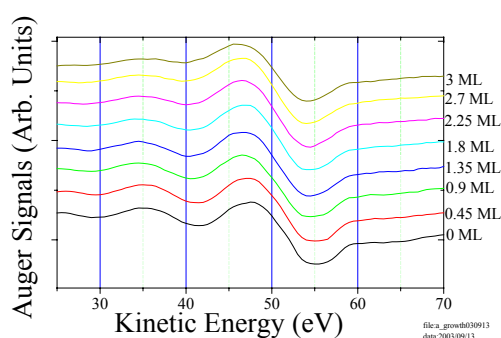
圖(4.9) (a) 3 ML 成長的 Co/Ir(111)之 AES 強度對蒸鍍時間關係圖

(b) 3 ML 成長的 Co 與 Ir 之 AES 強度比與蒸鍍時間關係圖

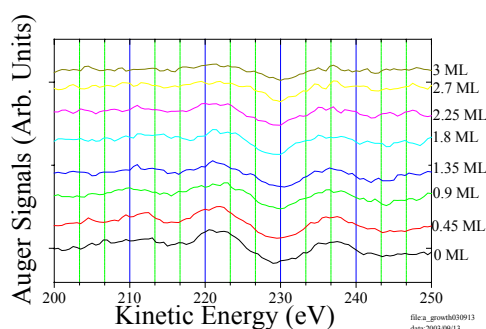
隨著蒸鍍鈷的時間增加, Co 95 eV 歐傑訊號強度漸增而基底 Ir 39 eV 訊號強度遞減, 如圖(4.10)所示, 可知鈷原子層已逐漸覆蓋基底鈱, 表面原子逐漸由鈱轉變為鈷。

圖(4.10) 3 ML 成長的 Ir₃₉ 和 Co₉₅ 之 AES 強度與蒸鍍時間關係圖

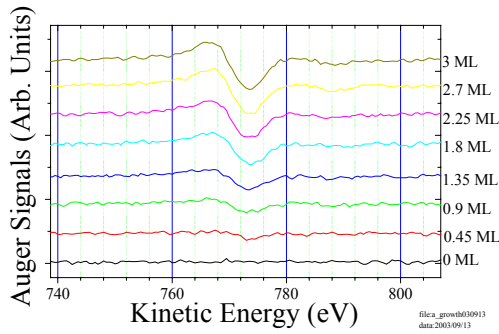
基底 Ir 39 eV 訊號強度隨鈷膜厚增加而減少，可見鈷原子層已逐漸覆蓋基底鈱，表面原子逐漸由鈱轉變為鈷；基底 Ir 54 eV 歐傑電子能譜峰值則隨鈷膜厚增加往 Co 53 eV 歐傑電子能譜峰值的方向偏移，原因是鈷原子層逐漸覆蓋基底鈱，如圖(4.11)(a)(d)所示。當鈷蒸鍍到鈱(111)面上時，在鈱與鈷接觸面的化學環境下，鈱的鍵結由鈱-鈱鍵結逐漸變為鈷-鈱鍵結，由於鈱比較容易把電子拉過來，電子轉移到鈱原子附近造成鈷-鈱周圍電子雲的膨脹，鈱原子核對電子的吸引力降低，也就是電子束縛能下降，因此造成 Ir 229 eV ($N_4O_2O_2$)的歐傑電子能譜峰值往高能量偏移，如圖(4.11)(b)(e)所示。同樣的，在成長過程中發現鈷的歐傑電子能譜峰值位置亦往高能量方向偏移，對鈷而言由鈷-鈱鍵結逐漸變為鈷-鈷鍵結，電子轉移回鈷原子附近造成電子雲的膨脹，鈷原子核對電子的束縛力降低，因此造成 Co 775 eV ($L_3M_{45}M_{45}$)的歐傑電子能譜峰值往高能量偏移，如圖(4.11)(c)(f)所示。



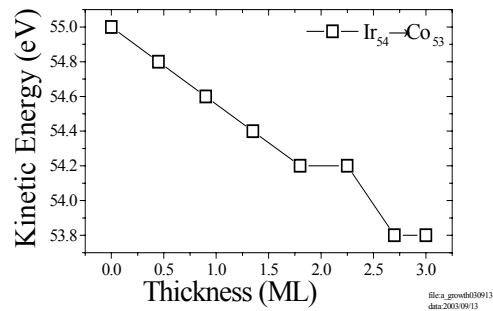
(a)



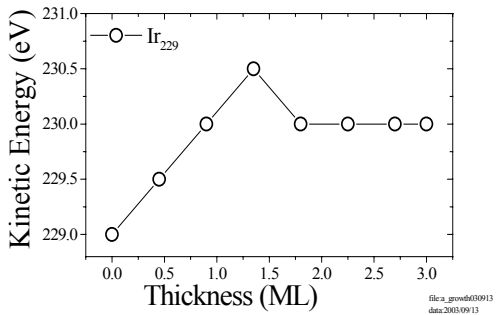
(b)



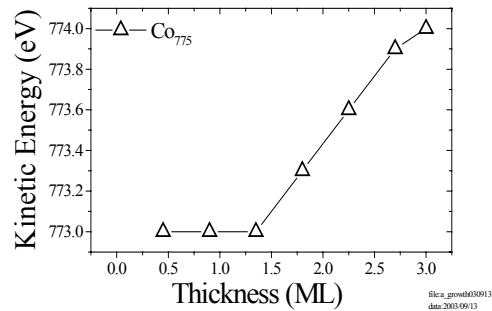
(c)



(d)



(e)



(f)

圖(4.11)(a)(d) 3 ML 成長的 Co/Ir(111) , 基底 Ir 54 eV 往 Co 53 eV 的

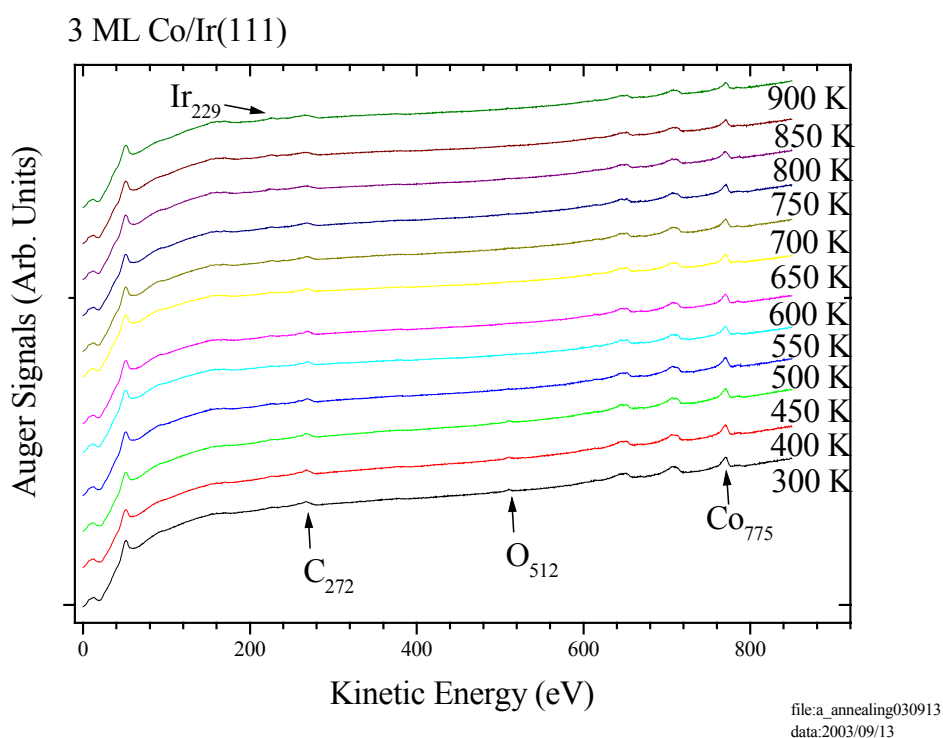
AES 峰值偏移

(b)(e) 3 ML 成長的 Co/Ir(111) , 基底 Ir 229 eV 的 AES 峰值偏移

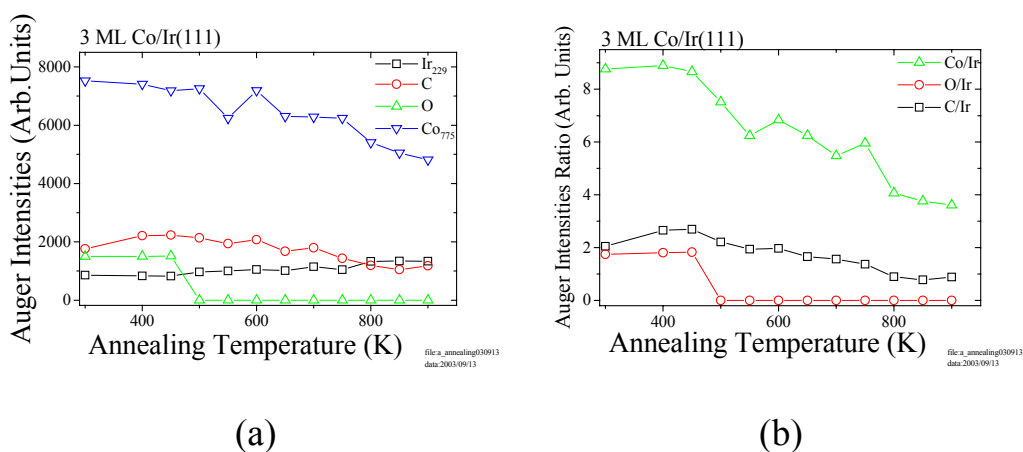
(c)(f) 3 ML 成長的 Co/Ir(111) , Co 775 eV 的 AES 峰值偏移

圖(4.12)為蒸鍍 3 原子層 Co/Ir(111)上加熱退火後的 AES 圖。溫度間隔為 50 K , 在每個溫度下保持 3 分鐘後降至溫度 375 K , 以歐傑電子能譜儀測量樣品表面濃度的變化 , 如圖(4.12)。在熱退火溫度 500 K 氧已消失不見 ; 碳受熱擾動繼續往表面爬升 , 在溫度 450 K 以後逐漸減少 ; Co 775 eV 和 Ir 229 eV 訊號強度到溫度 450 K 開始進行介面的擴散效應 , 如圖(4.13)(a)所示。由圖(4.13)(b)可知 Co/Ir 介面在 450 K

左右就有明顯的擴散現象，溫度愈高，擴散效應也愈明顯。



圖(4.12) 3 ML Co/Ir(111)的熱退火 AES 圖

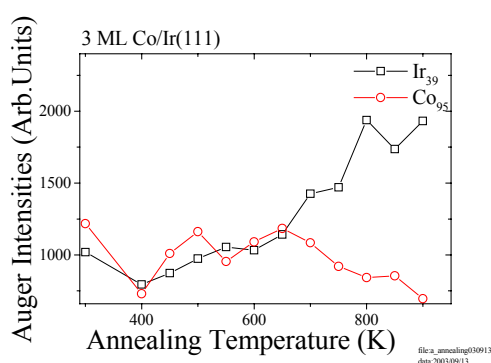


圖(4.13) (a) 3 ML Co/Ir(111)的 AES 強度對退火溫度關係圖

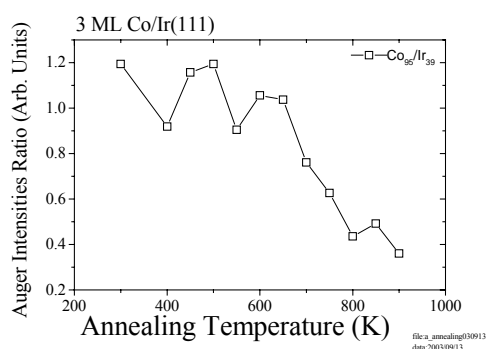
(b) 3 ML Co/Ir(111)的 AES 強度比與退火溫度關係圖

隨著熱退火溫度的增加，Co 95 eV 歐傑電子訊號強度在退火溫度

500 K 以後逐漸減少而基底 Ir 39 eV 訊號強度則逐漸增加，如圖(4.14)(a)所示。在退火溫度 400 K 以及 550 K 似乎有擴散現象，進一步比較圖(4.14)(b)與圖(4.15)(f)後，以歐傑電子訊號強度比下降與歐傑電子能譜峰值偏移同樣發生在 550 K 附近，研判在退火溫度 550 K 以後足見表面層已隨溫度升高進行介面的化合作用。



(a)



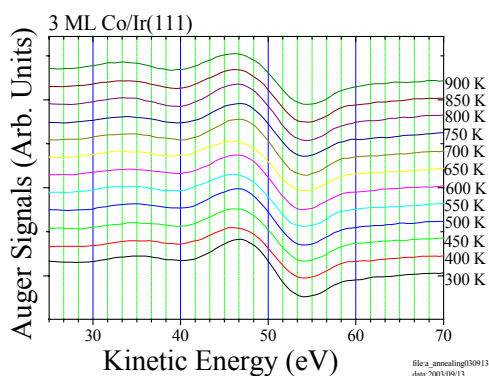
(b)

圖(4.14) (a) 3 ML 的 Ir₃₉ 和 Co₉₅ 之 AES 強度與退火溫度關係圖

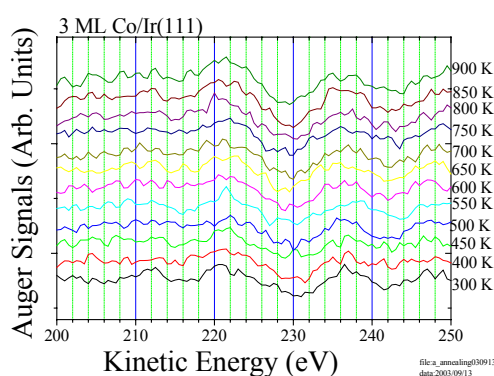
(b) 3 ML 的 Ir₃₉ 和 Co₉₅ 之 AES 強度比與退火溫度關係圖

Co 53 eV 歐傑電子能譜峰值則隨熱退火溫度增加往基底 Ir 54 eV 歐傑電子能譜峰值的方向偏移，原因是樣品表面的鈷比例逐漸升高，如圖(4.15)(a)(d)所示。利用歐傑電子能譜儀發現到在退火溫度 450 K 以後，鈷開始往鈱(111)內部擴散，退火溫度愈高，擴散效應越明顯，且此時 Ir 229 eV (N₄O₂O₂) 的歐傑電子能譜峰值往低能量方向偏移，如圖(4.15)(b)(e)所示；同樣的，Co 775 eV (L₃M₄₅M₄₅) 歐傑電子能譜峰值亦往低能量方向偏移，如圖(4.15)(c)(f)所示。原因是隨著退火溫度的

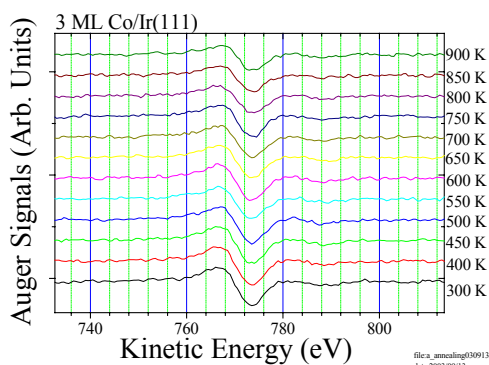
上升，鈷開始往鈱(111)內部擴散，相對之下樣品表面的鈱比例會升高，鈷的鍵結由鈷-鈷鍵結逐漸變為鈷-鈱鍵結，如此的電子轉移會造成鈷-鈱周圍電子雲的收縮，對電子的吸引力提升，也就是電子束縛能上升，因此 Co 775 eV ($L_3M_{45}M_{45}$)的歐傑電子能譜峰值逐漸往低能量方向偏移，Ir 229 eV ($N_4O_2O_2$)的歐傑電子能譜峰值也逐漸往低能量方向偏移。



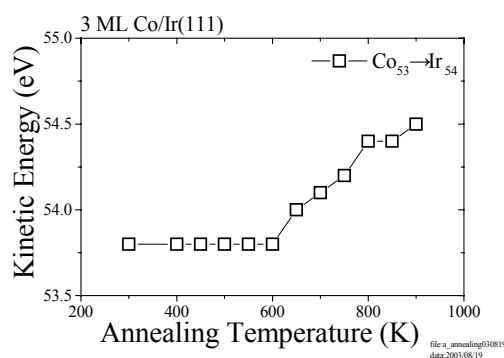
(a)



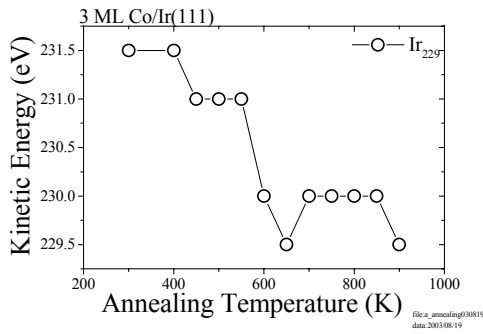
(b)



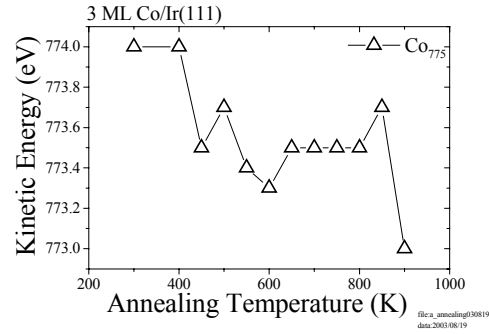
(c)



(d)



(e)



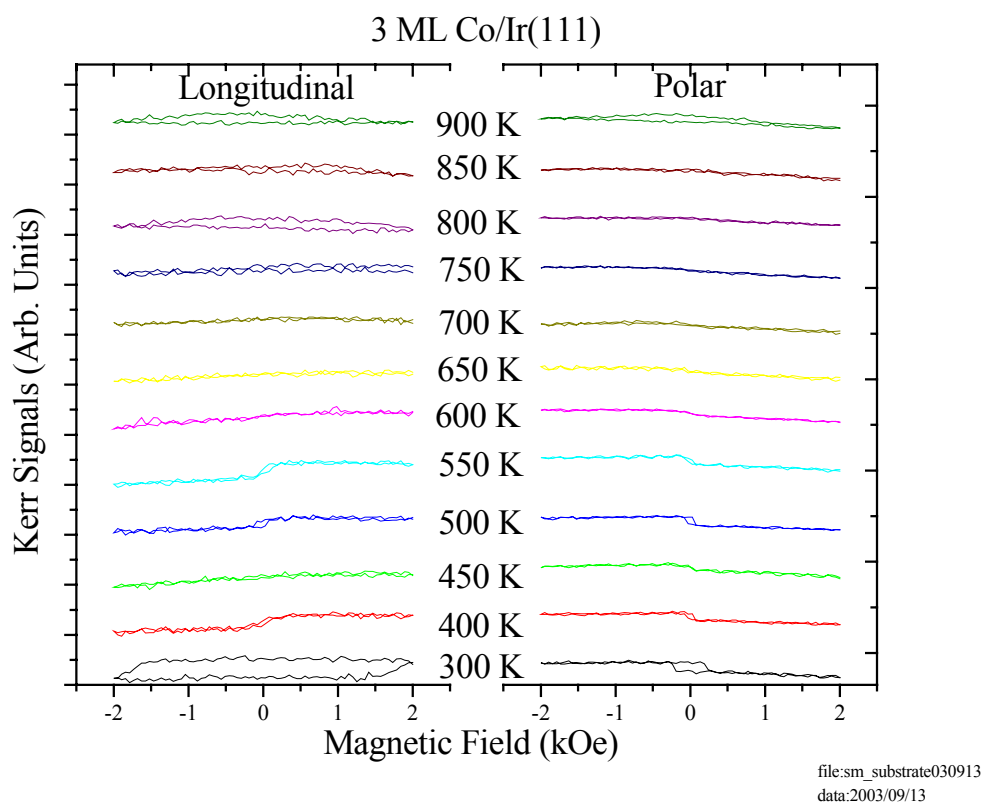
(f)

圖(4.15)(a)(d) 3 ML Co/Ir(111)的熱退火，Co 53 eV 往 Ir 54 eV 的 AES 峰值偏移

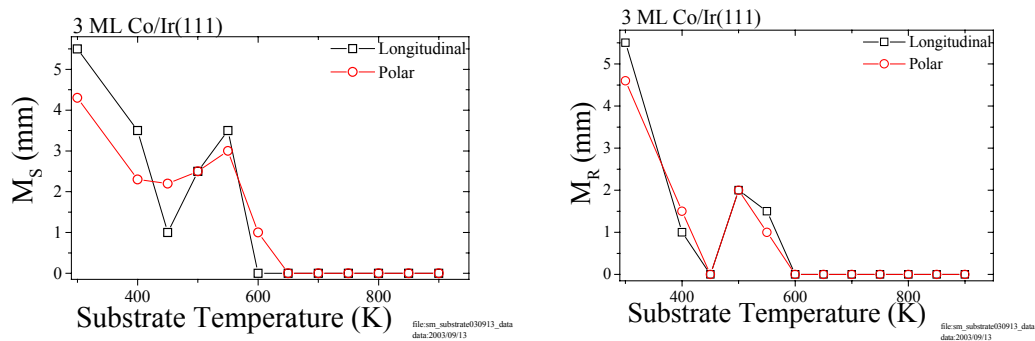
(b)(e) 3 ML Co/Ir(111)的熱退火，基底 Ir 229 eV 的 AES 峰值偏移

(c)(f) 3 ML Co/Ir(111)的熱退火，Co 775 eV 的 AES 峰值偏移

隨著熱退火的增加，以表面磁光柯爾效應儀觀察 3 ML Co/Ir(111) 薄膜之磁性變化。在 3 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理後，最大磁場為 2 kOe 狀況下所量得之磁化曲線，退火溫度介在 650 K 與 900 K 間沒有磁滯現象反應出樣品為非鐵磁性；介在 300 K 與 550 K 間，縱向與極向皆有磁滯現象反應出樣品為鐵磁性，如圖(4.16)所示。隨著熱退火的增加，溫度在 650 K 以後極向與縱向 M_S 值、 M_R 值及 H_C 值皆為零，如圖(4.17)所示，更可知此薄膜在溫度 600 K 與 650 K 之間，由鐵磁性轉變為非鐵磁性。

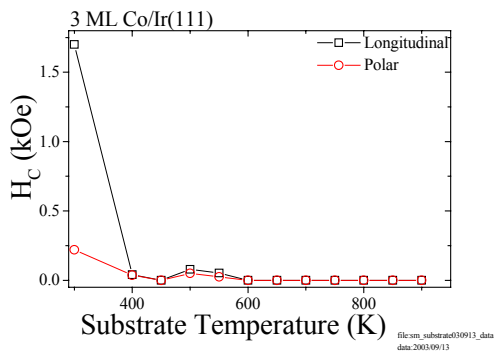


圖(4.16) 3 ML Co/Ir(111)在不同退火溫度下的縱向及極向 SMOKE 圖



(a)

(b)



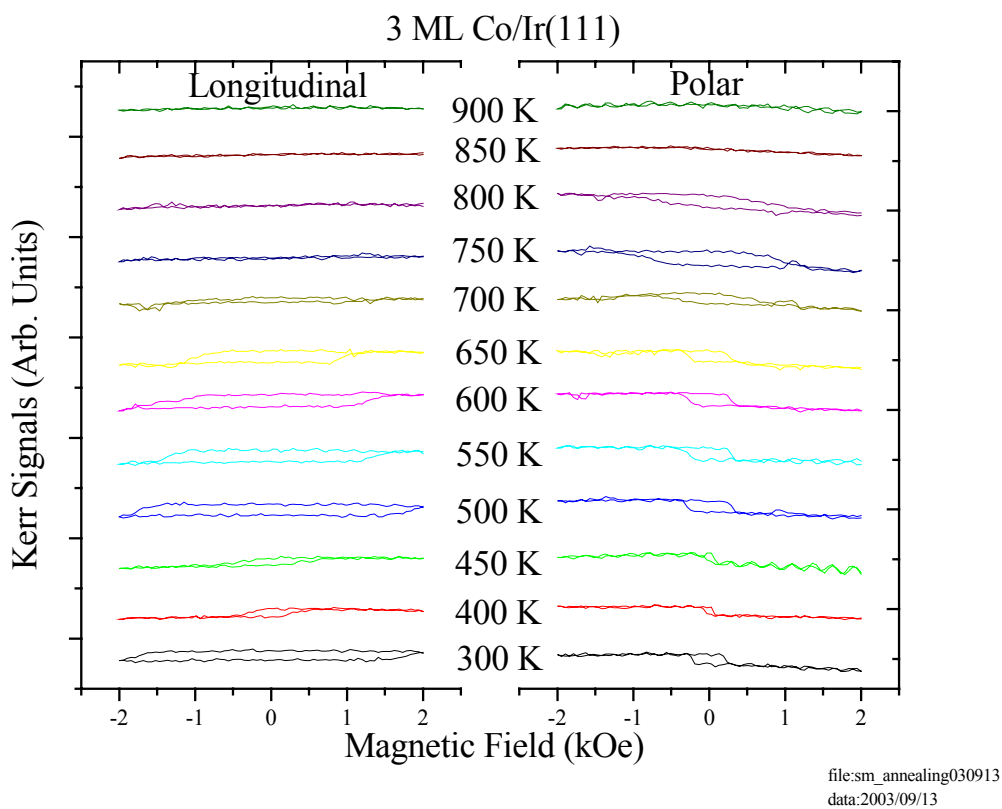
(c)

圖(4.17)(a) 3 ML Co/Ir(111)縱向及極向的飽和磁化與退火溫度關係圖

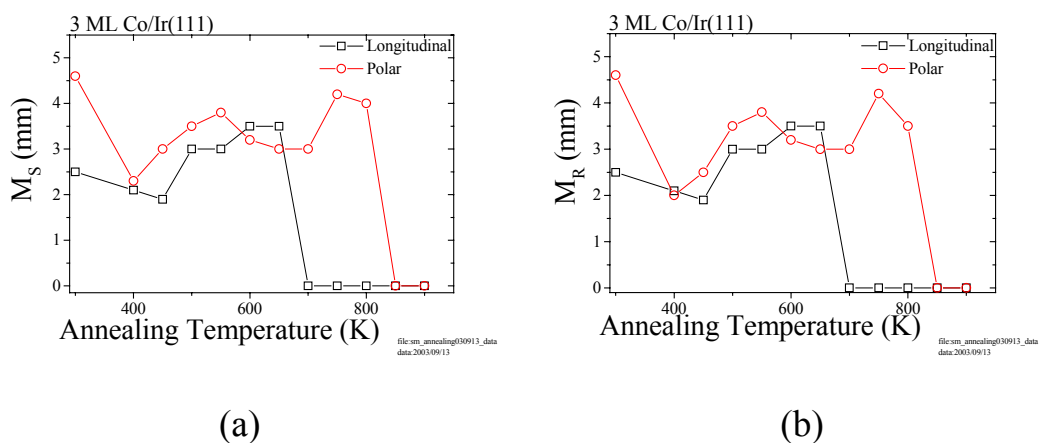
(b) 3 ML Co/Ir(111)縱向及極向的殘磁與退火溫度關係圖

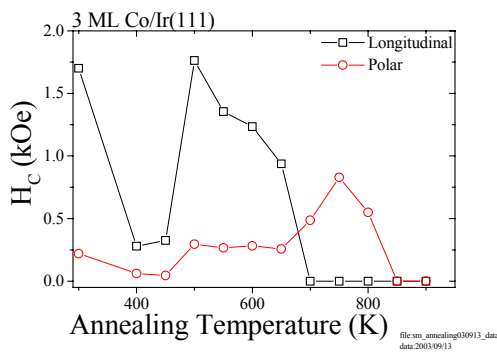
(c) 3 ML Co/Ir(111)縱向及極向的矯頑力與退火溫度關係圖

在 3 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理後降溫到 375 K，在最大磁場為 2 kOe 狀況下所量得之磁化曲線，測量時樣品溫度為 375 K，退火溫度介在 700 K 與 800 K 間，極向有磁滯現象，足見此系統深具垂直異向性，如圖(4.18)所示。溫度介在 700 K 與 800 K 間極向 M_S 值、 M_R 值及 H_C 值不為零，縱向其值皆為零，反應出樣品具有垂直異向性，這樣的垂直異向性深具工業上高密度記憶媒體開發之應用潛力；薄膜在溫度 800 K 與 850 K 之間，由鐵磁性轉變為非鐵磁性，如圖(4.19)所示。



圖(4.18) 3 ML Co/Ir(111)在不同退火溫度下，測量溫度為 375 K 的縱向及極向 SMOKE 圖



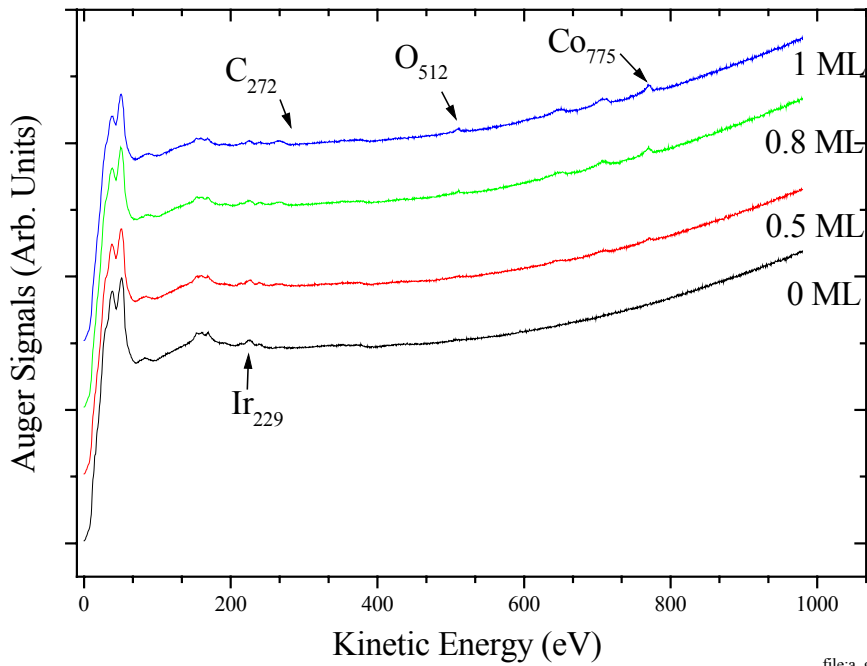


(c)

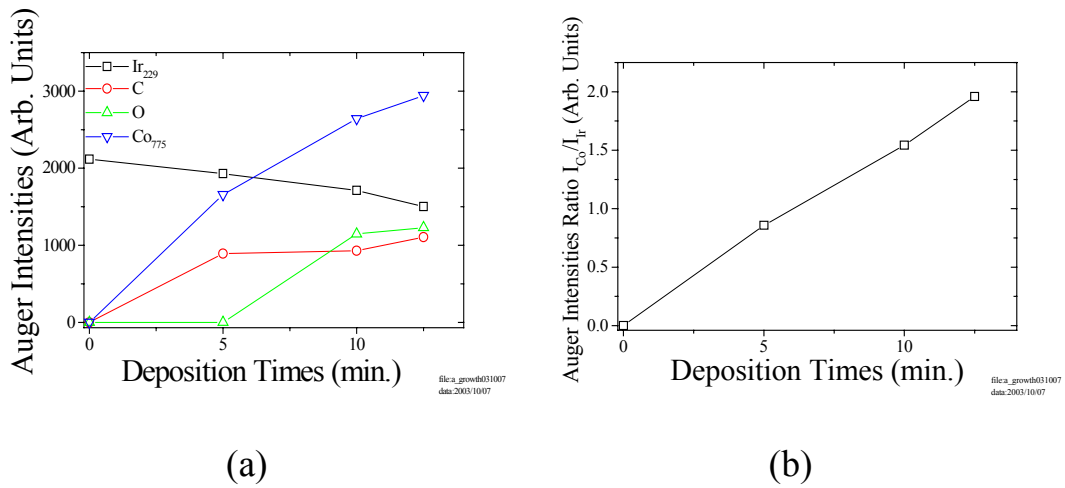
圖(4.19) 3 ML Co/Ir(111)在不同退火溫度下，測量溫度為 375 K，縱向及極向的(a)飽和磁化(b)殘磁(c)矯頑力

4-2-2 一原子層厚度之 Co/Ir(111)退火後的表面磁性分析

先在 Ir(111)上成長數原子層的 Co 薄膜，並以歐傑電子能譜儀觀察樣品表面組成的變化，直至我們所需的薄膜厚度(1 ML)，如圖(4.20)所示。隨著蒸鍍時間的增加，Co 775 eV 歐傑電子能譜訊號強度漸增而基底 Ir 229 eV 訊號強度則隨時間而遞減，如圖(4.21)(a)所示。將此二訊號強度相除，可得歐傑訊號強度比(I_{Co}/I_{Ir})隨蒸鍍時間比值關係圖，如圖(4.21)(b)所示。考慮電子在物質中的平均自由徑與穿透深度關係，將圖(4.1)與圖(4.21)(b)比較我們可以估計出約蒸鍍 12.5 分鐘可得一原子層厚度之 Co 薄膜。



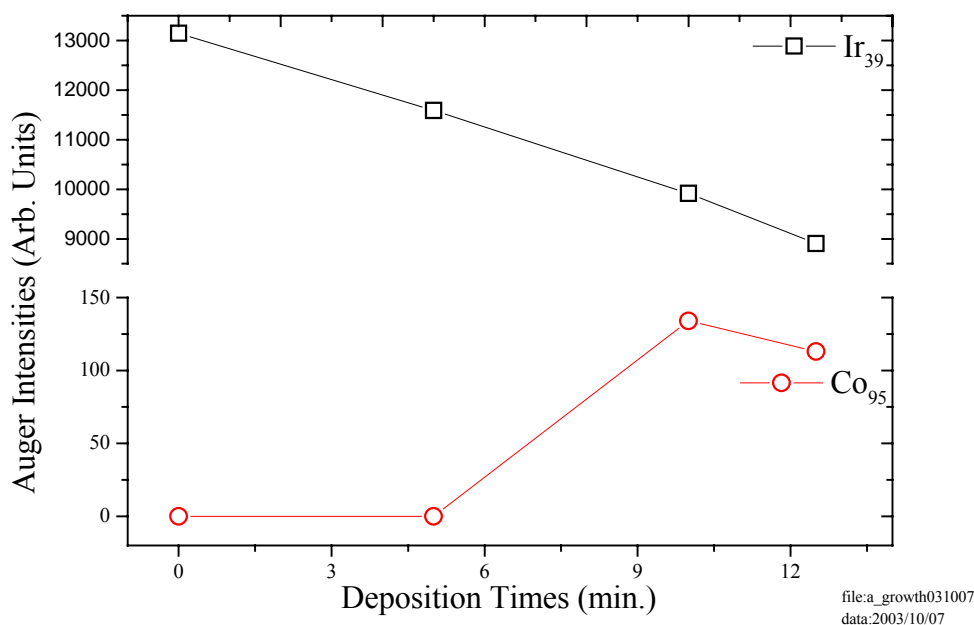
圖(4.20) 1 ML Co/Ir(111)的成長 AES 圖



圖(4.21) (a) 1 ML 成長的 Co/Ir(111)之 AES 強度對蒸鍍時間關係圖

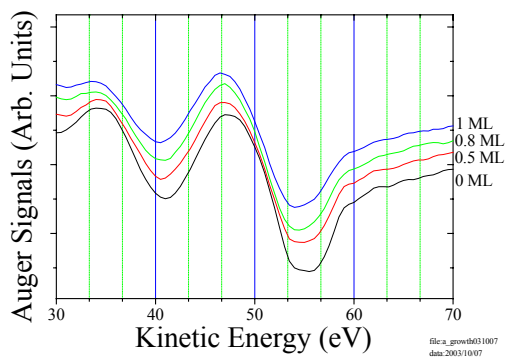
(b) 1 ML 成長的 Co 與 Ir 之 AES 強度比與蒸鍍時間關係圖

隨著蒸鍍鈷的時間增加, Co 95 eV 歐傑訊號強度漸增而基底 Ir 39 eV 訊號強度則迅速遞減, 如圖(4.22)所示, 可知鈷原子層已逐漸覆蓋基底鈱, 表面原子逐漸由鈱轉變為鈷。

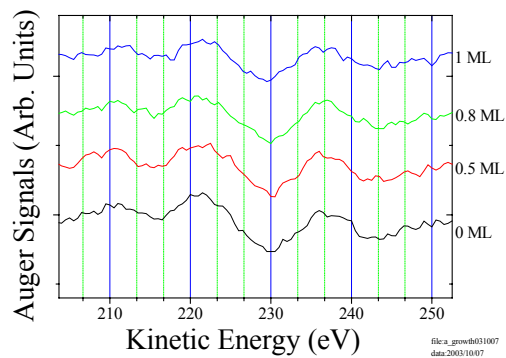


圖(4.22) 1 ML 成長的 Ir₃₉ 和 Co₉₅ 之 AES 強度與蒸鍍時間關係圖

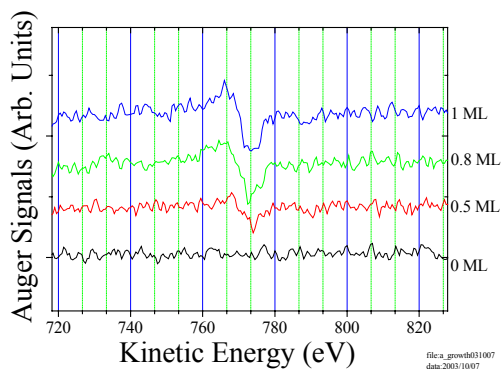
基底 Ir 39 eV 訊號強度隨鈷膜厚增加而減少, 可知鈷原子層正逐漸覆蓋基底鈱, 表面原子逐漸由鈱轉變為鈷; 基底 Ir 54 eV 歐傑電子能譜峰值則隨鈷膜厚增加往 Co 53 eV 歐傑電子能譜峰值的方向偏移, 原因是鈷原子層逐漸覆蓋基底鈱, 如圖(4.23)(a)所示。在此次成長過程中, 基底訊號 Ir 229 eV (N₄O₂O₂)與訊號 Co 775 eV (L₃M₄₅M₄₅)的歐傑電子能譜峰值偏移並不明顯, 如圖(4.23)(b)(c)所示。



(a)



(b)



(c)

圖(4.23) (a) 1 ML 成長的 Co/Ir(111), 基底 Ir 54 eV 往 Co 53 eV 的 AES

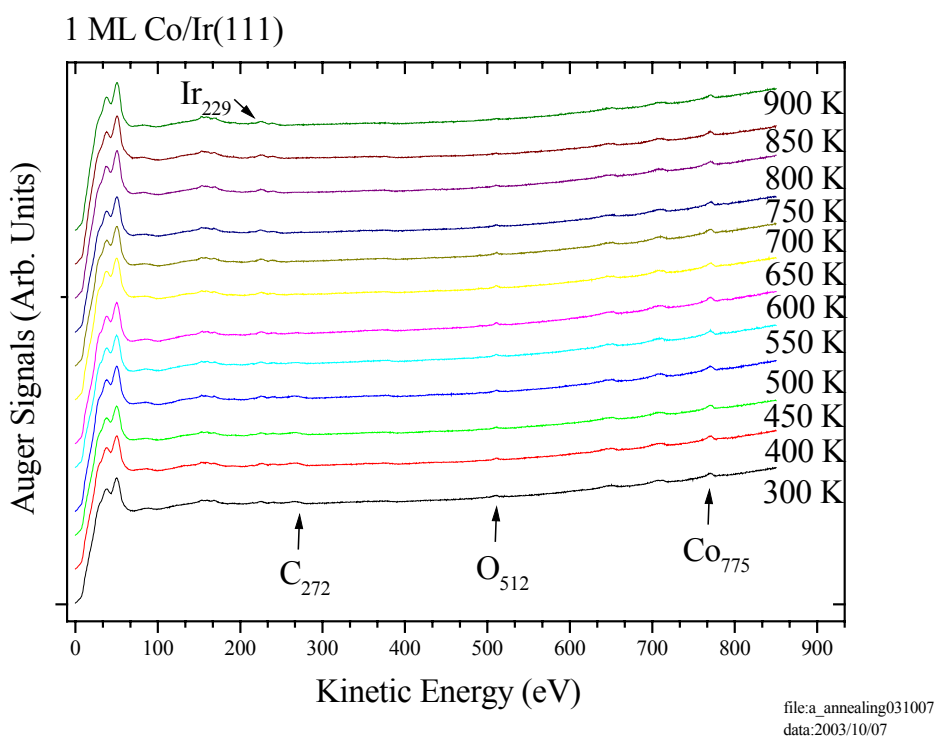
峰值偏移

(b) 1 ML 成長的 Co/Ir(111), 基底 Ir 229 eV 的 AES 峰值偏移

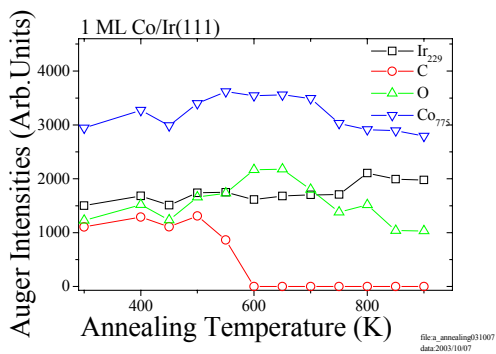
(c) 1 ML 成長的 Co/Ir(111), Co 775 eV 的 AES 峰值偏移

圖(4.24) 為蒸鍍 1 原子層 Co/Ir(111)上加熱退火後的 AES 圖。溫度間隔為 50 K, 在每個溫度下保持 3 分鐘後降至溫度 375 K, 以歐傑電子能譜儀測量樣品表面濃度的變化。溫度 300 K 的 AES 圖為室溫下所量測的, 隨著溫度的升高 Co 的訊號逐漸變小, 溫度超過 700 K 以後 Co 的訊號峰變的較不明顯, 如圖(4.24)所示。在熱退火溫度 600

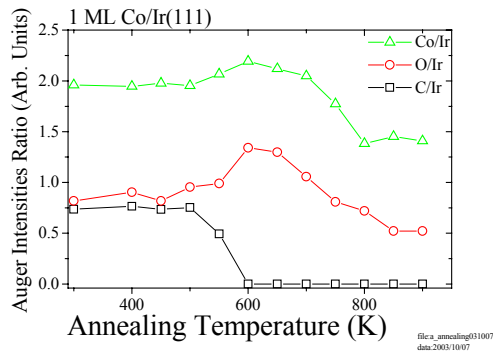
K 碳已和氧結為一氧化碳消失不見，氧受熱擾動繼續往表面爬升，在溫度 700 K 以後由表面逸出而減少；Co 775 eV 和 Ir 229 eV 訊號強度到溫度 450 K 左右開始進行介面的擴散效應，如圖(4.25)(a)所示。在 300 K~500 K 溫度區間所有之訊號強度比幾乎沒有變化，在 500 K~600 K 之間 Co/Ir 強度比緩慢增加而 O/Ir 強度比迅速增加，至於 C/Ir 強度比則迅速降為零，如圖(4.25)(b)所示。



圖(4.24) 1 ML Co/Ir(111)的熱退火 AES 圖



(a)

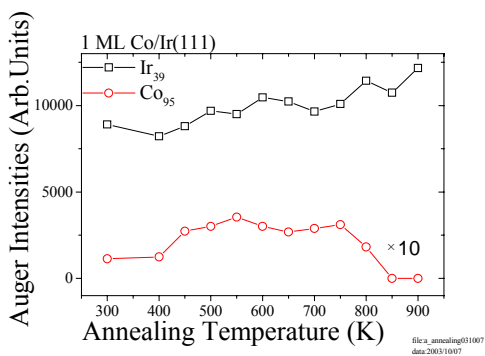


(b)

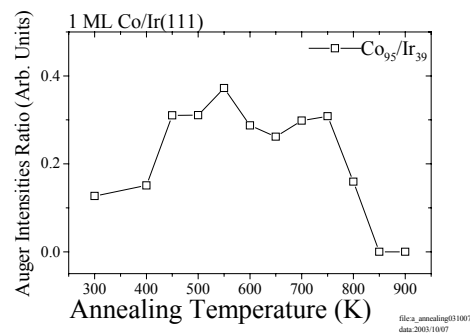
圖(4.25) (a) 1 ML Co/Ir(111)的 AES 強度對退火溫度關係圖

(b) 1 ML Co/Ir(111)的 AES 強度比與退火溫度關係圖

隨著熱退火溫度的增加，Co 95 eV 歐傑能譜訊號強度在高溫 750 K 以後逐漸減少而基底 Ir 39 eV 訊號強度則逐漸增加，如圖(4.26)(a) 所示。由圖 (4.26)(b)在退火溫度 550 K 以後足見表面層已隨溫度升高進行介面的化合作用。



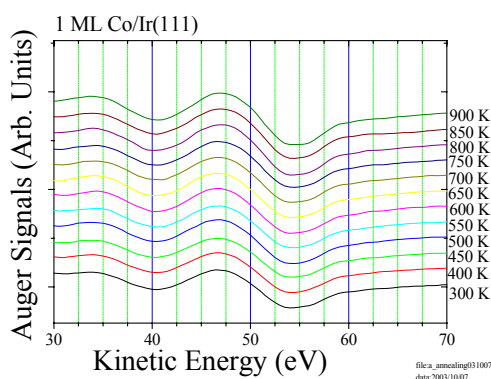
(a)



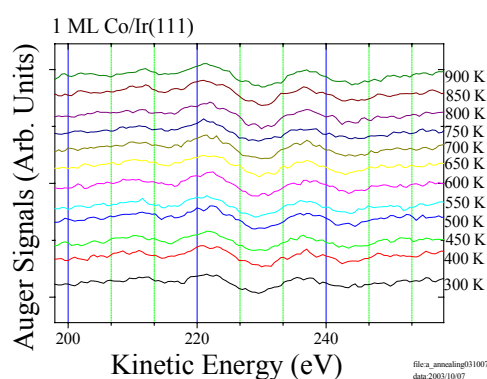
(b)

圖(4.26) (a) 1 ML 的 Ir₃₉ 和 Co₉₅ 之 AES 強度與退火溫度關係圖(b) 1 ML 的 Ir₃₉ 和 Co₉₅ 之 AES 強度比與退火溫度關係圖

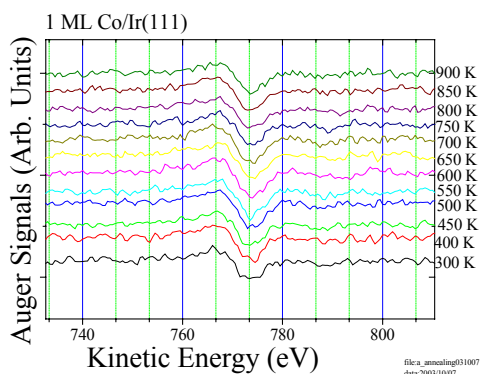
Co 53 eV 歐傑電子能譜峰值則隨熱退火溫度增加往基底 Ir 54 eV 歐傑電子能譜峰值的方向偏移，原因是樣品表面的鈹比例逐漸升高，如圖(4.27)(a)所示。基底訊號 Ir 229 eV ($N_4O_2O_2$)的歐傑電子能譜峰值偏移並不明顯，如圖(4.27)(b)所示。Co 775 eV ($L_3M_{45}M_{45}$)歐傑電子能譜峰值往低能量方向偏移，原因是隨著退火溫度的上升，鈷開始往鈹(111)內部擴散，相對之下樣品表面的鈹比例會升高，鈷的鍵結由鈷-鈷鍵結逐漸變為鈷-鈹鍵結，因此鈷的歐傑電子能譜峰值往低能量方向偏移，如圖(4.27)(c)所示。



(a)



(b)



(c)

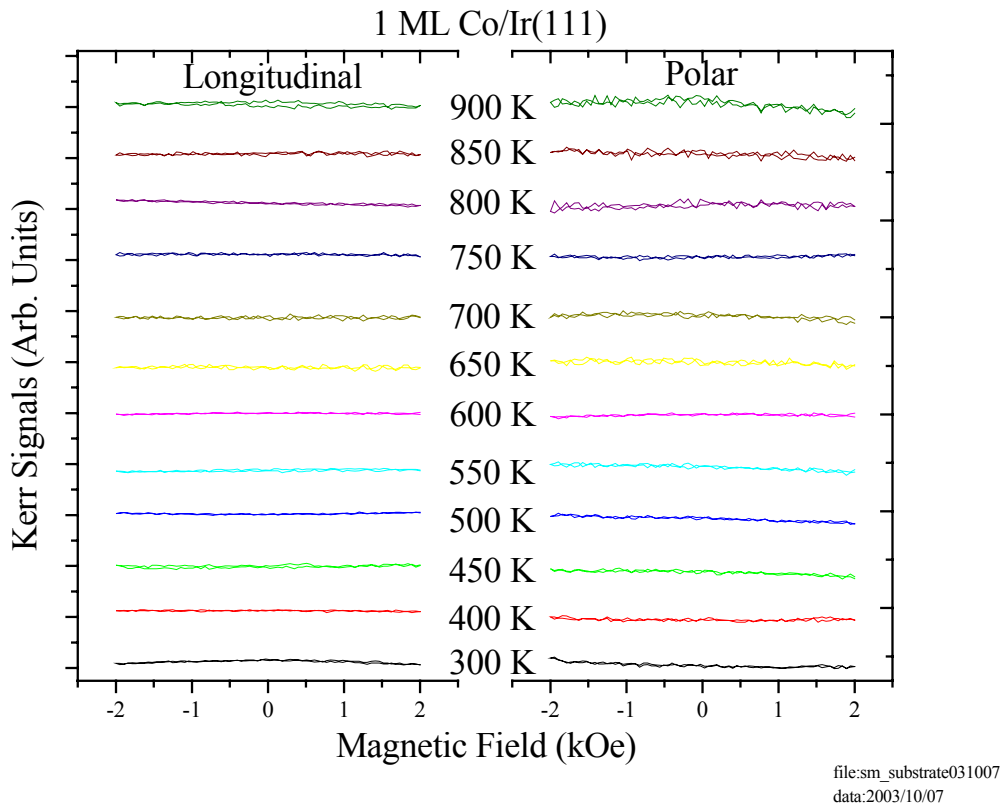
圖(4.27) (a) 1 ML Co/Ir(111)的熱退火，Co 53 eV 往 Ir 54 eV 的 AES 峰

值偏移

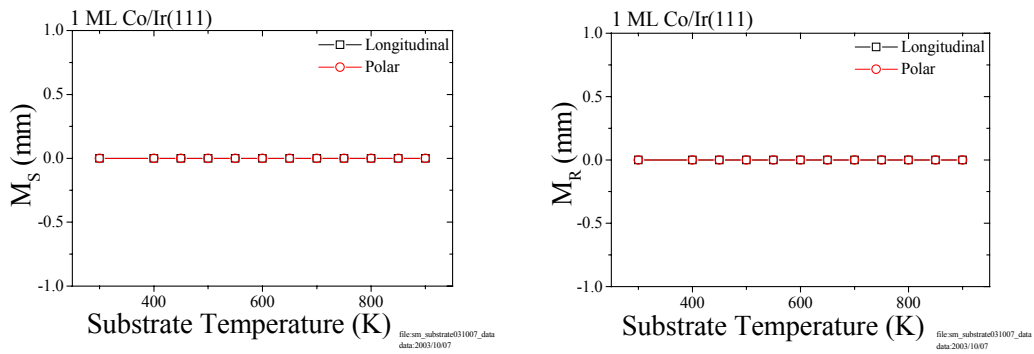
(b) 1 ML Co/Ir(111)的熱退火，基底 Ir 229 eV 的 AES 峰值偏移

(c) 1 ML Co/Ir(111)的熱退火，Co 775 eV 的 AES 峰值偏移

隨著熱退火溫度的增加，以表面磁光柯爾效應儀觀察 1ML Co/Ir(111)薄膜之磁性變化。在 1 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理，溫度間隔為 50 K，在每個溫度下保持 3 分鐘，最大磁場為 2 kOe 狀況下所量得之磁化曲線沒有磁滯現象反應出樣品為非鐵磁性，如圖(4.28)所示。隨著熱退火的增加，在極向與縱向 M_S 值、 M_R 值及 H_C 值不變，皆為零，如圖(4.29)所示。就一般的鐵磁性物質而言，當溫度漸漸升高時，磁矩受到熱擾動的影響，排列秩序會開始變得凌亂，此時的自生磁化值因磁矩抵消而減少，且在超過居里溫度後磁滯現象即行消失。在鐵磁性超薄膜中隨著溫度的升高，其磁滯現象也將減少，超過其居里溫度後，便不再有任何磁滯現象被偵測到，其可能原因有二，一為此膜厚的居里溫度低於表面磁光柯爾效應儀所量測的溫度，另一可能原因為 CoIr 介面合金形成，而此介面合金為非鐵磁性；進一步的研究此系統之低溫磁性行為可能可以解答此一問題。

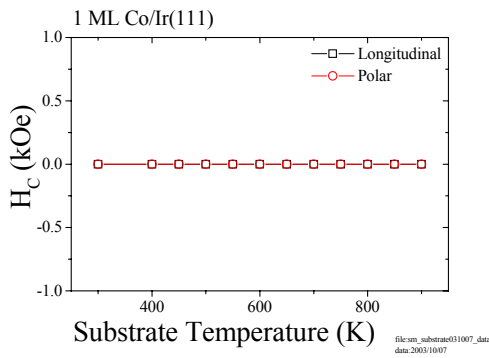


圖(4.28) 1 ML Co/Ir(111)在不同退火溫度下的縱向及極向 SMOKE 圖



(a)

(b)



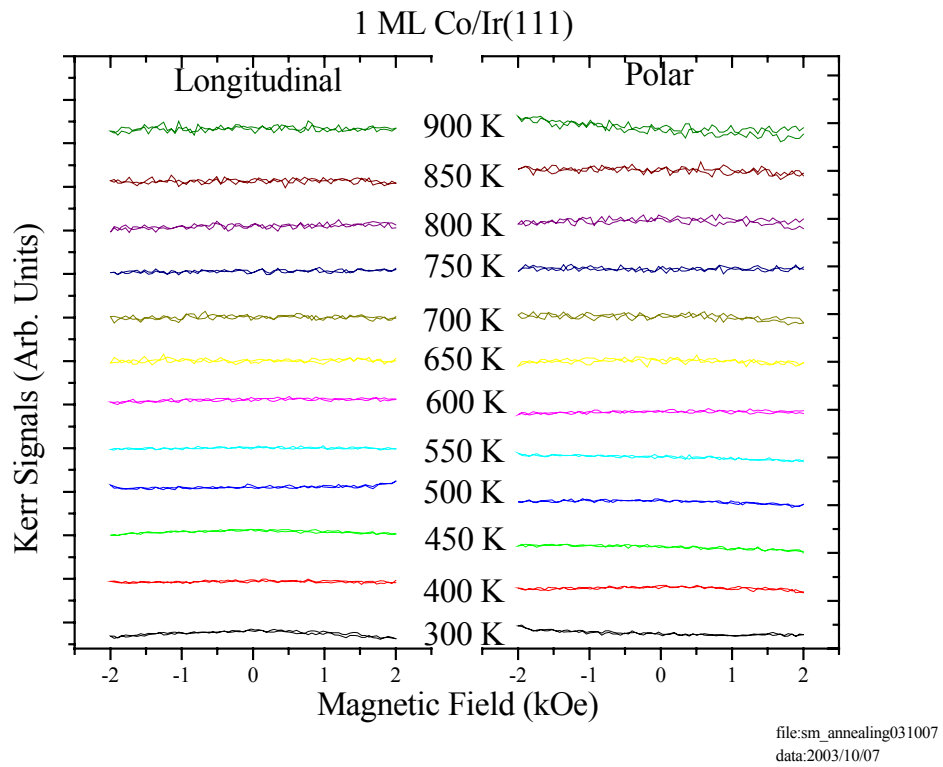
(c)

圖(4.29)(a) 1 ML Co/Ir(111)縱向及極向的飽和磁化與退火溫度關係圖

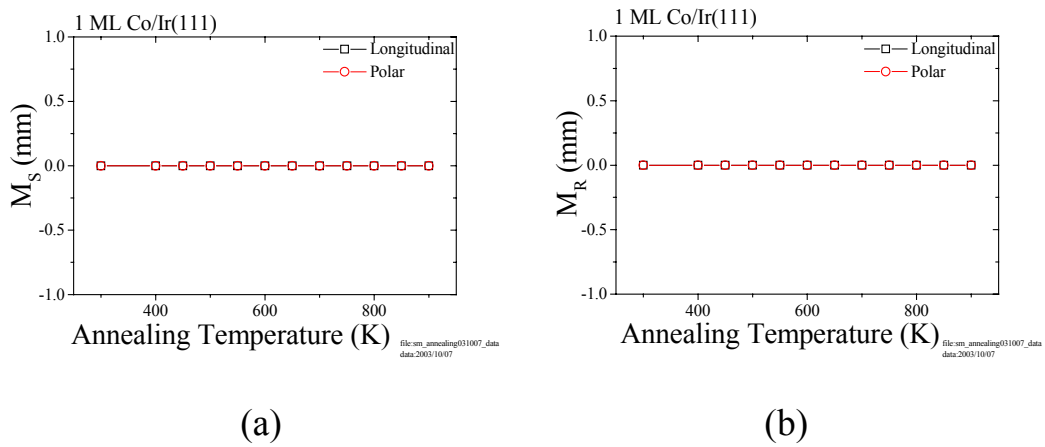
(b) 1 ML Co/Ir(111)縱向及極向的殘磁與退火溫度關係圖

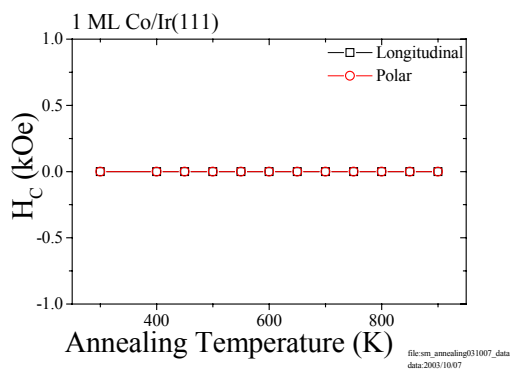
(c) 1 ML Co/Ir(111)縱向及極向的矯頑力與退火溫度關係圖

在 1 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理，溫度間隔為 50 K，在每個溫度下保持 3 分鐘後降溫，測量溫度為 375 K，在最大磁場為 2 kOe 狀況下所量得之磁化曲線，所量得之磁化曲線沒有磁滯現象反應出樣品為非鐵磁性，如圖(4.30)所示。隨著熱退火的增加，在極向與縱向 M_S 值、 M_R 值及 H_C 值不變皆為零，如圖(4.31)所示，此系統由圖(4.25)可見熱退火溫度達 600 K 以上有混合現象，混合作用使 CoIr 介面合金形成，而此介面合金造成的電子混成可能為非鐵磁性的原因。



圖(4.30) 1 ML Co/Ir(111)在不同退火溫度下，測量溫度為 375 K 的縱向及極向 SMOKE 圖



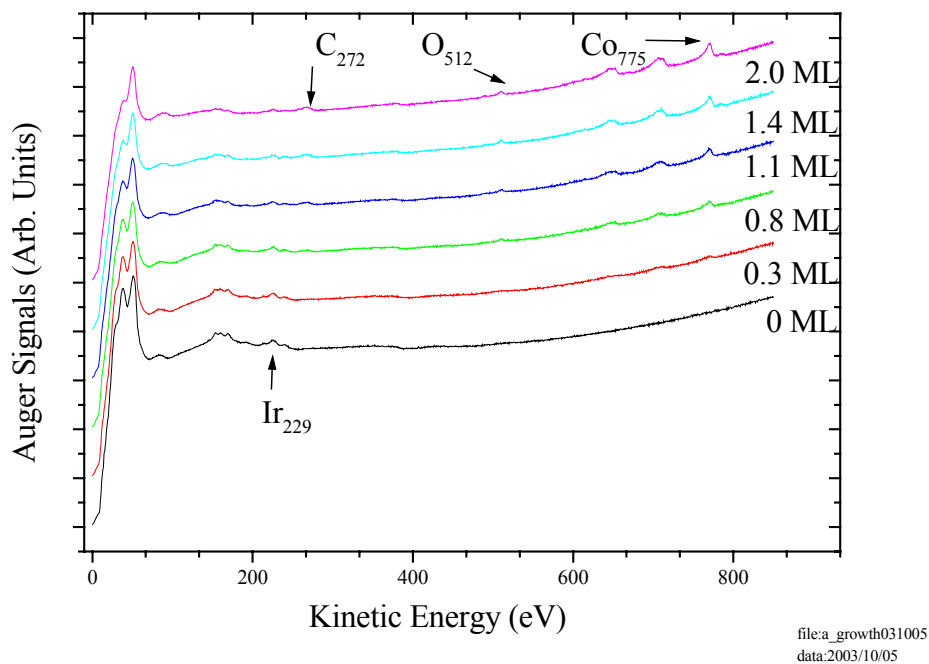


(c)

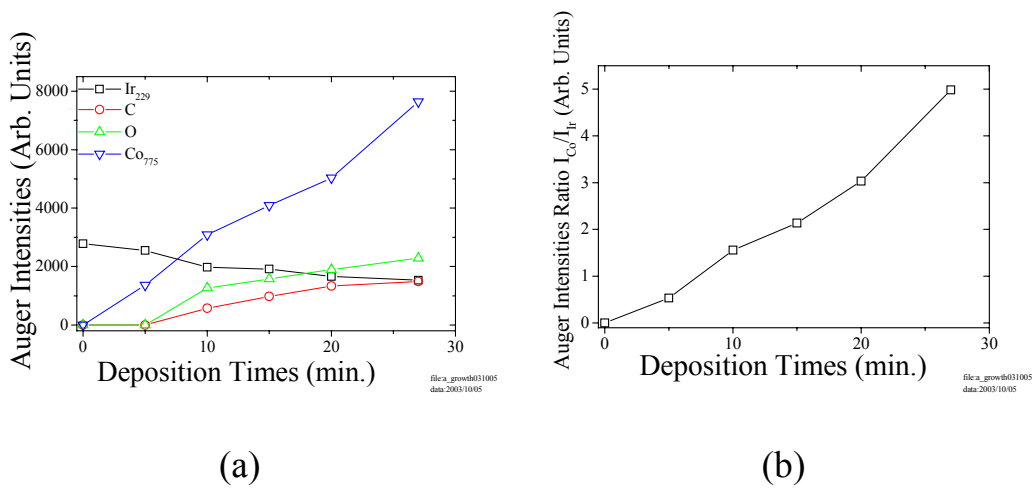
圖(4.31) 1 ML Co/Ir(111)在不同退火溫度下，測量溫度為 375 K，縱向及極向的(a)飽和磁化(b)殘磁(c)矯頑力

4-2-3 二原子層厚度之 Co/Ir(111)退火後的表面磁性分析

先在 Ir(111)上成長數原子層的 Co 薄膜，並以歐傑電子能譜儀觀察樣品表面組成的變化，直至我們所需的薄膜厚度(2 ML)，如圖(4.32)所示。隨著蒸鍍時間的增加，Co 775 eV 歐傑電子能譜訊號強度漸增而基底訊號 Ir 229 eV 強度則隨時間而遞減，如圖(4.33)(a)所示。將此二訊號強度相除，可得歐傑訊號強度比(I_{Co}/I_{Ir})隨蒸鍍時間比值關係圖，如圖(4.33)(b)所示。考慮電子在物質中的平均自由徑與穿透深度關係，將圖(4.1)與圖(4.33)(b)比較我們可以估計出約蒸鍍 13.6 分鐘可得一原子層厚度之 Co 薄膜。



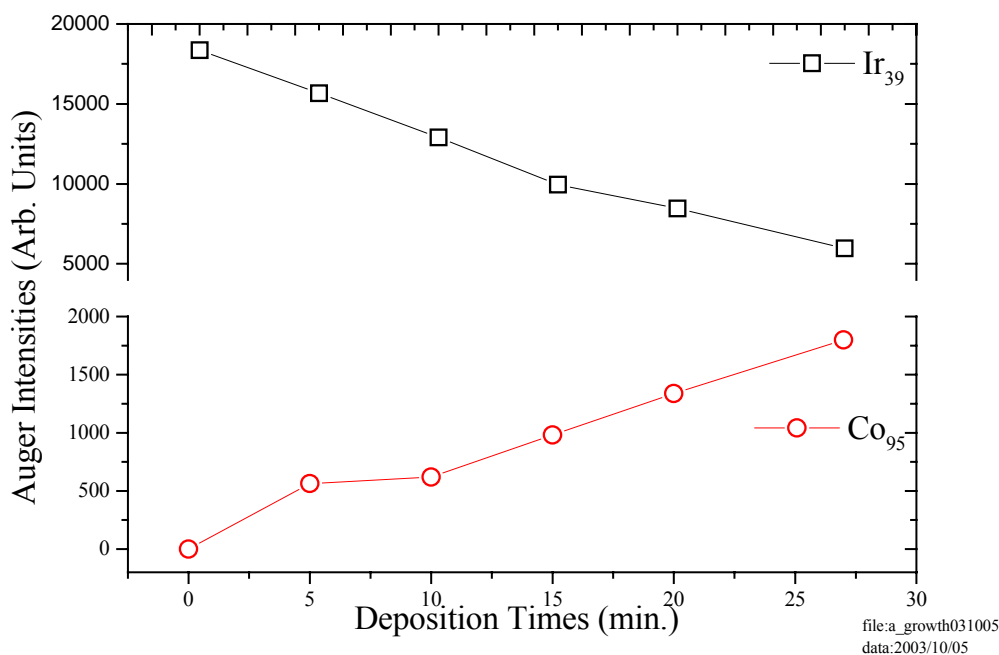
圖(4.32) 2 ML Co/Ir(111)的成長 AES 圖



圖(4.33) (a) 2 ML 成長的 Co/Ir(111)之 AES 強度對蒸鍍時間關係圖

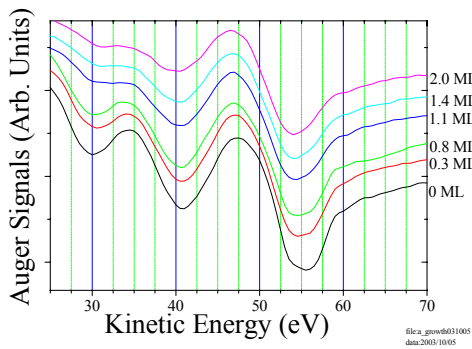
(b) 2 ML 成長的 Co 與 Ir 之 AES 強度比與蒸鍍時間關係圖

隨著蒸鍍鈷的時間增加, Co 95 eV 歐傑訊號強度漸增而基底 Ir 39 eV 訊號強度則迅速遞減, 如圖(4.34)所示, 可知鈷原子層已逐漸覆蓋基底鈱, 表面原子逐漸由鈱轉變為鈷。

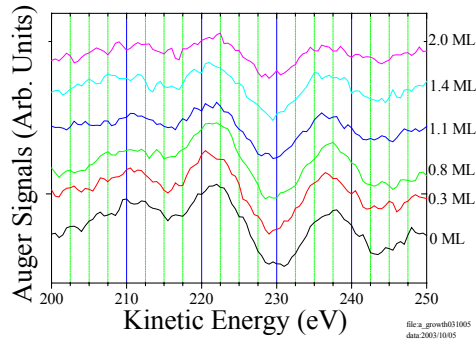


圖(4.34) 2 ML 成長的 Ir₃₉ 和 Co₉₅ 之 AES 強度與蒸鍍時間關係圖

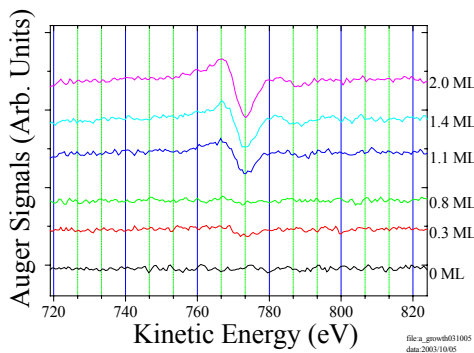
基底 Ir 39 eV 訊號強度隨鈷膜厚增加而減少, 可見鈷原子層已逐漸覆蓋基底鈱, 表面原子逐漸由鈱轉變為鈷; 基底 Ir 54 eV 歐傑電子能譜峰值則隨鈷膜厚增加往 Co 53 eV 歐傑電子能譜峰值的方向偏移, 原因是鈷原子層逐漸覆蓋基底鈱, 如圖(4.35)(a)所示。在此次成長過程中, 基底訊號 Ir 229 eV (N₄O₂O₂)與訊號 Co 775 eV (L₃M₄₅M₄₅)的歐傑電子能譜峰值偏移並不明顯, 如圖(4.35)(b)(c)所示。



(a)



(b)



(c)

圖(4.35) (a) 2 ML 成長的 Co/Ir(111), 基底 Ir 54 eV 往 Co 53 eV 的 AES

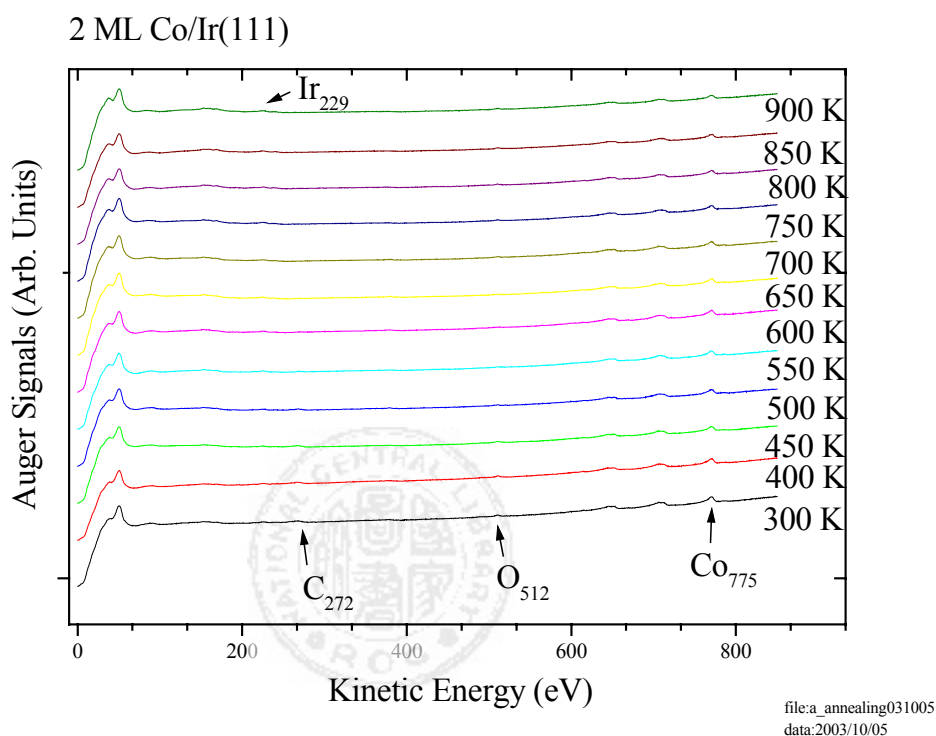
峰值偏移

(b) 2 ML 成長的 Co/Ir(111), 基底 Ir 229 eV 的 AES 峰值偏移

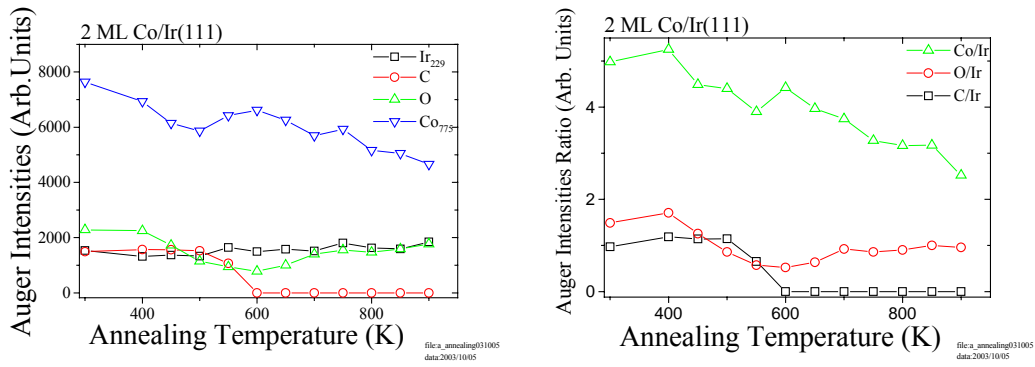
(c) 2 ML 成長的 Co/Ir(111), Co 775 eV 的 AES 峰值偏移

圖(4.36)為蒸鍍 2 原子層 Co/Ir(111)上加熱退火後的 AES 圖。溫度間隔為 50 K, 在每個溫度下保持 3 分鐘後降至溫度 375 K, 以歐傑電子能譜儀測量樣品表面濃度的變化。溫度 300 K 的 AES 圖為室溫下所量測的, 隨著溫度的升高 Co 的訊號逐漸變小, 溫度超過 800 K 以後 Co 的訊號峰變的較不明顯, 如圖(4.36)所示。在熱退火溫度 600

K 碳已和氧結為一氧化碳消失不見，氧受熱擾動繼續往表面爬升，在溫度 700 K 以後卻呈現穩定狀態；Co 775 eV 和 Ir 229 eV 訊號強度到溫度 600 K 開始進行介面的擴散效應，如圖(4.37)(a)所示。在 300 K~450 K 溫度區間所有之訊號強度比較沒有變化，在 450 K~600 K 之間 O/Ir 和 Co/Ir 強度比緩慢減少，至於 C/Ir 強度比則迅速降為零。由圖(4.37)(b)可知 Co/Ir 介面在 450 K 左右就有明顯的擴散現象，溫度愈高，擴散效應也愈明顯，而所形成之 CoIr 合金系統之磁性行為則以表面磁光柯爾效應儀量度研究之。



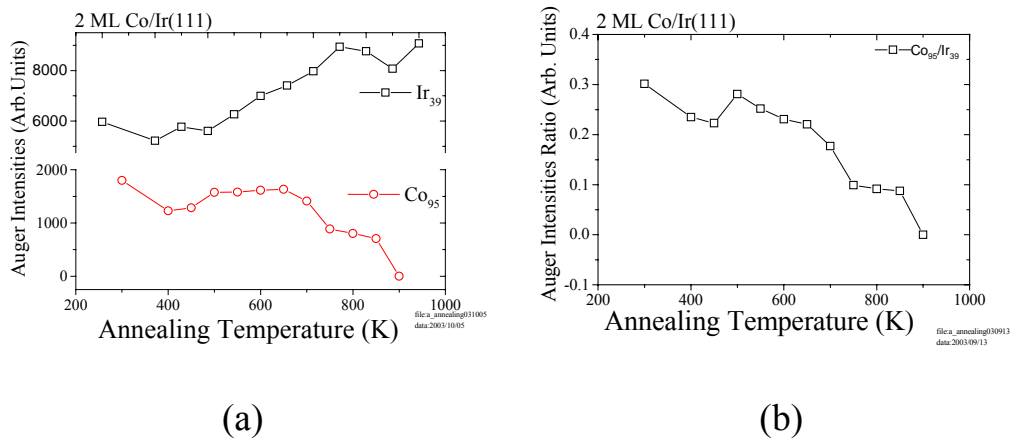
圖(4.36) 2 ML Co/Ir(111)的熱退火 AES 圖



圖(4.37) (a) 2 ML Co/Ir(111)的 AES 強度對退火溫度關係圖

(b) 2 ML Co/Ir(111)的 AES 強度比與退火溫度關係圖

隨著熱退火溫度的增加，Co 95 eV 歐傑能譜訊號強度在高溫 700 K 左右明顯減少而基底 Ir 39 eV 訊號強度則在 450 K 左右明顯逐漸增加，如圖(4.38)(a)所示。由圖(4.38)(b)在退火溫度 450 K 以後足見表面層已隨溫度升高進行介面的化合作用。



(a)

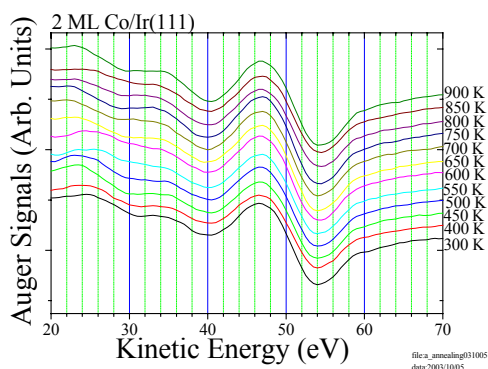
(b)

圖(4.38) (a) 2 ML 的 Ir₃₉ 和 Co₉₅ 之 AES 強度與退火溫度關係圖

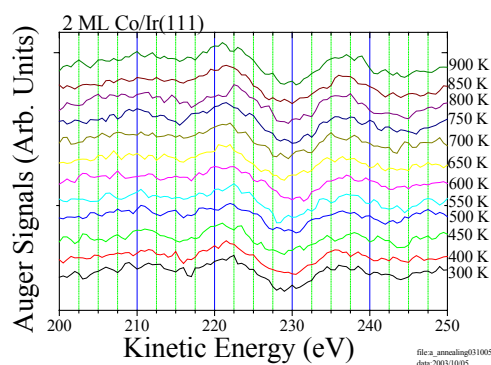
(b) 2 ML 的 Ir₃₉ 和 Co₉₅ 之 AES 強度比與退火溫度關係圖

Co 53 eV 歐傑電子能譜峰值則隨熱退火溫度增加往基底 Ir 54 eV

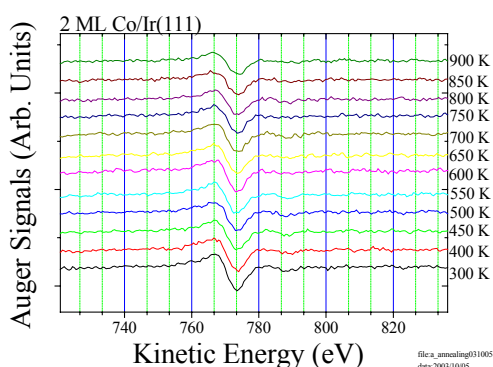
歐傑電子能譜峰值的方向偏移，原因是樣品表面的鈦比例逐漸升高，如圖(4.39)(a)所示。基底訊號 Ir 229 eV ($N_4O_2O_2$)與訊號 Co 775 eV ($L_3M_{45}M_{45}$)的歐傑電子能譜峰值偏移並不明顯，如圖(4.39)(b)(c)所示。



(a)



(b)



(c)

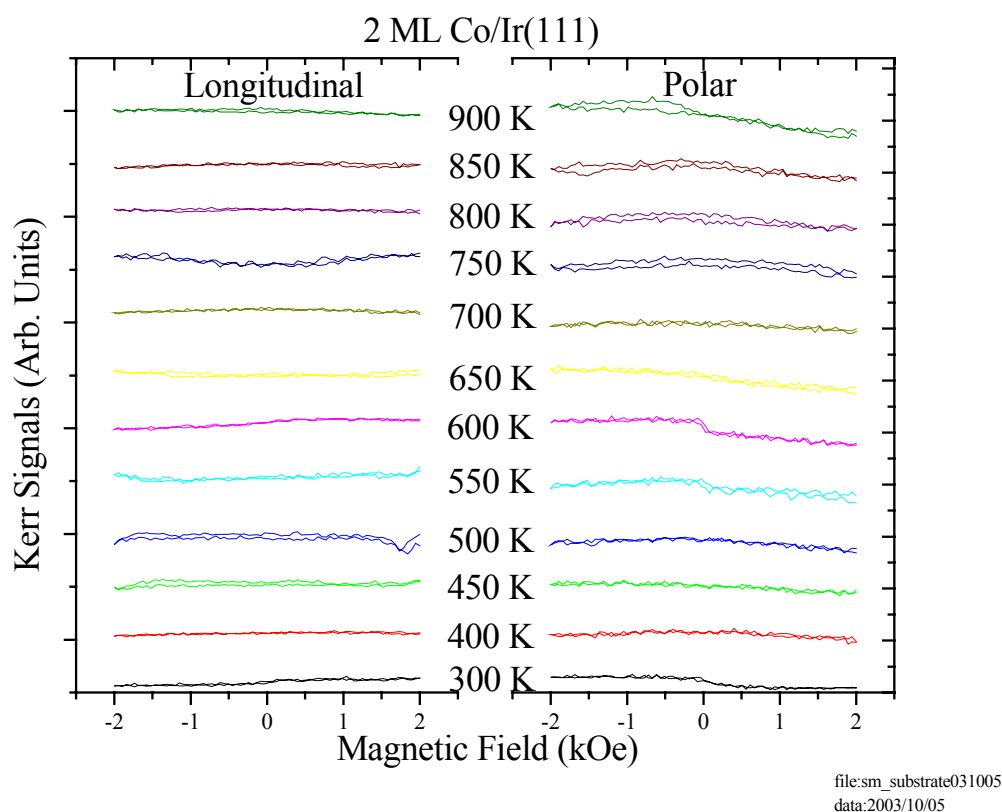
圖(4.39) (a) 2 ML Co/Ir(111)的熱退火，Co 53 eV 往 Ir 54 eV 的 AES 峰值偏移

(b) 2 ML Co/Ir(111)的熱退火，基底 Ir 229 eV 的 AES 峰值偏移

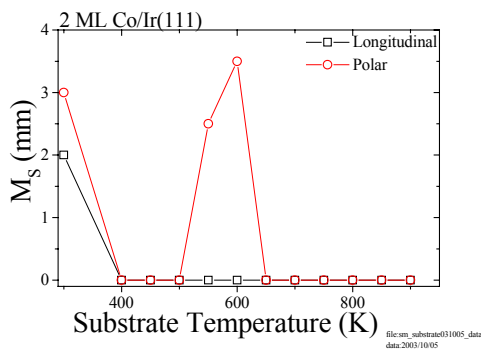
(c) 2 ML Co/Ir(111)的熱退火，Co 775 eV 的 AES 峰值偏移

隨著熱退火的增加，以表面磁光柯爾效應儀觀察 2 ML Co/Ir(111) 薄膜之磁性變化。在 2 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理後，最大

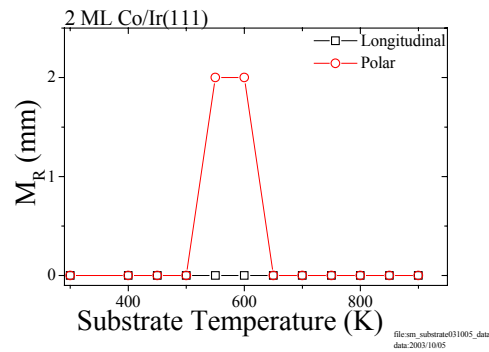
磁場為 2 kOe 狀況下所量得之磁化曲線,退火溫度介在 400 K 與 500 K 間及 650 K 與 900 K 間沒有磁滯現象反應出樣品為非鐵磁性;介在 550 K 與 600 K 間,極向有磁滯現象,如圖(4.40)所示。隨著熱退火的增加,介在 550 K 與 600 K 間極向與縱向 M_S 值、 M_R 值及 H_C 值不為零外,其餘的皆為零,如圖(4.41)所示。在 550 K 與 600 K 溫度下,僅有極向磁光柯爾效應磁滯現象反應出此系統具有垂直異向性。



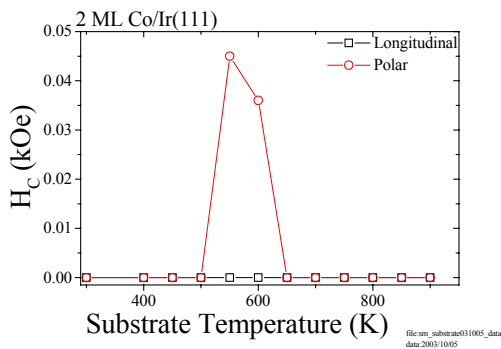
圖(4.40) 2 ML Co/Ir(111)在不同退火溫度下的縱向及極向 SMOKE 圖



(a)



(b)



(c)

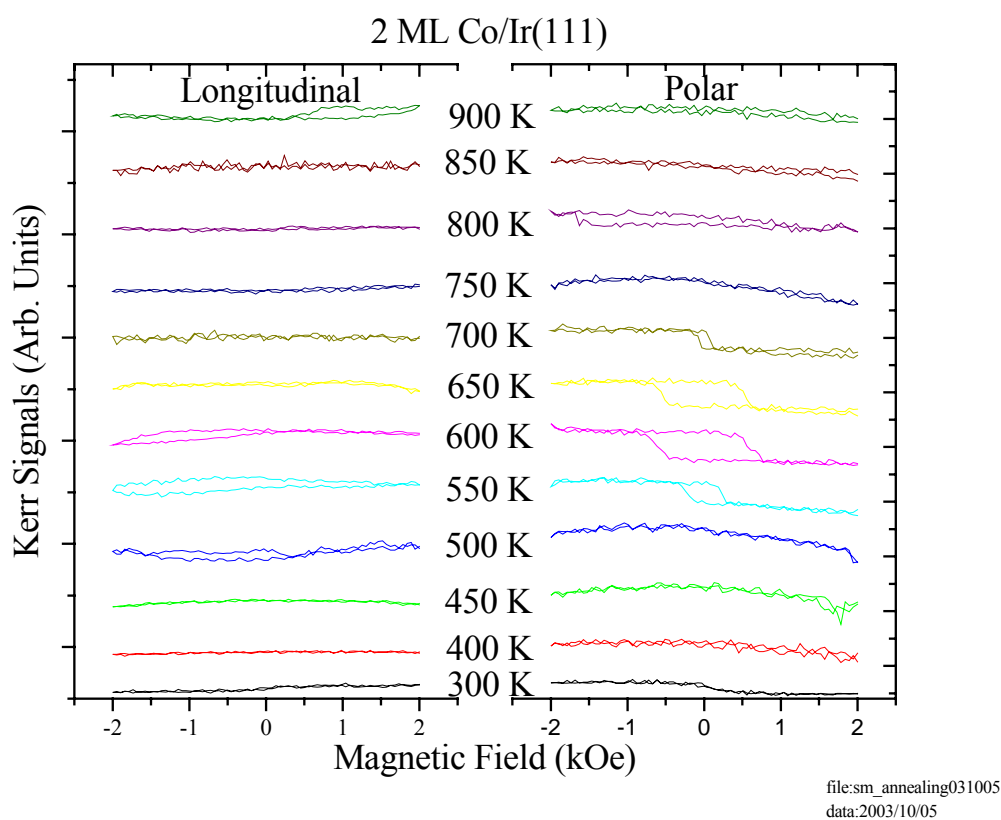
圖(4.41)(a) 2 ML Co/Ir(111)縱向及極向的飽和磁化與退火溫度關係圖

(b) 2 ML Co/Ir(111)縱向及極向的殘磁與退火溫度關係圖

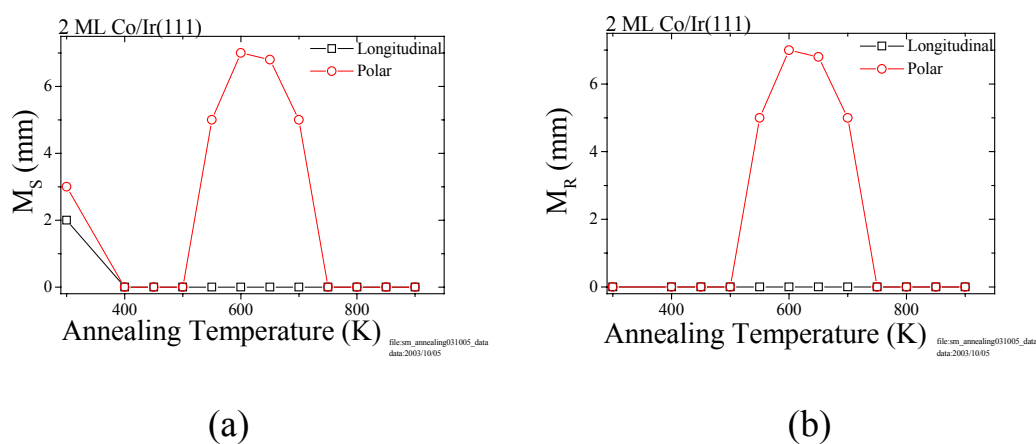
(c) 2 ML Co/Ir(111)縱向及極向的矯頑力與退火溫度關係圖

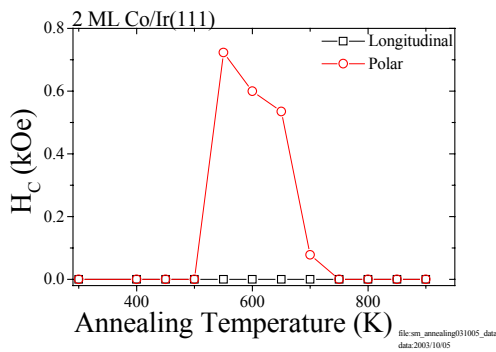
在 2 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理後降溫到 375 K，最大磁場為 2 kOe 狀況下所量得之磁化曲線，測量時樣品溫度為 375 K，退火溫度介在 550 K 與 700 K 間，極向有磁滯現象，可見在 Co-Ir 系統中某些比例的合金可能會有垂直磁化的產生，如圖(4.42)所示，這樣的垂直異向性深具工業上高密度記憶媒體開發之應用潛力。隨著熱退火的增加，除了介在 550 K 與 700 K 間極向 M_S 值、 M_R 值及 H_C 值

不為零外，其餘的縱向與極向皆為零，如圖(4.43)所示。



圖(4.42) 2 ML Co/Ir(111)在不同退火溫度下，測量溫度為 375 K 的縱向及極向 SMOKE 圖



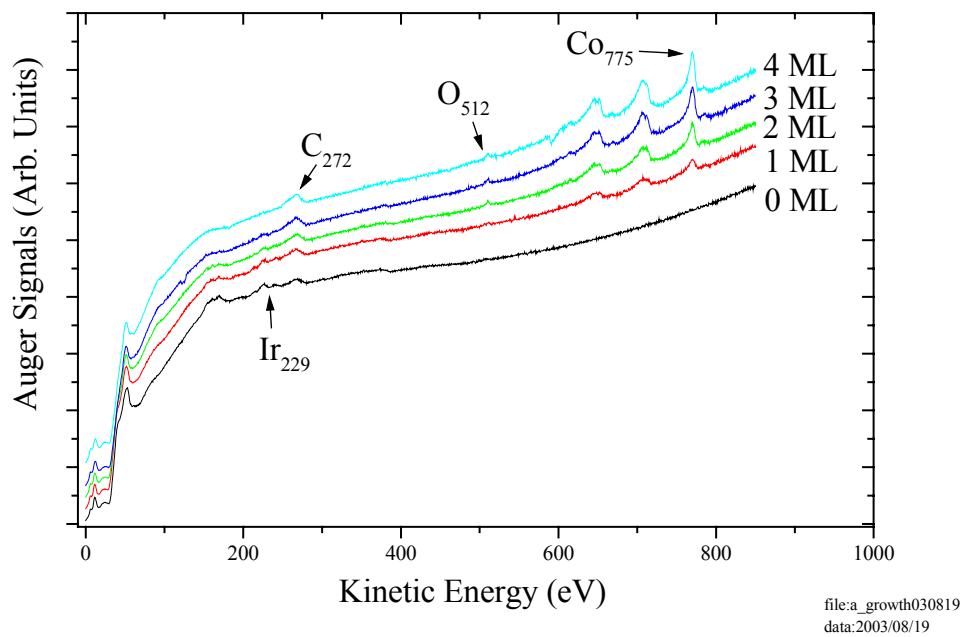


(c)

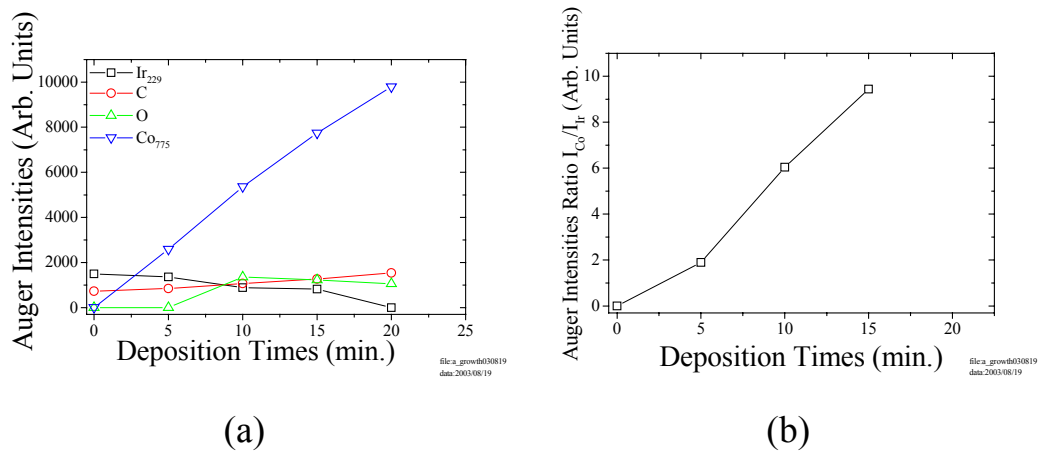
圖(4.43) 2 ML Co/Ir(111)在不同退火溫度下，測量溫度為 375 K，縱向及極向的(a)飽和磁化(b)殘磁(c)矯頑力

4-2-4 四原子層厚度之 Co/Ir(111)退火後的表面磁性分析

先在 Ir(111)上成長數原子層的 Co 薄膜，並以歐傑電子能譜儀觀察樣品表面組成的變化，直至我們所需的薄膜厚度(4 ML)，如圖(4.44)所示。隨著蒸鍍時間的增加，Co 775 eV 歐傑電子能譜訊號強度漸增而基底訊號 Ir 229 eV 強度則隨時間而遞減，如圖(4.45)(a)所示。將此二訊號強度相除，可得歐傑訊號強度比(I_{Co}/I_{Ir})隨蒸鍍時間比值關係圖，如圖(4.45)(b)所示。考慮電子在物質中的平均自由徑與穿透深度關係，將圖(4.1)與圖(4.45)(b)比較我們可以估計出約蒸鍍 5 分鐘可得一原子層厚度之 Co 薄膜。



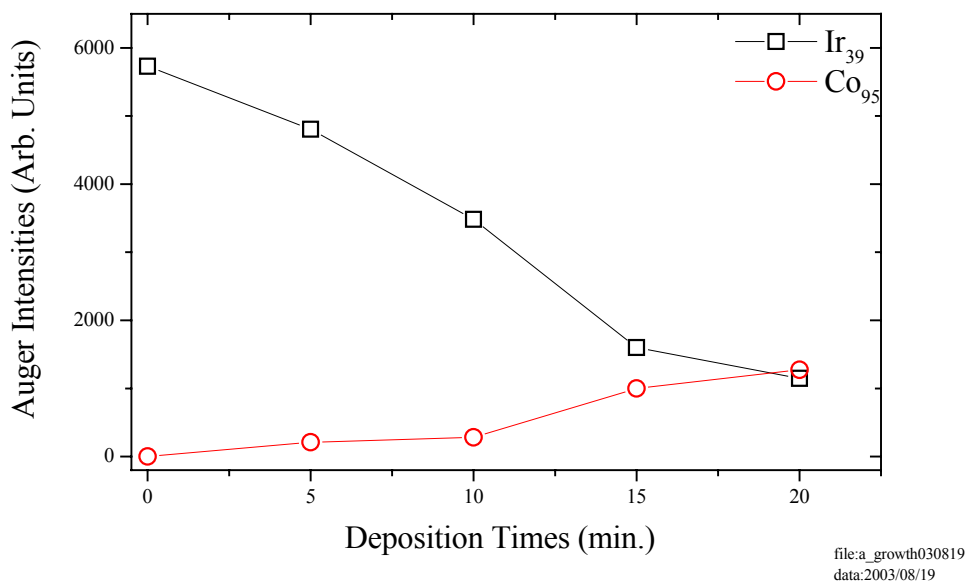
圖(4.44) 4 ML Co/Ir(111)的成長 AES 圖



圖(4.45) (a) 4 ML 成長的 Co/Ir(111)之 AES 強度對蒸鍍時間關係圖

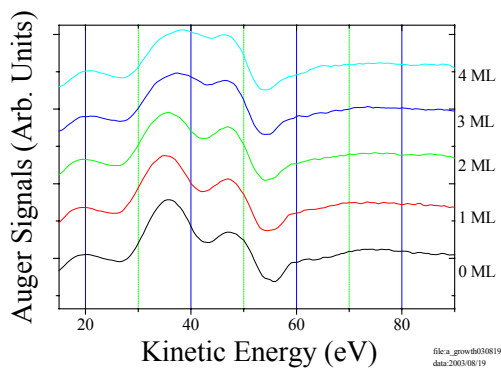
(b) 4 ML 成長的 Co 與 Ir 之 AES 強度比與蒸鍍時間關係圖

隨著蒸鍍鈷的時間增加, Co 95 eV 歐傑訊號強度漸增而基底 Ir 39 eV 訊號強度遞減, 如圖(4.46)(a)所示, 可知鈷原子層已逐漸覆蓋基底鈱, 表面原子逐漸由鈱轉變為鈷。

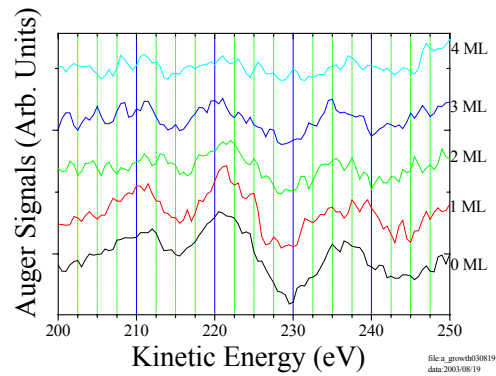


圖(4.46) 4 ML 成長的 Ir₃₉ 和 Co₉₅ 之 AES 強度與蒸鍍時間關係圖

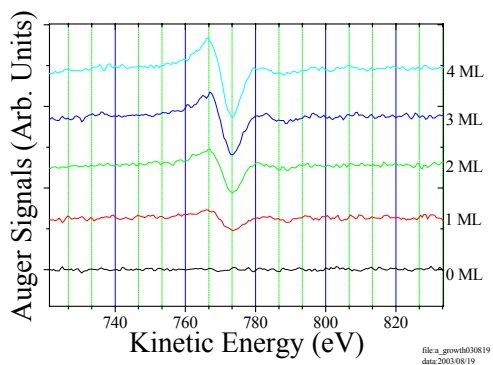
基底 Ir 39 eV 訊號強度隨鈷膜厚增加而減少, 可見鈷原子層已逐漸覆蓋基底鈱, 表面原子逐漸由鈱轉變為鈷; 基底 Ir 54 eV 歐傑電子能譜峰值則隨鈷膜厚增加往 Co 53 eV 歐傑電子能譜峰值的方向偏移, 原因是鈷原子層逐漸覆蓋基底鈱, 如圖(4.47)(a)所示。在此次成長過程中, 基底訊號 Ir 229 eV (N₄O₂O₂)與訊號 Co 775 eV (L₃M₄₅M₄₅)的歐傑電子能譜峰值偏移並不明顯, 如圖(4.47)(b)(c)所示。



(a)



(b)



(c)

圖(4.47) (a) 4 ML 成長的 Co/Ir(111), 基底 Ir 54 eV 往 Co 53 eV 的 AES

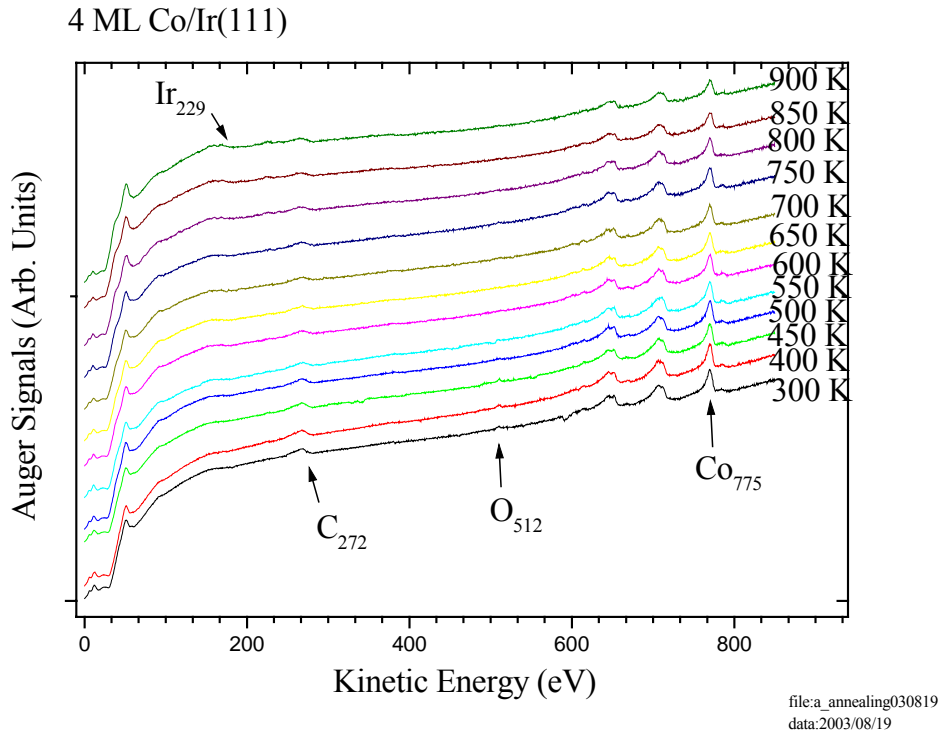
峰值偏移

(b) 4 ML 成長的 Co/Ir(111), 基底 Ir 229 eV 的 AES 峰值偏移

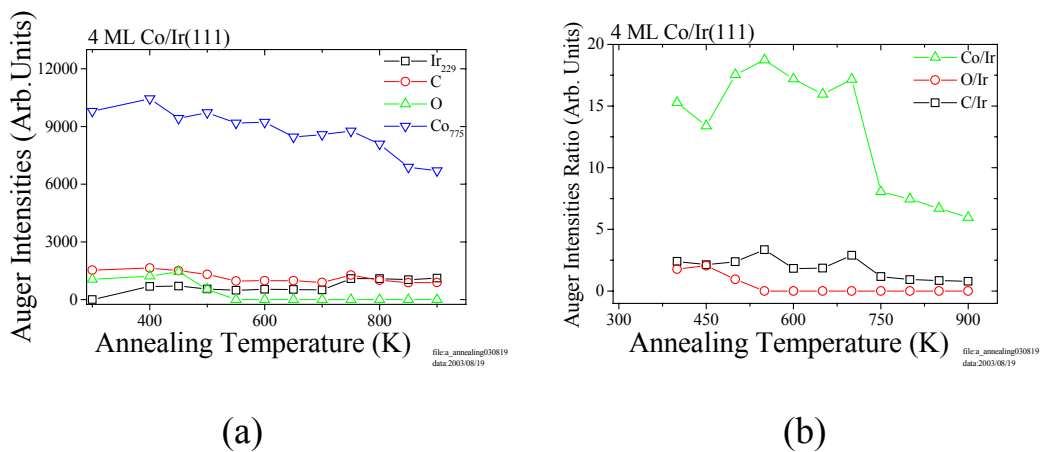
(c) 4 ML 成長的 Co/Ir(111), Co 775 eV 的 AES 峰值偏移

圖(4.48)為蒸鍍 4 原子層 Co/Ir(111)上加熱退火後的 AES 圖。溫度間隔為 50 K, 在每個溫度下保持 3 分鐘後降至溫度 375 K, 以歐傑電子能譜儀測量樣品表面濃度的變化, 如圖(4.48)。在熱退火溫度 550 K 氧已消失不見; 碳則呈現穩定狀態; Co 775 eV 和 Ir 229 eV 訊號強度到溫度 500 K 開始進行介面的擴散效應, 如圖(4.49)(a)所示。由圖

(4.49)(b)可知 Co/Ir 介面在 500 K 左右就有明顯的擴散現象，溫度愈高，擴散效應也愈明顯。



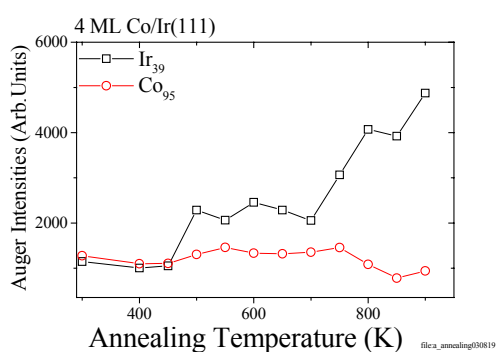
圖(4.48) 4 ML Co/Ir(111)的熱退火 AES 圖



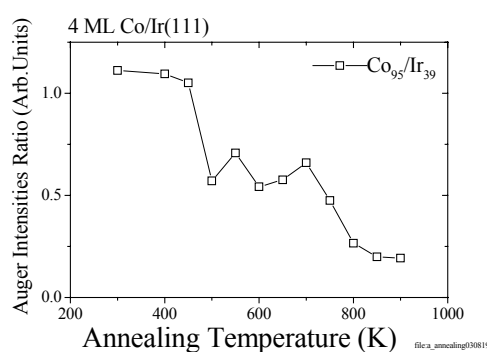
圖(4.49) (a) 4 ML Co/Ir(111)的 AES 強度對退火溫度關係圖

(b) 4 ML Co/Ir(111)的 AES 強度比與退火溫度關係圖

隨著熱退火溫度的增加, Co 95 eV 歐傑電子能譜訊號強度呈現穩定, 在溫度 750 K 後逐漸減少而基底 Ir 39 eV 訊號強度則在溫度 450 K 後逐漸增加, 如圖(4.50)(a)所示。由圖(4.50)(b)在退火溫度 450 K 以後足見表面層已隨溫度升高進行介面的化合作用。



(a)

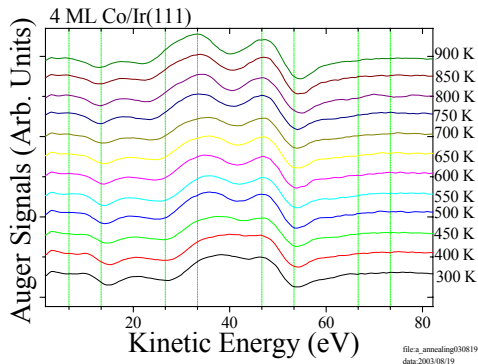


(b)

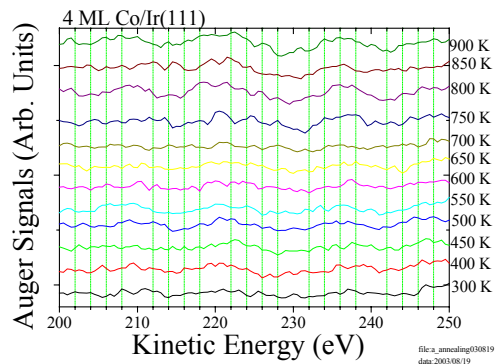
圖(4.50)(a) 4 ML 的 Ir₃₉ 和 Co₉₅ 之 AES 強度與退火溫度關係圖

(b) 4 ML 的 Ir₃₉ 和 Co₉₅ 之 AES 強度比與退火溫度關係圖

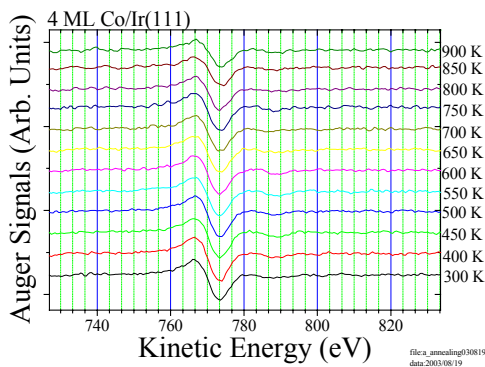
Co 53 eV 歐傑電子能譜峰值則隨熱退火溫度增加往基底 Ir 54 eV 歐傑電子能譜峰值的方向偏移, 原因是樣品表面的鈹比例逐漸升高, 如圖(4.51)(a)所示。基底訊號 Ir 229 eV (N₄O₂O₂)與訊號 Co 775 eV (L₃M₄₅M₄₅)的歐傑電子能譜峰值偏移並不明顯, 如圖(4.51)(b)(c)所示。



(a)



(b)



(c)

圖(4. 51) (a) 4 ML Co/Ir(111)的熱退火，Co 53 eV 往 Ir 54 eV 的 AES

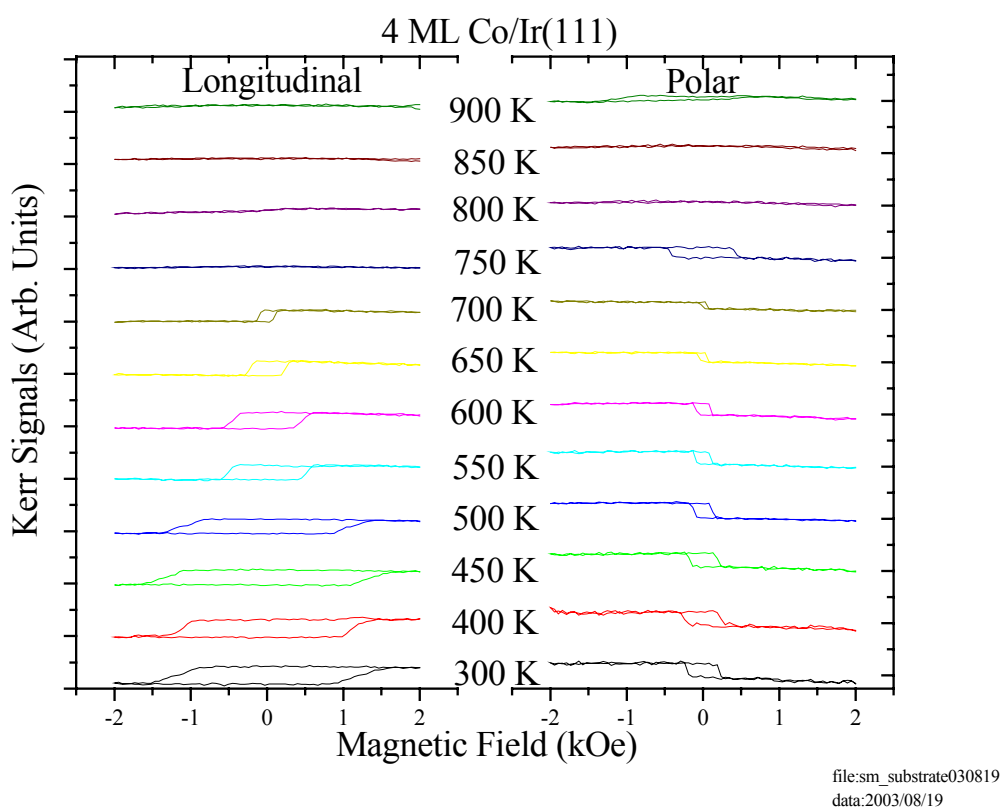
峰值偏移

(b) 4 ML Co/Ir(111)的熱退火，基底 Ir 229 eV 的 AES 峰值偏移

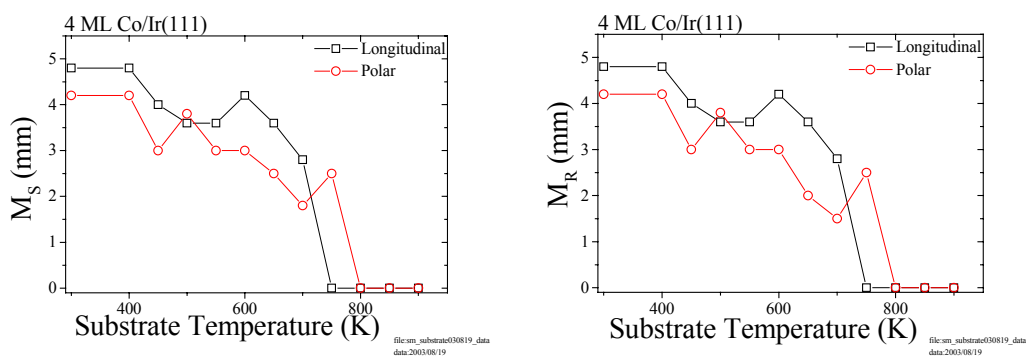
(c) 4 ML Co/Ir(111)的熱退火，Co 775 eV 的 AES 峰值偏移

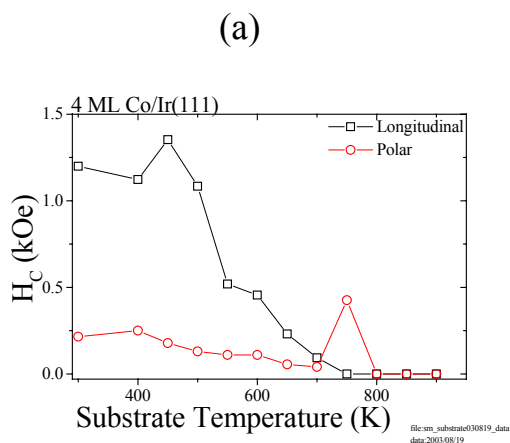
隨著熱退火的增加，以表面磁光柯爾效應儀觀察 4 ML Co/Ir(111) 薄膜之磁性變化。在 4 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理後，最大磁場為 2 kOe 狀況下所量得之磁化曲線，退火溫度介在 800 K 與 900 K 間沒有磁滯現象反應出樣品為非鐵磁性；介在 300 K 與 700 K 間，縱向與極向皆有磁滯現象反應出樣品為鐵磁性；在 750 K 極向有磁滯現

象，反應出具有垂直異向性，如圖(4.52)所示。隨著熱退火的增加，溫度在 800 K 以後極向與縱向 M_S 值 M_R 值及 H_C 值皆為零，如圖(4.53)所示，更可知此薄膜在溫度 750 K 與 800 K 之間，由鐵磁性轉變為非鐵磁性。



圖(4.52) 4 ML Co/Ir(111)在不同退火溫度下的縱向及極向 SMOKE 圖





(b)

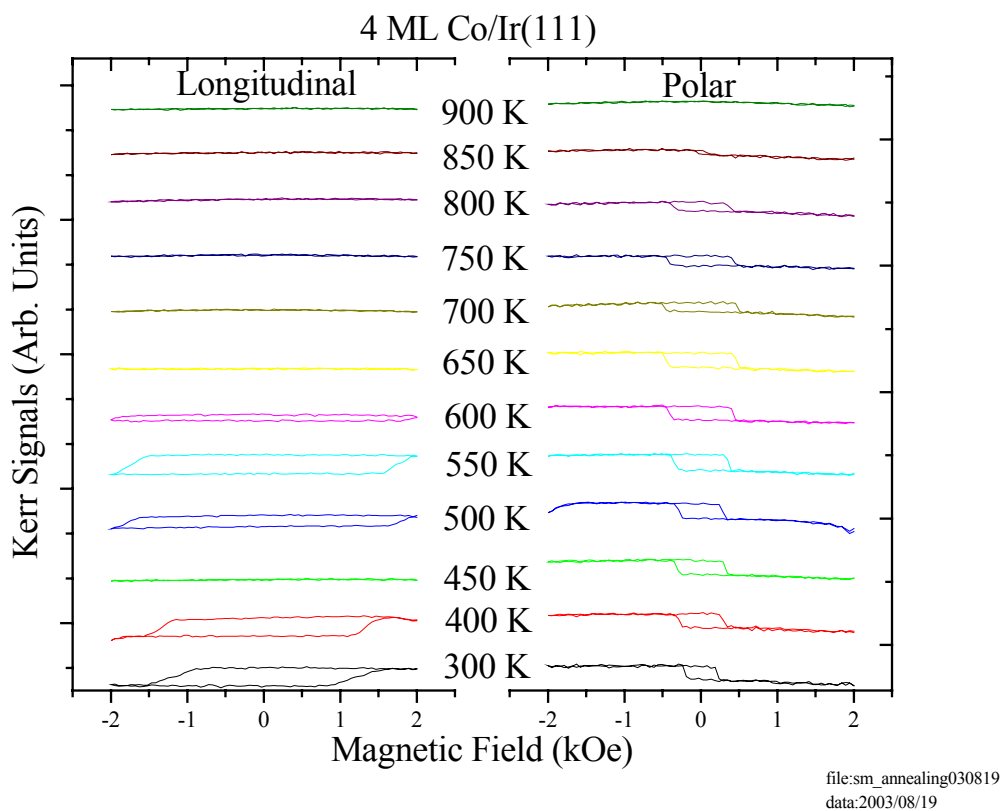
(c)

圖(4.53)(a) 4 ML Co/Ir(111)縱向及極向的飽和磁化與退火溫度關係圖

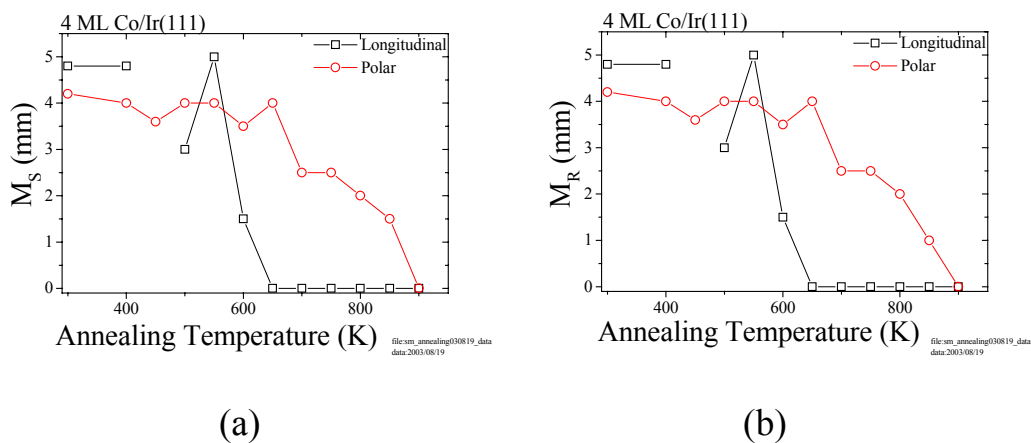
(b) 4 ML Co/Ir(111)縱向及極向的殘磁與退火溫度關係圖

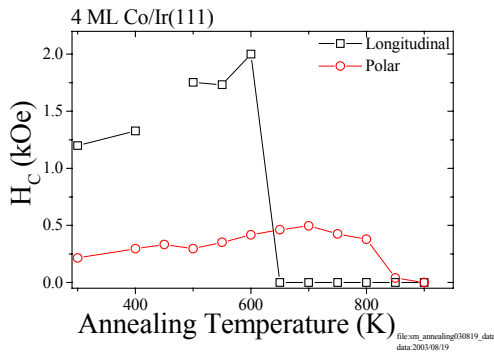
(c) 4 ML Co/Ir(111)縱向及極向的矯頑力與退火溫度關係圖

在 4 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理後降溫到 375 K，在最大磁場為 2 kOe 狀況下所量得之磁化曲線，測量時樣品溫度為 375 K，退火溫度介在 650 K 與 850 K 間，極向有磁滯現象，足見此系統深具垂直異向性，如圖(4.54)所示。溫度介在 650 K 與 850 K 間極向 M_S 值、 M_R 值及 H_C 值不為零，縱向其值皆為零，反應出樣品具有垂直異向性；在溫度 850 K 與 900 K 之間，由鐵磁性轉變為非鐵磁性，如圖(4.55)所示。



圖(4.54) 4 ML Co/Ir(111)在不同退火溫度下，測量溫度為 375 K 的縱向及極向 SMOKE 圖





(c)

圖(4.55) 4 ML Co/Ir(111)在不同退火溫度下，測量溫度為 375 K，縱向及極向的(a)飽和磁化(b)殘磁(c)矯頑力

4-2-5 深度組成分析

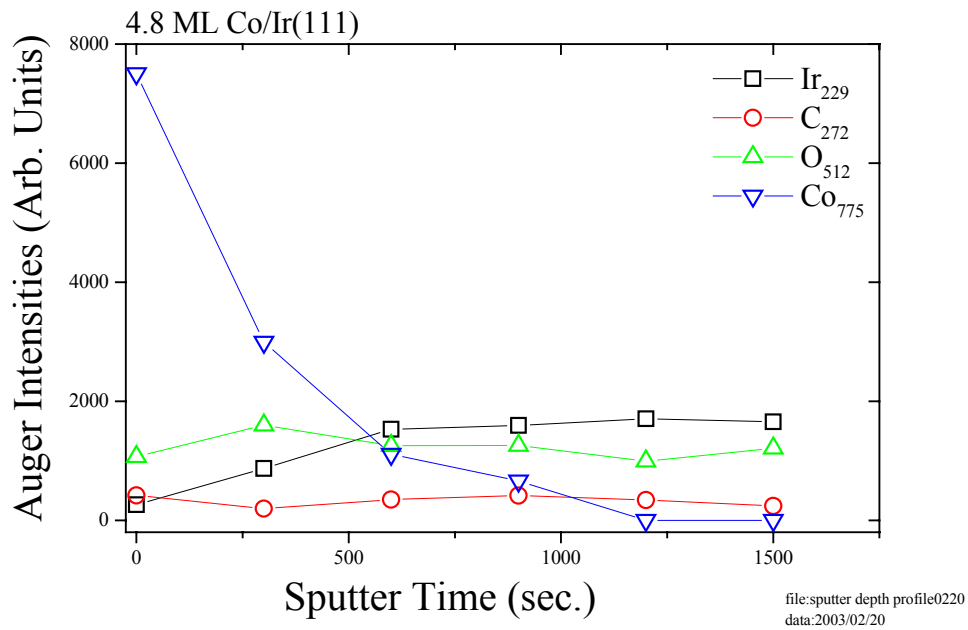
為了進一步確認成長與加熱退火後薄膜樣品的深度組成，我們利用離子濺射搭配歐傑電子能譜儀來分析。首先在 Ir(111)上成長至 4.8 原子層的 Co 薄膜，接著使用 Ar⁺離子濺射薄膜樣品，將樣品表面層的原子掃除，搭配歐傑電子能譜儀計算出樣品上各元素的歐傑電子訊號強度，如此反覆離子濺射與歐傑電子能譜儀量測，可獲得薄膜樣品的深度組成分析；加熱退火後的薄膜樣品，經由離子濺射與歐傑電子能譜儀量測所得的深度組成分析，更可以驗證加熱退火後造成 Co 往 Ir(111)基底擴散，而將 Co 由 Ir(111)表面退吸附之可能性排除。離子濺射的實驗條件如下：

放 Ar⁺離子後的真空壓力：P=4×10⁻⁵ Torr、溫度：300 K

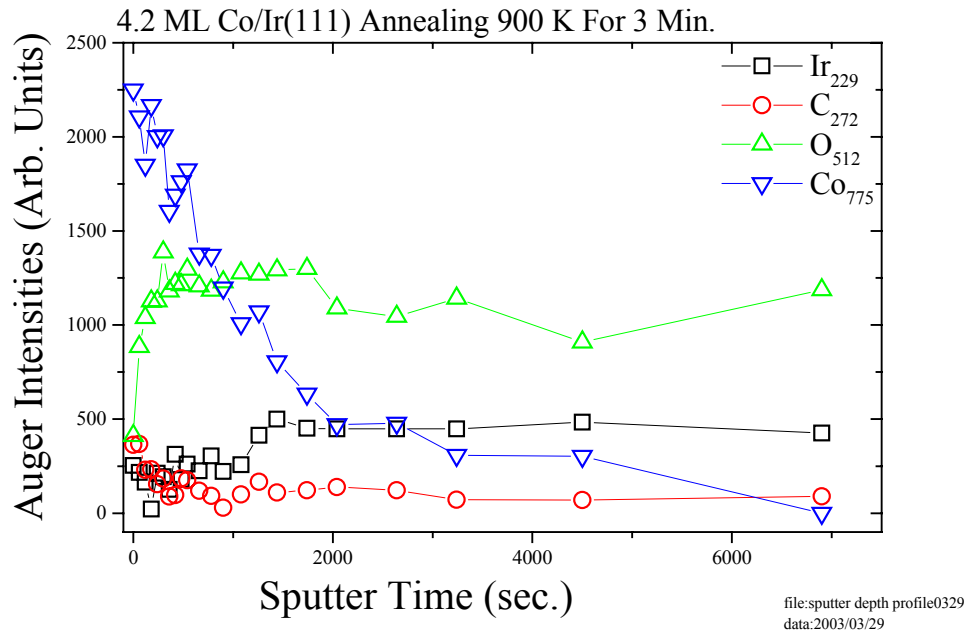
離子槍的入射離子動能：1500 eV、入射角度：45°

比較鈷膜厚相當(4.2 ML 與 4.8 ML)的樣品在加熱退火前後的深度組成分析，分別如圖(4.56)與圖(4.57)所示，從圖中可得 Co 775 eV 的歐傑電子訊號強度隨離子濺射後減少至一半所需的時間分別約為 250 秒以及 1000 秒，此一資訊告訴我們將樣品加熱退火後比未加熱的薄膜樣品需 4 倍的離子濺射時間，其原因為加熱退火後會造成 Co 往 Ir(111)基底擴散，因此需更久的離子濺射時間將樣品表面上分布的 Co 原子清除，更可由以上資訊進一步估算 CoIr 合金層的厚度約為 20 個原子層。

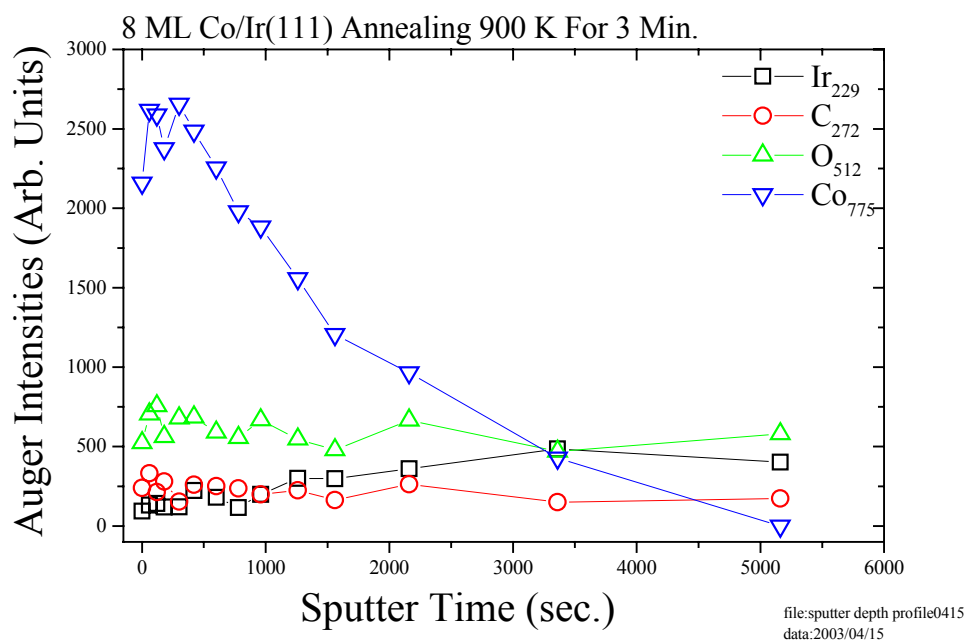
比較不同鈷膜厚(4.2 ML 與 8 ML)的樣品在加熱退火後的深度組成分析，分別如圖(4.57)與圖(4.58)所示，從圖中可得 Co 775 eV 的歐傑電子訊號強度隨離子濺射後減少至一半所需的時間分別約為 1000 秒以及 1500 秒，可知膜厚較厚的樣品加熱退火後造成多量 Co 往 Ir(111)基底擴散，因此需要比薄的鈷膜厚更久的離子濺射時間。



圖(4.56) 4.8 ML Co/Ir(111)的歐傑電子訊號強度與離子濺射時間圖



圖(4.57) 4.2 ML Co/Ir(111)加熱退火後的歐傑電子訊號強度與離子濺射時間圖

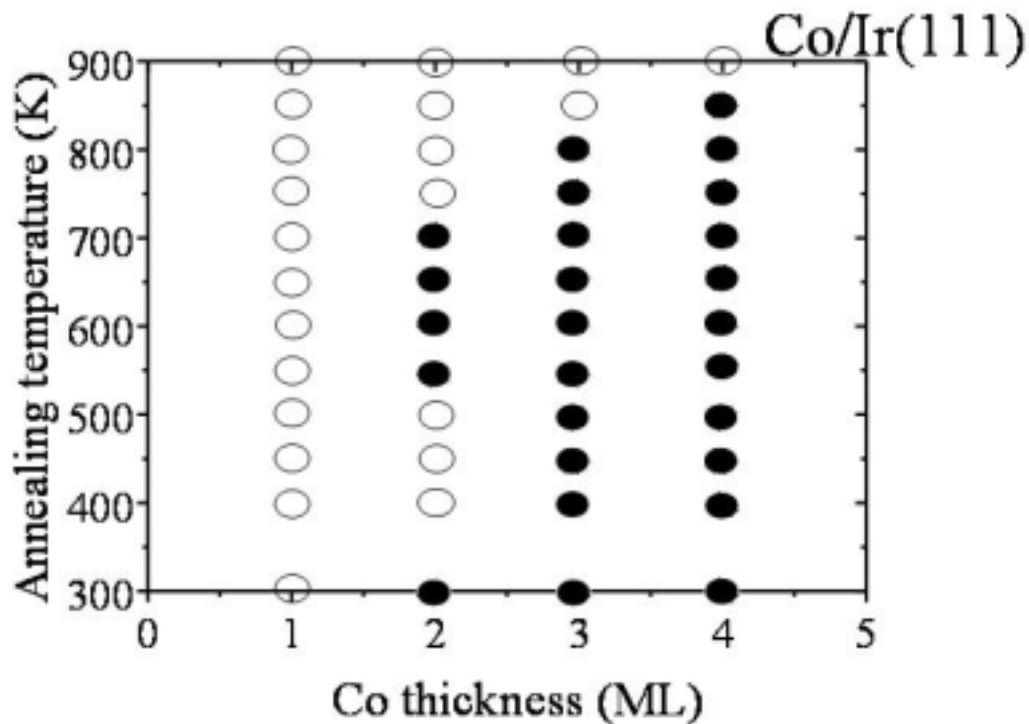


圖(4.58) 8 ML Co/Ir(111)加熱退火後的歐傑電子訊號強度與離子濺射

時間圖

4-2-6 鈷厚度在四原子層以下的磁性行為

在鈷膜厚 2 ML 加熱退火處理後降溫到 375 K，測量時樣品溫度為 375 K，白圈表示樣品為非鐵磁性物質，黑圈表示樣品為鐵磁性物質。當退火溫度介在 550 K 與 700 K 間，為鐵磁性物質；同樣的，鈷膜厚 3 ML 退火溫度介在 700 K 與 800 K 間以及 4 ML 退火溫度介在 550 K 與 850 K 間有磁滯，表示樣品為鐵磁性物質，由圖(4.59)所示。



圖(4.59) 不同鈷厚度蒸鍍在鈹(111)上加熱退火後降溫，測量溫度為 375 K 的磁性行為

4-2-7 描述與討論

我們再進一步探討圖(4.60)的歐傑電子訊號強度比($I_{\text{Co } 775 \text{ eV}}/I_{\text{Ir } 229 \text{ eV}}$)與 $\text{Co } 775 \text{ eV } (L_3M_{45}M_{45})$ 歐傑電子訊號歸一，分別如圖(4.61)、(4.62)所示，其敘述如下：

2 ML Co/Ir(111)熱退火：歐傑訊號強度比為 3.7

Co ($L_3M_{45}M_{45}$)歐傑電子訊號歸一為 0.75

3 ML Co/Ir(111)熱退火：歐傑訊號強度比為 4.1

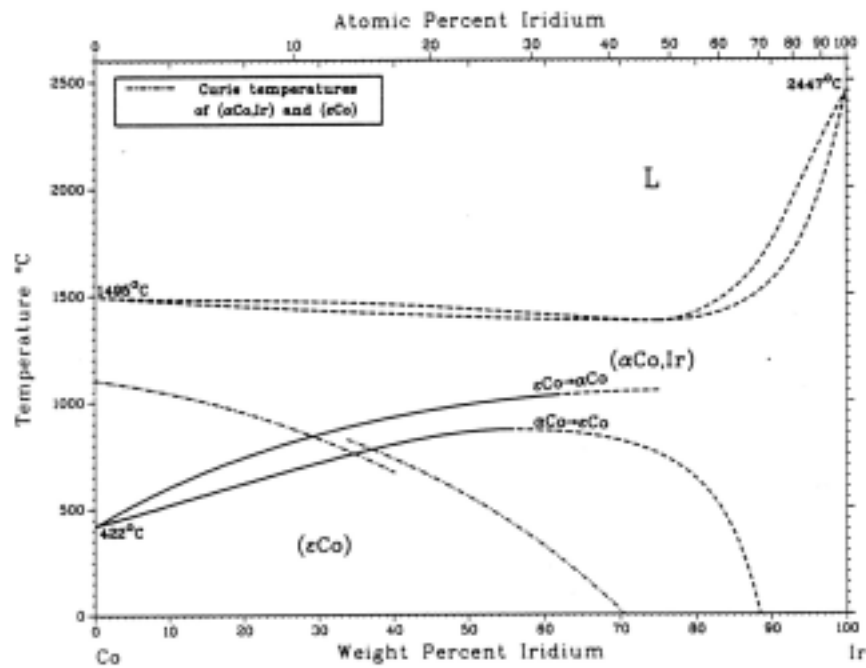
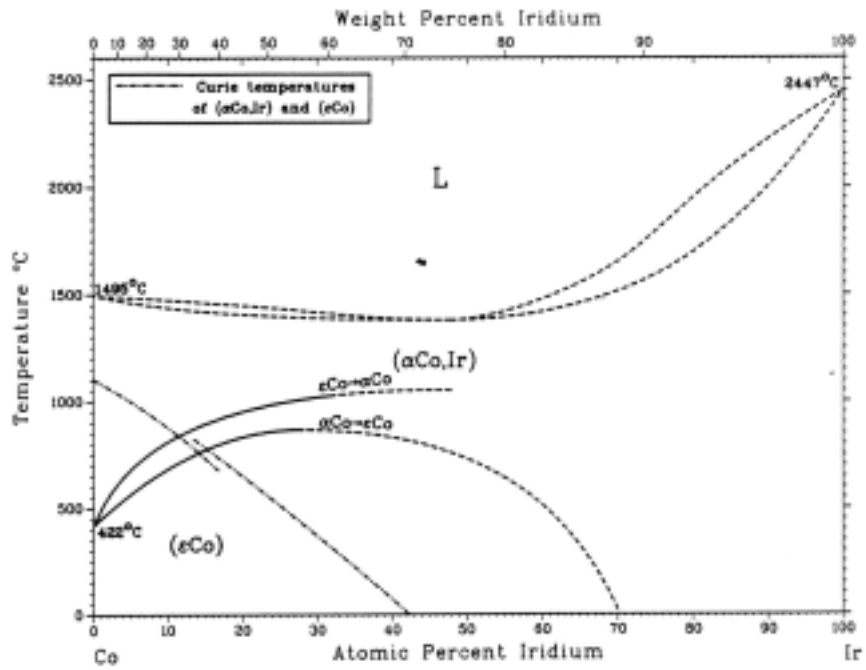
Co ($L_3M_{45}M_{45}$)歐傑電子訊號歸一為 0.72

4 ML Co/Ir(111)熱退火：歐傑訊號強度比為 6.7

Co ($L_3M_{45}M_{45}$)歐傑電子訊號歸一為 0.70

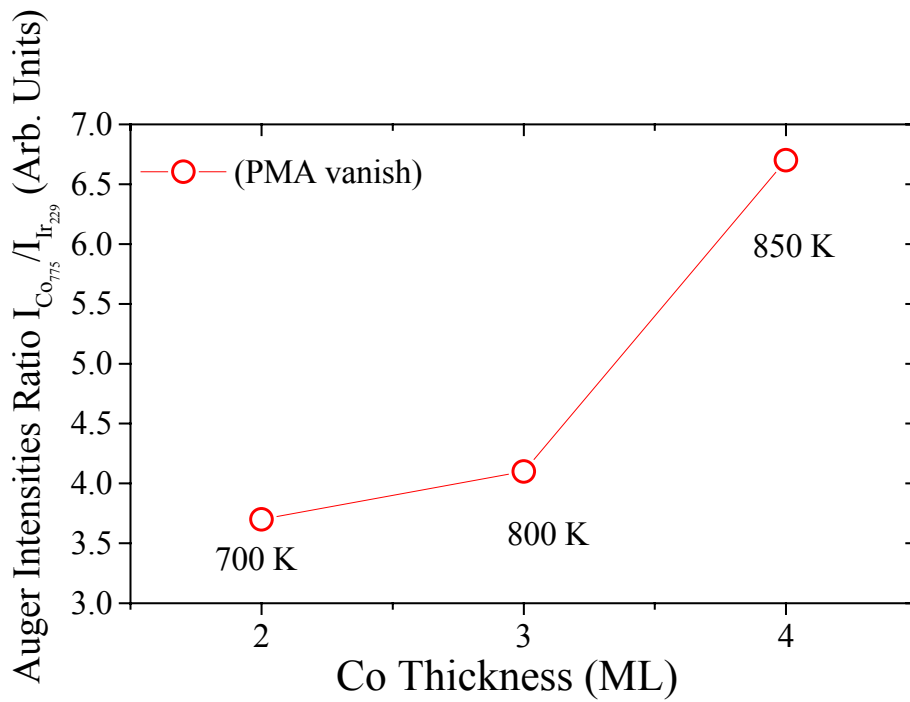
以圖(4.60)比較圖(4.61)與圖(4.62)可知此系統中當表面的 Co 再往塊材內擴散直到 CoIr 合金形成，此時退火溫度已超過居里溫度之情況下，縱向與極向的磁滯消失呈現非鐵磁性之行為。

Co-Ir Phase Diagram

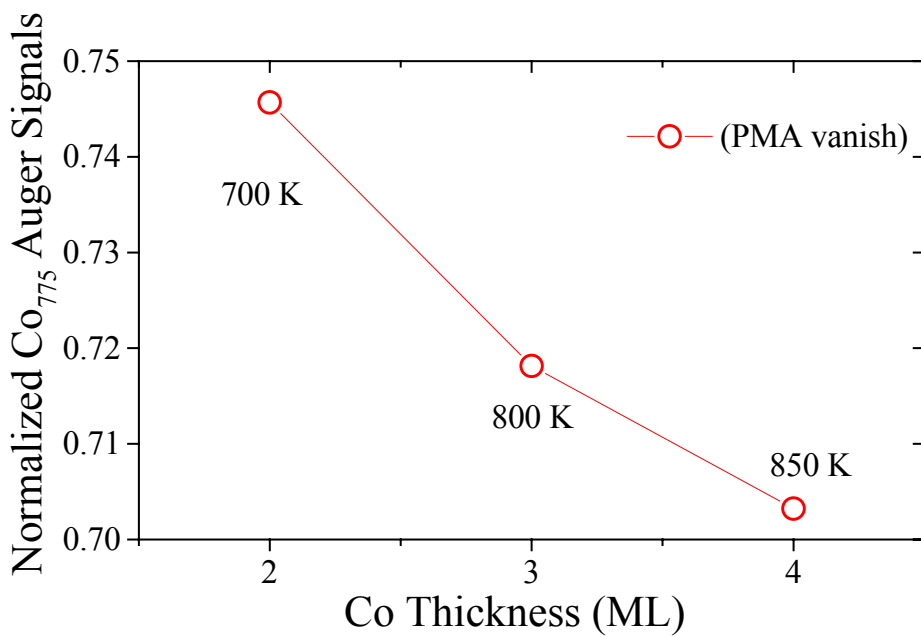


From [Hansen].

圖(4.60) Co-Ir 相圖[67]



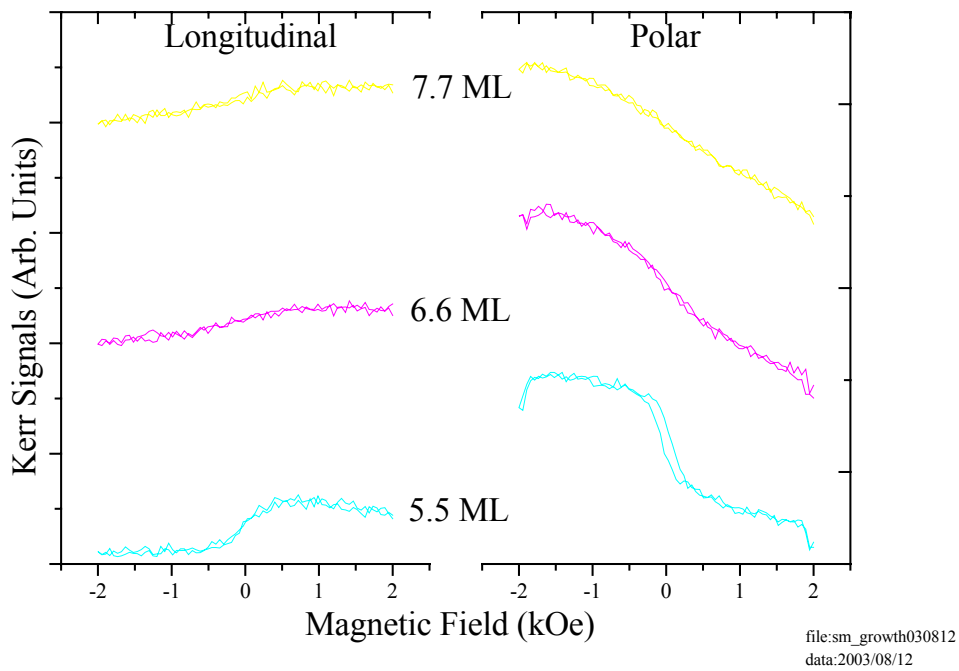
圖(4.61) 不同鈷厚度蒸鍍在鈹(111)上加熱退火後降溫，測量溫度為 375 K 的歐傑電子訊號強度比



圖(4.62) 不同鈷厚度蒸鍍在鈹(111)上加熱退火後降溫，測量溫度為

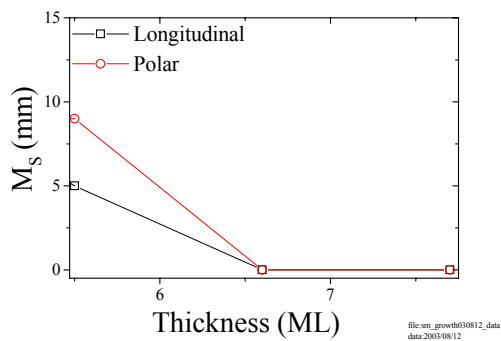
4-3 鈷厚度超過五原子層以上之不尋常行為

隨著薄膜厚度之增加，鈷厚度超過五原子層以表面磁光柯爾效應儀觀察 Co/Ir(111)薄膜之磁性變化，如圖(4.63)所示。在 5.5 ML 外加最大磁場為 2 kOe 情況下，在極向與縱向方向皆出現磁滯現象，這表示樣品為鐵磁性，比較極向與縱向的表面磁光柯爾效應訊號，可知縱向矯頑力較小，可見磁化異軸偏向於縱向方向；當薄膜厚度增加到 6.6 原子層之後，磁滯現象消失，顯現出非鐵磁性的不尋常行為，如圖(4.63)所示。在 4 原子層厚度以內，當 Co 厚度漸增，由於在極向與縱向之飽和磁化量以及殘磁應逐漸增加，反應出總原子磁矩數隨薄膜厚度漸增，如圖(4.7)所示；但此 Co/Ir(111)系統卻在厚度超過 5.5 ML 不然，隨著 Co 厚度漸增至 6.6 原子層之後卻沒有磁滯現象，可能是表面太粗糙甚至造成顆粒化現象，使得材料達到超順磁尺寸，矯頑磁力會趨近於零，磁由有序態向無序態變化，如圖(4.64)所示，其原因有待進一步探討。

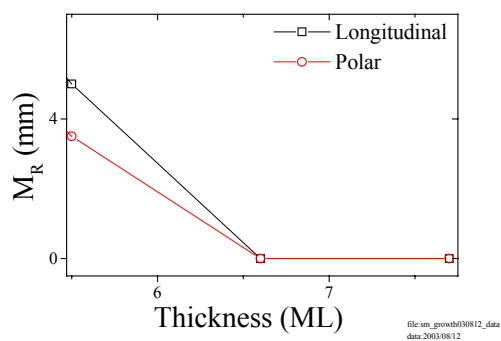


圖(4.63) 超過五原子層厚度的 Co 薄膜在 Ir(111)基底成長：

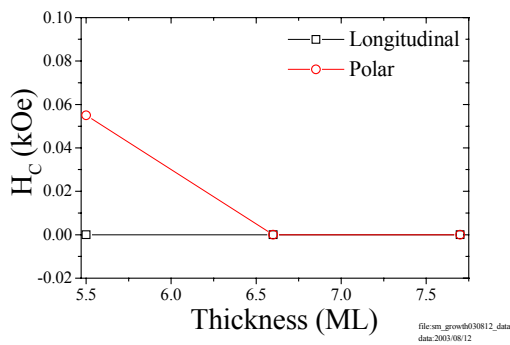
縱向及極向柯爾效應的磁化曲線變化情形



(a)



(b)



(c)

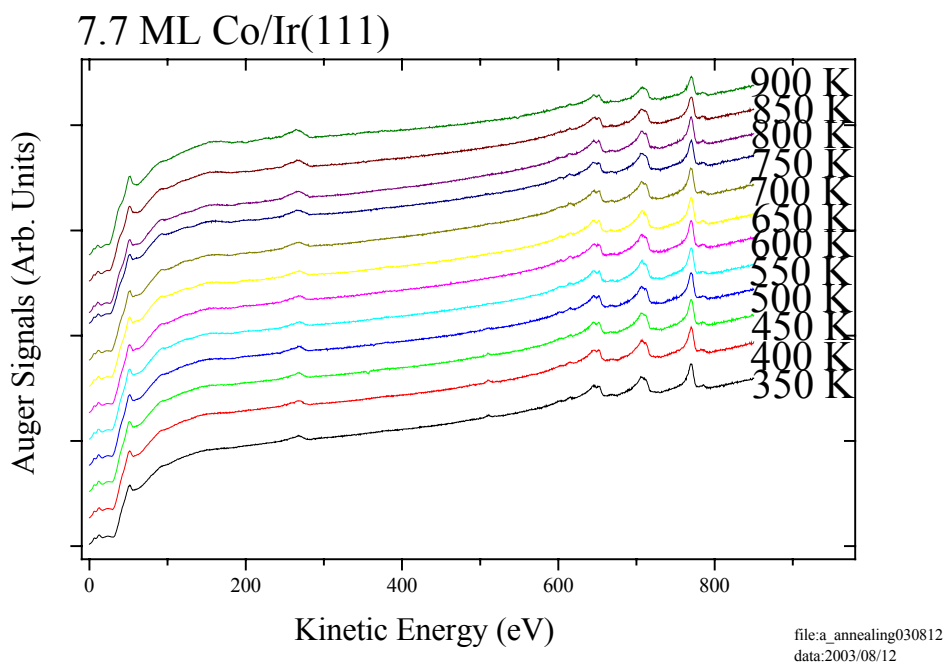
圖(4.64)(a) 縱向及極向飽和磁化與超過五原子層 Co 薄膜厚度關係圖

(b) 縱向及極向殘磁與超過五原子層 Co 薄膜厚度關係圖

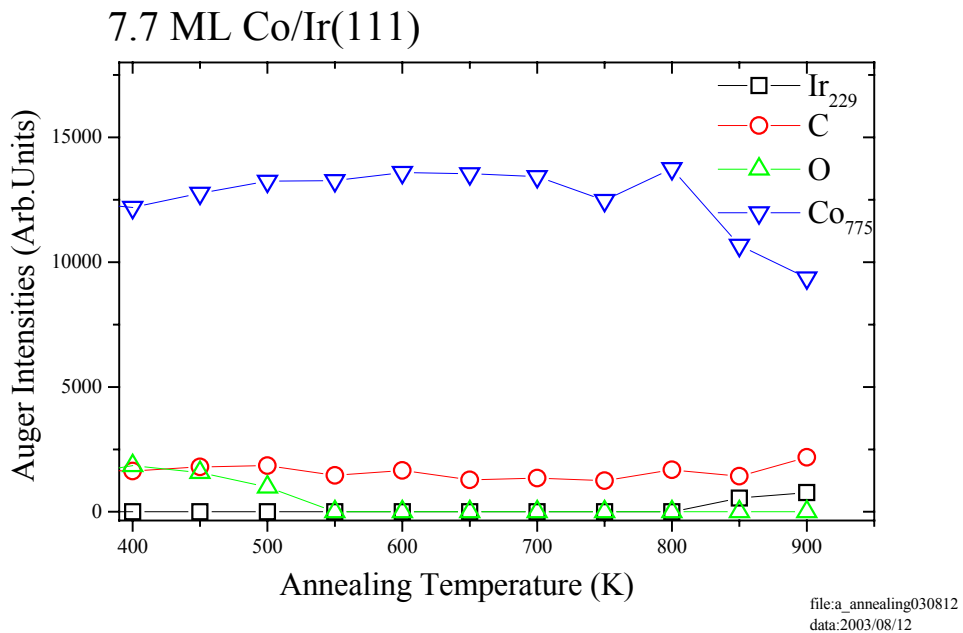
(c) 縱向及極向矯頑力與超過五原子層 Co 薄膜厚度關係圖

4-3-1 7.7 原子層厚度之 Co/Ir(111)退火後的表面磁性分析

在本章節 4-1-2 鈷蒸鍍在鈹(111)上的成長行為 已完整敘述鈷膜厚 7.7 ML 蒸鍍在鈹(111)上的成長行為，以下將敘述此膜厚加熱退火後的表面磁性行為。圖(4.65)為蒸鍍 7.7 ML Co/Ir(111)上加熱退火後的 AES 圖。溫度間隔為 50 K，在每個溫度下保持 3 分鐘後降至溫度 375 K，以歐傑電子能譜儀測量樣品表面濃度的變化，如圖(4.65)。在熱退火溫度 550 K 氧已消失不見；碳維持穩定的狀態，並未隨熱退火溫度的增加而有劇烈的反應；Co 775 eV 和 Ir 229 eV 訊號強度到溫度 800 K 開始進行界面的擴散效應，溫度愈高，擴散效應也愈明顯，如圖(4.66)所示。

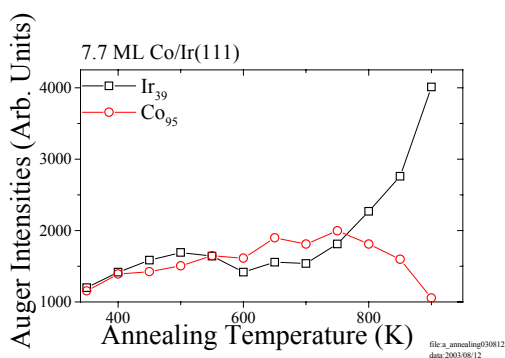


圖(4.65) 7.7 ML Co/Ir(111)的熱退火 AES 圖

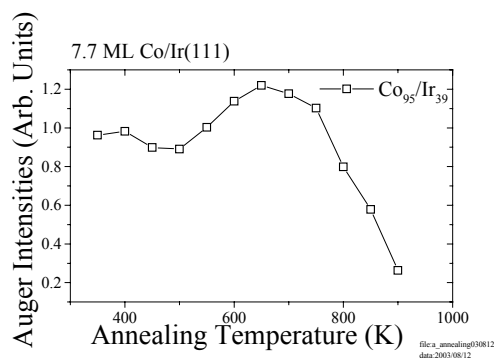


圖(4.66) 7.7 ML Co/Ir(111)的 AES 強度對退火溫度關係圖

隨著熱退火溫度的增加, Co 95 eV 歐傑電子訊號強度在退火溫度 750 K 以後逐漸減少而基底 Ir 39 eV 訊號強度則逐漸增加, 如圖(4.67)(a)所示。由圖(4.67)(b)在退火溫度 700 K 以後足見表面層已隨溫度升高進行介面的化合作用。



(a)

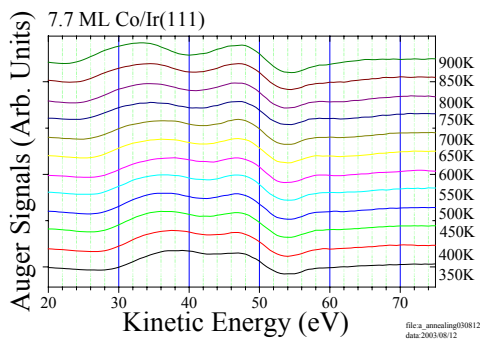


(b)

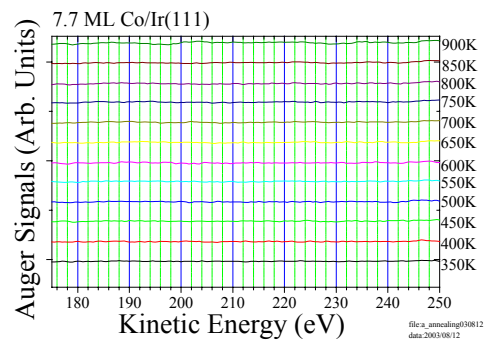
圖(4.67) (a) 7.7 ML 的 Ir₃₉ 和 Co₉₅ 之 AES 強度與退火溫度關係圖

(b) 7.7 ML 的 Ir₃₉ 和 Co₉₅ 之 AES 強度比與退火溫度關係圖

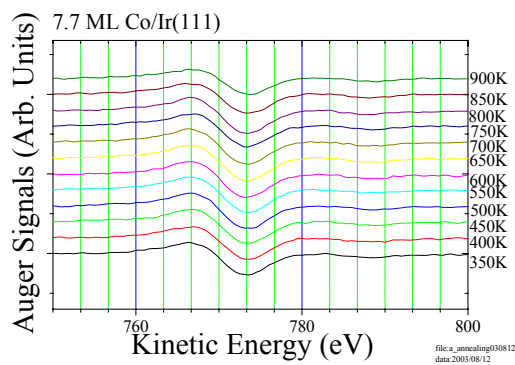
Co 53 eV 歐傑電子能譜峰值則隨熱退火溫度增加往基底 Ir 54 eV 歐傑電子能譜峰值的方向偏移, 原因是樣品表面的鈹比例逐漸升高, 如圖(4.68)(a)所示。基底訊號 Ir 229 eV (N₄O₂O₂)現象微弱與訊號 Co 775 eV (L₃M₄₅M₄₅)的歐傑電子能譜峰值偏移並不明顯, 如圖(4.68)(b)(c)所示。



(a)



(b)



(c)

圖(4.68) (a) 7.7 ML Co/Ir(111)的熱退火，Co 53 eV 往 Ir 54 eV 的 AES

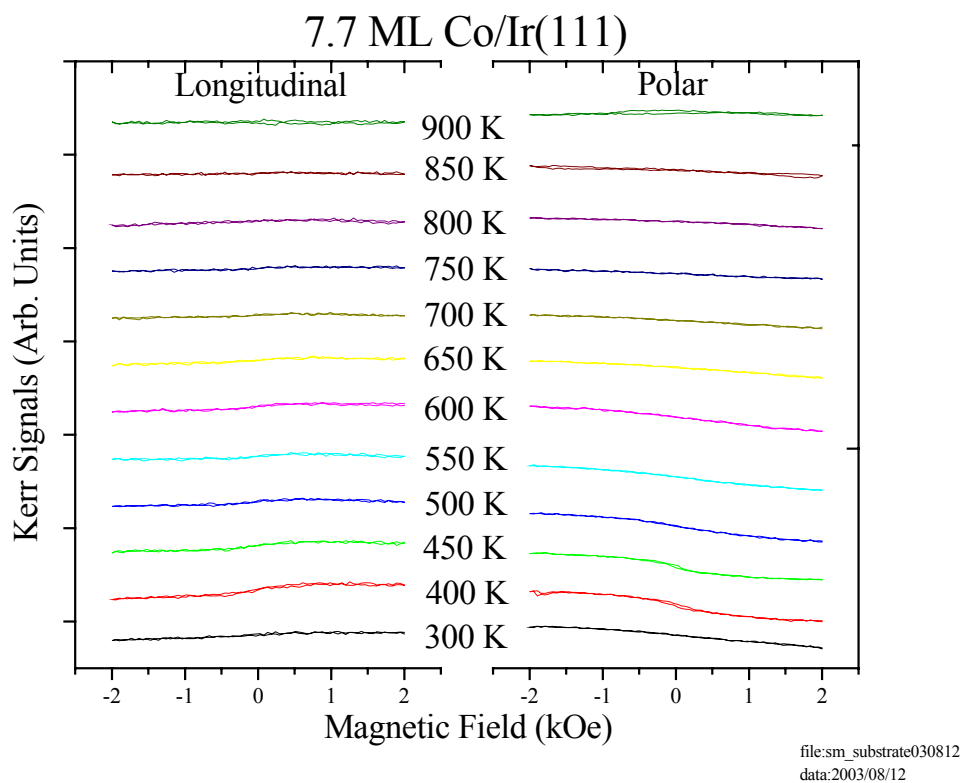
峰值偏移

(b) 7.7 ML Co/Ir(111)的熱退火，基底 Ir 229 eV 的 AES 峰值偏移

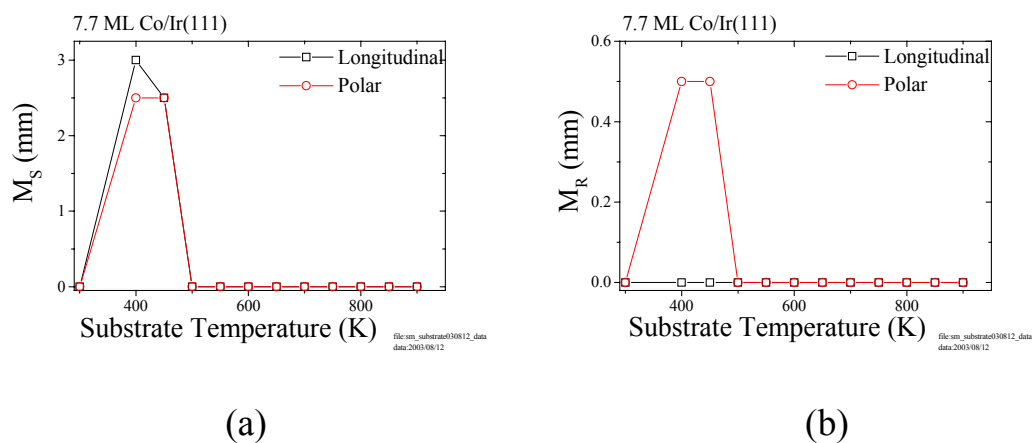
(c) 7.7 ML Co/Ir(111)的熱退火，Co 775 eV 的 AES 峰值偏移

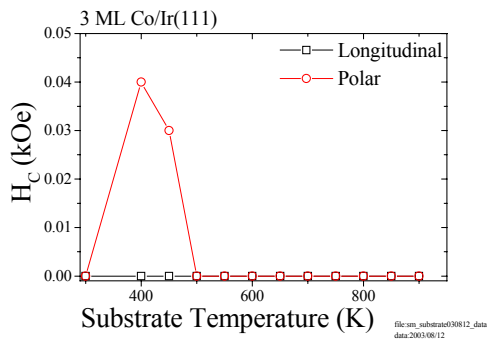
隨著熱退火的增加，以表面磁光柯爾效應儀觀察 7.7 ML Co/Ir(111)薄膜之磁性變化。在 7.7 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理後，最大磁場為 2 kOe 狀況下所量得之磁化曲線，在加熱之後退火溫度介在 400 K 與 450 K 間，縱向與極向磁滯現象產生反應出樣品為鐵磁性；介在 500 K 與 900 K 間沒有磁滯現象反應出樣品為非鐵磁

性，如圖(4.69)所示。隨著熱退火的增加，溫度在 500 K 以後極向與縱向 M_S 值、 M_R 值及 H_C 值皆為零，如圖(4.70)所示。



圖(4.69)7.7 ML Co/Ir(111)在不同退火溫度下的縱向及極向 SMOKE 圖





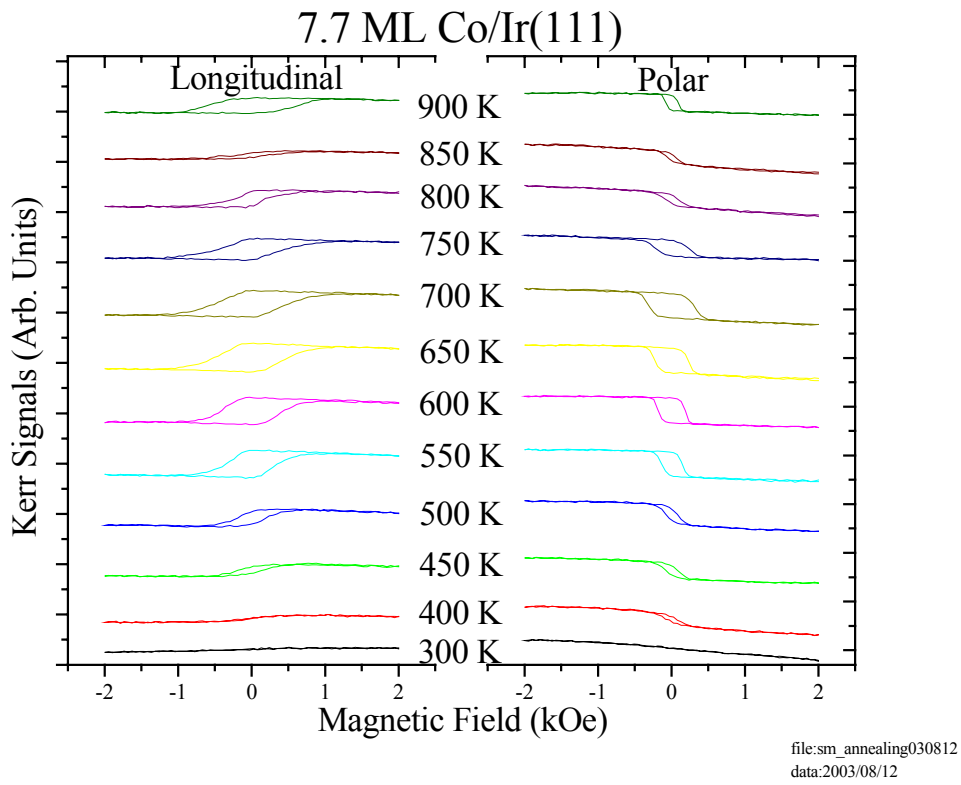
(c)

圖(4.70)(a) 7.7 ML Co/ Ir(111)縱向及極向的飽和磁化與退火溫度關係圖

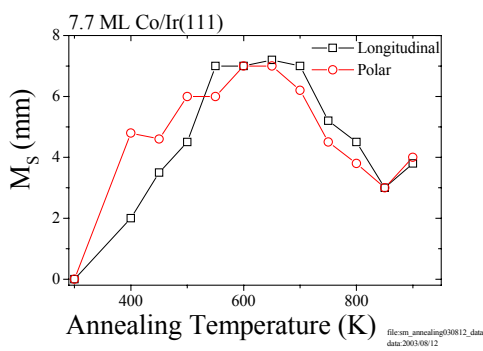
(b) 7.7 ML Co/ Ir(111)縱向及極向的殘磁與退火溫度關係圖

(c) 7.7 ML Co/ Ir(111)縱向及極向的矯頑力與退火溫度關係圖

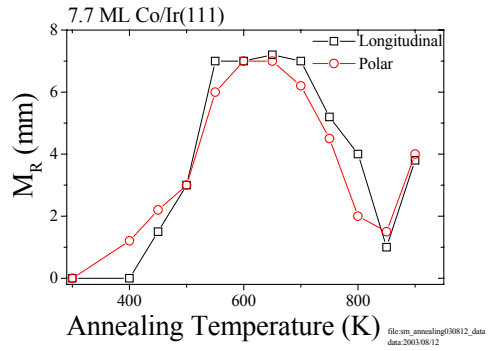
在 7.7 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理後降溫到 375 K，在最大磁場為 2 kOe 狀況下所量得之磁化曲線，測量時樣品溫度為 375 K，降溫後在縱向與極向皆產生磁滯現象反應出樣品為鐵磁性，如圖(4.71)所示。縱向與極向的 M_S 值、 M_R 值都差不多，一起隨著熱退火溫度升高逐漸增加，在退火溫度 700 K 左右開始逐漸減少，如圖(4.72)(a)(b)所示。縱向與極向的 H_C 值差異不大，類似的現象也出現在較不平整的薄膜樣品[29]，如圖(4.72)(c)所示，顯示加熱退火處理造成 Co/Ir(111)樣品粗糙度增加甚至形成顆粒化現象。



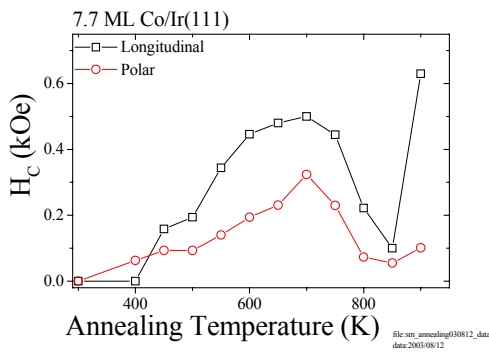
圖(4.71) 7.7 ML Co/Ir(111)在不同退火溫度下, 測量溫度為 375 K 的縱向及極向 SMOKE 圖



(a)



(b)

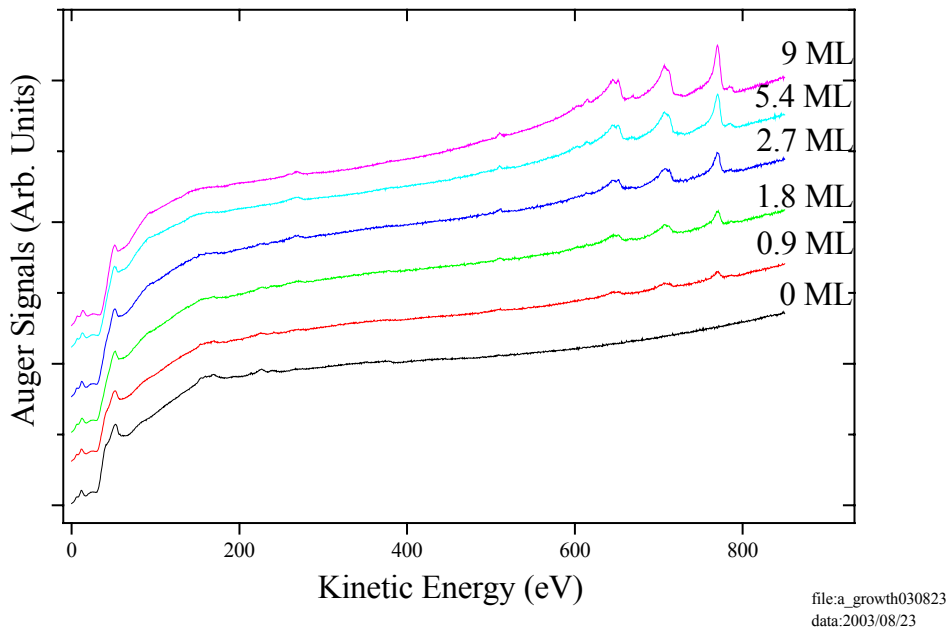


(c)

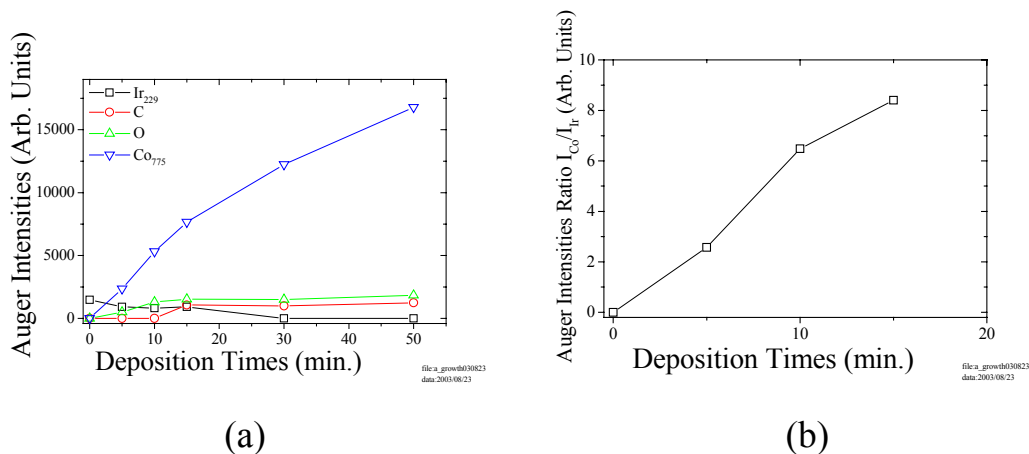
圖(4.72) 7.7 ML Co/ Ir(111)在不同退火溫度下，測量溫度為 375 K，縱向及極向的(a)飽和磁化(b)殘磁(c)矯頑力

4-3-2 九原子層厚度之 Co/Ir(111)退火後的表面磁性分析

先在 Ir(111)上成長數原子層的 Co 薄膜，並以歐傑電子能譜儀觀察樣品表面組成的變化，直至薄膜厚度 9 ML，如圖(4.73)所示。隨著蒸鍍時間的增加，Co 775 eV 歐傑電子能譜訊號強度漸增而基底訊號 Ir 229 eV 強度則隨時間而遞減，如圖(4.74)(a)所示。將此二訊號強度相除，可得歐傑訊號強度比(I_{Co}/I_{Ir})隨蒸鍍時間比值關係圖，如圖(4.74)(b)所示。考慮電子在物質中的平均自由徑與穿透深度關係，將圖(4.1)與圖(4.74)(b)比較我們可以估計出約蒸鍍 5.5 分鐘可得一原子層厚度之 Co 薄膜。



圖(4.73) 9 ML Co/Ir(111)的成長 AES 圖

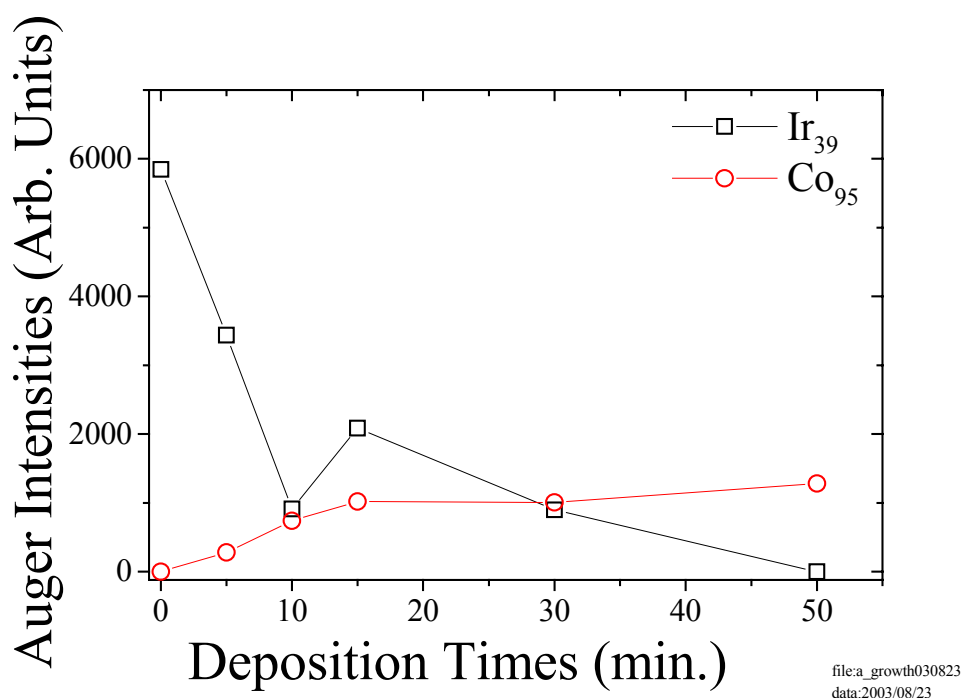


圖(4.74) (a) 9 ML 成長的 Co/Ir(111)之 AES 強度對蒸鍍時間關係圖

(b) 9 ML 成長的 Co 與 Ir 之 AES 強度比與蒸鍍時間關係圖

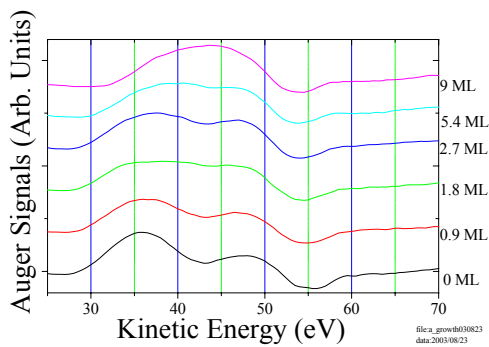
隨著蒸鍍鈷的時間增加, Co 95 eV 歐傑訊號強度漸增而基底 Ir 39 eV 訊號強度遞減, 如圖(4.75)所示, 可知鈷原子層已逐漸覆蓋基底

鈹，表面原子逐漸由鈹轉變為鈷。

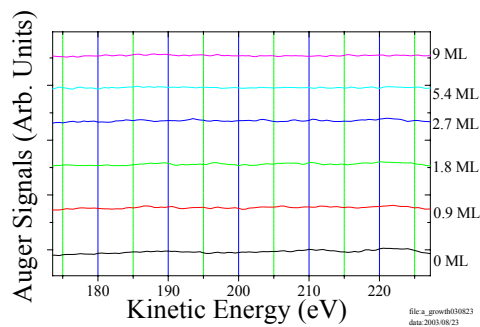


圖(4.75) 9 ML 成長的 Ir₃₉ 和 Co₉₅ 之 AES 強度與蒸鍍時間關係圖

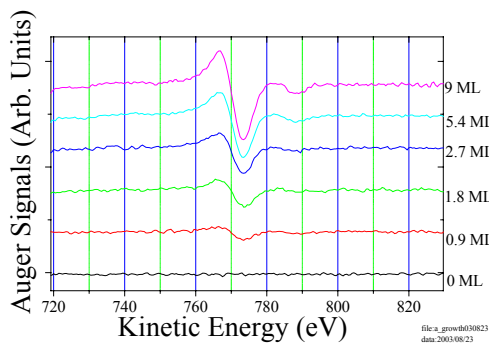
基底 Ir 39 eV 訊號強度隨鈷膜厚增加而減少，可見鈷原子層已逐漸覆蓋基底鈹，表面原子逐漸由鈹轉變為鈷；基底 Ir 54 eV 歐傑電子能譜峰值則隨鈷膜厚增加往 Co 53 eV 歐傑電子能譜峰值的方向偏移，原因是鈷原子層逐漸覆蓋基底鈹，如圖(4.76)(a)所示。基底訊號 Ir 229 eV (N₄O₂O₂)現象微弱與訊號 Co 775 eV (L₃M₄₅M₄₅)的歐傑電子能譜峰值偏移並不明顯，如圖(4.76)(b)(c)所示。



(a)



(b)



(c)

圖(4.76) (a) 9 ML 成長的 Co/Ir(111), 基底 Ir 54 eV 往 Co 53 eV 的 AES

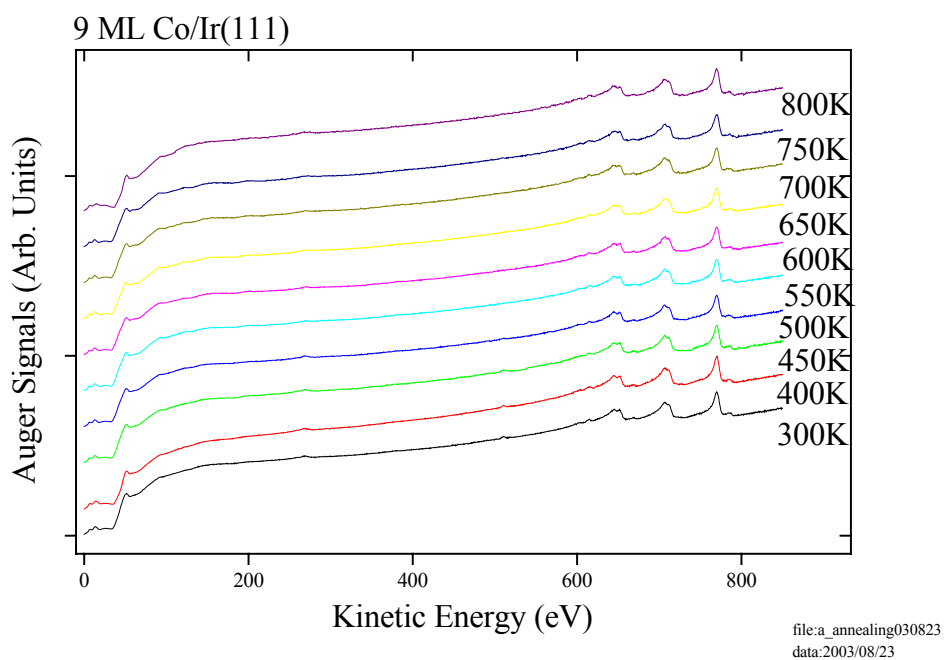
峰值偏移

(b) 9 ML 成長的 Co/Ir(111), 基底 Ir 229 eV 的 AES 峰值偏移

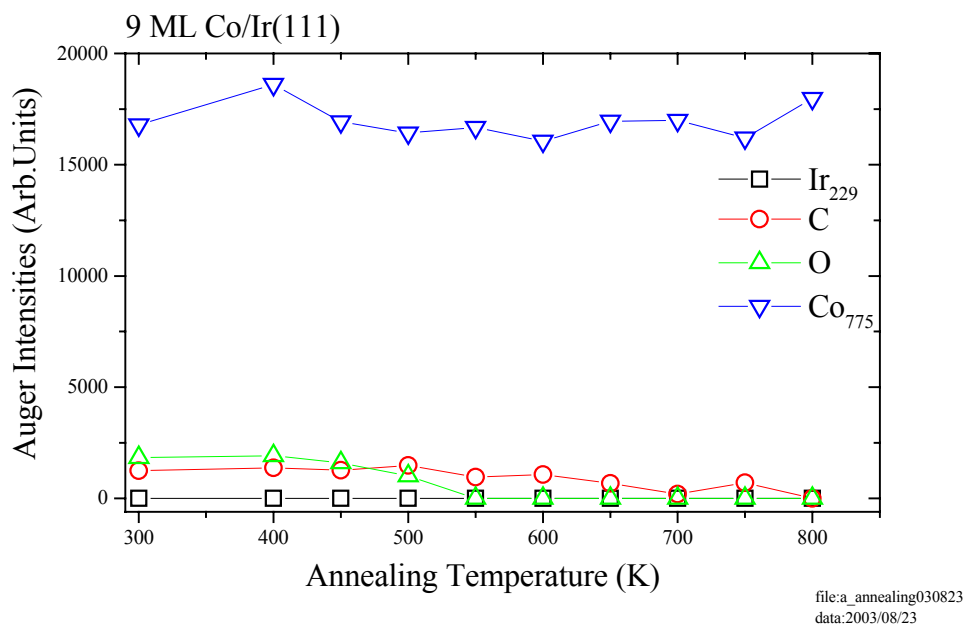
(c) 9 ML 成長的 Co/Ir(111), Co 775 eV 的 AES 峰值偏移

圖(4.77)為蒸鍍 9 ML Co/Ir(111)上加熱退火後的 AES 圖。溫度間隔為 50 K, 在每個溫度下保持 3 分鐘後降至溫度 375 K, 以歐傑電子能譜儀測量樣品表面濃度的變化, 如圖(4.77)。在熱退火溫度 550 K 氧已消失不見; 碳在溫度 550 K 以後逐漸減少; Co 775 eV 訊號強度

維持穩定而基板 Ir 229 eV 訊號強度則保持零，如圖(4.78)所示。

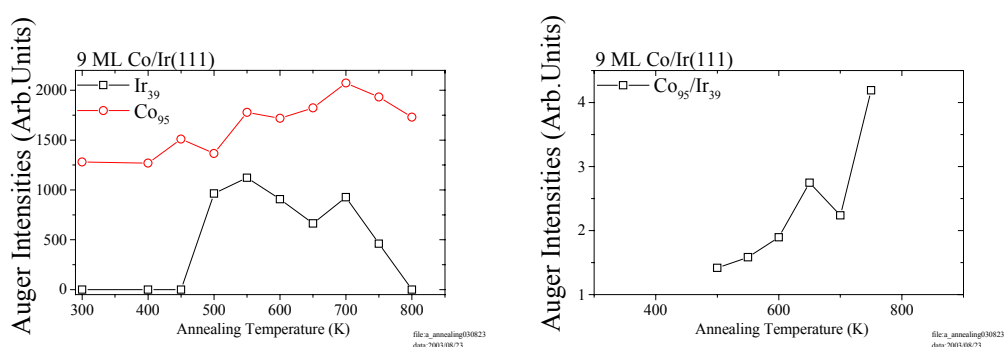


圖(4.77) 9 ML Co/Ir(111)的熱退火 AES 圖



圖(4.78) 9 ML Co/Ir(111)的 AES 強度對退火溫度關係圖

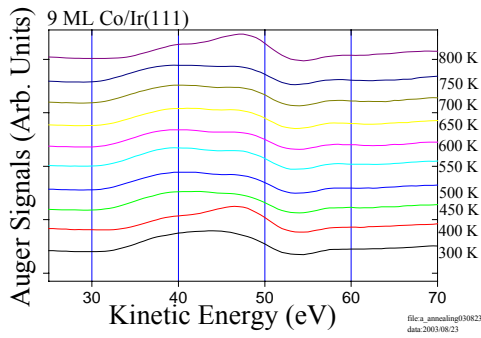
隨著熱退火溫度的增加, Co 95 eV 歐傑電子訊號強度在退火溫度 550 K 以後逐漸增加而基底 Ir 39 eV 訊號強度則逐漸減少, 如圖(4.79)(a)所示。由圖(4.79)(b)可知 Ir 39 eV 與 Co 95 eV 歐傑電子訊號強度比隨著熱退火溫度的升高而增加, 這現象與前面較薄的樣品隨著熱退火溫度的升高而減少有著相當大的差異。



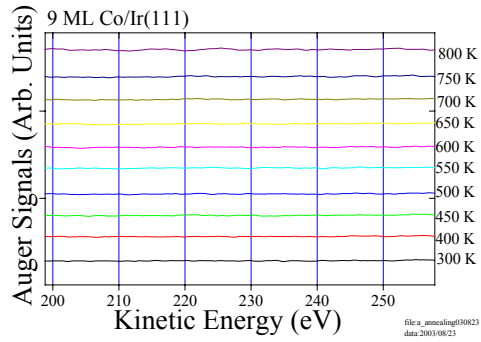
圖(4.79) (a) 9 ML 的 Ir₃₉ 和 Co₉₅ 之 AES 強度與退火溫度關係圖

(b) 9 ML 的 Ir₃₉ 和 Co₉₅ 之 AES 強度比與退火溫度關係圖

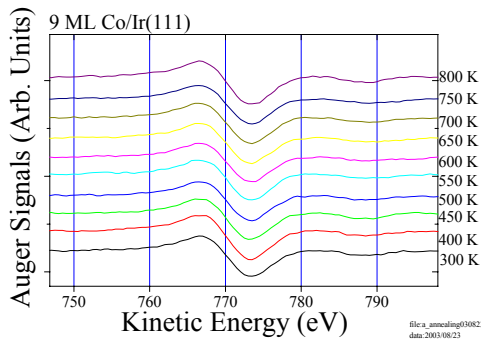
Co 53 eV 歐傑電子能譜峰值則隨熱退火溫度增加往基底 Ir 54 eV 歐傑電子能譜峰值的方向偏移, 原因是樣品表面的鈹比例逐漸升高, 如圖(4.80)(a)所示。基底訊號 Ir 229 eV (N₄O₂O₂)現象微弱與訊號 Co 775 eV (L₃M₄₅M₄₅)的歐傑電子能譜峰值偏移並不明顯, 如圖(4.80)(b)(c)所示。



(a)



(b)



(c)

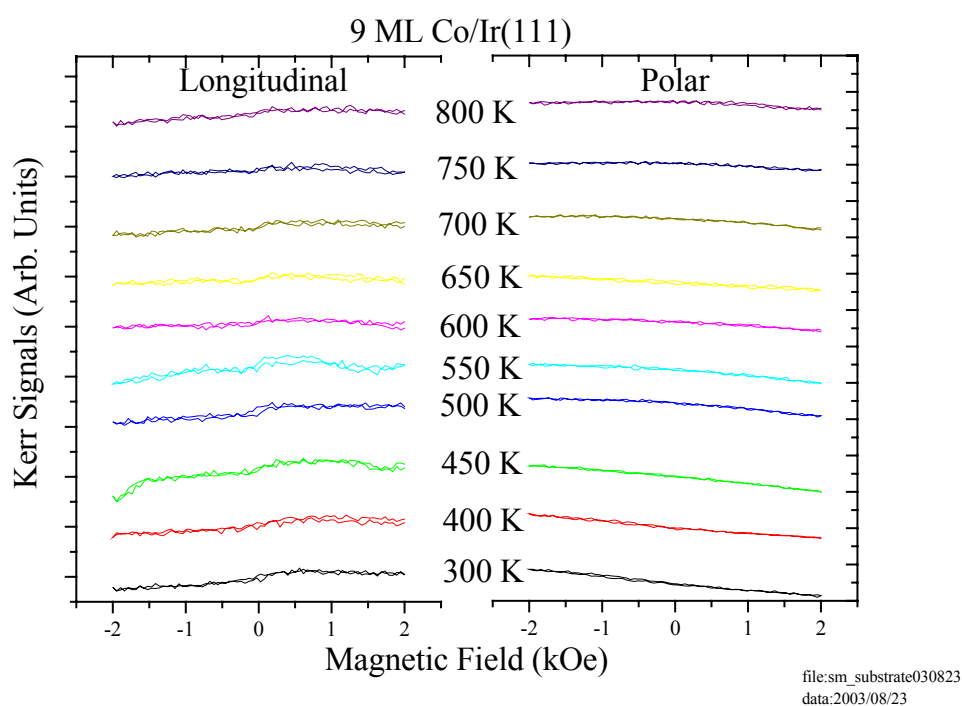
圖(4.80) (a) 9 ML Co/Ir(111)的熱退火, Co 53 eV 往 Ir 54 eV 的 AES 峰值偏移

(b) 9 ML Co/Ir(111)的熱退火, 基底 Ir 229 eV 的 AES 峰值偏移

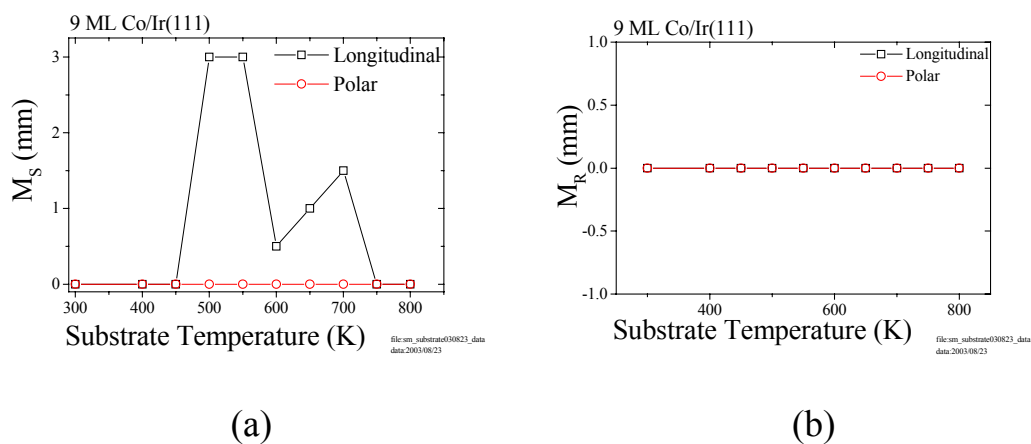
(c) 9 ML Co/Ir(111)的熱退火, Co 775 eV 的 AES 峰值偏移

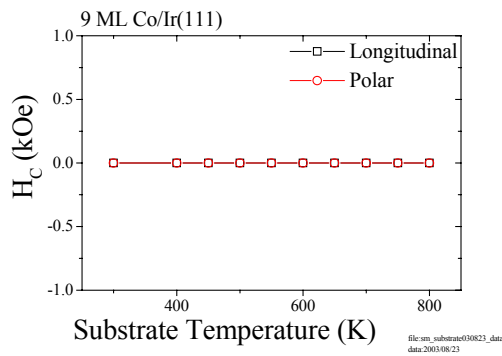
隨著熱退火的增加, 以表面磁光柯爾效應儀觀察 9 ML Co/Ir(111) 薄膜之磁性變化。在 9 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理後, 最大磁場為 2 kOe 狀況下所量得之磁化曲線, 在加熱之後退火溫度介在 500 K 與 700 K 間, 縱向磁滯現象產生反應出樣品為鐵磁性, 如圖(4.81) 所示。隨著熱退火的增加, 極向與縱向 M_R 值及 H_C 值皆為零; 退火

溫度介在 500 K 與 700 K 間,縱向 M_S 值不為零即縱向磁滯現象產生,如圖(4.82)所示,這樣的異向性主要是由於樣品厚度夠厚時,形狀異向性將主導材料的磁化特性,因而其磁化異軸傾向於平躺於樣品面上。



圖(4.81) 9 ML Co/Ir(111)在不同退火溫度下的縱向及極向 SMOKE 圖





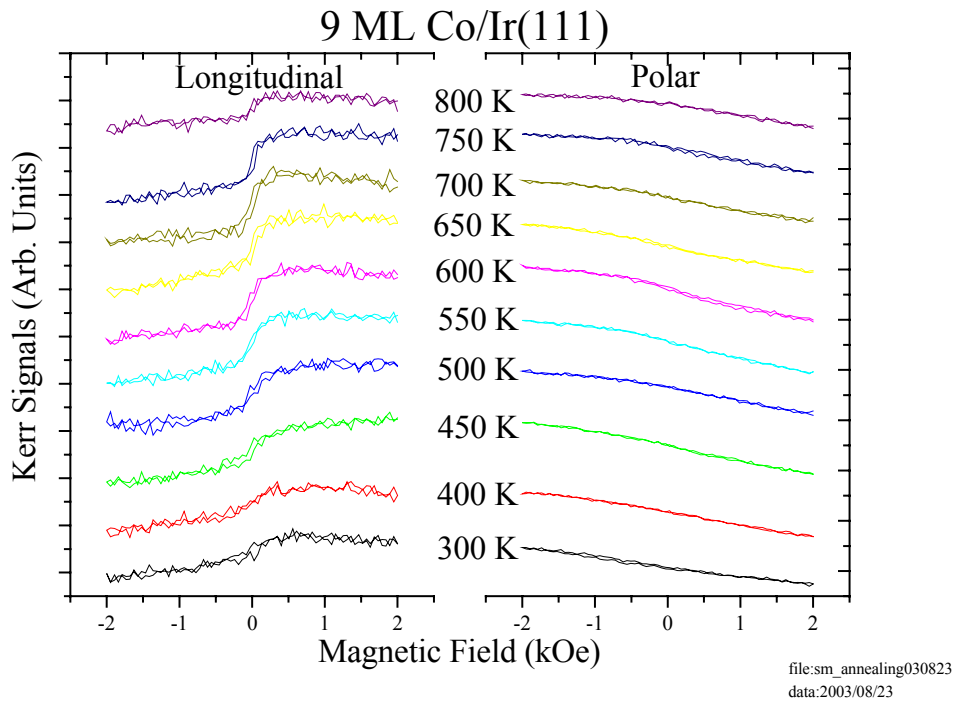
(c)

圖(4.82)(a) 9 ML Co/Ir(111)縱向及極向的飽和磁化與退火溫度關係圖

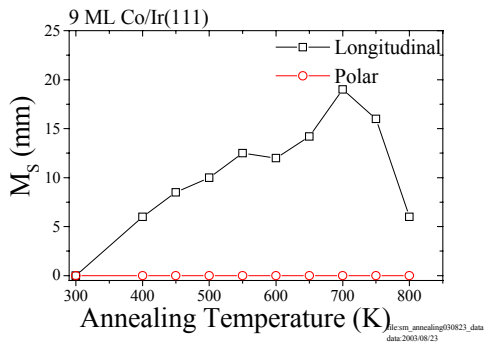
(b) 9 ML Co/Ir(111)縱向及極向的殘磁與退火溫度關係圖

(c) 9 ML Co/Ir(111)縱向及極向的矯頑力與退火溫度關係圖

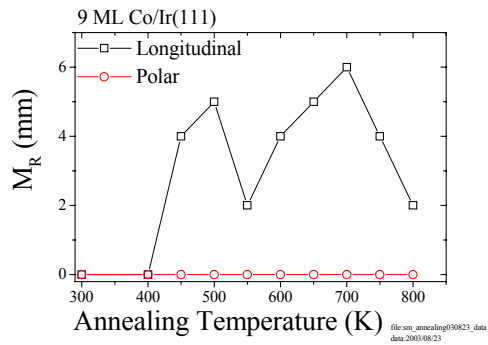
在 9 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理後降溫到 375 K，在最大磁場為 2 kOe 狀況下所量得之磁化曲線，測量時樣品溫度為 375 K，退火溫度介在 400 K 與 800 K 間縱向產生磁滯現象反應出樣品為鐵磁性，如圖(4.83)所示。隨著熱退火的增加，極向與縱向 M_R 值及 H_C 值皆為零；退火溫度介在 400 K 與 800 K 間，縱向 M_S 值不為零即縱向磁滯現象產生，可知外型異向性在合金膜厚度夠厚的情況下，使得磁化異軸在平行樣品表面方向，如圖(4.84)所示。



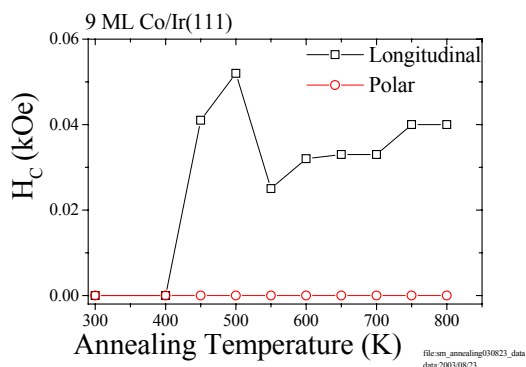
圖(4.83) 9 ML Co/Ir(111)在不同退火溫度下，測量溫度為 375 K 的縱向及極向 SMOKE 圖



(a)



(b)



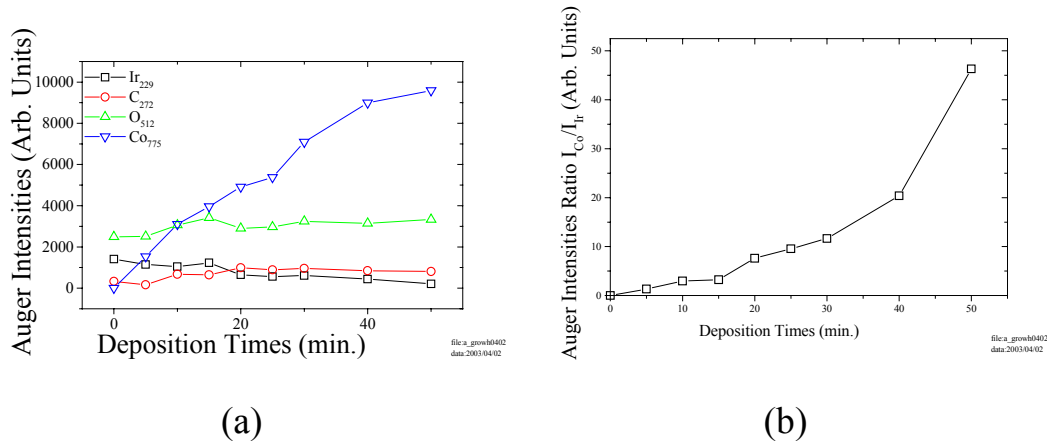
(c)

圖(4.84) 9 ML Co/Ir(111)在不同退火溫度下，測量溫度為 375 K，縱向及極向的(a)飽和磁化(b)殘磁(c)矯頑力

4-4 氧雜質造成之 Co/Ir(111)表面磁性改變

4-4-1 氧雜質的鈷蒸鍍在銱(111)上的成長行為

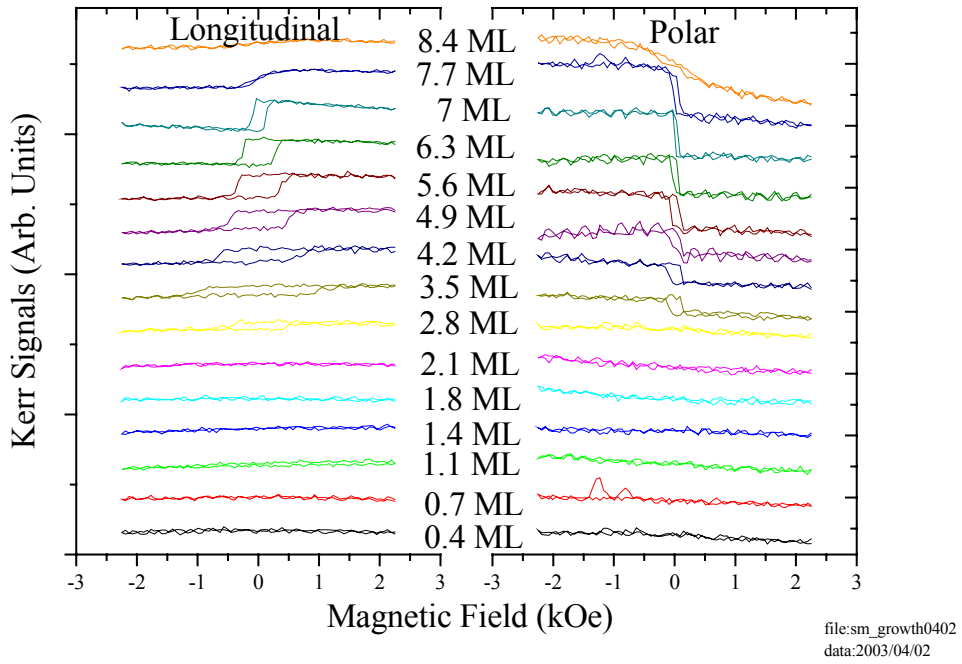
先在 Ir(111)上成長數原子層的 Co 薄膜，並以歐傑電子能譜儀觀察樣品表面組成的變化，直至薄膜厚度 8.4 ML。隨著蒸鍍時間的增加，Co 775 eV 歐傑電子能譜訊號強度漸增而基底訊號 Ir 229 eV 強度則隨時間而遞減；且氧跟鈷的比值約 0.35，因此可見薄膜上有氧雜質存在，如圖(4.85)(a)所示。將此二訊號強度相除，可得歐傑訊號強度比(I_{Co}/I_{Ir})隨蒸鍍時間比值關係圖，如圖(4.85)(b)所示。



圖(4.85) (a) 成長氧雜質的 Co/Ir(111) 之 AES 強度對蒸鍍時間關係圖

(b) 成長氧雜質的 Co 與 Ir 之 AES 強度比與蒸鍍時間關係圖

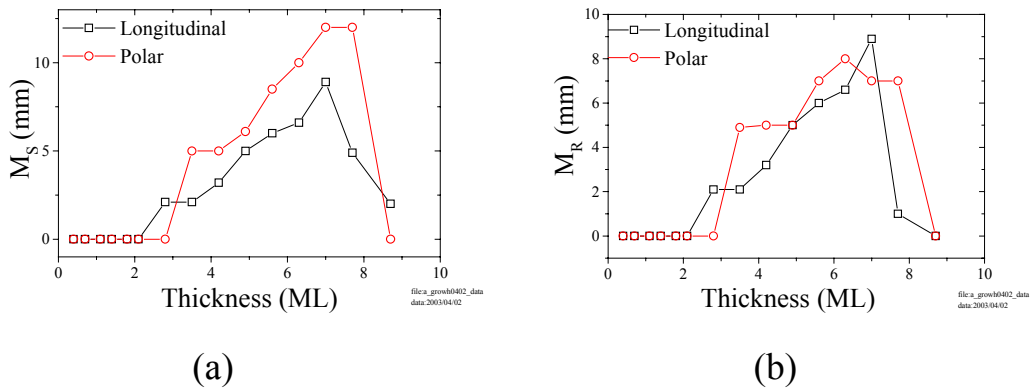
隨著薄膜厚度之增加，以表面磁光柯爾效應儀觀察 Co/Ir(111)薄膜之磁性變化，如圖(4.86)所示。在 2.1 原子層下外加最大磁場為 2.25 kOe 情況下沒有磁滯現象，反應出樣品為非鐵磁性；當薄膜厚度增加到 2.8 原子層，在縱向方向皆出現磁滯現象，這表示樣品轉變為鐵磁性；當薄膜厚度增加到 3.5 原子層，在極向與縱向方向皆出現磁滯現象，比較純鈷膜 2.1 原子層磁滯產生厚度 見圖(4.6)，可知在有氧雜質的鈷膜上出現的厚度較厚，且比較極向與縱向的表面磁光柯爾效應訊號，可知極向矯頑力較小，可見磁化異軸偏向於極向方向。當薄膜厚度增加到 5.6 原子層出現了由 CoO-Co 混和態產生的雙磁滯現象，更可確定氧雜質對鈷膜造成了磁性改變。

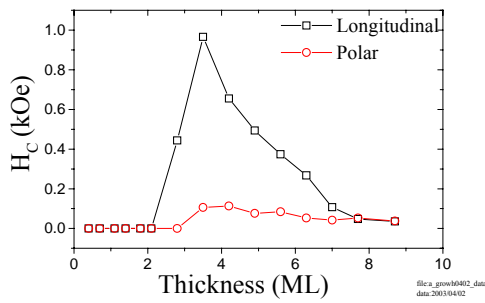


圖(4.86) 氧雜質的 Co 薄膜在 Ir(111)基底成長：

縱向及極向柯爾效應的磁化曲線變化情形

當 Co 厚度漸增，由於在極向與縱向之飽和磁化量也逐漸增加，反應出總原子磁矩數隨薄膜厚度漸增，如圖(4.87)所示。





(c)

圖(4.87) (a) 縱向及極向飽和磁化與氧雜質的 Co 薄膜厚度關係圖

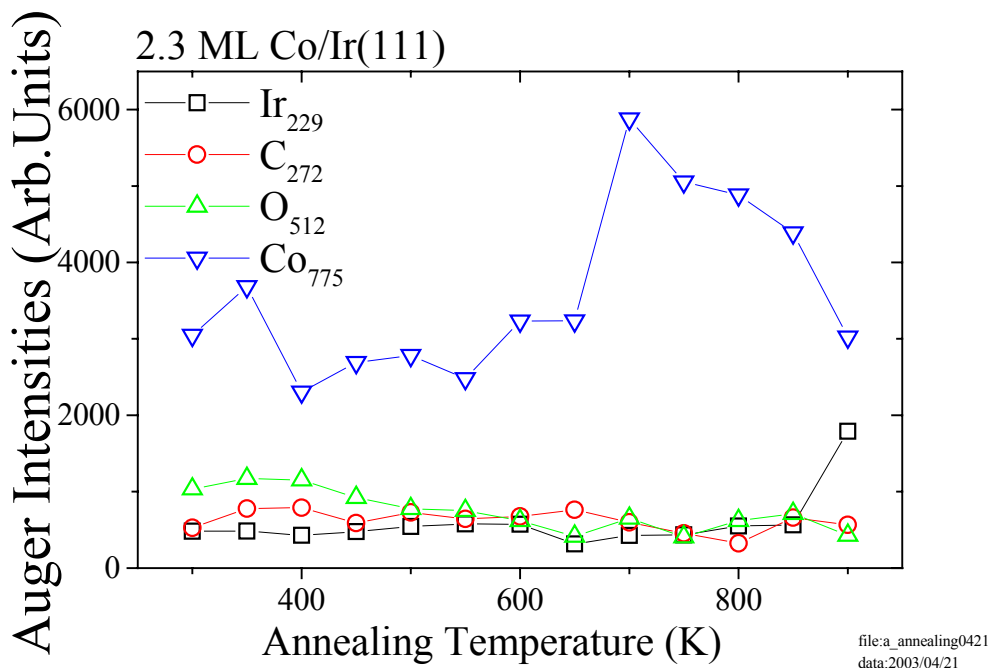
(b) 縱向及極向殘磁與氧雜質的 Co 薄膜厚度關係圖

(c) 縱向及極向矯頑力與氧雜質的 Co 薄膜厚度關係圖

4-4-2 2.3 原子層厚度氧雜質之 Co/Ir(111)退火後的表面

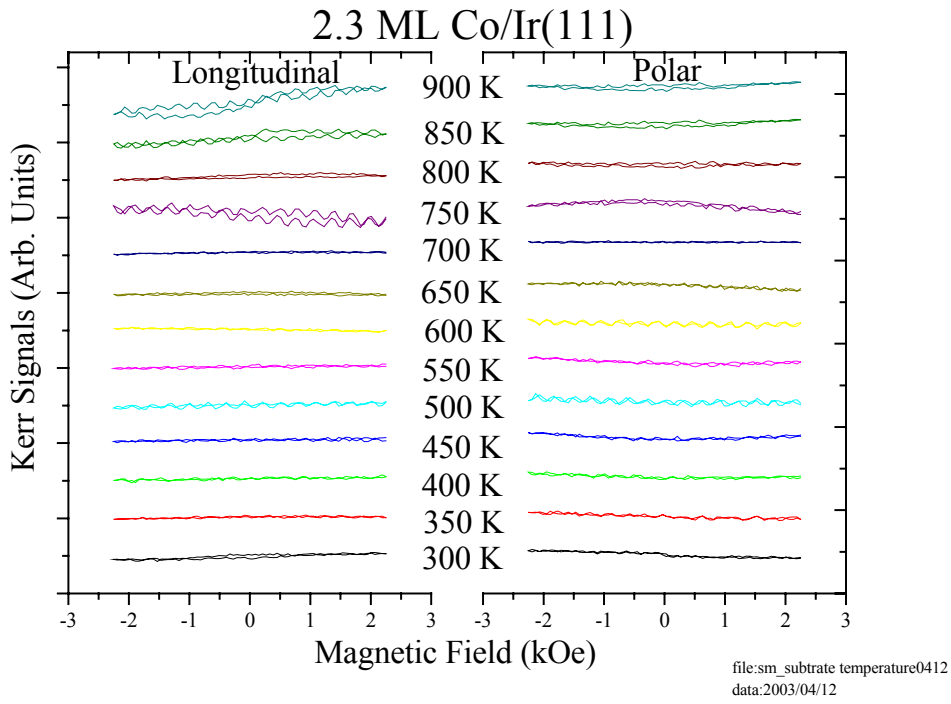
磁性分析

圖(4.88)為蒸鍍 2.3 ML Co/Ir(111)上加熱退火後的 AES 強度對退火溫度關係圖。溫度間隔為 50 K，在每個溫度下保持 3 分鐘後降至溫度 375 K，以歐傑電子能譜儀測量樣品表面濃度的變化，如圖(4.88)。



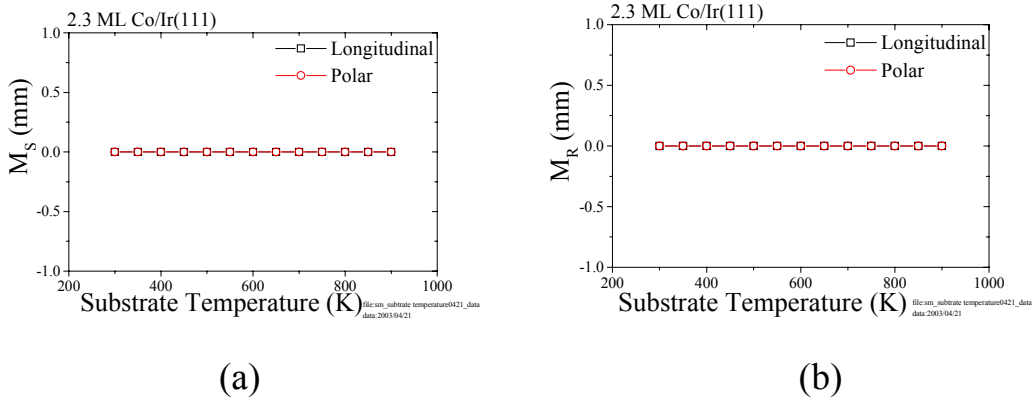
圖(4.88) 2.3 ML 氧雜質之 Co/Ir(111)的 AES 強度對退火溫度關係圖

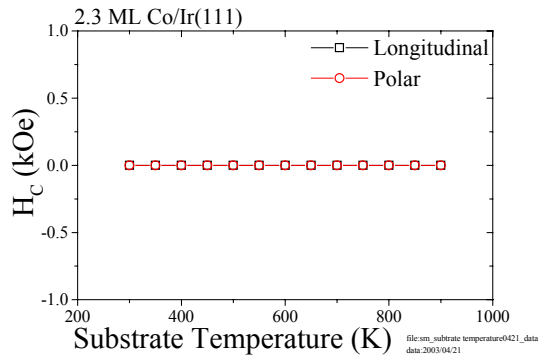
隨著熱退火的增加，以表面磁光柯爾效應儀觀察 2.3 ML Co/Ir(111)薄膜之磁性變化。在 2.3 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理後，最大磁場為 2.25 kOe 狀況下所量得之磁化曲線，在加熱之後退火溫度介在 300 K 與 900 K 間，沒有磁滯現象產生反應出樣品為非鐵磁性，如圖(4.89)所示。



圖(4.89) 2.3 ML 氧雜質之 Co/Ir(111)在不同退火溫度下的縱向及極向

SMOKE 圖





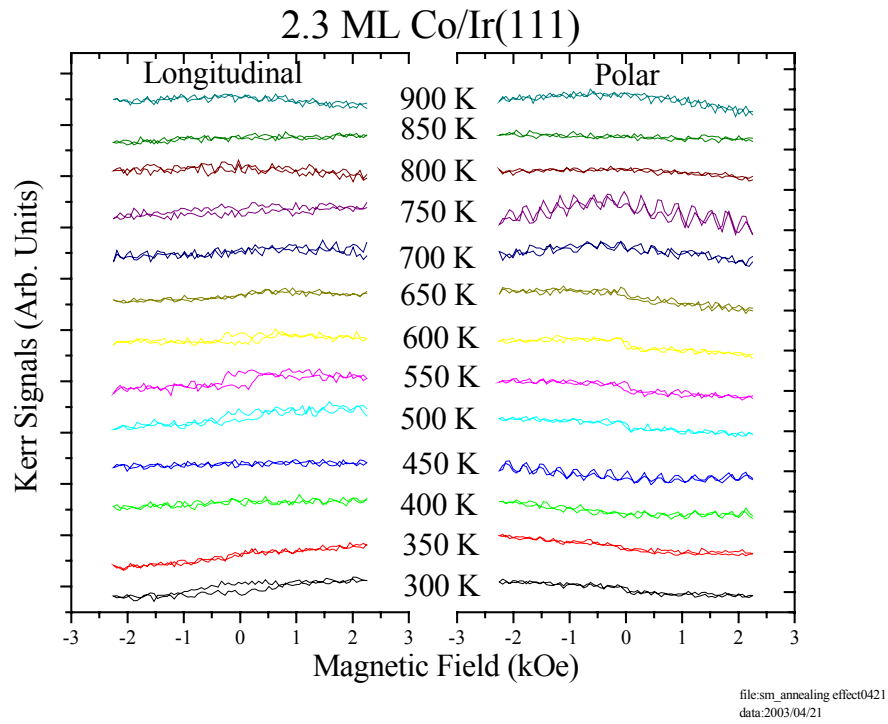
(c)

圖(4.90)(a) 2.3 ML 氧雜質 Co/ Ir(111)縱向及極向的飽和磁化與退火溫度關係圖

(b) 2.3 ML 氧雜質之 Co/ Ir(111)縱向及極向的殘磁與退火溫度關係圖

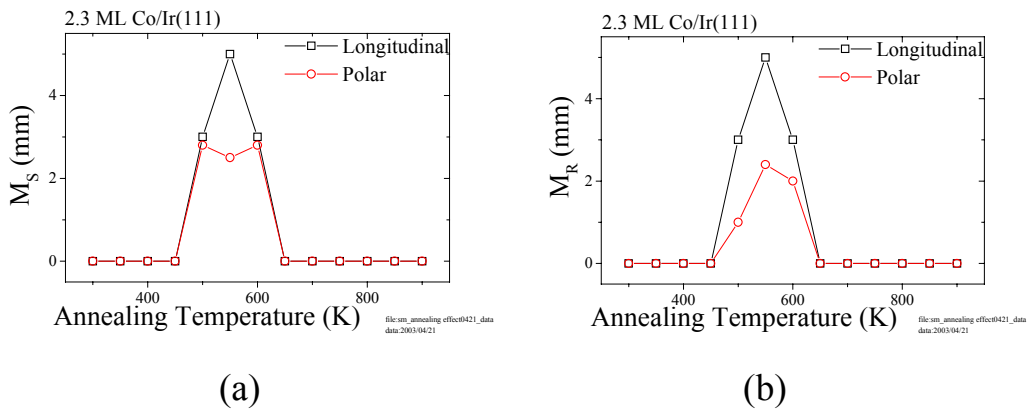
(c) 2.3 ML 氧雜質之 Co/ Ir(111)縱向及極向的矯頑力與退火溫度關係圖

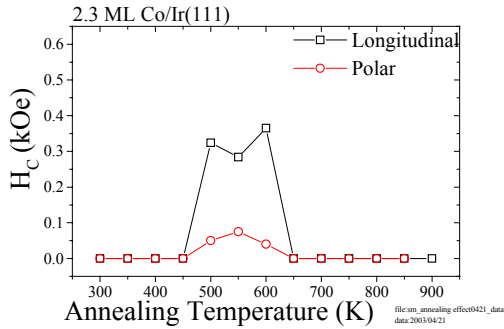
在 2.3 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理後降溫到 375 K，在最大磁場為 2.25 kOe 狀況下所量得之磁化曲線，測量時樣品溫度為 375 K，退火溫度介在 300 K 與 450 K 以及 650 K 與 900 K 間沒有磁滯現象反應出樣品為非鐵磁性；退火溫度介在 500 K 與 600 K 間縱向與極向出現磁滯現象，反應出樣品一開始由非鐵磁性轉變為鐵磁性物質之後又轉變為非鐵磁性，如圖(4.91)所示。



圖(4.91) 2.3 ML 氧雜質之 Co/ Ir(111)在不同退火溫度下，測量溫度為

375 K 的縱向及極向 SMOKE 圖



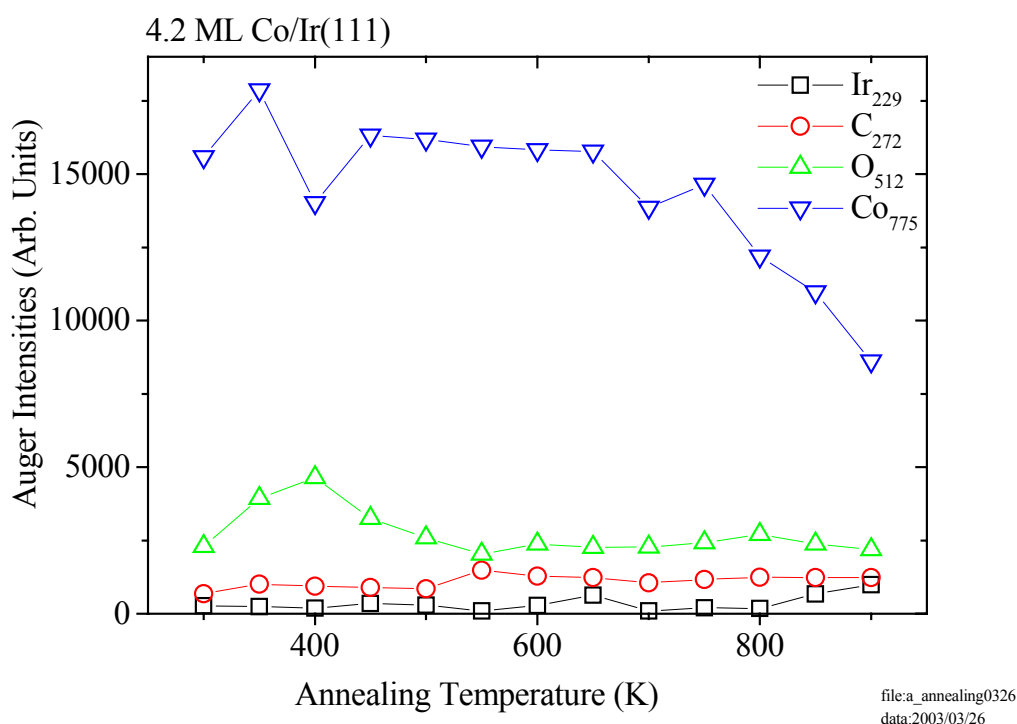


(c)

圖(4.92) 2.3 ML 氧雜質之 Co/ Ir(111)在不同退火溫度下，測量溫度為 375 K，縱向及極向的(a)飽和磁化(b)殘磁(c)矯頑力

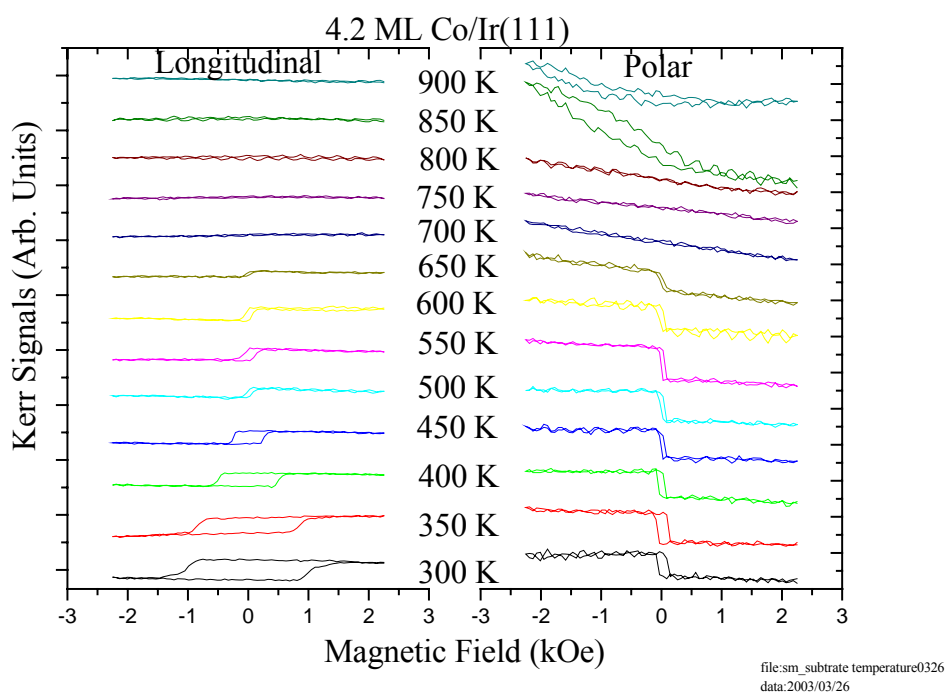
4-4-3 4.2 原子層厚度氧雜質之 Co/Ir(111)退火後的表面磁性分析

圖(4.93)為蒸鍍 4.2 ML Co/Ir(111)上加熱退火後的 AES 強度對退火溫度關係圖。溫度間隔為 50 K，在每個溫度下保持 3 分鐘後降至溫度 375 K，以歐傑電子能譜儀測量樣品表面濃度的變化；隨熱退火溫度增加，Co 775 eV 訊號強度逐漸減少而基板 Ir 229 eV 訊號強度則逐漸增加；在熱退火溫度 450 K 就開始進行擴散行為，溫度越高，擴散現象越明顯，如圖(4.93)所示。



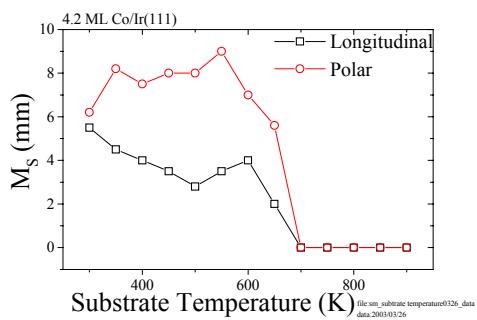
圖(4.93) 4.2 ML 氧雜質之 Co/Ir(111)的 AES 強度對退火溫度關係圖

隨著熱退火的增加，以表面磁光柯爾效應儀觀察 4.2 ML Co/Ir(111)薄膜之磁性變化。在 4.2 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理後，最大磁場為 2.25 kOe 狀況下所量得之磁化曲線，在加熱之後退火溫度介在 300 K 與 650 K 間，縱向與極向磁滯現象產生反應出樣品為鐵磁性，退火溫度介在 700 K 與 900 K 間，沒有磁滯現象產生反應出樣品為非鐵磁性，如圖(4.94)所示。當退火溫度漸增，由於在極向與縱向之飽和磁化量與殘磁也逐漸減少，反應出合金化效應造成的 Co 化學環境之不同導致鐵磁性消失，如圖(4.95)所示。

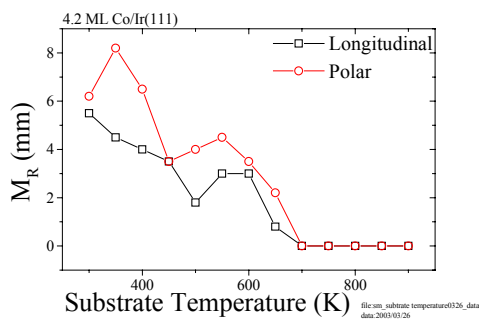


圖(4.94) 4.2 ML 氧雜質之 Co/Ir(111)在不同退火溫度下的縱向及極向

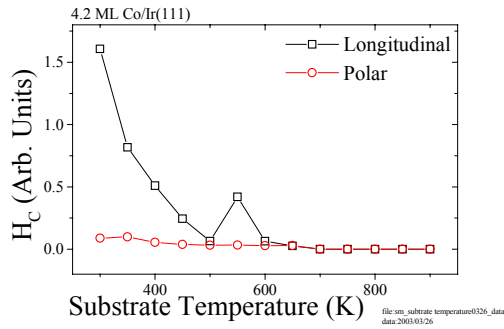
SMOKE 圖



(a)



(b)



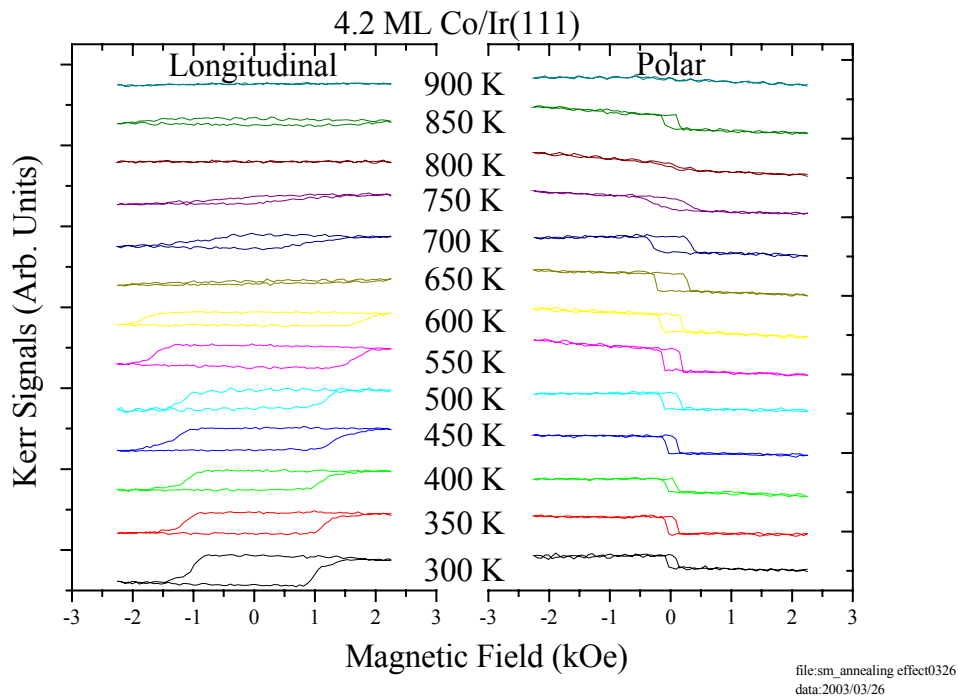
(c)

圖(4.95)(a) 4.2 ML 氧雜質 Co/ Ir(111)縱向及極向的飽和磁化與退火溫度關係圖

(b) 4.2 ML 氧雜質之 Co/ Ir(111)縱向及極向的殘磁與退火溫度關係圖

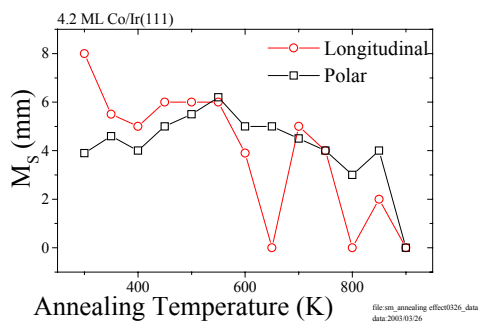
(c) 4.2 ML 氧雜質之 Co/ Ir(111)縱向及極向的矯頑力與退火溫度關係圖

在 4.2 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理後降溫到 375 K，在最大磁場為 2.25 kOe 狀況下所量得之磁化曲線，測量時樣品溫度為 375 K。退火溫度介在 300 K 與 850 K 間縱向與極向產生磁滯現象反應出樣品為鐵磁性，如圖(4.96)與(4.97)所示。

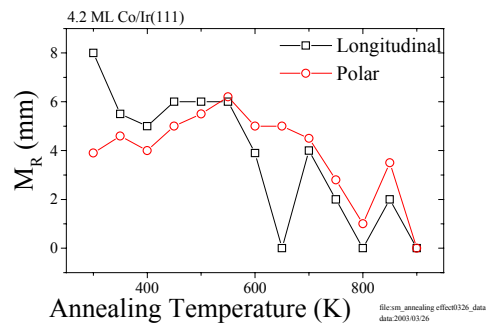


圖(4.96) 4.2 ML 氧雜質之 Co/ Ir(111)在不同退火溫度下，測量溫度為

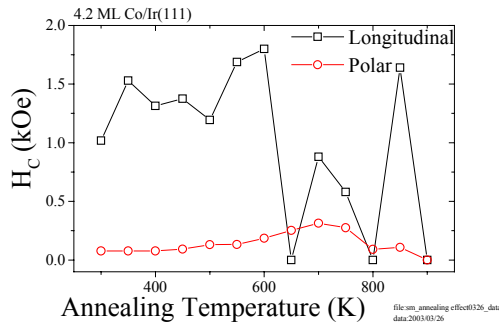
375 K 的縱向及極向 SMOKE 圖



(a)



(b)

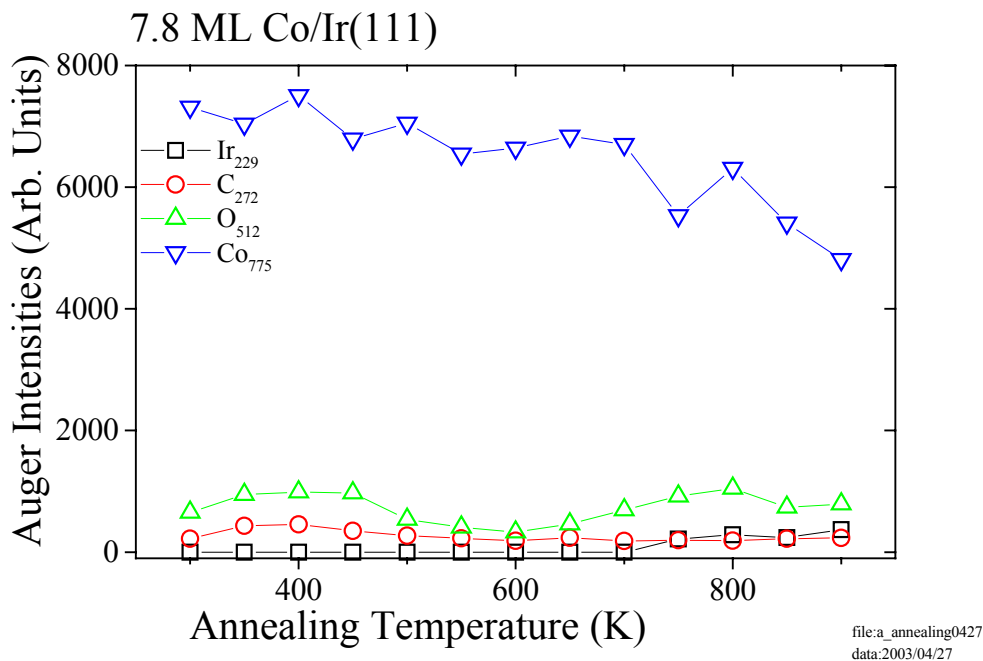


(c)

圖(4.97) 4.2 ML 氧雜質之 Co/ Ir(111)在不同退火溫度下，測量溫度為 375 K，縱向及極向的(a)飽和磁化(b)殘磁(c)矯頑力

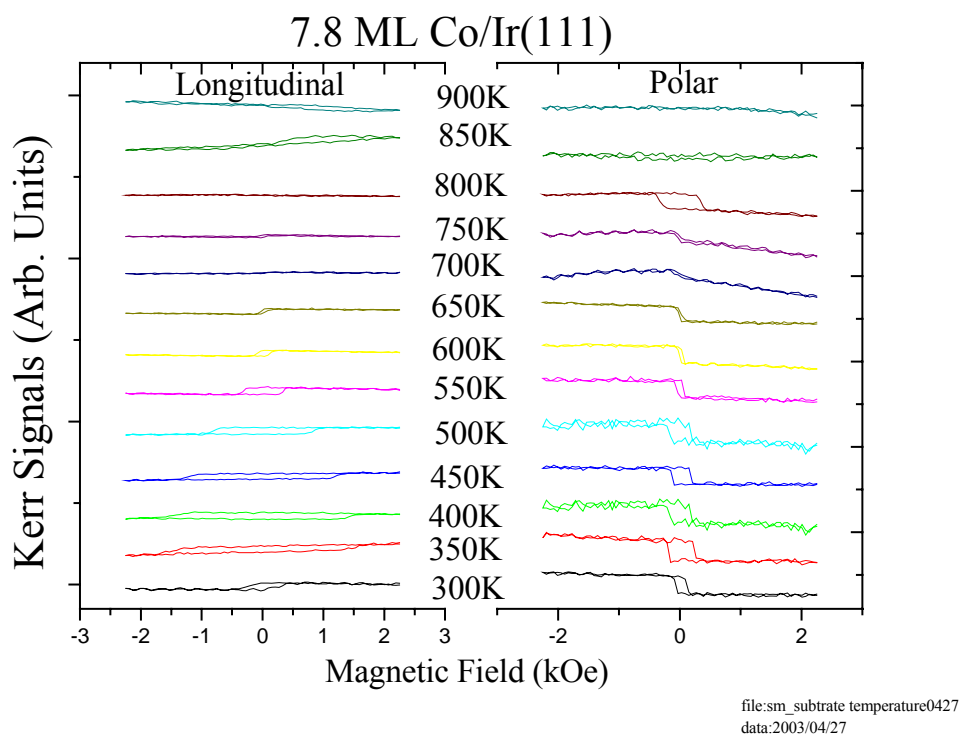
4-4-4 7.8 原子層厚度氧雜質之 Co/Ir(111)退火後的表面磁性分析

圖(4.98)為蒸鍍 7.8 ML Co/Ir(111)上加熱退火後的 AES 強度對退火溫度關係圖。溫度間隔為 50 K，在每個溫度下保持 3 分鐘後降至溫度 375 K，以歐傑電子能譜儀測量樣品表面濃度的變化；隨熱退火溫度增加，Co 775 eV 訊號強度逐漸減少而基板 Ir 229 eV 訊號強度則逐漸增加；在熱退火溫度 450 K 就開始進行擴散行為，溫度越高，擴散現象越明顯，如圖(4.93)所示。



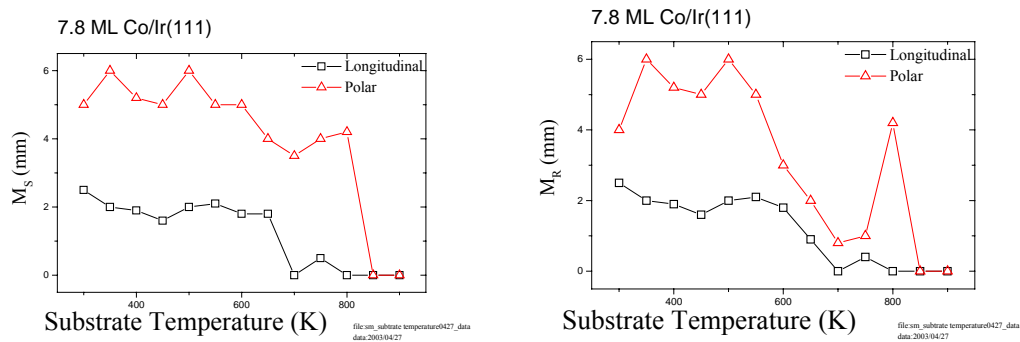
圖(4.98) 7.8 ML 氧雜質之 Co/Ir(111)的 AES 強度對退火溫度關係圖

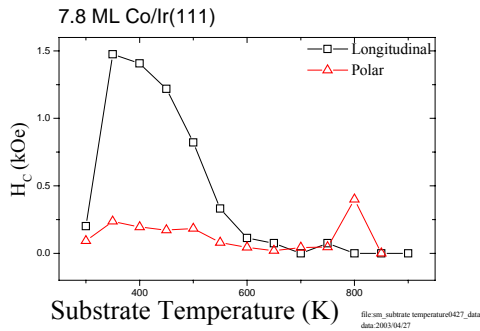
隨著熱退火的增加，以表面磁光柯爾效應儀觀察 7.8 ML Co/Ir(111)薄膜之磁性變化。在 7.8 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理後，最大磁場為 2.25 kOe 狀況下所量得之磁化曲線，在加熱之後退火溫度介在 300 K 與 850 K 間，縱向與極向磁滯現象產生反應出樣品為鐵磁性，退火溫度 900 K 沒有磁滯現象產生反應出樣品為非鐵磁性，如圖(4.99)所示。當退火溫度漸增，由於在極向與縱向之飽和磁化量與殘磁也逐漸減少，反應出合金化效應造成的 Co 化學環境之不同導致鐵磁性消失，如圖(4.100)所示。



圖(4.99) 7.8 ML 氧雜質之 Co/Ir(111)在不同退火溫度下的縱向及極向

SMOKE 圖





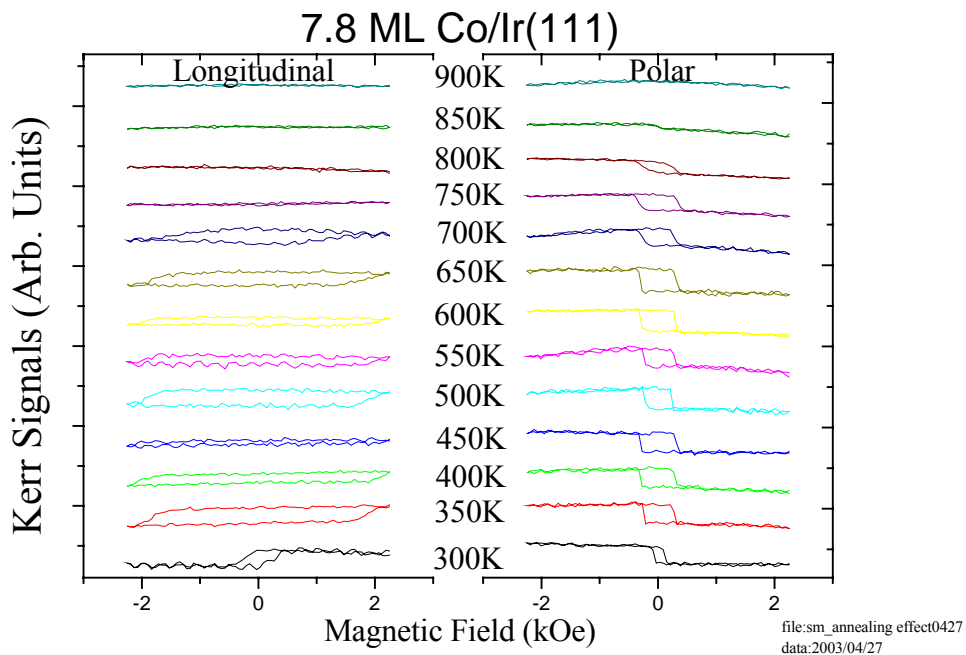
(c)

圖(4.100)(a) 7.8 ML 氧雜質 Co/ Ir(111)縱向及極向的飽和磁化與退火溫度關係圖

(b) 7.8 ML 氧雜質之 Co/ Ir(111)縱向及極向的殘磁與退火溫度關係圖

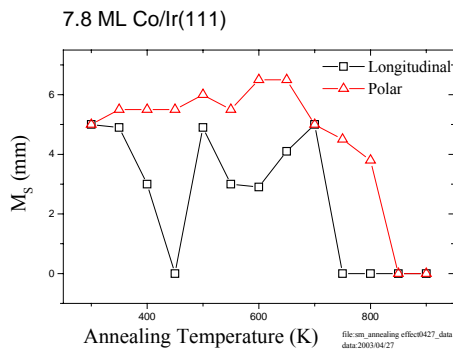
(c) 7.8 ML 氧雜質之 Co/ Ir(111)縱向及極向的矯頑力與退火溫度關係圖

在 7.8 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理後降溫到 375 K，在最大磁場為 2.25 kOe 狀況下所量得之磁化曲線，測量時樣品溫度為 375 K。退火溫度介在 300 K 與 800 K 間縱向與極向產生磁滯現象反應出樣品為鐵磁性，退火溫度介在 750 K 與 800 K 間極向產生磁滯現象，可見此時樣品具有垂直異向性，如圖(4.101)與(4.102)所示。產生的垂直異向性之溫度與純 Co 膜 見圖(4.71) 相較，可知氧雜質造成此膜於高溫熱退火後仍具有垂直異向性。

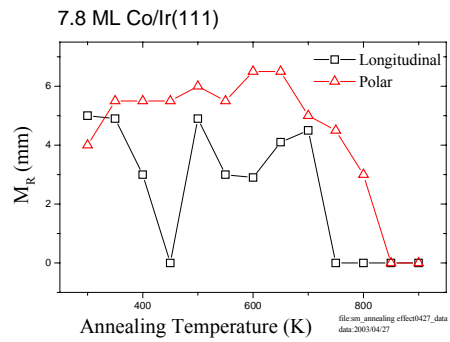


圖(4.101) 7.8 ML 氧雜質之 Co/ Ir(111)在不同退火溫度下,測量溫度為

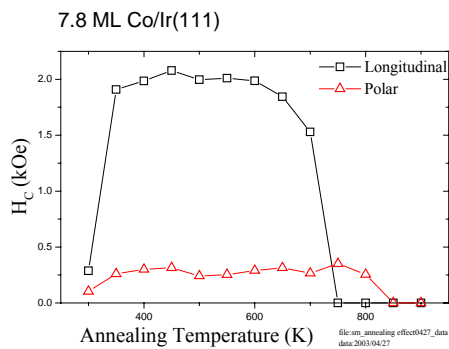
375 K 的縱向及極向 SMOKE 圖



(a)



(b)

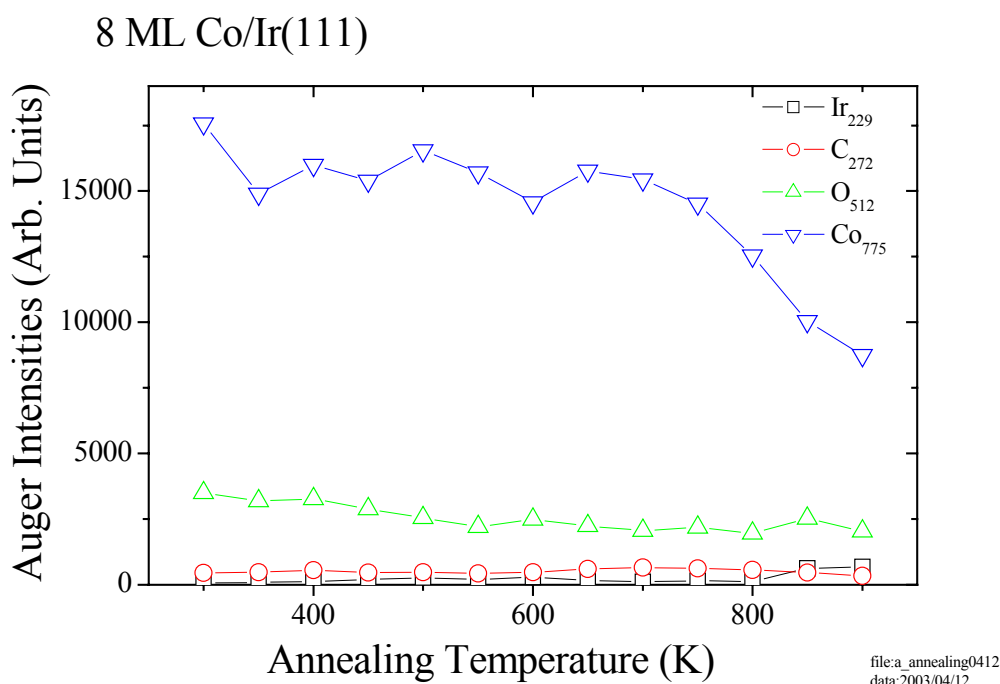


(c)

圖(4.102) 7.8 ML 氧雜質之 Co/ Ir(111)在不同退火溫度下,測量溫度為 375 K, 縱向及極向的(a)飽和磁化(b)殘磁(c)矯頑力

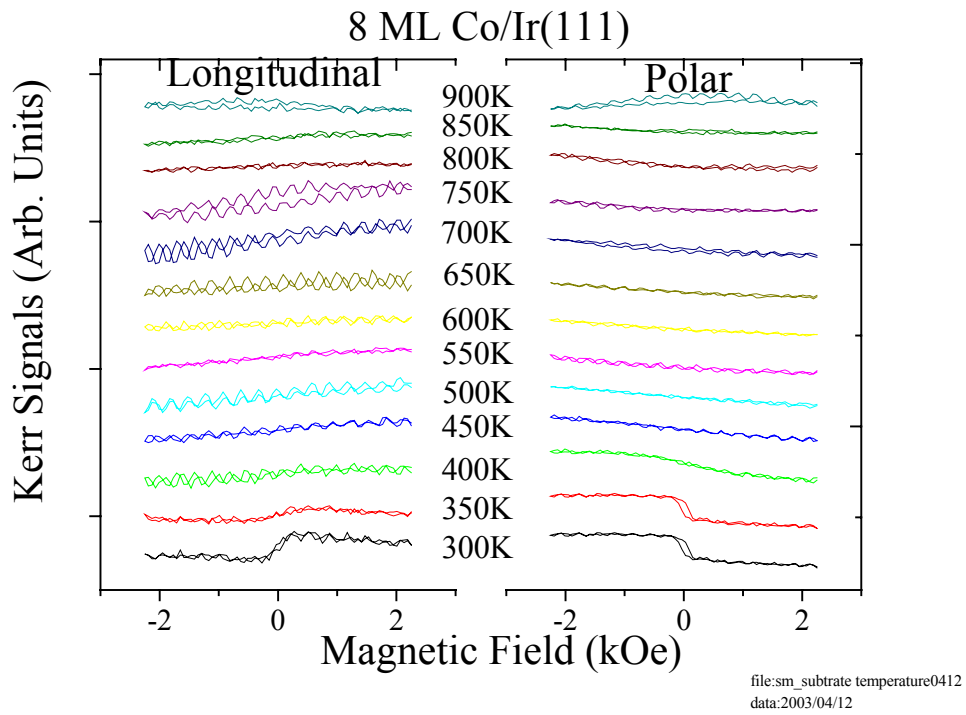
4-4-5 八原子層厚度氧雜質之 Co/Ir(111)退火後的表面磁性分析

圖(4.103)為蒸鍍 8 ML Co/Ir(111)上加熱退火後的 AES 強度對退火溫度關係圖。溫度間隔為 50 K, 在每個溫度下保持 3 分鐘後降至溫度 375 K, 以歐傑電子能譜儀測量樣品表面濃度的變化; 隨熱退火溫度增加, Co 775 eV 訊號強度逐漸減少; 在熱退火溫度 550 K 就開始進行擴散行為, 溫度越高, 擴散現象越明顯, 如圖(4.103)所示。



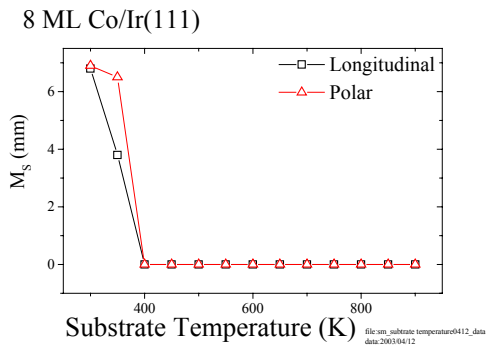
圖(4.103) 8 ML 氧雜質之 Co/Ir(111)的 AES 強度對退火溫度關係圖

隨著熱退火的增加，以表面磁光柯爾效應儀觀察 8 ML Co/Ir(111) 薄膜之磁性變化。在 8 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理後，最大磁場為 2.25 kOe 狀況下所量得之磁化曲線，在加熱之後退火溫度介在 300 K 與 400 K 間，縱向與極向磁滯現象產生反應出樣品為鐵磁性；介在 450 K 與 900 K 間沒有磁滯現象反應出樣品為非鐵磁性，如圖(4.104)所示。隨著熱退火溫度的增加，溫度在 400 K 以上極向與縱向 M_S 值、 M_R 值及 H_C 值皆為零，如圖(4.105)所示。

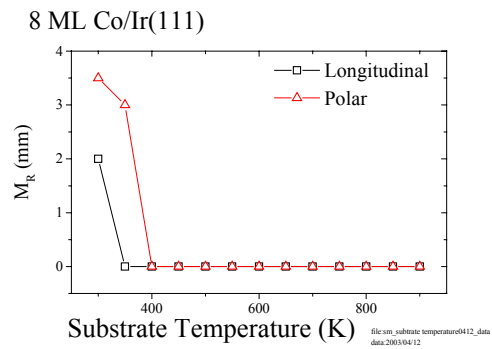


圖(4.104) 8 ML 氧雜質之 Co/Ir(111)在不同退火溫度下的縱向及極向

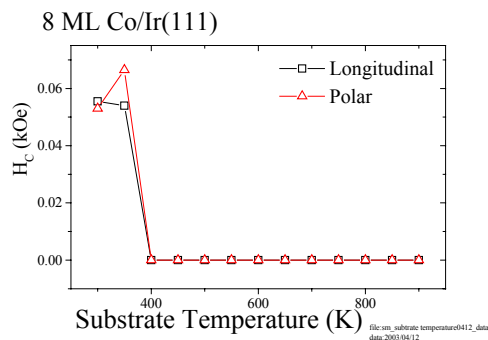
SMOKE 圖



(a)



(b)



(c)

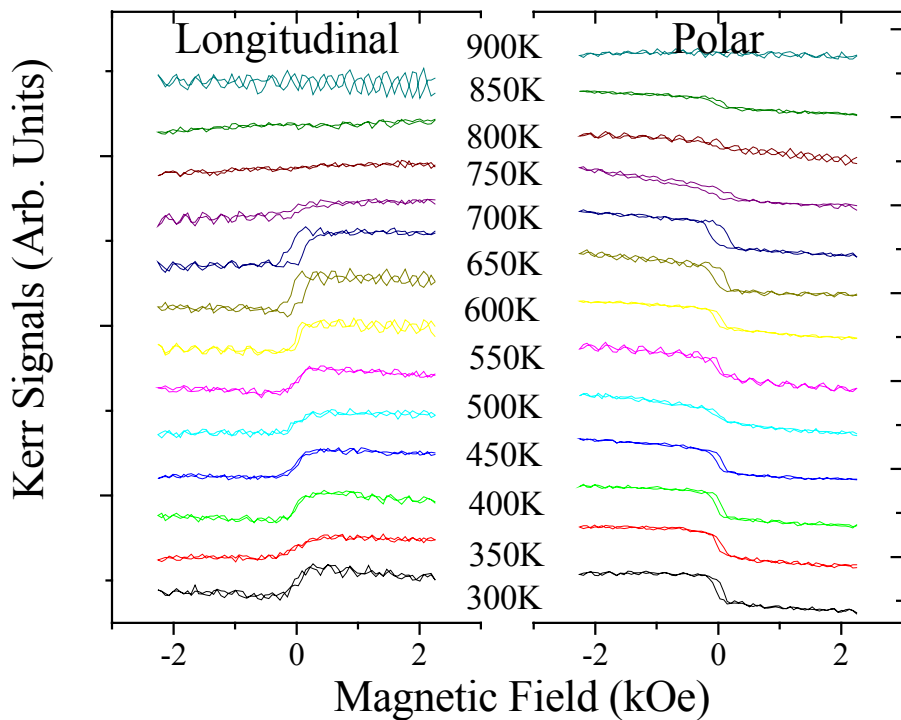
圖(4.105)(a) 8 ML 氧雜質 Co/ Ir(111)縱向及極向的飽和磁化與退火溫度關係圖

(b) 8 ML 氧雜質之 Co/ Ir(111)縱向及極向的殘磁與退火溫度關係圖

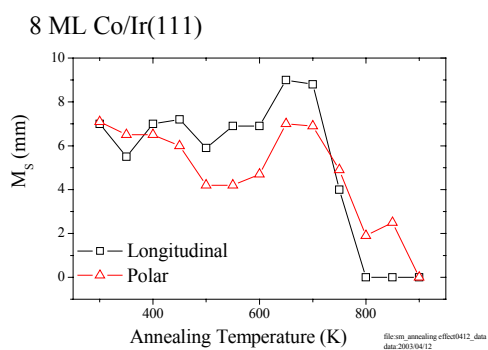
(c) 8 ML 氧雜質之 Co/ Ir(111)縱向及極向的矯頑力與退火溫度關係圖

在 8 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理後降溫到 375 K，在最大磁場為 2.25 kOe 狀況下所量得之磁化曲線，測量時樣品溫度為 375 K，如圖(4.106)所示。縱向與極向的 M_S 值、 M_R 值都差不多，一起隨著熱退火溫度升高逐漸增加，在退火溫度 700 K 左右開始逐漸減少，如圖(4.107)(a)(b)所示。縱向與極向的 H_C 值差異不大，類似的現象也出現在較不平整的薄膜樣品[29]，如圖(4.107)(c)所示，顯示加熱退火處理造成 Co/Ir(111)樣品粗糙度增加甚至形成顆粒化現象。

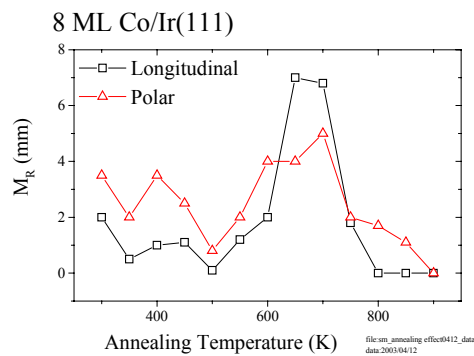
8 ML Co/Ir(111)



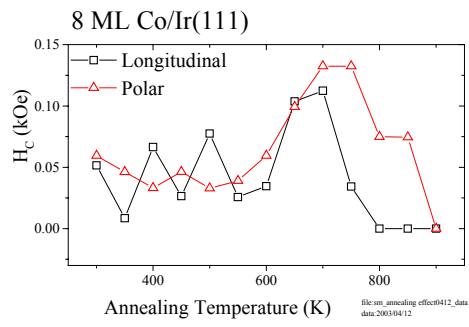
圖(4.106) 8 ML 氧雜質之 Co/ Ir(111)在不同退火溫度下，測量溫度為 375 K 的縱向及極向 SMOKE 圖



(a)



(b)



(c)

圖(4.107) 8 ML 氧雜質之 Co/ Ir(111)在不同退火溫度下，測量溫度為 375 K，縱向及極向的(a)飽和磁化(b)殘磁(c)矯頑力

第五章 結論

1. 在成長過程中，基底 Ir 39 eV 訊號強度隨鈷膜厚增加而減少，而基底 Ir 54 eV 歐傑電子能譜峰值則隨鈷膜厚增加往 Co 53 eV 歐傑電子能譜峰值的方向偏移，並且發現 Co 775 eV ($L_3M_{45}M_{45}$) 的歐傑電子能譜峰值位置往高能量方向偏移。隨著薄膜厚度之增加，以表面磁光柯爾效應儀觀察 Co/Ir(111) 薄膜之磁性變化，可得知在 1.1 原子層下外加最大磁場為 2 kOe 情況下沒有磁滯現象，反應出樣品為非鐵磁性，當薄膜厚度增加到 2.2 原子層，在極向與縱向方向皆出現磁滯現象，這表示樣品轉變為鐵磁性。
2. 針對 3、1、2 和 4 原子層厚度之 Co/Ir(111) 進行加熱退火處理，研究溫度對 Co/Ir(111) 系統表面組成與表面磁性現象之影響。在薄膜成長方面，以歐傑電子能譜儀觀察樣品表面組成的變化，直至我們所需的薄膜厚度；進一步分析歐傑電子能譜峰值偏移，發現在成長過程中，基底 Ir 54 eV 歐傑電子能譜峰值往 Co 53 eV 歐傑電子能譜峰值的方向偏移，而 Co 775 eV ($L_3M_{45}M_{45}$) 以及 Ir 229 eV ($N_4O_2O_2$) 的歐傑電子能譜峰值位置皆往高能量方向偏移。在 Co/Ir(111) 進行加熱退火處理後，以歐傑電子能譜儀測量樣品表面濃度的變化，可知 Co/Ir 介面在 450

K 左右就有明顯的擴散現象，溫度愈高，擴散效應也愈明顯，進一步分析歐傑電子能譜峰值偏移，發現 Co 775 eV ($L_3M_{45}M_{45}$) 以及 Ir 229 eV ($N_4O_2O_2$) 的歐傑電子能譜峰值都逐漸往低能量方向偏移；以表面磁光柯爾效應儀觀察樣品表面之磁性變化，發現在高溫退火情況下 (> 550 K) 量測，僅有極向磁光柯爾效應磁滯現象反應出此系統具有垂直異向性，另一方面將樣品熱退火處理後降溫到 375 K，測量時樣品溫度為 375 K，極向有磁滯現象，可見在 Co-Ir 系統中某些比例的合金有垂直磁化的產生，這樣的特性深具工業上高密度記憶媒體開發之應用潛力。

3. 比較鈷膜厚相當(4.2 ML 與 4.8 ML)的樣品在加熱退火前後的深度組成分析，可知將樣品加熱退火後比未加熱的薄膜樣品需 4 倍的離子濺射時間，其原因為加熱退火後會造成 Co 往 Ir(111) 基底擴散，因此需更久的離子濺射時間將樣品表面上分布的 Co 原子清除。
4. 系統化研究 Co/Ir(111)超薄膜之退火效應後，我們整理出一 Co 厚度達 4 原子層，退火溫度介於 300 K 與 900 K 間之磁性與厚度溫度關係圖。
5. 進一步探討鈷銱合金產生垂直磁異向性時與相應的歐傑電子訊號強度比($I_{Co\ 775\ eV}/I_{Ir\ 229\ eV}$)與 Co 775 eV ($L_3M_{45}M_{45}$)歐傑電子

訊號，可知此系統中當表面的 Co 再往塊材內擴散直到 CoIr 合金形成，此時退火溫度已超過居里溫度之情況下，縱向與極向的磁滯消失呈現非鐵磁性之行為。

6. 在 4 原子層厚度以內，當 Co 厚度漸增，由於在極向與縱向之飽和磁化量以及殘磁應逐漸增加，反應出總原子磁矩數隨薄膜厚度漸增；但此 Co/Ir(111)系統卻在厚度超過 5.5 ML 不然，隨著 Co 厚度漸增至 6.6 原子層之後卻沒有磁滯現象，這與我們所知的事實並不符合，其原因有待進一步探討。
7. 在鈷膜厚 7.7 原子層 900 K 溫度以下加熱退火處理後降溫到 375 K，在最大磁場為 2 kOe 狀況下所量得之磁化曲線，測量時樣品溫度為 375 K，所得結果縱向與極向的 H_C 值差異不大，類似的現象也出現在較不平整的薄膜樣品，顯示加熱退火處理造成 Co/Ir(111)樣品粗糙度增加甚至形成顆粒化現象；在鈷膜厚 9 原子層加熱退火處理後降溫，測量時樣品溫度為 375 K，量測到只有縱向磁滯現象產生，這樣的異向性主要是由於樣品厚度夠厚時，形狀異向性將主導材料的磁化特性，因而其磁化異軸傾向於平躺於樣品面上。
8. 隨著薄膜厚度之增加，以表面磁光柯爾效應儀觀察 Co/Ir(111) 薄膜之磁性變化，在 2.1 原子層下外加最大磁場為 2.25 kOe 情

況下沒有磁滯現象，反應出樣品為非鐵磁性；當薄膜厚度增加到 2.8 原子層，在縱向方向皆出現磁滯現象，這表示樣品轉變為鐵磁性；當薄膜厚度增加到 3.5 原子層，在極向與縱向方向皆出現磁滯現象，比較純鈷膜 2.1 原子層磁滯產生厚度 見圖 (4.6) ，可知在有氧雜質的鈷膜上出現的厚度較厚，且比較極向與縱向的表面磁光柯爾效應訊號，可知極向矯頑力較小。當薄膜厚度增加到 5.6 原子層出現了由 CoO-Co 混和態產生的雙磁滯現象，更可確定氧雜質對鈷膜造成了磁性改變。

參考資料

- [1] M. Wutting, B. Feldmann, and T. Flores, *Surf. Sci.* **331-333**, 659 (1995).
- [2] Rugian Wu, Chun Li, and A. J. Freeman, *J. Magn. Magn. Mater.* **99**, **71** (1991).
- [3] P. F. Caraia, *J. Appl. Phys.* **63 (10)**, 5066 (1988).
- [4] Sang-Koog Kim, Vladimir A. Chernov, and Yang-Mo Koo, *J. Magn. Magn. Mater.* **170**, L7 (1997).
- [5] W. B. Zeper and F. J. A. M. Greidanus, *J. Appl. Phys.* **65 (12)**, 4971 (1989).
- [6] R. Allenspach, M. Stampanoni, and A. Bischof, *Phys. Rev. Lett.* **65**, 3344 (1990).
- [7] C. Chappert and P. Bruno, *J. Appl. Phys.* **64(10)**, 5736 (1988).
- [8] A. Kirvilyuk, J. Ferré, V. Grolier, J. P. Jamet., and D. Renard, *J. Magn. Magn. Mater.* **171**, 45 (1997).
- [9] Neel, *J. Phys. Radium.* **15**, 255 (1954).
- [10] F. J. A. den Broeder, W. Hoving, and P. J. H. Bloeman, *J. Magn. Magn. Mater.* **93**, 562 (1991).
- [11] G. H. O. Daalderop, P. J. Kelly, and M. F. H. Schuurmans, *Phys. Rev.* **B 42**, 7270 (1990).
- [12] G. H. O. Daalderop, P. J. Kelly, and M. F. H. Schuurmans, *Phys. Rev.* **B 44**, 12 054 (1992).
- [13] G. H. O. Daalderop, P. J. Kelly, and F. J. A. Broeder, *Phys. Rev. Lett.* **68**, 682 (1992).
- [14] K. Umeda, Y. Fujiwara, T. Matsumoto, K. Nakagawa, and A. Itoh, *J. Magn. Magn. Mater.* **156**, 75 (1996).
- [15] R. H. Victora and J. M. MacLaren, *Phys. Rev.* **B 47**, 11 583 (1993).
- [16] Y. Suzuki, H. Y. Hwang, S-W Cheong, and R. B. van Cover, *Appl. Phys. Lett.* **71 (1)**, 140 (1997).
- [17] C. H. Lee, R. F. C. Farrow, C. J. Lin, and E. E. Marinero, *Phys. Rev.* **B 42**, 11 384 (1990).
- [18] H. Yanagihara, K. Pettit, M. B. Salamon, Eijikita, S. S. P. Parkin, *J. Appl. Phys.* **81(8)**, 5197-5199 (1997).
- [19] H. Yanagihara, Eijikita, and M. B. Salamon, *Phys. Rev.* **B 60**, 18 (1999).

- [20] A. Dinia, M. Stoffel, K. Rahmouni, G. Schmerber, and H. A. M. Van denBerg, *J. Magn. Magn. Mater.*, **198-199**, 67 (1999).
- [21] 楊正旭, 私立輔仁大學碩士論文 (1999).
- [22] C. Kittel, *Introduction of Solid State Physics*, 7th ed, John Wiley & Sons inc., New York (1997).
- [23] B. D. Cullity, *Introduction to Magnetic Materials*, Addison Wesley, New York (1972).
- [24] R. C. O'Handley, *Modern Magnetic Materials*, John Wiley & Sons inc., New York (2000).
- [25] 陳宿慧, 國立台灣師範大學碩士論文 (2000).
- [26] David K. Cheng, *Field and Wave Electromagnetics 2/e*, 3rd Ed., Addison-Wesley, New York (1989).
- [27] 聶亨芸, 國立清華大學碩士論文 (2002).
- [28] 薛增泉, 吳全德, 李浩, *薄膜物理*, 電子工業出版社, 大陸 (1991).
- [29] 何慧瑩, 國立台灣師範大學碩士論文 (1998).
- [30] J. A. C. Bland and B. Heinrich, *Ultrathin Magnetic Structure I & II*, Springer-Verlag, Berlin (1994).
- [31] E. Bauer, *Appl. Surf. Sci.* **11/12**, 479 (1982).
- [32] 蔡萍實, 國立台灣師範大學碩士論文 (1992).
- [33] B. Dodson, *Phys. Rev. B*, **36**, 6288 (1987).
- [34] H. J. G. Draaisma and W. J. M. de Jonge, *J. Appl. Phys.* **64**, 3610 (1988).
- [35] M. T. Johnson, P. J. H. Bloemen, F. J. A den Broeder, and J. J de Vrist, *Rep. Prog. Phys.* **59**, 1409-1458, (1996).
- [36] 宛德福, 馬興隆, *磁性物理學*, 電子科技大學出版社, 大陸 (1994).
- [37] 張治平, 私立輔仁大學碩士論文 (1996).
- [38] M. I. Darby and E. D. Isaac, *IEEE Transaction on Magnetics*, **10**, 259 (1974).
- [39] Ronald F. Soohoo, *Magnetic Thin Films*, Harper & Row, New York (1965).
- [40] 鄭德娟, 前瞻磁性技術人培訓班講義, 工研院光電師
- [41] 邱愛什、邵健中著, *超高真空技術*, 浙江大學出版社, 大陸 (1991).
- [42] John F. ó Hanlon, *A User's Guide to Vacuum Technology*, John Wiley & Sons inc., New York (1989).
- [43] A. Roth, *Vacuum Technology*, North-Holland, New York (1986).

- [44] 吳登復，實用真空技術，國興出版社，新竹市 (1986).
- [45] 蘇青森，真空技術，東華書局，台北市 (1994).
- [46] 李彥龍，私立東海大學碩士論文 (2003).
- [47] 陳信良，國立台灣師範大學碩士論文 (1997).
- [48] Sputter Ion Source User's Guide, OMICRON, Inc., (1997).
- [49] D. Chattarji, The theory of Auger Transition, London, Academic Press (1976).
- [50] D. Briggs and M. P. Seah, Practical Surface Analysis, 2th ed , New York (1990).
- [51] G. Ertl and J. Küppers, Low Energy Electrons and Surface Chemistry, 2th ed, VCH, Weinheim (1985).
- [52] Tetsu Sekine, Nobuyuki Ikee, and Yuji Nagasawa, Appl. Surf. Sci. **100/101**, 30-35 (1996).
- [53] L. E. Davis, N. C. Macdonald, P. W. Palmberg, G. E. Riach, and R. E. Weber, Handbook of Auger, 2th ed, Physical Electronics Industries, Inc., Eden Prairie (1976).
- [54] 朱洪法，催化劑載體，化學工業出版社，北京 (1980).
- [55] P. Beauvillain, A. Bounouh, C. Chappert, R. Mégy, S. Ould-Mahfoud, J. P. Renard, and P. Veillet, J. Appl. Phys. **76**, 6078 (1994).
- [56] 蔡志申，物理雙月刊，廿五卷五期，P.605 (2003 年 10 月).
- [57] David R. Lide, Ph. D., CRC Handbook of Chemistry and Physics, 83rd edition, New York (2002-2003).
- [58] E. Brown, Chemistry: the Central Science, 9th Edition, New York (2003).
- [59] M. Tikhov and E. Bauer, Surf. Sci. **232**, 73 (1990).
- [60] John C. Vickerman, Surface Analysis-The Principal Techniques, John Wiley & Sons Inc., New York (1997).
- [61] L.E. Davis, N. C. Macdonald, P. W. Palmberg, G. E. Riach, and R. E. Weber, HANDBOOK OF AUGER, 2nd ed., Physical Electronics Industries, Inc., Eden Prairie (1976).
- [62] J. S. Tsay and C. S. Shern, J. Appl. Phys. **80(7)**, 3777-3781 (1996).
- [63] S. Tanuma, C. J. Powell, and D. R. Penn, Surf. Interface Anal. **11**, 577-589 (1988).
- [64] T. W. Haas, J. Grant, and G. J. Dooley, Phys. Rev. B. **1**, 4 (1970).
- [65] J. S. Tsay, H. Y. Nieh, C. S. Yang, Y. D. Yao, and T. S. Chin, J.

- Appl. Phys. **93**(10), 8728-8730 (2003).
- [66] M. Thompson and M. D. Baker, Auger Electron Spectroscopy, John Wiley & Sons Inc., New York (1971).
- [67] Hansen, Constitution of Binary Alloys, McGraw-Hill (1958).

附錄一 電負度與歐傑電子能量關係

Electronegativity:

$$EN_{\text{Co}} = 1.88, EN_{\text{Ir}} = 2.2$$

BE of Co: Co-Co < Co-Ir → KE of Co: Co-Co > Co-Ir

→ growth: KE of Co increases (Co-Ir → Co-Co)

→ annealing: KE of Co decrease (Co-Co → Co-Ir)

BE of Ir: Ir-Ir > Co-Ir → KE of Ir: Ir-Ir < Co-Ir

In submonolayer Co:

→ growth: KE of Ir increases (Ir-Ir → Co-Ir)

→ annealing: must consider the MFP and different intermixing states (Co-Ir → dilute Co in Ir).

More than 1 ML Co:

→ growth: KE of Ir no change

→ annealing: must consider the MFP and different intermixing states. (Co-Ir interface → dilute Co in Ir).

Co 53 eV vs Ir 54 eV → growth: KE decrease

→ annealing: KE increase

附錄二 計算 Co/Ir 薄膜系統厚度之 qBasic 程式

CLS

'CLACULATE AUGER INTENSITY FOR Co/Ir SYSTEM

'ratio of Co signal to Ir signal

SCo = 8.9 / 2.5 'SCo IS Auger sensirive ratio of Co 775

SIr = 4.2 / 10 'SIr is Auger sensirive ratio of Ir 229

LCo = 12.27 'LCo IS IMFP OF Co 775 'FROM JAP

Llr = 6.7 'Llr IS IMFP OF Ir 229 'FROM SURF. INTERF.
ANAL. 11, 577 (1988)

DCo = 2.21 'THICKNESS OF A MONOLAYER

'PRINT SCo, SIr; LCo; Llr; DCo

OPEN "C:\PROGRAMS\QB\COIR\COIR.TXT" FOR OUTPUT AS #1

FOR N = 0 TO 50 'STEP .1

THICK = N / 10

ICo = SCo * (1 - EXP(-THICK * DCo / LCo))

Iir = SIr * (EXP(-THICK * DCo / Llr))

INTENSITY = ICo / Iir

PRINT "THICK="; THICK; "ML", "Co775/Ir229="; INTENSITY

'PRINT #1, THICK, INTENSITY

'PRINT "THICK="; THICK; "ML", ICo; Iir, "Co775/Ir229=";
INTENSITY

PRINT #1, THICK, ICo, Iir, INTENSITY

NEXT N

END