

## АВТОМАТИЗИРОВАННЫЙ ЭСР-МИКРОСКОП ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МАГНИТНОЙ НЕОДНОРОДНОСТИ НИЗКОРАЗМЕРНЫХ НАНОСТРУКТУР

А. В. Варавин, Г. П. Ермак, М. И. Нахимович, И. В. Попов, С. И. Тарапов, Б. А. Авраменко\*,  
А. Г. Равлик\*, В. Н. Самофалов\*

*Институт радиофизики и электроники НАН Украины им. А. Я. Усикова  
12, ул. Ак. Проскуры, Харьков, 61085, Украина*

E-mail: [ermak@ire.kharkov.ua](mailto:ermak@ire.kharkov.ua)

*\*Национальный технический университет «Харьковский политехнический институт»  
21, ул. Фрунзе, Харьков, 61002, Украина*

Представлены конструкция и результаты исследования сканирующего микроскопа мм диапазона с высоким пространственным разрешением для исследования магнитной неоднородности низкоразмерных магнетиков и ферромагнетиков методом электронного спинового резонанса (ЭСР) в диапазоне 30-45 ГГц. Статическое магнитное поле в исследуемой области образца создается с помощью специального концентратора магнитного поля. Автоматизированная система управления и регистрации сигналов позволяет проводить механическое перемещение образца относительно рабочего зазора концентратора с минимальным шагом 1 мкм и регистрировать амплитуду СВЧ поля в каждой точке пространства с применением цифрового синхронного детектирования. Проведены измерения электронного спинового резонанса в контрольных магнитных образцах с известной намагниченностью насыщения. Ил. 5. Библиогр.: 12 назв.

**Ключевые слова:** электронно-спиновая резонансная микроскопия, магнитные наноструктуры, мм диапазон, открытый резонатор.

Высокая скорость, с которой результаты исследований магнитных наноструктур претворяются в практику [1] (магнитные диски высокой плотности, датчики позиционирования и др.), стимулирует дальнейшее изучение их свойств в СВЧ [2] и ИК [3] диапазонах. Одним из наиболее информативных методов в СВЧ диапазоне является метод электронного спинового резонанса (ЭСР) благодаря его высокой чувствительности к магнитной структуре магнитного материала. Он является наиболее общим методом в исследовании тонкой структуры спектров атомов магнитных материалов (в сравнении с частными случаями – электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) в парамагнетиках и ферромагнитного резонанса (ФМР) в ферромагнетиках). Таким образом, проблема разработки новых устройств и методов ЭСР исследований магнитных наноструктур является крайне актуальной.

Термин ЭСР-микроскоп был введен несколько лет назад. Он обозначает устройство, которое позволяет регистрировать ЭСР отклик из очень малых областей (порядка десятков микрометров) плоских магнитных образцов [4, 5]. Для обеспечения микронного пространственного разрешения в объемном СВЧ резонаторе спектрометра выполнено отверстие связи запредельного размера. Образец вводился в экспоненциально затухающее электромагнитное поле, присутствующее вблизи отверстия связи. Таким образом, только малая часть образца оказывается в области, где существуют условия ЭСР. Картографирование распределения парамагнитных центров по поверхности образца осуществлялось путем ме-

ханического сканирования образца относительно отверстия связи. Данный прибор работал на частоте  $\nu = 10$  ГГц при величинах статического магнитного поля  $H = 3 \div 4$  кЭ. К его недостаткам следует отнести относительно низкую рабочую частоту и очень большие габариты, определяемые размерами электромагнита (порядка  $1 \times 2 \times 2$  м<sup>3</sup>).

### 1. Экспериментальные исследования.

Уравнение движения для спина электрона в переменном и статическом магнитных полях ( $\vec{h}_{EHF} \perp \vec{H}_{ST}$ ) дает известное соотношение [6]

$$2\pi\hbar\nu_{res} = g\beta H_{res}, \quad (1)$$

где  $\hbar$  – постоянная Планка;  $\nu_{res}$  – резонансная частота;  $H_{res}$  – величина внешнего статического магнитного поля;  $\beta$  – магнетон Бора;  $g$  – фактор спектроскопического расщепления (для парамагнетика  $g \approx 2$ ).

Как следует из (1), величины  $\nu_{res}$  и  $H_{res}$  связаны взаимно однозначно. Информативность метода ЭСР резко возрастает с ростом частоты до 10÷100 ГГц, т. е. с переходом в мм диапазон длин волн. Однако на пути успешного применения этого метода для изучения свойств магнитных наноструктур в мм диапазоне имеется два главных препятствия.

Во-первых, для применения метода в мм диапазоне длин волн (30-100 ГГц) необходимо использовать сильные магнитные поля, требующие громоздких магнитных систем. Например, чтобы зарегистрировать сигналы ЭСР в указанном диапазоне, надо создать статическое магнитное поле с напряженностью  $H = 10-35,6$  кЭ.

Во-вторых, чтобы осуществить корректное изучение характеристик магнитных наноструктур, а в частности, наноструктур, демонстрирующих эффект гигантского магнитного сопротивления/импеданса (ГМС/ГМИ) необходимо создать условия ЭСР в очень малой области образца, меньшей чем  $10^{-2}$  мм<sup>2</sup>. Это требование вызвано тем фактом, что эффект ГМС/ГМИ проявляется благодаря взаимодействию спинов, которое наблюдается между наночастицами с размерами менее 100 мкм. Для достижения такой высокой разрешающей способности необходимо повышать предельную чувствительность и локальную разрешающую способность радиоспектрометра.

Для преодоления этих препятствий была предложена ячейка на основе квазиоптического открытого резонатора (ОР) и концентратора магнитного поля, которая не требует сложных и громоздких магнитных систем. Было предсказано, что предложенная ячейка может быть эффективно использована для микроскопических исследований методом ЭСР, т. е. для ЭСР-микроскопии [7].

**2. Конструкция магнитной системы ЭСР-микроскопа.** В работах [7, 8] предложена конструкция и приведены результаты экспериментальных исследований модели ЭСР-микроскопа, работающего в мм диапазоне длин волн, магнитная система которого обладает размерами  $(40 \times 30 \times 20$  мм<sup>3</sup>), значительно меньшими, чем в работе [4]. Эти преимущества были достигнуты благодаря использованию принципа, отличного от обычных ЭСР-микроскопов, а именно: сильное магнитное поле, необходимое для работы прибора в мм диапазоне, локализовано внутри измерительной ячейки с помощью специального концентратора магнитного поля.

Конструкция магнитной системы базируется на результатах ранее выполненных работ [9, 10], где было показано, что с помощью систем из постоянных магнитов можно создавать сильные магнитные поля рассеяния  $\vec{H}_{ST}$  в очень узких пространственных областях. Напряженность этих полей может превышать значение индукции материала магнитов в несколько раз. Подобные поля возникают в постоянных магнитах у края заряженных поверхностей магнитов, т. е. там, где дивергенция вектора намагниченности не равняется нулю  $\text{div} M_s \neq 0$ . Для существования таких полей нужно, чтобы материал магнитов имел высокие значения поля одноосной анизотропии  $H_k$  и коэрцитивной силы  $H_c$ .

На рис. 1, а показана магнитная система ЭСР-микроскопа, создающая локальное магнитное поле  $H_x$  высокой напряженности вблизи оси  $OY$ . Система магнитов состояла из двух магни-

тов  $\text{SmCo}_5$  размером  $40 \times 30 \times 15$  мм<sup>3</sup>, расположенных на общем магнитопроводе.

Поле одноосной анизотропии у них равнялось  $H_k \approx 300$  кЭ, а намагниченность насыщения  $M_s = 750$  Гс. Магнитная система такого типа формирует поле в виде лезвия. На рис. 1, б показана расчетная зависимость  $H_x(X, Y)$  компоненты поля от координаты  $X$ . Для магнитов с указанными размерами величина поля может достигать значения  $H_x \approx 15$  кЭ в области с радиусом  $r < 0,1$  мм и значения до 25 кЭ в области с радиусом  $r < 8$  мкм.

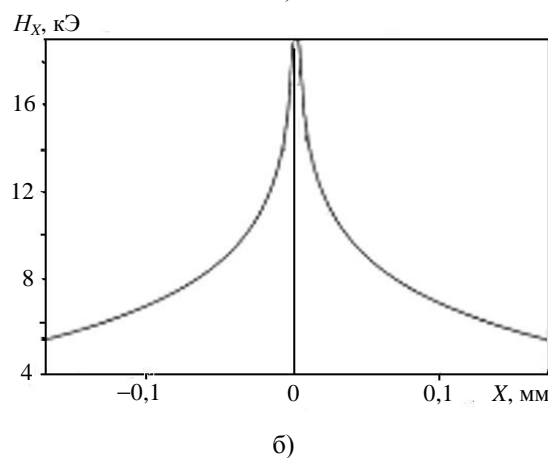
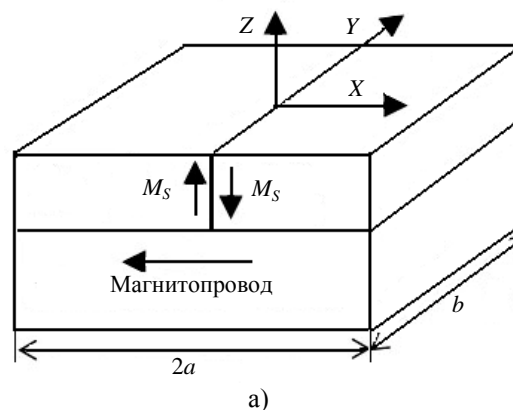


Рис. 1. Концентратор статического магнитного поля: а) – эскиз концентратора; б) – теоретический расчет для  $H_x(X, Y)$  компоненты поля на поверхности магнитной системы ( $Z = 0$ )

Следует отметить, что создание магнитных полей выше 15 кЭ с помощью классических электромагнитов является очень сложной технической задачей, поэтому в ЭПР спектрометрах мм диапазона используются криостаты со сверхпроводящими соленоидами. Однако конструктивные особенности, стоимость и габариты сверхпроводящих магнитов делают нецелесообразным их применение в ЭСР-микроскопии мм диапазона.

**3. Описание ЭСР-микроскопа.** В работе [7] исследования ЭСР-микроскопа проводились с

помощью радиоспектрометра без автоматизированного управления и сбора данных результатов измерений. Перемещение образца относительно магнитного зазора осуществлялось вручную с помощью микрометрического винта. Это значительно удлиняло и усложняло процесс измерений и ограничивало разрешающую способность спектрометра. В связи с этим одной из целей данной работы является разработка радиоспектрометра, резонансной ячейки и сканирующей системы для

перемещения образца с более высокими техническими и эксплуатационными характеристиками.

На рис. 2 изображена структурная схема автоматизированного спектрометра ЭСР-микроскопа. Радиоспектрометр ЭСР-микроскопа состоит из электрически управляемого генератора на основе диода Ганна, работающего в 8-мм диапазоне, *p-i-n* модулятора, циркулятора, резонансной ячейки, выполненной на основе ОР, СВЧ детектора и блока управления и регистрации сигналов.

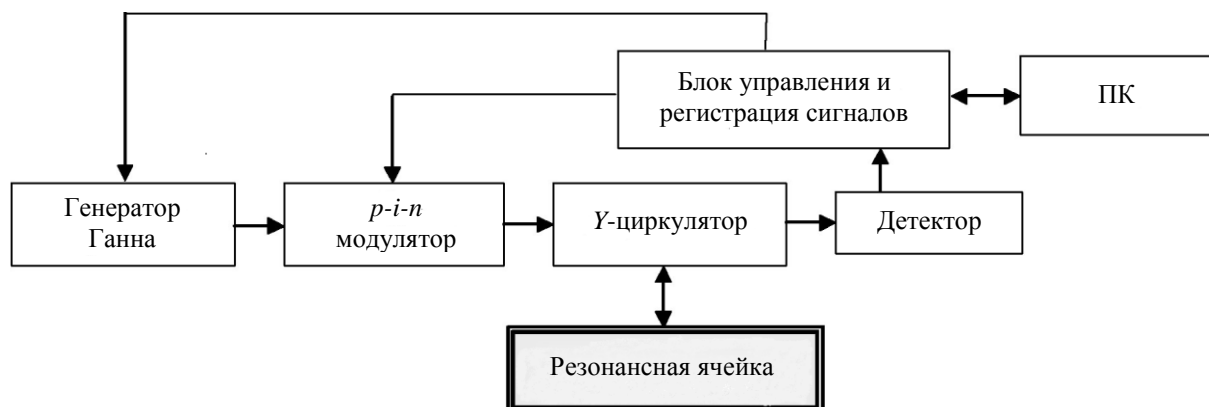


Рис. 2. Структурная схема спектрометра ЭСР-микроскопа

Система управления и регистрации сигналов позволяет вручную либо по заданной программе проводить перестройку частоты генератора, управлять коэффициентом усиления приемного устройства, перемещать образец в резонаторе, а также регистрировать амплитуду СВЧ поля и передавать результаты измерений на персональный компьютер (ПК) с последующим их сохранением и визуализацией [11].

В блоке управления и регистрации сигналов в качестве входного использован малошумящий прецизионный измерительный усилитель с программируемым коэффициентом усиления (1-10-100-1000) и полосовой аналоговый фильтр второго порядка. Для аналого-цифрового преобразования используется встроенный в микроконтроллер аналого-цифровой преобразователь (АЦП) с разрядностью 12 бит. Алгоритм сбора информации предусматривает автоматическое переключение коэффициента усиления входного каскада в случае выхода уровня сигнала за пределы линейной области АЦП, оцифровку аналогового сигнала с 16-кратной передискретизацией, что увеличивает динамический диапазон АЦП до 72 дБ. Для повышения чувствительности спектрометра сигнал с АЦП поступает на цифровой синхронный детектор с нулевым фазовым сдвигом. После накопления и цифровой фильтрации сигнал передается для обработки в ПК. Для пере-

дачи информации на ПК используется интерфейс *USB* и протокол передачи *MODBUS*.

Точность установки частоты  $\sim 15$  кГц достигается применением инструментального 16-разрядного цифро-аналогового преобразователя (ЦАП), управляющего варактором генератора Ганна. Резонансная ячейка выполнена на основе полуконфокального ОР, работающего на основном типе колебаний  $TEM_{00q}$ . Нагруженная добротность резонатора составляла  $Q \approx 5000$ . Диаметр пятна поля на поверхности плоского зеркала около 20 мм. Плоское нижнее зеркало является одновременно концентратором магнитного поля. Магнитный зазор расположен в центре плоского зеркала параллельно *H*-компоненте СВЧ поля.

СВЧ мощность от генератора, управляемого напряжением, через циркулятор поступает в резонансную ячейку с исследуемым образцом. Отраженный сигнал модулируется *p-i-n* модулятором с частотой 1 кГц, детектируется и подается на аналоговый вход блока управления и регистрации сигналов.

Перемещение пластины с образцом относительно магнитного зазора осуществляется с помощью сканирующей системы, позволяющей перемещать образец с минимальным шагом  $\sim 1$  мкм. Для устранения влияния температурной нестабильности генератора на результаты измерений применен алгоритм автоматического поиска ми-

нимума резонансной характеристики ОР. Этот алгоритм обеспечивает точную настройку частоты генератора на центральную частоту резонансной ячейки и измерение ЭСР отклика при уходах частоты  $\pm 500$  кГц. На рис. 3 приведен общий вид ЭСР-микроскопа.

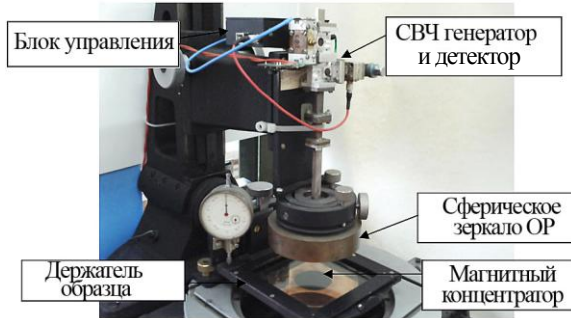


Рис. 3. Общий вид ЭСР-микроскопа

ОР возбуждается с помощью щели связи, расположенной в центре верхнего сферического зеркала. Это обеспечивает плоскую поляризацию поля в резонаторе. Магнитная компонента резонансного электромагнитного поля ( $h_{EHF}$ ) направлена вдоль оси  $OY$ , поэтому условие ЭСР ( $h_{EHF} \perp H_{ST}$ ) выполняется. Для данной геометрии эксперимента, где статическое магнитное поле и СВЧ поле взаимно перпендикулярны и находятся в плоскости образца, условие для ЭСР (1) принимает следующий вид [12]:

$$v_{res} = \frac{g\beta}{2\pi\hbar} \left[ \left( N^{(X)} - N^{(Z)} \right) M_S^F + H_{res} \right] \times \left[ \left( N^{(Y)} - N^{(Z)} \right) M_S^F + H_{res} \right] \quad (2)$$

где  $M_S^F$  – намагниченность насыщения ферромагнетика;  $N^{(X)}$ ,  $N^{(Y)}$ ,  $N^{(Z)}$  – размагничивающие факторы вдоль осей  $X$ ,  $Y$ ,  $Z$  соответственно. Это выражение является более общим видом выражения (1) и позволяет оценить величину статического магнитного поля в области расположения образца.

Нами был проведен эксперимент по детектированию ЭСР отклика от тестового образца. В тестовом эксперименте использовался образец из ферромагнитного материала. Ферромагнитная лента была изготовлена из быстрозакаленного металлического стекла состава  $Fe_5Ni_{5.7}B_{10}Si_1$ . Этот материал хорошо подходит для тестовых экспериментов, так как он изотропен и обладает известной величиной намагниченности насыщения  $M_S$ . Толщина образца составляла 20 мкм, длина 3 мм, а ширина 0,4 мм.

Исследуемый образец приклеивался в центре полированной пластины из полистирола.

Пластина из полистирола располагалась над плоским зеркалом ОР. Для измерения ЭСР отклика производилось перемещение образца относительно магнитного зазора, тем самым образец перемещался в пространстве с различным значением напряженности статического магнитного поля. При прохождении образцом области, где выполнялись условия ЭСР (1), наблюдалось изменение амплитуд ЭСР откликов. Для проверки возможного взаимодействия образца с  $E$ -компонентой СВЧ поля был проведен эксперимент с использованием немагнитного образца – алюминиевой пленки тех же размеров. Перемещение образца из алюминия вдоль поверхности нижнего зеркала в области пятна поля ОР не приводило к изменению сигнала на выходе спектрометра.

На рис. 4 представлены зависимости амплитуд ЭСР откликов (кривая 2) от координаты положения образца ферромагнетика шириной 0,4 мм относительно зазора магнитного концентратора и экспериментальная зависимость изменения напряженности магнитного поля вдоль оси  $X$  (кривая 1). Измерения распределения напряженности  $X$ -компоненты магнитного поля проводилось с помощью специально разработанного магниторезистивного датчика на основе висмутовых пленок. Размер датчика вдоль оси  $X$  был равен 0,25 мм.

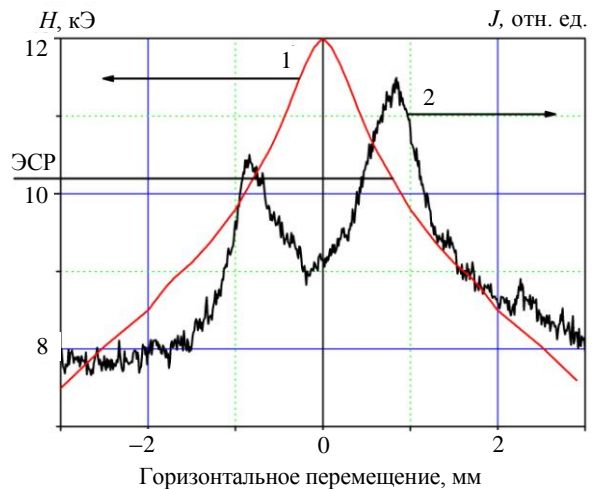


Рис. 4. Распределение  $X$ -й компоненты статического магнитного поля относительно магнитного зазора (кривая 1) вдоль оси  $X$  и ЭСР отклик от образца ( $Fe_5Ni_{5.7}B_{10}Si_1$ ) (кривая 2), ширина образца 0,4 мм

Как видно из рис. 4, график зависимости амплитуды ЭСР отклика имеет два максимума, симметрично расположенных относительно магнитного зазора. Максимумы соответствуют положению образца, где напряженность статического магнитного поля удовлетворяет условиям ЭСР резонанса на данной рабочей частоте. Минимум в центре кривой соответствует напряженности по-

ля, превышающей резонансное значение. Координата  $X = 0$  соответствует положению, когда центр образца совпадает с центром магнитного зазора. Частота генератора в процессе эксперимента была фиксированной ( $f = 31,5$  ГГц), а небольшие изменения резонансной частоты ОР, вызванные влиянием образца и температурными условиями, компенсировались системой автоматической подстройки частоты (АПЧ).

Для исследования распределения напряженности магнитного поля вдоль оси  $Z$  проведен эксперимент, в котором был измерен ЭСР отклик от исследуемого ферромагнитного образца ( $\text{Fe}_5\text{Ni}_{5.7}\text{B}_{10}\text{Si}_1$ ) для различных высот над поверхностью магнитной системы. Экспериментальные зависимости амплитуд откликов при перемещении образца относительно магнитного зазора для различных высот образца над нижним зеркалом ОР представлены на рис. 5. На рис. 6 показано расположение образца относительно нижнего зеркала ОР, где  $d$  – толщина образца,  $t$  – высота образца над нижним зеркалом ОР.

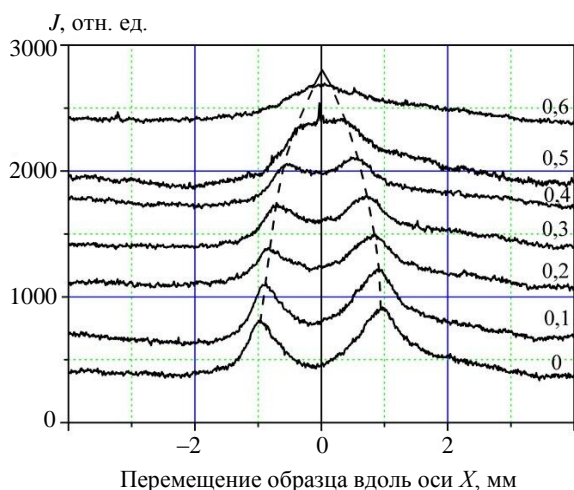


Рис. 5. Зависимость амплитуды ЭСР отклика при сканировании образцом относительно магнитного зазора вдоль  $OX$  для различных высот ( $t$ ) образца над нижним зеркалом ОР

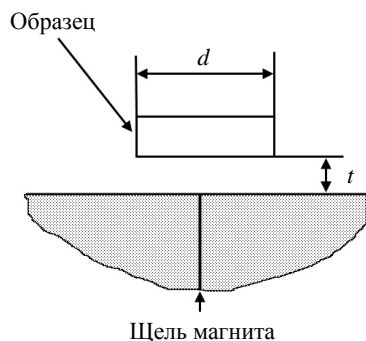


Рис. 6. Расположение образца относительно нижнего зеркала ОР

Как видно из рис. 5, изменение высоты приводит к уменьшению расстояния между точками максимумов амплитуд откликов и объединению двух максимумов в один. Такое поведение объясняется тем, что с ростом высоты  $t$  пространственная область на оси  $OX$ , занимаемая статическим магнитным полем со значением, соответствующим резонансному полю  $H_{res}$ , сужается. Положения максимумов на каждой из высот находятся на эквипотенциальной линии напряженности статического магнитного поля (показано пунктиром), соответствующей резонансной частоте СВЧ резонатора.

**Выводы.** Таким образом, нами разработан автоматизированный сканирующий микроскоп мм диапазона для исследования неоднородности низкоразмерных магнитных наноструктур методом ЭСР. Для достижения высокого пространственного разрешения разработан автоматизированный спектрометр 8-мм диапазона с малым шагом сканирования  $\sim 1$  мкм, динамическим диапазоном 72 дБ и автоматической подстройкой частоты генератора.

В качестве магнитной системы микроскопа применен концентратор статического магнитного поля, имеющий размеры  $40 \times 30 \times 15$  мм<sup>3</sup>, создающий локальное магнитное поле с напряженностью до 25 кЭ в области с радиусом  $r < 8$  мкм. Приведены результаты измерений ЭСР в контрольных пленочных ферромагнитных образцах.

1. Gregg J. F., Petej I., Jouguet E., Dennis C. Spin electronics-a review // J. Phys. D: Appl. Phys. – 2002. – 35, – P. 121-155.
2. Ustinov V. V., Rinkevich A. B., Romashev L. N. et al. Giant Magnetoresistive Effect in Fe/Cr Multilayers in a Wide Range of Frequencies // Phys. Met. Metallogr. – 2003. – 96, No. 3. – P. 291-297.
3. Granovsky A. B., Bykov I. V., Ganshina E. A. et al. Magneto-refractive Effect in Manganite Nanocomposites // Journal of Experimental and Theoretical Physics. – 2003. – 96, No. 6. – P. 1104-1112.
4. Blank A., Dunnam C. et al. A three-dimensional electron spin resonance microscope // Review of Scientific Instruments. – 2004. – 75, No. 9. – P. 3050-3061.
5. Yuan J. L., Lou F. Y., Wang Z. W. et al. Research on Ultra-precision Process of STAVAX ESR // Materials Science Forum. – 2004. – 471. – P. 63-66.
6. Ch. Kittel. Introduction to Solid State Physics. – N.Y.: Wiley & Sons, 1994. – 646 p.
7. Tarapov S. I., Samofalov V. N., Ravlik A. G., Belozorov D. P. Millimeter Waveband Resonator Cell of Scanning ESR-Spectrometer // Intern. Journ. of Infrared and Millimeter Waves. – 2003. – 24, No. 7. – P. 1081-1089.
8. Belozorov D. P., Derkach V. N., Ermak G. P. et al. New Scanning Millimeter Waveband ESR-Microscope with Localized Magnetic Field // Intern. Journ. of Infrared and Millimeter Waves. – 2006. – 27, No. 1. – P. 107-116.
9. Самофалов В. Н., Равлик А. Г., Белозоров Д. П., Авраменко Б. А. Сильные магнитные поля в системах из высокоанизотропных магнетиков // 18-я Междунар. школа-семинар «Новые магнитные материалы микроэлектроники». – М.: Изд-во МГУ. – 2002. – С. 366-368.
10. Samofalov V. N., Ravlik A. G., Belozorov D. P., Avramenko B. A. Generation of strong inhomogeneous stray fields by high-anisotropy permanent magnets // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2004. – 281. – P. 326-335.
11. Варавин А. В., Ермак Г. П., Нахимович М. И. и др. Автоматизированный спектрометр миллиметрового диапазона

для сканирующего ЭСР-микроскопа с локализованным магнитным полем // Proceedings of 12 International Crimian Conference on Microwaves and Telecommunications – CriMiCo-2008, Ukraine, Sevastopol. – 2008. – P. 575-576.

12. Ермак Г. П., Нахимович М. И., Равлик А. Г. и др. Сканирующий ЭПР-спектрометр СВЧ диапазона с локальным намагничиванием объектов // 20-я Междунар. школа-семинар «Новые магнитные материалы микроэлектроники». – М.: Изд-во МГУ. – 2006. – С. 671-673.

#### AUTOMATED SCANNING ESR-MICROSCOPE FOR INVESTIGATION OF MAGNETIC INHOMOGENEITY OF LOW-PROFILE NANOSTRUCTURE

A. V. Varavin, G. P. Ermak, M. I. Nahimovich,  
I. V. Popov, S. I. Tarapov, B. A. Avramenko,  
A. G. Ravlik, V. N. Samofalov

The design and experimental investigation of the automated scanning ESR- microscope, which is able to detect magnetic inhomogeneity of low-profile magnets and ferromagnets by the method of Electron Spin Resonance (ESR) in 30-45 GHz frequency band is presented. The strong static magnetic field in the working zone of the microscope is created by the use of the special magnetic field concentrator unit. Mechanical shifting of the specimen provides the scanning of the static magnetic field on its surface. The first experimental data, which demonstrate the efficiency of the device operation, are presented and analyzed.

**Key words:** millimeter waveband, Electron Spin Resonance microscopy, magnetic nanostructure.

#### АВТОМАТИЗОВАНИЙ ЕСР-МІКРОСКОП ДЛЯ ДОСЛІДЖЕННЯ МАГНІТНОЇ НЕОДНОРІДНОСТІ НИЗЬКОРОЗМІРНИХ НАНОСТРУКТУР

А. В. Варавін, Г. П. Єрмак, М. І. Нахимович,  
І. В. Попов, С. І. Тарапов, Б. А. Авраменко,  
А. Г. Равлик, В. Н. Самофалов

Представлено конструкцію й результати експериментального дослідження автоматизованого скануючого мікроскопа мм діапазону з високим просторовим дозволом для дослідження магнітної неоднорідності магнетиків і феромагнетиків методом електронного спінового резонансу (ЕСР) в діапазоні 30-45 ГГц. Статичне магнітне поле в досліджуваній області зразка створюється за допомогою спеціального концентратора магнітного поля. Автоматизована система керування й реєстрації сигналів дозволяє проведення механічного переміщення зразка відносно робочого зазора концентратора з мінімальним кроком 1 мкм і реєструвати амплітуду НВЧ поля в кожній точці простору із застосуванням цифрового синхронного детектування. Проведено виміри електронного спінового резонансу в контрольних магнітних зразках з відомою намагніченістю насичення.

**Ключові слова:** електронно-спінова резонансна мікроскопія, магнітні наноструктури, мм діапазон, відкритий резонатор.

*Рукопись поступила 25 июля 2008 г.*