ETH zürich

ETH Library

Electron holography for the analysis of magnetic and electric microfields in nanostructured systems

Doctoral Thesis

Author(s):
Signoretti, Silvia

Publication date:
2003

Permanent link:
https://doi.org/https://doi.org/10.3929/ethz-a-004618456

Rights / license:
In Copyright - Non-Commercial Use Permitted

This page was generated automatically upon download from the ETH Zurich Research Collection.
For more information, please consult the Terms of use.

Diss. ETH No. 15170

Electron Holography for the Analysis of Magnetic and Electric Microfields in Nanostructured Systems

A dissertation submitted to the
SWISS FEDERAL INSTITUTE OF TECHNOLOGY
ZURICH

for the degree of
Doctor of Natural Sciences

presented by

SILVIA SIGNORETTI
Dottore in Fisica
Università degli Studi di Bologna
born on the 5th February 1975
Citizen of Italy

accepted on the recommendation of

Prof. Dr. H. R. Ott, examiner
Prof. Dr. P. Stadelmann, co-examiner
Dr. C. Beeli, co-examiner

2003

Abstract

Electron holography has become a powerful tool for the analysis of electromagnetic fields of microstructures, in transmission electron microscopes down to nanometer resolution. In this thesis, the electron holography technique has been used on four different types of nanostructured samples for investigating their electromagnetic field. In fact, electron holography provides access to the phase shift and amplitude of an electron wave after it has traversed the sample, in relation to an electron wave passing through the vacuum, which is taken as a reference. This phase shift is caused by the mean inner electrostatic potential of the analyzed material and by electric charging with the electron beam. In the case of a magnetic material, a phase shift is produced due to the interaction of the electron wave with the magnetic microfield of the sample. Hence, information on the magnetization pattern inside the sample and on the magnetic leakage flux can be obtained.

This dissertation is divided into five chapters.

Chapter 1 is a brief introduction to the theory of electron holography with an overview to some specific applications. Moreover, a review of different techniques to image the magnetic structures of materials is presented.

Chapter 2 deals with the electron holography analysis of micrometric Fe particles with nanocrystalline structure, produced by mechanical milling. Electron holography has been employed to visualize the stray field emerging from isolated particles at selected temperatures $300 \leqslant T \leqslant 1200$K. By complementary x-ray diffraction and transmission electron microscopy investigations, a direct relationship has been established between the thermal variation of the stray field and of the particle microstructure. Indirect information on the magnetization pattern inside the particles

has been inferred. This work was carried out in collaboration with the group of Prof. E. Bonetti from the University of Bologna (Italy) and with Dr. G. Matteucci (Bologna University).

Chapter 3 is an extensive study on the magnetic properties of Fe nanoparticles, surrounded by an oxide surface layer, synthesized by gas-phase condensation and oxygen passivation.

Electron holography results on Fe nanoparticles with mean size of 50 nm, comparable to the characteristic Fe domain-wall thickness, indicate the existence of flux-closure magnetic configurations inside the particles. In particular, the magnetic phase maps, reconstructed from the holograms, are consistent with the presence of low-remanence vortex states of the magnetization.

Structural (x-ray diffraction, transmission electron microscopy and electron energy loss spectroscopy) and magnetic (SQUID magnetometry) characterization results for the core-shell Fe particles, with mean size varying from 6 to 50 nm, are also presented. Such results provide a clear picture of the relationship between magnetic properties and particle structural features and constitute a support to the electron holography conclusions.

This work was done in collaboration with the group of Prof. E. Bonetti (Bologna University), which also provided the samples, with Dr. G. Matteucci (Bologna University) and, for the magnetic measurements, with Dr. D. Fiorani (Istituto di Struttura della Materia, CNR Roma).

Chapter 4 is dedicated to the study of the stray field of CoPt magnetic force microscope (MFM) tips, produced by sputtering deposition. Numerical simulations allowed us to obtain quantitative values of the magnetic field due to the tip, as a function of the distance from the tip itself. This work was carried out in collaboration with the group of Prof. S.-H. Liou, from the University of Nebraska, Lincoln, who provided us the samples.

Chapter 5 is a study on the reliability of electron holography for the determination of the mean inner potential of dense materials, in particular Ni, Cu, Co and Ag. We found good agreement between the values measured experimentally and those calculated from the atomic scattering factors. The samples have been prepared by electrodeposition, in form of nanowires, by the group of Prof. B. Doudin from the University of Nebraska, Lincoln.

Abstract (Italiano)

L'olografia elettronica è ormai una tecnica ampiamente utilizzata nello studio dei campi elettromagnetici di microstrutture nei microscopi elettronici a trasmissione raggiungendo una risoluzione dell'ordine del nanometro. In questa tesi, l'olografia elettronica è stata impiegata su quattro tipi di campioni nanostrutturati diversi tra loro per l'analisi del loro campo elettromagnetico. Infatti, l'olografia elettronica fornisce informazioni sulla fase e sull'ampiezza dell'onda elettronica che attraversa un campione, in relazione ad un'onda elettronica che passa nel vuoto, considerata come onda di riferimento. L'ologramma registrato contiene quindi informazioni su tale sfasamento, causato dal potenziale interno medio del campione analizzato, dall'effetto del caricamento elettrico del campione dovuto al fascio elettronico del microscopio. Nel caso di un materiale magnetico, lo sfasamento è il risultato dell'interazione tra l'onda elettronica e il microcampo magnetico del campione. Quindi, è possibile ottenere informazioni sull'andamento della magnetizzazione all'interno di un campione magnetico e sul campo magnetico di fuga.

La tesi si divide in cinque capitoli.

Capitolo 1 È una breve introduzione della teoria dell'olografia elettronica con una breve introduzione a qualche applicazione specifica. In più, sono descritte diverse tecniche che permettono di visualizzare la struttura magnetica dei materiali.

Chapter 2 Sono presentati i risultati dell'analisi di olografia elettronica sull'evoluzione della magnetizzazione nelle particelle di Fe nanocristalline preparate per ball-milling. È stata stabilita una relazione diretta tra la variazione del campo di fuga con la temperatura e l'evoluzione della microstruttura delle particelle; infine sono state ricavate informazioni indirette sulla struttura magnetica interna delle particelle. Questo

attività di ricerca è stata svolta in collaborazione con il gruppo del Prof. E. Bonetti (Università di Bologna, Italia) ed è stata finanziata dall'istituto Nazionale di Fisica della Materia (INFM).

Capitolo 3 Il capitolo descrive un ampio studio sulle proprietà magnetiche di nanoparticelle di Fe sintetizzate mediante condensazione da fase vapore in atmosfera di gas inerte. Le particelle sono state passivate in-situ in atmosfera di ossigeno. I risultati dell'olografia elettronica su particelle di Fe, le cui dimensioni sono confrontabili con quelle tipiche dello spessore delle pareti di dominio, indicano l'esistenza di una configurazione magnetica interna della particella tale da consentire la chiusura parziale del campo di fuga. I diagrammi della fase magnetica, ottenuti processando digitalmente gli ologrammi, indicano la presenza di una configurazione della magnetizzazione di bassa rimanenza, di tipo a vortice. Questa conclusione è stata supportata da risultati di caratterizzazione magnetica e strutturale di particelle con size medio compreso tra 6 e 50 nm. A questo lavoro di ricerca hanno collaborato il gruppo del Prof. E. Bonetti (Università di Bologna), che ha fornito i campioni, il Dr. G. Matteucci (Università di Bologna) e il gruppo del D. Fiorani (Istituto di Struttura della Materia, CNR Roma).

Capitolo 4 Sono illustrati i risultati della analisi del campo di fuga di punte magnetiche per microscopi a forza magnetica (MFM). Simulazioni numeriche ci hanno permesso di valutare quantitativamente l'andamento e l'intensità del campo magnetico uscente dalla punta. Questo progetto è stato realizzato in collaborazione con il gruppo del Prof. S.-H. Liou (Università del Nebrasca, Lincoln) che ci ha fornito i campioni.

Capitolo 5 Il capitolo è dedicato alla presentazione dei risulatati di olografia elettronica utilizzata per determinare il potenziale interno medio in materiali densi, in particolare per Ni, Cu, Co e Ag. Abbiamo constatato che i risultati sperimentali ottenuti sono in buon accordo con quelli ottenuti calcolando il potenziale interno medio utilizzando i fattori atomici di scattering. I campioni sono stati preparati per elettrodeposizione sottoforma di nanofili dal gruppo del Prof. B. Doudin dell'Università del Nebrasca, Lincoln.