

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ
НАУЧНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР
УНИКАЛЬНОГО ПРИБОРОСТРОЕНИЯ
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

На правах рукописи



Высоких Юрий Евгеньевич

МАГНИТООПТИЧЕСКИЙ МЕТОД В СОСТАВЕ АТОМНО-СИЛОВОЙ
МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ПАРАМЕТРОВ ПОВЕРХНОСТИ И
ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ ТОНКИХ ПЛЕНОК

Специальность: 1.3.2. – «Приборы и методы экспериментальной физики»

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
доктор технических наук
Шевяков Василий Иванович

Научный консультант:
кандидат технических наук
Краснобородько Сергей Юрьевич

Москва – 2023

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	4
Актуальность темы	4
Глава 1. Магнитная доменная структура	13
1.1. Магнитная доменная структура.....	13
1.2. Применение ферромагнитных тонких пленок и методы их производства на примере пленок ферритов-гранатов.....	17
1.3. Обзор методов визуализации доменной структуры.	20
1.4. Магнитооптический метод.	26
1.5. Атомно-силовая микроскопия.	31
1.6. Выводы и постановка задач.	37
Глава 2. Исследование магнитооптических, структурных и морфологических свойств ферромагнитных тонких пленок и многослойных структур на их основе. ..39	
2.1. Исследование магнитооптических, структурных и морфологических свойств феррит-гранатовых тонких пленок, полученных методом реактивного ионно-лучевого распыления.	40
2.2. Исследование двухслойных структур тонких пленок ферромагнетиков для создания многослойных магнитооптических устройств.....	50
2.3. Выводы	56
Глава 3. Разработка и апробирование комплекса методов, объединяющих технологии магнитооптической микроскопии и атомно-силовой микроскопии.	58
3.1. Комбинация магнитооптического метода измерения и атомно-силовой микроскопии.....	58
3.2. Усовершенствование магнитооптического метода в составе атомно-силовой микроскопии для исследования ферромагнитных тонких пленок с высоким пространственным разрешением.....	66
3.3. Апробация магнитооптического метода в составе атомно-силовой микроскопии.	73
3.4. Использование высококоэрцитивных эпитаксиальных феррит-гранатовых пленок с низкой температурой Кюри для визуализации доменной структуры непрозрачных образцов магнитооптическим методом в составе атомно-силовой микроскопии.	76
3.5. Выводы по третьей главе.	80

Глава 4. Исследование апертурных кантилеверов, изготовленных ионно-ассистированным осаждением и их применение для повышения разрешающей способности МО метода в составе АСМ	81
4.1. Анализ конструктивно-технологических особенностей создания апертурных кантилеверов.	81
4.2. Технология создания апертурных кантилеверов, изготовленных ионно-ассистированным осаждением, для МО измерений в составе АСМ.	83
4.3. Исследование оптических свойств апертурных кантилеверов для МО измерений в составе АСМ.....	86
4.4. Применение апертурных кантилеверов для изучения топографии.....	91
4.5. Апробация апертурных кантилеверов, изготовленных ионно-ассистированным осаждением, для МО измерений в составе АСМ.	94
4.6. Выводы по четвертой главе	101
Заключение	102
Список используемых источников:	104

Введение

Актуальность темы

В настоящее время тонкопленочные ферромагнитные материалы (толщина активного слоя от 100 нм до 1 мкм) являются основой оптоэлектроники и магнитооптики, на их базе создаются магнитооптические датчики, модуляторы, фильтры, дефлекторы, затворы, вентили, циркуляторы, оптроны, элементы памяти, устройства топографирования пространственно неоднородных магнитных полей, устройства термомагнитной записи информации [1–6].

Исследования ферромагнитных тонких пленок и многослойных систем на их основе позволяют изучить влияние различных параметров технологического процесса, структуры, химического состава подложки и осаждаемых слоев, способов обработки поверхности на магнитооптические параметры изделия [7–10]. Приборы и методы исследования тонкопленочных магнитных материалов нуждаются в постоянном совершенствовании в связи с развитием технологических возможностей создания таких объектов. Размеры доменной структуры с периодичностью всего в десятки нанометров и шероховатостью поверхности в единицы нанометров требуют создания приборов и методик, способных работать как в макро-масштабе, так и в нанометровом диапазоне. Изучение доменной структуры тонких пленок различного состава и структуры, а также изучение динамики изменения этой доменной структуры при внешнем воздействии, является одной из основных задач при создании новых эффективных магнитооптических тонкопленочных материалов.

Атомно-силовая микроскопия (АСМ) – один из важнейших инструментов исследования магнитной доменной структуры материалов и их топографии с высоким пространственным разрешением [11]. Магнитно-силовая микроскопия (как один из методов АСМ) требует использования магнитного кантилевера, что осложняет измерение доменной структуры образца в виду возможного воздействия кантилевера на магнитную структуру, а также затрудняет проведение измерений с нагревом образца и с высокими значениями внешнего магнитного поля [12]. Магнитооптические (МО) методы изучения доменной структуры широко применяются с середины XX века и по настоящее время, что обусловлено целым рядом причин, в том числе: простотой использования, возможностью наблюдать динамику изменения доменной структуры и возможностью работать во внешнем магнитном поле [13,14]. Однако использование данного метода осложняется

невысокой разрешающей способностью, ограниченной оптическим дифракционным пределом. Требуется создание методов и средств, обеспечивающих субдифракционное, нанометровое разрешение.

Комбинация методов магнитооптики и АСМ дает, за счет оптической регистрации доменной структуры, существенные преимущества перед отдельным использованием данных методов: а) возможно одновременное определение топографии поверхности и доменной структуры; б) достижимое пространственное разрешение при определении доменной структуры превышает дифракционный предел оптической микроскопии; в) исключается влияние на магнитную структуру образца магнитного поля кантилевера, используемого в классической МСМ [15,16].

В методах, сочетающих магнитооптику и атомно-силовую микроскопию, существенное значение имеют характеристики используемых апертурных кантилеверов (кантилеверы с отверстием для пропускания света) – повышение разрешающей способности комбинированного метода напрямую зависит от минимизации диаметра апертуры кантилевера с сохранением его высокой оптической пропускной способности [17]. Поэтому представляется перспективным совершенствование кантилеверов и дальнейшее развитие методик измерения, основанных на комбинации методов магнитооптики и силовой микроскопии, с целью улучшения достижимых характеристик. А для расширения области применимости развиваемого оптического метода регистрации доменной структуры на оптически непрозрачные образцы представляется важным разработку вспомогательного метода создания прозрачных магнитных реплик исходного образца.

Критически важным, для создания бездефектной функциональной структуры, в многослойных магнитооптических системах является низкая шероховатость поверхности отдельных слоев при сохранении высокой магнитооптической активности [9,10,18,19]. Требуется изучение влияния кристаллизационного отжига, как одного из ключевых технологических процессов, на параметры шероховатости/дефектности поверхности и функциональные свойства пленок. Миниатюризация устройств, перспектива использования магнитооптических тонких пленок в технологических процессах микроэлектроники требуют совершенствования технологии процесса создания таких пленок, в том числе представляет интерес создание феррит-гранатовых тонких пленок на негранатовых (кремниевых) подложках, в этом случае критическим является

использование переходного слоя и подбор параметров кристаллизационного отжига с целью уменьшения дефектности структуры и шероховатости поверхности.

Цель работы. Разработка комплекса методов измерений характеристик тонких пленок ферромагнетиков с расширенными функциональными возможностями на основе сочетания магнитооптики и атомно-силовой микроскопии и апробация этих методов. Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие основные задачи.

1. Разработка и апробация магнитооптического метода в составе атомно-силовой микроскопии, обеспечивающего предварительную верификацию доменной структуры прозрачных пленок ферромагнетиков, без использования кантилевера.

2. Разработка и апробация комбинированного метода магнитооптической микроскопии и АСМ, обеспечивающего одновременное определение топографии поверхности и доменной структуры прозрачных пленок ферромагнетиков с высоким пространственным разрешением, с использованием немагнитного апертурного кантилевера.

3. Усовершенствование и апробация кантилеверов с оптической апертурой, обеспечивающих повышение разрешающей способности оптического метода регистрации магнитной структуры в составе атомно-силовой микроскопии.

4. Разработка метода исследования доменной структуры непрозрачных ферромагнитных образцов путем создания их прозрачных реплик из тонких пленок ферромагнетиков.

5. Исследования магнитных, оптических, структурных и морфологических свойств перспективных феррит-гранатовых тонких пленок, синтезированных методами реактивного ионно-лучевого распыления и отжига.

6. Исследования магнитных, оптических, структурных и морфологических свойств двухслойных тонких пленок ферромагнетиков, перспективных для создания многослойных магнитооптических устройств и фотонных кристаллов.

Научная новизна

1. Разработан и апробирован комплекс методов, объединяющий технологии магнитооптической микроскопии и атомно-силовой микроскопии и позволяющий

- одновременно исследовать топографию и магнитную доменную структуру прозрачных пленок ферритмагнетиков
- без риска обратного влияния измерительной системы (магнитного кантилевера) на исследуемую магнитную структуру образца
- с возможностью обеспечить переход от предварительной визуализации большой области образца размерами десятки и сотни микрон с разрешением вплоть до оптического дифракционного предела к исследованию субмикронных областей с субдифракционной разрешающей способностью вплоть до 100 нм,
- допускающий реализацию в одной установке.

2. На основе термомагнитной печати с применением высококоэрцитивных эпитаксиальных феррит-гранатовых пленок с низкой температурой Кюри разработан метод определения с высоким пространственным разрешением доменной структуры непрозрачных образцов магнитооптическим методом в составе атомно-силовой микроскопии.

3. Исследованы перспективные феррит-гранатовые пленки. Для состава $\text{Bi}_{2,3}\text{Dy}_{0,7}\text{Fe}_{4,2}\text{Ga}_{0,8}\text{O}_{12}$ изучены и определены зависимости угла фарадеевского вращения и шероховатости от длительности термообработки и параметров рассогласования параметров решеток пленок и подложек. Для двухслойных структур на подложках гадолиний галлиевого граната и оксида кремния с составами слоев $\text{Bi}_{1,0}\text{Lu}_{0,5}\text{Gd}_{1,5}\text{Fe}_{4,2}\text{Al}_{0,8}\text{O}_{12}$; $\text{Bi}_{2,5}\text{Gd}_{0,5}\text{Fe}_{3,8}\text{Al}_{1,2}\text{O}_{12}$, $\text{Bi}_{2,8}\text{Y}_{0,2}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ изучены и определены зависимости параметров шероховатости, среднего размера зерен и фарадеевского вращения от способа кристаллизационного отжига.

Методы исследования

При выполнении диссертационной работы использовались экспериментальные методы. Экспериментальные данные АСМ, МО и МСМ были получены с использованием сканирующих зондовых микроскопов Ntegra Prima, Ntegra Spectra. Образцы тонких пленок (пленок микронной и субмикронной толщины) были синтезированы с использованием методов жидкофазной эпитаксии, реактивного ионно-лучевого распыления и кристаллизационного отжига. Магнитооптический эффект Фарадея и его полевые зависимости (петли гистерезиса) были измерены компенсационным методом с использованием автоматического магнитополяриметра на длине волны 655 нм.

Теоретическая и практическая значимость работы

1. Разработанный комплекс методов позволяет системно исследовать ферромагнитные тонкопленочные образцы начиная с крупномасштабного обзора (с целью определения состояния поверхности образца, обнаружения доменной структуры, выявления ее типа) и заканчивая измерениями в нанометровом диапазоне в том числе с субдифракционным разрешением. При этом использование немагнитного кантилевера исключает риск перемагничивания образца. Все методы могут быть реализованы в одной установке.

2. Разработанный на основе термомагнитной печати реплик метод позволяет определять доменную структуру непрозрачных образцов магнитооптическим методом в составе атомно-силовой микроскопии с высоким пространственным разрешением.

3. Выявленные закономерности формирования феррит-гранатовых пленок состава $\text{Bi}_{2,3}\text{Dy}_{0,7}\text{Fe}_{4,2}\text{Ga}_{0,8}\text{O}_{12}$, зависимости функциональных параметров однослойных и двухслойных феррит-гранатовых структур состава $\text{Bi}_{1,0}\text{Lu}_{0,5}\text{Gd}_{1,5}\text{Fe}_{4,2}\text{Al}_{0,8}\text{O}_{12}$, $\text{Bi}_{2,5}\text{Gd}_{0,5}\text{Fe}_{3,8}\text{Al}_{1,2}\text{O}_{12}$, $\text{Bi}_{2,8}\text{Y}_{0,2}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ на подложках плавленого кварца и гадолиний галлиевого граната от параметров технологического процесса, могут быть использованы для оптимизации параметров пленок при создании многослойных фотонных кристаллов и магнитооптических устройств, таких как магнитооптические модуляторы, оптические изоляторы, магнитные полевые датчики.

Внедрение результатов работы

Результаты диссертации внедрены в учебный процесс МИЭТ на кафедре «Интегральная электроника и микросистемы», используются при чтении курса лекций «Технологические процессы нанoeлектроники» и в соответствующем лабораторном практикуме для магистрантов 1-го курса.

На защиту выносятся следующие положения:

1. Разработанный метод, основанный на использовании немагнитного апертурного кантилевера в атомно-силовой микроскопии в комбинации с магнитооптической микроскопией, позволяет исследовать магнитную доменную структуру тонких ферромагнитных пленок с высоким пространственным разрешением и без воздействия

кантилевера на магнитную структуру образца, получая одновременно изображение доменной структуры и топографии образца с высоким пространственным разрешением.

2. С использованием апертурных кантилеверов, изготовленных ионно-ассистированным осаждением, магнитооптический метод в составе атомно-силовой микроскопии позволяет превзойти дифракционный предел классической оптической микроскопии и довести латеральную разрешающую способность до 100 и менее нанометров.

3. Разработанный метод создания магнитных реплик непрозрачных образцов с помощью высококоэрцитивных эпитаксиальных феррит-гранатовых пленок с низкой температурой Кюри, позволяет исследовать магнитную структуру непрозрачных образцов магнитооптическим методом в составе атомно-силовой микроскопии в проходящем свете.

4. Оптимальное время кристаллизационного отжига для феррит-гранатовых тонких пленок состава $\text{Bi}_{2,3}\text{Dy}_{0,7}\text{Fe}_{4,2}\text{Ga}_{0,8}\text{O}_{12}$ на подложках гадолиний-галлиевого граната и пленок кальций-магний-цирконий-гадолиний-галлиевого граната составляет 15 ± 5 минут: при этом обеспечивается сочетание высокого значения угла фарадеевского вращения и низкой шероховатости поверхности пленок.

Личный вклад автора

Основные результаты диссертации, представленные в работе, получены автором лично, либо в соавторстве при его непосредственном участии. Во всех совместных работах автор участвовал в постановке задач, разработке методик исследования, проведении экспериментов, анализе результатов, написании статей, а также представлял результаты исследований на научно-технических конференциях. Часть экспериментальных данных была получена совместно с к.ф.-м.н. Шелаевым А.В. и к.ф.-м.н. Михайловой Т.В.; часть образцов для исследований и интерпретация результатов выполнены совместно с к.ф.-м.н. Михайловой Т.В, д.ф.-м.н., профессором Бержанским В.Н., к.ф.-м.н. Шапошниковым А.Н; изготовление и применение апертурных кантилеверов полученных ионно-ассистированным осаждением для целей магнитооптики высокого разрешения выполнены совместно с к.т.н. Коломийцевым А.С.

Апробация работы

Основные результаты работы докладывались на следующих конференциях и семинарах: XXII международной конференции «Взаимодействие ионов с поверхностью ВИП-2015», Москва, 2015; III всероссийской научной молодежной конференции «Актуальные проблемы нано- и микроэлектроники», Уфа, 2015; 22-ой Всероссийской межвузовской научно-технической конференции студентов и аспирантов «Микроэлектроника и информатика – 2015», Москва, Зеленоград, 2015г; XX Международной конференции по постоянным магнитам (МКПМ-2015), Суздаль, 2015; 6-й Международной Научно-практической конференции по физике и технологии наногетероструктурной СВЧ-электроники, Москва, 2015; VII Байкальской международной конференции «Магнитные Материалы. Новые технологии», Иркутск, 2016; XVI Международной конференции «Электромеханика, электротехнологии, электротехнические материалы и компоненты», Алушта, 2016; Сканирующая Зондовая Микроскопия, Екатеринбург, 2017; Международная конференция по постоянным магнитам, Суздаль, 2017; XIII Международная конференция. Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии, Минск, 2018; 4ая Международная конференция по метаматериалам и нанофотонике «METANANO», Санкт-Петербург -2019; 41th Photonics & Electromagnetics Research Symposium, Рим-2019; XXII-я Международная конференция по постоянным магнитам, Суздаль-2019; XXIV симпозиум «Нанозифика и нанозлектроника», Нижний Новгород, 2020; Конференция-семинар “Методы и средства научных исследований, MMSR-2020”, Москва-2020; Российский форум «Микроэлектроника 2021», Алушта 2021; IBCM-21, Калининград 2021г; ICFM, Симферополь 2021; SPBOpen, Санкт-Петербург 2021; «Информационные технологии и технические средства управления», Астрахань 2021г; ОМИП, Москва 2021г.

Публикации

По материалам диссертации опубликована 31 работа, включая 17 статей в изданиях, входящих в перечень ВАК, цитируемых в Web of Science или Scopus, а также 14 - в сборниках трудов, материалах и тезисах докладов международных и российских научно-технических конференций.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, четырёх основных глав, основных результатов и выводов, списка использованных источников из 112 наименований. Основное содержание диссертации изложено на 114 страницах и содержит 72 рисунка и 5 таблиц.

В первой главе рассмотрены различные типы магнитной доменной структуры, условия ее существования и формирования, типы доменных границ. Рассмотрены особенности формирования магнитной доменной структуры в ферромагнетиках. Рассмотрены области применения ферромагнитных тонких пленок и методы их создания на примере пленок ферритов-гранатов. Показаны достоинства и недостатки различных технологических методов синтеза тонких пленок ферромагнетиков и многослойных структур на их основе, рассмотрена критическая важность параметров термообработки (кристаллизационного отжига) как одного из ключевых технологических этапов создания пленок ферритов-гранатов. Показана необходимость дальнейшего изучения влияния параметров термообработки для перспективных составов магнитооптических тонких пленок ферромагнетиков. В первой главе, так же представлены сведения о существующих способах исследования магнитной доменной структуры образцов, их достоинствах и недостатках. В том числе, показаны возможности магнитооптических методов изучения доменной структуры, принципы функционирования и ограничения метода, связанные в первую очередь с низкой разрешающей способностью из-за оптического дифракционного предела. Также показано, что одним из наиболее востребованных методов для изучения магнитной доменной структуры является магнитно-силовая микроскопия (МСМ), при использовании которой, на результаты эксперимента могут оказывать влияния множество параметров, таких как: параметры сканирования, состав магнитного покрытия кантилевера, направления намагниченности кантилевера, жесткость кантилевера, наличие электростатического заряда на поверхности образца, что может привести к слабому МСМ контрасту, а в худшем случае к невозможности получения МСМ изображения и перемагничиванию изучаемого образца. Показано, что необходимо совершенствование методической и приборной базы для исключения недостатков существующих методов и возможности исследования магнитной доменной структуры тонкопленочных образцов с высоким пространственным разрешением с минимизацией влияния факторов, оказывающих негативное влияние на получаемые результаты.

Вторая глава посвящена исследованию влияния технологических параметров синтеза ферромагнитных тонких пленок и многослойных структур на их основе на функциональные и морфологические параметры пленок. Рассмотрено влияние

параметров кристаллизационного отжига пленок ферритов-гранатов на функциональные и морфологические параметры пленок состава $\text{Bi}_{2,3}\text{Dy}_{0,7}\text{Fe}_{4,2}\text{Ga}_{0,8}\text{O}_{12}$, а также двухслойных структур на подложках гадолиний галлиевого граната и подложках оксида кремния с составами слоев $\text{Bi}_{1,0}\text{Lu}_{0,5}\text{Gd}_{1,5}\text{Fe}_{4,2}\text{Al}_{0,8}\text{O}_{12}$; $\text{Bi}_{2,5}\text{Gd}_{0,5}\text{Fe}_{3,8}\text{Al}_{1,2}\text{O}_{12}$, $\text{Bi}_{2,8}\text{Y}_{0,2}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ полученных методом реактивного ионно-лучевого распыления.

Третья глава посвящена разработке и апробированию комплекса методов, объединяющих технологии магнитооптической микроскопии и атомно-силовой микроскопии и позволяющих: одновременно исследовать топографию и магнитную доменную структуру прозрачных пленок ферримагнетиков без риска обратного влияния измерительной системы (магнитного кантилевера) на исследуемую магнитную структуру образца, с возможностью обеспечить переход от предварительной визуализации большой области образца размерами десятки и сотни микрон с разрешением вплоть до оптического дифракционного предела к исследованию субмикронных областей с субдифракционной разрешающей способностью. В том числе разработан метод определения с высоким пространственным разрешением доменной структуры непрозрачных образцов на основе термомагнитной печати с применением высококоэрцитивных эпитаксиальных феррит-гранатовых пленок с низкой температурой Кюри.

В четвертой главе проведено исследование апертурных кантилеверов, изготовленных ионно-ассистированным осаждением, и их применение для магнитооптического метода в составе атомно-силовой микроскопии в целях довести латеральную разрешающую способность до 100 и менее нанометров.

Приложение содержит акт о внедрении и использовании результатов диссертационной работы.

Глава 1. Магнитная доменная структура

1.1. Магнитная доменная структура

Магнитная структура вещества представляет собой области различных форм и размеров, имеющих магнитный порядок, вектор намагниченности которых направлен вдоль оси легкого намагничивания, при этом отличается направление намагниченности [3,4,20,21]. Возникновение магнитной доменной структуры (ДС) ферромагнетиков является следствием стремления вещества к уменьшению магнитостатической энергии, намагничивание до насыщения является невыгодным из-за возрастания энергии размагничивания [22]. Существует множество типов магнитной доменной структуры, в том числе: спиралевидная, сотовая, цилиндрическая, плоскопараллельная и лабиринтная (Рис. 1.1 – Рис. 1.4). Тип магнитной доменной структуры определяется множеством факторов, наиболее значимыми из которых являются: число осей лёгкого намагничивания; ориентация кристаллографических осей; габариты и форма образца и дефекты [4]. Кроме того, доменная структура может значительно отличаться не только форме, но и по своим свойствам, включая мобильность и устойчивость к температуре или внешнему магнитному полю, и это применимо как к разным образцам, так и к одному и тому же образцу в разных условиях. [23].

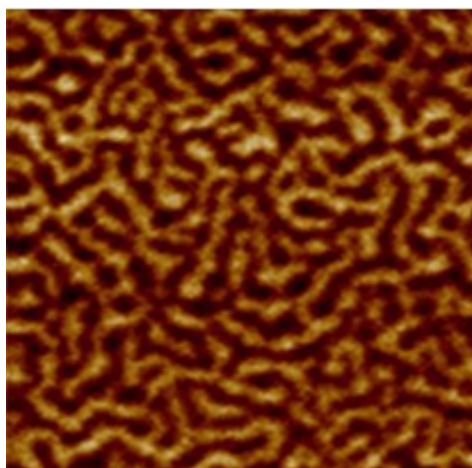


Рис 1.1. Лабиринтная ДС в пленке феррита-граната

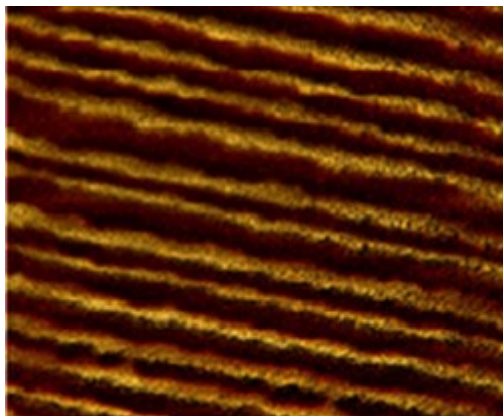


Рис. 1.2. Полосовая ДС в пленке феррита-граната

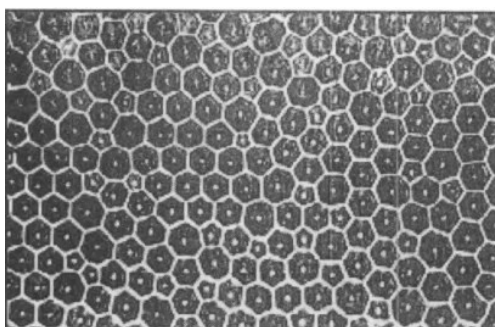


Рис.1.3. Сотовая ДС в кристалле с осью легкого намагничивания перпендикулярной плоскости рисунка [23]

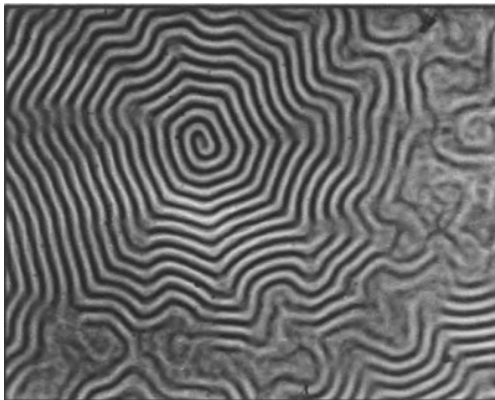


Рис.1.4.Спиральная доменная структура [23]

Соседние магнитные домены обладают различным направлением вектора магнитного момента. Области перехода между магнитными доменами, в которых направление магнитного момента изменяется от одного домена к другому называются магнитными доменными границами [22,24]. В этих областях магнитные моменты атомов не параллельны друг другу и не образуют однородное магнитное поле. Доменные границы Блоха и Нееля - это два основных типа магнитных доменных границ, которые отличаются способом изменения направления магнитного момента в области границы. Границы Блоха (названы в честь Феликса Блоха, который описал это явление в 1932г) характеризуются тем, что направление магнитного момента в них меняется в плоскости, перпендикулярной к границе домена [24]. Это приводит к формированию спиральной структуры магнитного поля в области границы. Границы Нееля (названы в честь французского физика Луи Нееля, который в 1944 году предложил альтернативную Блоховской модель доменной границы), в отличие от границ Блоха, характеризуются изменением направления магнитного момента в плоскости, параллельной границе домена. Это приводит к формированию структуры магнитного поля, с плавным переходом направления магнитного момента от одного домена к другому [24]. Выбор между этими двумя типами границ в конкретном материале обычно определяется соображениями минимизации энергии - формируется тот тип границы, который обладает наименьшей энергией.

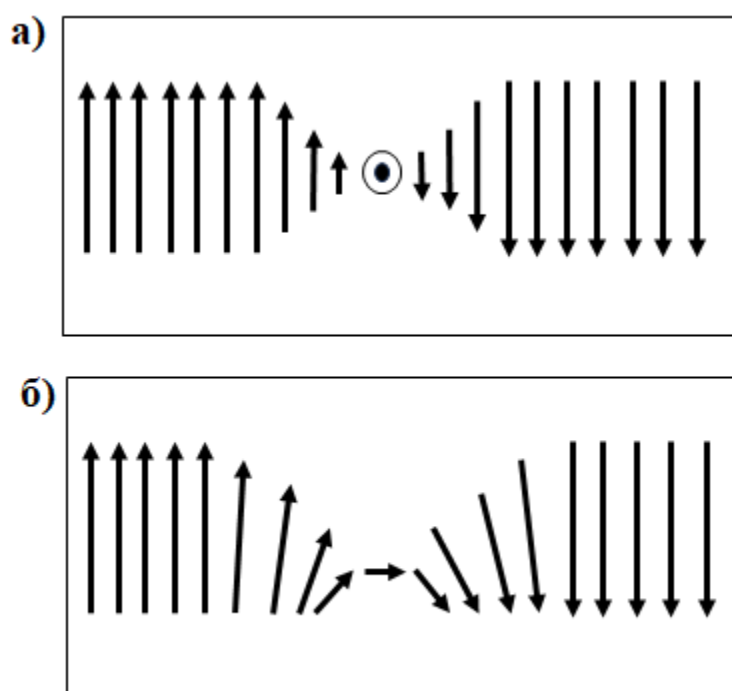


Рис.1.5. Изменение магнитного момента в доменных границах двух типов: Блоха – а), Нееля – б).

Магнитный фазовый переход, называемой точкой Кюри или температурой Кюри, разграничивает диапазоны температур, при которых возможно существование доменной структуры, таким образом, что при температуре выше точки Кюри доменная структура разрушается [24].

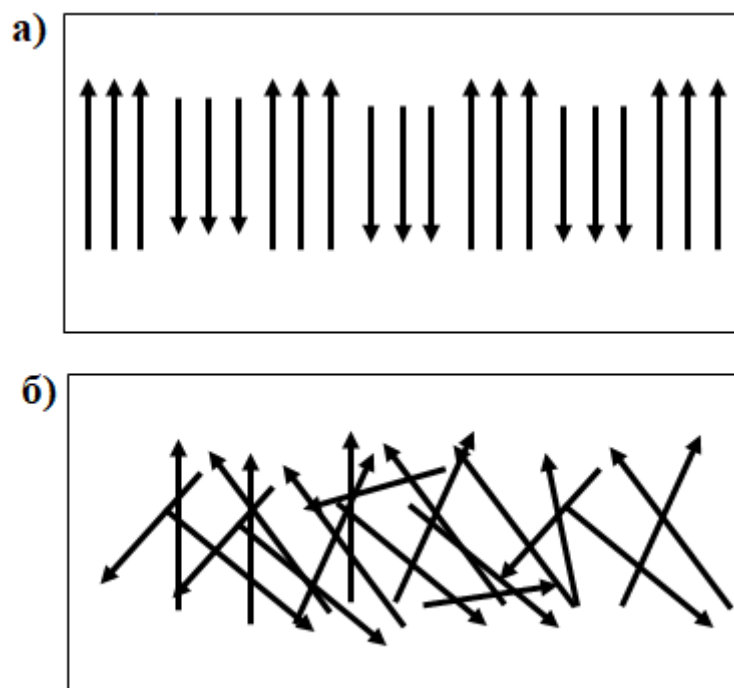


Рис.1.6. Магнитное упорядочивание ферримагнетика ниже точки Кюри – а), хаотичное направление магнитных моментов выше точки Кюри – б).

В 1907-1908гг П. Вейсом были введены понятия доменных структур в ферро- и ферримагнетиках [25]. В ферримагнетике благодаря обменному взаимодействию магнитные моменты располагаются параллельно друг другу, при этом суммарный момент единицы объема образца направлен вдоль оси легкого намагничивания (ОЛН), где наблюдается наименьшее значение энергии магнитной анизотропии. Таким образом, поверхность образца оказывается разделена магнитными полюсами и при суммарном магнитном моменте отличном от нуля, часть энергии образца оказывается запасённой в его магнитостатическом поле. Если часть образца окажется намагниченной в одном, а часть - в другом направлении, данная энергия может быть уменьшена. При этом образуется магнитная доменная структура, простейший тип которой, плоскопараллельная структура представлен на Рис. 1.1.. Здесь в соседних доменах векторы намагниченности \vec{M} ориентированы в противоположных направлениях вдоль одной и той же ОЛН.

1.2. Применение ферромагнитных тонких пленок и методы их производства на примере пленок ферритов-гранатов.

Применение ферромагнитных тонкопленочных материалов в настоящее время крайне широко, ферромагнетики используются в том числе в медицине [6,26–28], энергетике [29], криминалистике [30], компьютерных технологиях [31], на основе применения ферромагнетиков развиваются целые направления физики, такие как: оптоэлектроника, магنونика, спинтроника, магнитоплазмоника, магнитооптика [1–6,19]. Широкой распространение в науке и технике ферромагнетиков основано на их высокой магнитооптической активности (высокого значения угла фарадеевского вращения на единицу объема материала) в видимом и инфракрасном диапазоне длин волн света (450–1100 нм), а также на возможности изменять доменную структуру образца в широком диапазоне при внешнем воздействии (внешнее электромагнитное поле, нагрев, охлаждение и др. [5,7,24]). Изучение доменной структуры тонких пленок ферромагнетиков необходимо для повышения эффективности устройств, определяемой магнитными свойствами функциональных слоев, создаваемых из таких пленок, оптическими характеристиками (прозрачность) и параметрами поверхности (шероховатость) [8,9,32,33].

Ярким примером использования тонких пленок ферромагнетика в качестве функционального слоя являются одномерные магнитофотонные кристаллы (1D-MPC) [9,34,35] и подобные им многослойные структуры (Бреговские зеркала, оптические фильтры, затворы, модуляторы) широко изучались на протяжении последних тридцати лет и доказали свою эффективность во множестве приложений, в частности, в магнитооптических (МО) устройствах, таких как МО модуляторы [36,37], изоляторы, датчики [38] и т. д. Как правило, магнитоактивными слоями в структурах 1D-MPC выступают тонкие и ультратонкие пленки Vi -замещенного феррита-граната иттрия $[\text{Vi}_x\text{Y}_3-x\text{Fe}_5\text{O}_{12}]$. Однако, как показали исследования [33,39], состав используемого в 1D-MPC магнитооптически активного феррита-граната может быть изменен чтобы соответствовать необходимым магнитным характеристикам. В этом отношении особенный интерес вызвали пленки (Bi, Ga) -замещенного диспрозиевого феррита-граната $[(\text{BiGa:Dy})\text{IG}]$ [19]. Такие материалы обладают уникальным набором свойств, таких как: положительной одноосной анизотропией, высокой магнитооптической активностью и низкими оптическими потерями в видимой и ближней инфракрасной областях длин волн оптического спектра [10,19]. Все эти свойства можно контролировать,

варьируя как состав пленок, так и условия их роста. Параметры поверхности, такие как: шероховатость, размер зерен, а также параметры магнитной доменной структуры оказывают существенное влияние на свойства и возможность применения данных пленок.

Импульсное лазерное осаждение (ИЛО) [40,41], магнетронное напыление (RFS) [14,42–47], а также реактивное ионно-лучевое распыление (RIBS) [48] являются широко используемыми вакуумными методами синтеза пленок BiGa:DyIG, а также феррит-гранатовых пленок другого состава, в которых для применений в области магнитофоники требуется изменения состава для получения тех или иных характеристик (оптическая прозрачность, ширина запрещенной зоны, температура Кюри, коэрцитивность). ИЛО используется как один из популярных методов для эпитаксиального роста пленок и гранатовых однофотонных кристаллов, RFS и RIBS в свою очередь – для эпитаксиального роста и двухстадийного роста (осаждение и затем кристаллизационный отжиг). Двухстадийный рост подразумевает осаждение аморфной пленки вакуумным методом на холодную подложку и последующую ее кристаллизацию в кислородной среде или на воздухе в процессе кристаллизационного отжига (помещения аморфной пленки в температурное поле с целью кристаллизации вещества) [9,19].

Как было показано в ряде ранних исследований [42–44], Bi-замещенные феррит-гранатовые пленки привлекли большое внимание как магнитооптические записывающие материалы – они проявляют высокую магнитооптическую активность на коротких длинах волн около 500 нм, что способствует записи информации с более высокой плотностью. Для целей записи информации и хранения данных сверхвысокой плотности были предложены [42–44] поликристаллические пленки составов $(\text{Bi,Dy})_3(\text{Fe,Al})_5\text{O}_{12}$ или $(\text{Bi,Dy})_3(\text{Fe,Ga})_5\text{O}_{12}$ с магнитной анизотропией, нормальной к плоскости пленки и индуцированной внутренними напряжениями. Пленки были получены методом RFS на стеклянных подложках с использованием в качестве распыляемого газа Ag или $(\text{Ag} + \text{O}_2)$ [42,43]. Однако, хорошо известно [9], что поликристаллические пленки имеют серьезный недостаток, связанный с дефектностью структуры из-за наличия границ зерен, что влияет на коэрцитивность и поля насыщения пленок. В то же время эпитаксиальные пленки с высокого качества могут быть выращены RFS только на монокристаллических подложках.

В работе [44] приведены результаты исследований влияния быстрого термического отжига на формирование пленок гранатовой фазы $(\text{BiDy})_3(\text{FeGa})_5\text{O}_{12}$, осажденных RFS.

Было обнаружено, что механизм кристаллизации представляет собой диффузионный контролируемый рост фиксированного количества кристаллитов, независимый от формы кристаллитов. При этом предполагается, что форма кристаллитов не изменяется во время роста. Было обнаружено, что размер зерна, полученный путем анализа ширины линий дифракции рентгеновских лучей, уменьшается от 70 нм при $r = 1^{\circ}\text{C}/\text{сек}$ до 30 нм при $r = 50^{\circ}\text{C}/\text{сек.}$, где r – темп роста. Почти все исследователи отмечают крайнюю чувствительность состава и структуры растущих пленок к температуре и составу подложки, давлению в кислородной среде и продолжительности процесса отжига. Например, согласно рентгеновской дифракции пленки состава $\text{Bi}_{1,5}\text{Dy}_{1,5}\text{Fe}_{4,0}\text{Ga}_{1,0}\text{O}_{12}$, выращенные методом ИЛО на подложках гадолиний галлиевого граната (GGG) (111) и (110), имели фазу граната с кристаллографической ориентацией (111) и (110) соответственно, перпендикулярно плоскости пленки. Пленки, выращенные на подложках из диоксида циркония (ZrO_2), стабилизированного оксидом иттрия, (100) и Si (100), продемонстрировали присутствие случайно ориентированного поликристаллического граната в дополнение к небольшому количеству других фаз при постоянстве других условий роста [41].

В ряде работ [14] с целью формирования поликристаллических пленок ферритмагнитного граната из аморфных пленок номинального состава $\text{Bi}_2\text{Dy}_1\text{Fe}_4\text{Ga}_1\text{O}_{12}$ и нанокompозитов $(\text{BiDy})_3(\text{FeGa})_5\text{O}_{12}:\text{Bi}_2\text{O}_3$, осажденных методом RFS на стекле «Corning 1737» и на подложках GGG, применялся высокотемпературный отжиг со скоростями нагрева и охлаждения между $3\text{-}5^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ (для ряда различных периодов отжига). Нанокристаллическая микроструктура граната с объемно-центрированной кубической структурой и включениями только одной примесной фазы (Fe_3O_4), находящейся вне зерен граната, была подтверждена рентгенографическими исследованиями. Изготовленные по RFS-методу пленки ферритов-гранатов $\text{Bi}_2\text{Dy}_1\text{Fe}_4\text{Ga}_1\text{O}_{12}$ толщиной от 50 до 5000 нм обладают типичной шероховатостью поверхности около 2 нм, одноосной магнитной анизотропией (в направлении, перпендикулярном плоскости пленки) и высокой магнитооптической активностью, что делает подобные составы очень привлекательными для использования в наноструктурированных фотонных устройствах (Брегговских зеркалах, фильтрах, модуляторов) и магнитооптических сенсорах [7,35,39].

Экспериментальное исследование трехслойных гранатовых гетероструктур было проведено в [46]. Продемонстрирован новый материал, обладающий комбинацией высокого удельного угла фарадеевского вращения света, почти прямоугольной петли

магнитного гистерезиса и низкой коэрцитивной силой. Пленки отжигались в воздушной атмосфере при температурах от 600 до 700 °С. А продолжительность процесса отжига варьировалась от 30 мин до 12 ч. Следует отметить, что такое длительное время отжига может быть вредным для оксидных диэлектрических зеркал в соответствующих структурах.

В [47] микрокристаллическая структура с небольшим размером зерна, высоким объемным содержанием гранатовой фазы и малой шероховатостью поверхности была достигнута в слоях магнитного граната $\text{Bi}_2\text{Dy}_1\text{Fe}_4\text{Ga}_1\text{O}_{12}$ путем осаждения сверху дополнительных немагнитных гранатовых слоев гадолиний скандиевого галлиевого граната (GSGG), которые защищали слои магнитного граната от атмосферного воздействия с использованием сложных многоступенчатых процессов быстрого термического отжига. Напыленные слои поликристаллического висмут-замещенного феррита-граната имели размеры зерен порядка 50 нм.

Деструктивное влияние отжига граната на оптический отклик слоистых структур был показан в [49,50]. Отжиг при высоких температурах приводит появлению трещин в негранатовых диэлектрических слоях и слоях самого граната. Чтобы избежать образования трещин, авторы использовали подложки $(\text{GdCa})_3(\text{GaMgZr})_5\text{O}_{12}$ с коэффициентом теплового расширения, аналогичным коэффициенту висмут-замещенного феррита-граната. Для кристаллизации висмут-замещенного феррита-граната образцы отжигались при 700 °С в течение 15 мин. Отжиг определял и шероховатость поверхности: RMS (Root Mean Square) = 0,2 нм (до кристаллизационного отжига) и RMS = 2,8 нм (после кристаллизационного отжига). Другой способ избежать деградации свойств диэлектрических Брэгговских зеркал (Брэгговское зеркало – это структура, состоящая из многочисленных ультратонких порядка десятка нанометров слоев прозрачных материалов, с периодически изменяющимся показателем преломления. Оптические толщины этих слоев выбираются так, чтобы свет при отражении лучей от границ раздела между слоями, усиливался) в однофотонных кристаллах из-за термического отжига пленок висмут-замещенного феррита-граната – это лазерный отжиг таких пленок.

1.3. Обзор методов визуализации доменной структуры.

Визуализация магнитной доменной структуры ферромагнетиков необходима для исследования и понимания свойств этих материалов. Изучение структуры позволяет

определить, как ведет себя материал в магнитном поле, какие у него магнитные свойства. Исследование ДС помогает определить размеры и форму доменов, что важно при проектировании и производстве различных устройств, использующих магнитные свойства материалов. Визуализация ДС дает возможность увидеть изменения в структуре при воздействии на материал различных факторов (температура, давление, магнитное поле и т.д.), что позволяет более точно предсказывать поведение материала и определять его возможное функциональное использование. Изучение магнитной доменной структуры помогает в создании новых материалов с нужными свойствами, позволяет улучшить качество уже существующих материалов. Это также важно для разработки новых технологий в области электроники, информационных технологий, энергетики и других отраслей. Для определения магнитной доменной структуры в современных тонкопленочных материалах важно учитывать существующий уровень технологий при создании подобных материалов и устройств на их основе, уменьшение топологических размеров, требует более совершенных методов исследования [51].

Наиболее известные и востребованные методы визуализации магнитных доменов, каждый из этих методов имеет свои преимущества и недостатки и может быть использован в зависимости от конкретной задачи и доступного оборудования:

1. Метод порошковых фигур. Исторически один из первых предложенных и использовавшихся методов наблюдения ДС [52,53]. Принцип метода заключается в нанесении тонкого слоя магнитных частиц (обычно железный порошок) на поверхность образца. При применении магнитного поля эти частицы ориентируются вдоль линий поля, создавая на поверхности образца «узоры», видимые под микроскопом, которые отображают доменную структуру материала. При этом чем меньше используемые для визуализации частицы тем выше пространственное разрешение метода, в конечном итоге ограничиваемое размерами частиц и разрешением оптической микроскопии.

Достоинствами метода являются:

- Простота и наглядность: метод позволяет визуализировать магнитные домены, что делает его доступным и понятным для широкого круга исследователей.
- Возможность наблюдения за динамикой изменений: метод позволяет наблюдать за изменениями в структуре доменов при изменении внешних условий (например, при изменении магнитного поля).

- Не требует сложного оборудования: для проведения исследования достаточно оптического микроскопа и магнитных частиц.

Можно отметить следующие недостатки метода:

- Низкая разрешающая способность: метод не позволяет видеть мельчайшие детали структуры доменов.
- Возможность повреждения и загрязнение образца.
- Инерционность при быстрой смене внешнего магнитного поля [54].
- Сложность интерпретации.
- Вероятное взаимное влияние образца и магнитных частиц, которое может привести к перемагничиванию образца.

2. Метод Лоренца: Этот метод основан на использовании электронного микроскопа. При прохождении через образец электроны отклоняются под воздействием магнитного поля, что позволяет визуализировать домены [53,55,56].

Достоинствами метода являются:

- Высокое разрешение: Метод Лоренца позволяет получать изображения магнитной доменной структуры с высоким разрешением, что делает его полезным для исследования микроскопических доменов [4,53].
- Непосредственное наблюдение: Этот метод позволяет наблюдать домены непосредственно, без необходимости использовать промежуточные материалы или сложную интерпретацию.
- Возможность изучения динамики: Метод Лоренца позволяет наблюдать за изменением доменной структуры в реальном времени, что может быть полезно для изучения динамики магнитных процессов.

Можно отметить следующие недостатки метода:

- Сложность оборудования: Для реализации метода Лоренца требуется электронный микроскоп, который является достаточно сложным и дорогим оборудованием.
- Требование к подготовке образцов: Образцы для исследования методом Лоренца должны быть очень тонкими, чтобы электроны могли пройти через них. Это может создавать сложности при подготовке образцов.

- Возможность повреждения образца: Поскольку метод Лоренца основан на прохождении электронов через образец, существует риск повреждения образца, особенно если он является нежным или чувствительным к энергии электронов.
3. Рентгенографический метод [53,57]. Изучает деформацию кристаллической решетки под действием слабых магнитострикционных деформаций [58,59].

Можно отметить следующие недостатки метода:

- Разрешение не постоянная величина, зависит от множества параметров, наличия дислокаций, а также зависит во многом от характеристик детектора и шума.
4. Метод Ферромагнитного резонанса: Этот метод основан на измерении резонансной частоты спиновых волн в материале, что позволяет определить распределение магнитных доменов [60].

Достоинствами метода являются:

- Нелинейный характер: Метод ферромагнитного резонанса является нелинейным, что позволяет изучать сложные магнитные структуры и процессы.
- Высокая чувствительность: Этот метод обладает высокой чувствительностью к изменениям в магнитной доменной структуре.

Можно отметить следующие недостатки метода:

- Сложность оборудования: Для проведения исследований методом ферромагнитного резонанса требуется специализированное оборудование, которое может быть дорогим и сложным в использовании.
 - Время исследования: Исследование методом ферромагнитного резонанса может занять значительное количество времени, особенно если требуется изучать динамику изменения доменной структуры.
5. Атомно-силовая микроскопия (АСМ): Этот метод позволяет получить изображения магнитных доменов с высоким разрешением за счет использования микроскопа, оснащенного специальным зондом, реагирующим на магнитное поле [11]. Данный метод является одним из самых распространенных для наблюдения магнитной доменной структуры за счет относительной простоты пробоподготовки и распространённости (доступности) зондовых микроскопов в

научных лабораториях для постановки эксперимента. Кроме того возможно проведение измерений в вакууме, во внешнем магнитном поле или нагреве образца [11,12,61–63].

Достоинствами метода являются:

- Высокое пространственное разрешение.
- Возможность работы во внешнем магнитном поле, с нагревом и охлаждением образцов, в вакууме и газовой среде.

Можно отметить следующие недостатки метода:

- Используется магнитный кантилевер, который может перемагнитить образец или быть перемагниченым сам при проведении эксперимента.
- Внешнее магнитное поле, вибрационные шумы, электростатический заряд на поверхности образца могут оказывать существенное влияние на результаты эксперимента.

В связи с широким распространением метода и активного использования автором в рамках следующих глав, рассмотрим принципы работы зондовой микроскопии для изучения магнитной доменной структуры более подробно в п. 1.5. настоящей Главы.

6. Магнитооптический метод наблюдения доменной структуры является одним из самых распространенных, он основан на эффектах Керра [64–66] и Фарадея [13,67,68], в общем случае заключающихся в изменениях плоскости поляризации света при отражении от поверхности магнитного материала (эффекты Керра) или прохождении через оптически прозрачный магнитный материал (эффект Фарадея). Соответственно, эффекты Керра применимы для наблюдения магнитной доменной структуры в непрозрачных образцах, и напротив, эффект Фарадея предназначен для использования в прозрачных средах.

Достоинствами метода являются:

- Быстрота: Магнитооптический метод позволяет получать изображения магнитных доменов в реальном времени.
- Возможность визуализации больших областей: Метод позволяет наблюдать за магнитной структурой на больших участках поверхности.
- Простота использования: Магнитооптический метод является относительно простым за счет использования инструментов оптической

микроскопии и не требует сложного оборудования или высокой квалификации оператора.

Можно отметить следующие недостатки метода:

- Низкое разрешение: магнитооптический метод ограничен пределами дифракции света и не позволяет получать пространственное разрешение выше 0,5 мкм.
- На непрозрачных образцах видно только поверхностное намагничивание.

1.4. Магнитооптический метод.

Магнитооптические методы визуализации являются наиболее востребованными благодаря относительно легкой интерпретации результатов, возможности наблюдения ДС в динамике, а также относительно не высокой стоимости технического оборудования [13,64–68]. Наблюдение доменов с помощью магнитооптики в отраженном свете с помощью эффектов Керра [64,66,69] и в проходящем свете с помощью эффекта Фарадея [13,67,68] широко известно. Эти методы основаны на наблюдении в поляризационную оптику вращения плоскости поляризации света в намагниченном образце. Эффекты Керра используются для наблюдения ДС в непрозрачных образцах, тогда как эффект Фарадея позволяет работать с прозрачными образцами.

При использовании метода полярного магнитооптического эффекта Керра для наблюдения доменов, контраст между ними образуется благодаря изменению плоскости поляризации при отражении от намагниченного образца. В зависимости от взаимного расположения направления намагниченности, световой волны и нормали к поверхности образца, можно выделить три различных эффекта Керра. Рис. 1.7. [3]

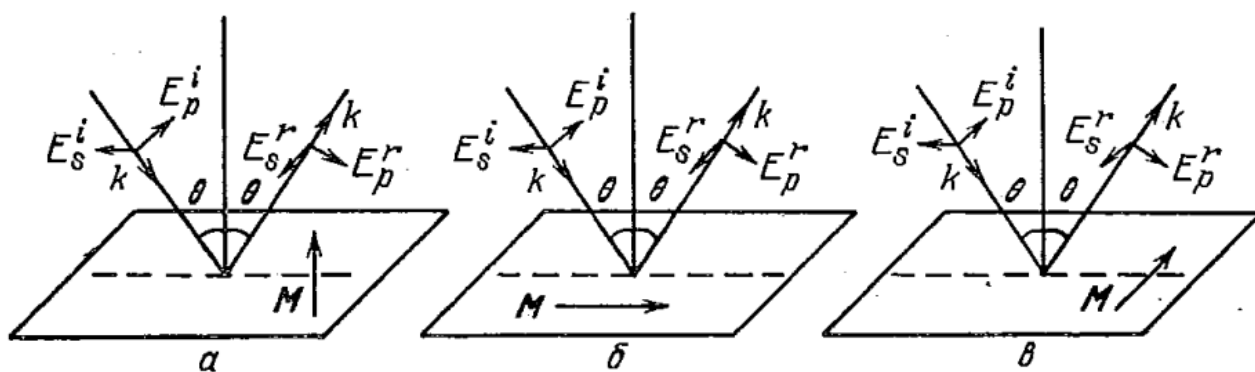


Рис. 1.7. Три типа МО эффектов Керра: полярный (а), меридиональный (б) и экваториальный (в) (E_p и E_s – p- и s- поляризация волны).

- Полярный эффект Керра в магнитооптике - это явление вращения плоскости поляризации света при его прохождении через вещество под действием магнитного поля, перпендикулярного направлению распространения света. Это явление связано с наличием у вещества магнитной анизотропии и зависит от направления магнитного поля и поляризации падающего света (Рис. 1.7. – а) [3].

- Меридиональный эффект Керра в магнитооптике относится к случаю, когда плоскость поляризации света вращается при отражении от поверхности вещества под

действием магнитного поля, намагниченность лежит в плоскости образца и в плоскости падения света (Рис. 1.7. – б) [3].

- Экваториальный эффект Керра, также известный как поперечный эффект Керра, относится к случаю, когда изменяется интенсивность и фаза линейно поляризованного света отраженного намагниченным кристаллом, намагниченность лежит в плоскости образца и перпендикулярна плоскости падения света (Рис. 1.7. -в) [3].

На Рис. 1.8.(а) показано изображение доменной структуры на кристалле кобальта полученное с помощью полярного эффекта Керра в приложенном поле, параллельном легкой оси намагничивания; На Рис. 1.8. (б) показан - "зубчатый" узор магнитной доменной структуры FeSi полученный с помощью продольного эффекта Керра в поле, перпендикулярном оси легкого намагничивания.

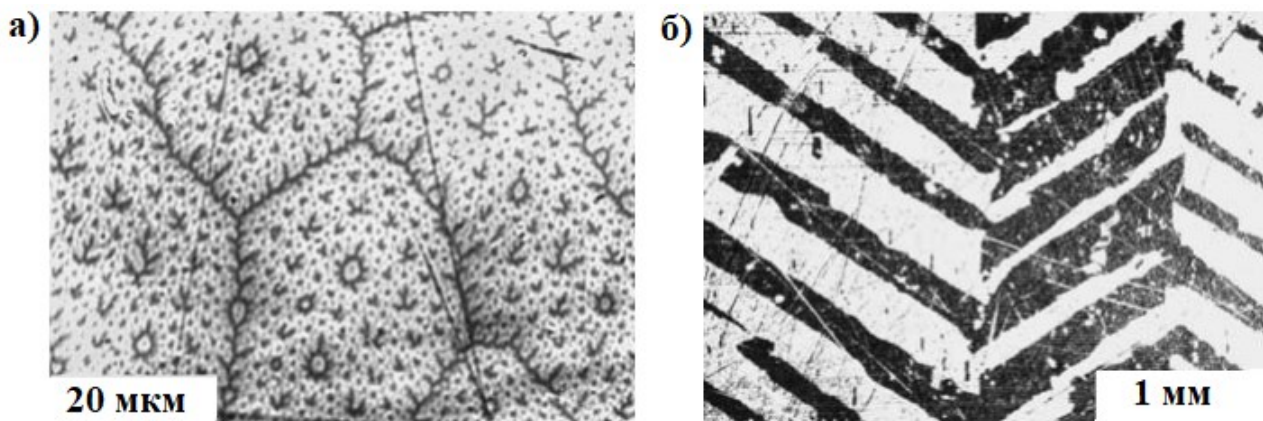


Рис. 1.8. Разветвленные домены на кристалле кобальта показаны на рисунке (а), полученным с помощью полярного эффекта Керра в приложенном поле, параллельном легкой оси намагничивания; (б) - "зубчатый" узор магнитной доменной структуры FeSi полученный с помощью продольного эффекта Керра в поле, перпендикулярном оси легкого намагничивания. Рисунок адаптирован [53]

Для прозрачных тонкоплёночных материалов, таких как большинство оксидов, в частности ферритов-гранатов, на практике, для исследования магнитной доменной структуры в большинстве случаев применяется эффект Фарадея, поскольку эффект Керра имеет довольно слабый контраст для этих образцов [53]. Даже доменные стенки могут быть различимы с помощью эффекта Фарадея в тонкопленочных прозрачных образцах [70]. Эффект Фарадея, также известный как магнитное круговое двупреломление, основывается на разнице в показателях преломления для право- и лево-циркулярно

поляризованного света в намагниченной среде. Этот эффект проявляется в повороте плоскости поляризации линейно поляризованного света [3].

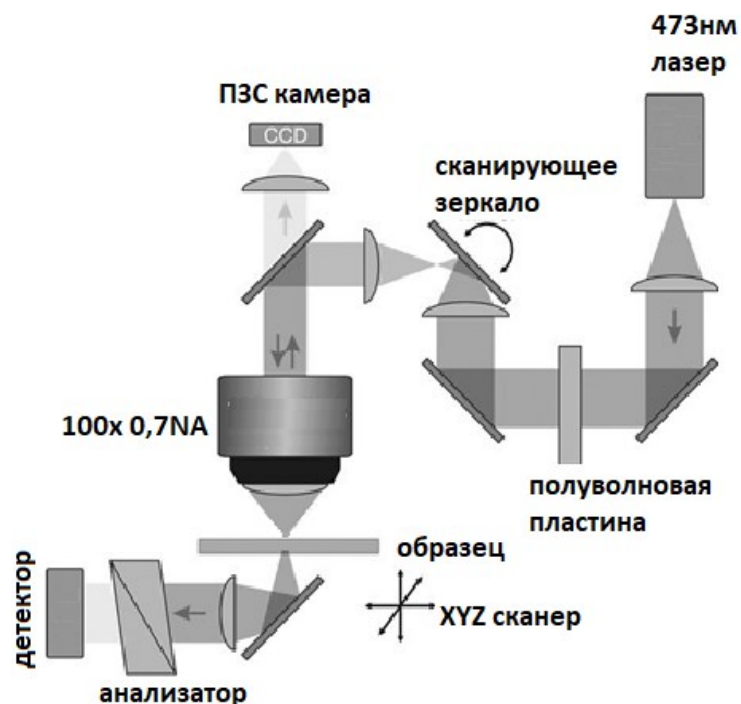


Рис. 1.9. Схематичное представление измерительной установки для визуализации магнитной доменной структуры за счет эффекта Фарадея.

Обычно при измерениях вращения плоскости поляризации света в проходящем свете нет необходимости в цифровой обработке изображений, поскольку можно настроить анализатор и поляризатор так, чтобы получить высококонтрастное изображение, интенсивность проходящего света для оптически прозрачных материалов так же высока, благодаря возможности выбора источника излучения [71]. В оксидах может быть использовано инфракрасное излучение в случае слабого пропускания света в видимом диапазоне [71,72].

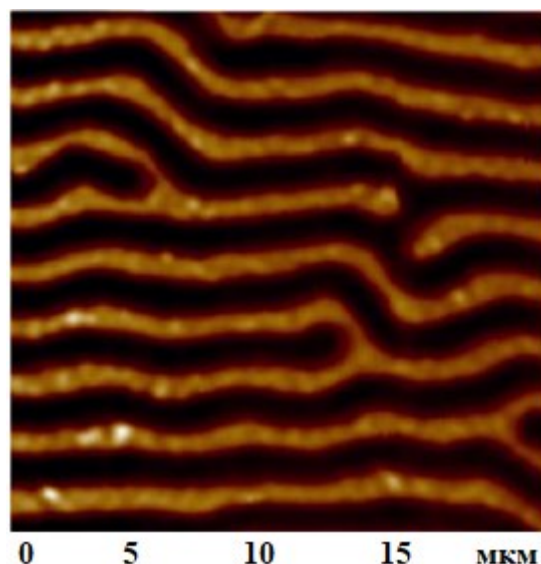


Рис. 1.10. Изображение доменной структуры пленки феррита-граната магнитооптическим методом (эффект Фарадея).

Оптический контраст между доменами с разными полярностями образуется из-за разницы в углах магнитооптического поворота. Световые лучи, проходящие через домены с различной полярностью, изменяют свою интенсивность при прохождении через анализатор.

Серьезным недостатком магнитооптического метода является его относительно низкая разрешающая способность, которая обусловлена дифракционным ограничением. Теоретические принципы ограничений разрешения при создании оптических изображений были впервые предложены Э. Аббе в 1873 году [73] и развиты Рэлеем в 1878 году [74].

Разрешающая способность R определяется как минимальное расстояние на оптическом изображении, позволяющее различить два соседних объекта:

$$R=0,61 \cdot \lambda / NA, \quad (1.1)$$

где λ – длина волны излучения,

$NA = n \times \sin a$, n – показатель преломления среды распространения излучения,

$\sin a$ – синус угла апертуры объектива.

Опираясь на данную формулу, можно сделать вывод о возможности увеличения оптического пространственного разрешения за счет использования среды с более высоким показателем преломления (например, масляные объективы). Так же можно увеличить телесный угол детектирования излучения либо перейти к более

коротковолновому излучению. На практике удастся достичь оптического разрешения $0,5 - 0,8$ мкм. Что существенно отличается от исследуемых на сегодняшнем этапе развития технологий наноразмерных структур и объектов, в том числе наноразмерных магнитных частиц и полей.

1.5. Атомно-силовая микроскопия.

Магнитно-силовая микроскопия (МСМ) является надежным и получившим широкое распространение инструментом для изучения магнитной доменной структуры на субмикронном уровне и по сути является частным случаем атомно-силовой микроскопии (АСМ) [11,75]. Рассмотрим устройство и основные принципы работы АСМ. Схематичное изображение обобщенного варианта АСМ представлено на Рис. 1.11.

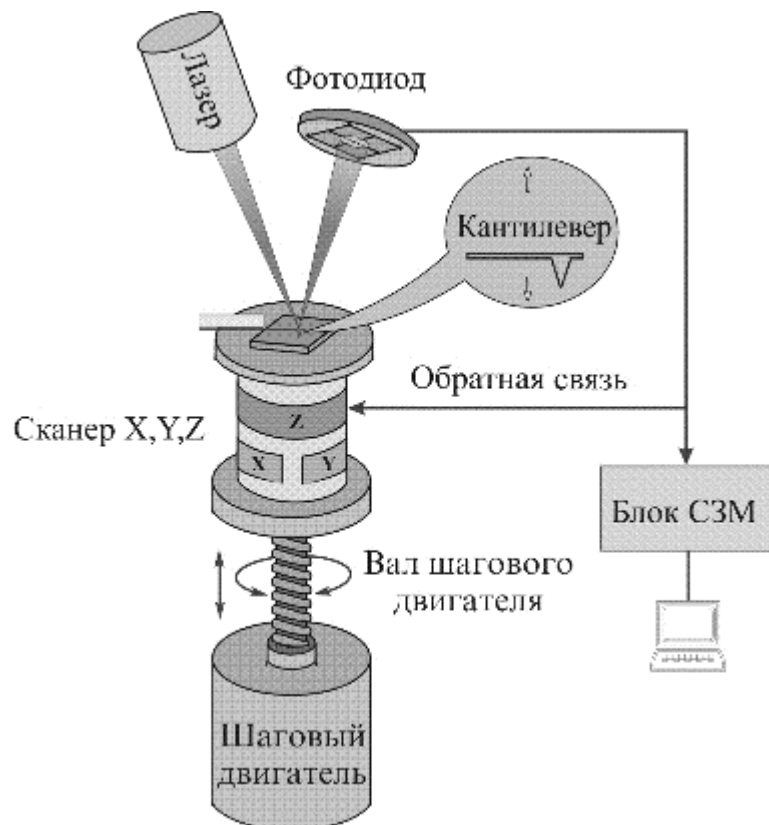


Рис. 1.11. Схематичное изображение обобщенного варианта АСМ [11].

Принцип работы атомно-силового микроскопа можно объяснить при помощи концепции Ван-дер-Ваальсового взаимодействия [11,76]. В котором используется потенциал Леннарда-Джонса, для приближенного расчета энергии взаимодействия двух атомов, находящихся на расстоянии r друг от друга:

$$U_{ld}(r) = U_0 \left\{ -2 \left(\frac{r_0}{r} \right)^6 + \left(\frac{r_0}{r} \right)^{12} \right\} \quad (1.2)$$

Первый компонент описывает действие сил притяжения. Второй компонент представляет собой действие сил отталкивания атомов при близком расположении друг к другу.

r_0 – равновесное расстояние между атомами,

U_0 - значение энергии в минимуме.

Потенциал Леннарда-Джонса (рис. 1.12.) позволяет оценить силу взаимодействия зонда с образцом [77].

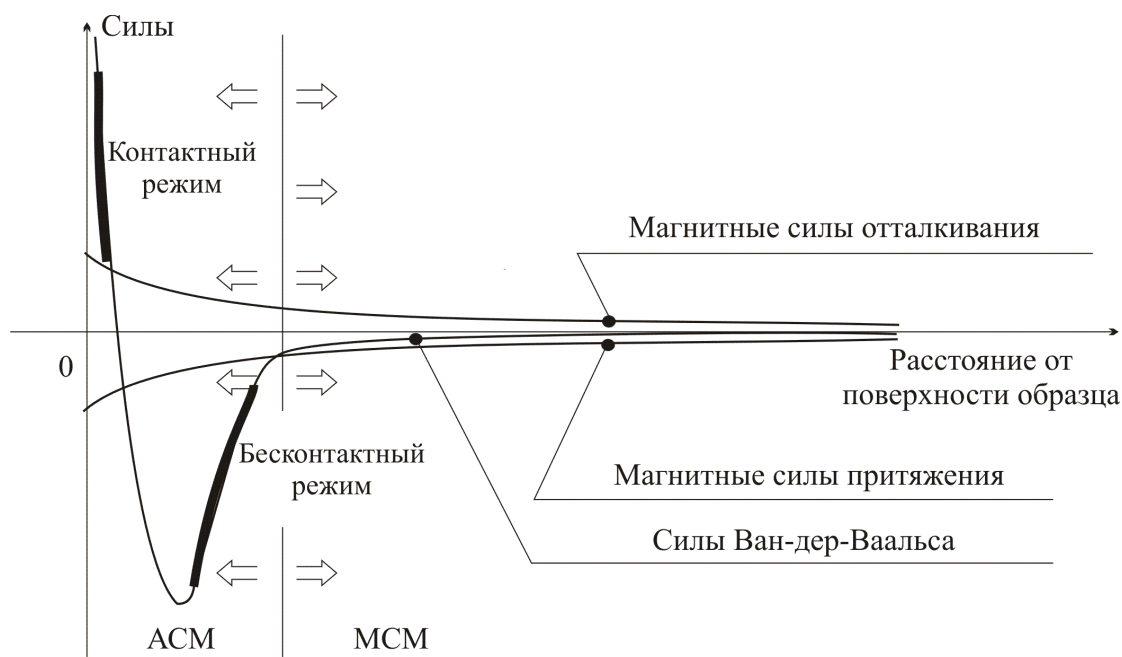


Рис. 1.12. Качественный вид потенциала Леннарда – Джонса. Адаптировано [11].

АСМ включает множество методов сканирования (видов взаимодействия образца и кантилевера), наиболее востребованными на сегодняшний день являются осциллирующие (полу-контактные/резонансные) методы, в которых зонд осуществляет колебания на резонансной частоте над поверхностью исследуемого образца, что позволяет существенно уменьшить механическое воздействие зонда на образец в процессе сканирования. Амплитуда колебаний зонда определяется параметрами балки кантилевера, настройками сканирования. Система обратной связи поддерживает такую работу системы, при которой зонд совершая колебания, касается поверхности в крайней нижней точке, регистрируется изменения фазы и амплитуды колебаний [11].

Атомно-силовая микроскопия в полуконтактном режиме обладает большей точностью в измерении латеральных размеров, чем в контактном режиме. Кроме того, использование резонансного режима позволяет уменьшить давление зонда на поверхность во время измерения топографии более чем в 1000 раз по сравнению с контактными методами [78,79]. Данный факт позволяет исследовать широкий класс образцов, в том числе мягких [80–83]. На основе полуконтактного метода функционирует метод магнитно-силовой микроскопии, благодаря которому, исследователь получает

информацию не только о рельефе образца, но и о его магнитных свойствах. Таким образом, магнитно-силовая микроскопия (МСМ) – это метод атомно-силовой микроскопии, позволяющий изучать магнитные свойства поверхности материалов на микро- и наноуровне. МСМ была разработана в конце 1980-х годов и с тех пор активно используется в научных исследованиях. Принцип работы МСМ основан на взаимодействии между магнитным зондом микроскопа и магнитным полем образца. В данном случае используется зонд, покрытый магнитным слоем. При приближении зонда к образцу между ними возникает магнитное взаимодействие, которое приводит к отклонению зонда. Это отклонение регистрируется специальным датчиком и преобразуется в изображение магнитной структуры поверхности образца [11]. МСМ позволяет получить информацию о распределении магнитного поля на поверхности образца, о его доменной структуре, а также о других магнитных характеристиках. Этот метод широко используется в физике твердого тела, материаловедении и других областях науки и техники.

Двумя наиболее важными преимуществами МСМ метода, способствующими широкому использованию МСМ для изучения магнитных тонких пленок, являются его потенциальная нечувствительность к немагнитным поверхностям и рельефу (с учетом возможности работы в двухпроходной методике, принципы работы которой описаны ниже), а также хорошее разрешение в нанометровом диапазоне [12,62,84–86].

Для получения МСМ изображений образцов применяются квазистатические и резонансные методики [11,12]. На Рис. 1.13 показаны изображения топографии и доменной структуры тонкой пленки феррита-граната [11], полученные методом магнитно-силовой микроскопии.

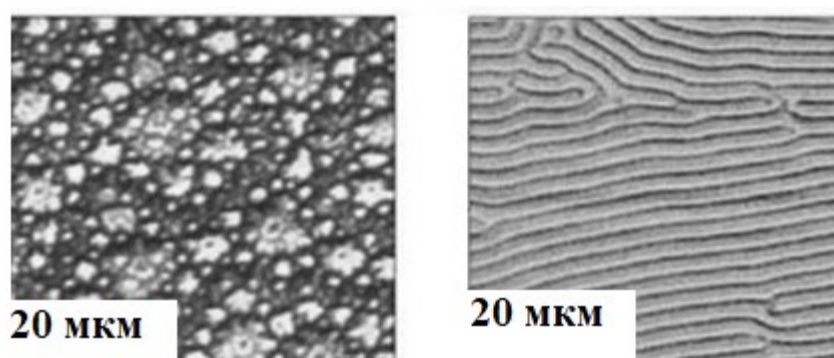


Рис. 1.13. Топография (справа) и доменная структура (слева) феррита-граната.

Изображение адаптировано [11].

Магнитно-силовая микроскопия (МСМ) позволяет работать с широким классом разнообразных магнитных образцов, предоставляя информацию не только о их рельефе, но и о доменной структуре с высокой точностью. Это делает МСМ полезным инструментом для решения практических научных задач в области магнетизма. МСМ позволяет проводить детальное изучение магнитной доменной структуры образцов, записи и чтения информации в магнитном поле, а также исследования процессов перемагничивания и динамики магнитных доменов. При МСМ сканировании происходит регистрации магнитных сил действующих на, покрытый магнитным слоем кантилевер, при этом, стоит отметить, что влияние сил Ван-дер-Ваальса может приводить к ошибкам в регистрации сил магнитного взаимодействия. Таким образом чтобы исключить влияние рельефа на МСМ измерения необходимо исключить влияние сил отталкивания. Для этого применяют специальный режим измерения, который регистрирует рельеф поверхности и затем с учетом рельефа регистрируются магнитные силы взаимодействия, такой метод требует двойного прохода кантилевера над одним и тем же участком образца, в следствии чего методика получила название -двухпроходной.[11].

При подъеме иглы от поверхности исследуемого образца на расстояние более 10-50 нм, действие сил Ван-дер-Ваальса сводиться к нулю, и на иглу кантилевера оказывают воздействие в значительной степени магнитные силы взаимодействия зонда и образца. Таким образом, любое отклонение кантилевера при повторении линии рельефа поверхности связана с изменением тем или иным образом магнитного поля, что в конечном итоге интерпретируется в виде доменной структуры. (рис. 1.14.).

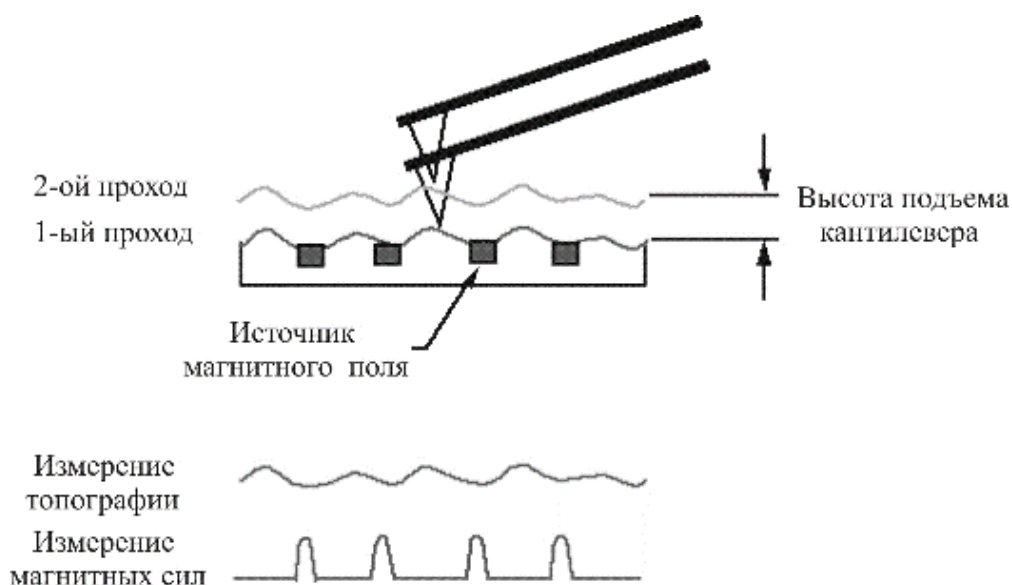


Рис. 1.14. Принцип работы двухпроходной методики [11].

В работа [87–89] авторы исследовали основные факторы (ошибки), влияющие на качество и разрешение изображения в магнитно-силовой микроскопии:

1. Влияния кантилевера на результат. Это факторы, связанные непосредственным воздействием на результаты МСМ измерений со стороны покрытия магнитного кантилевера, его параметров жесткости и резонансной частоты и другие параметры магнитного кантилевера, которые могут значительно влиять на разрешение и качество получаемого изображения [89]. Существенное значение играет материал магнитного покрытия кантилевера и его толщина, что определяет магнитные свойства, коэрцитивность, долговечность магнитной пленки кантилевера, в том числе, будет ли кантилевер магнито жестким (требует большого количества энергии для изменения направления магнитного поля и обладает высокой коэрцитивной силой) или магнитомягким (требует меньшего количества энергии для изменения направления магнитного поля и обладает низкой коэрцитивной силой). Важно, чтобы в процессе измерений кантилевер не вносил изменений в магнитное состояние исследуемого образца, и наоборот. Состояние покрытия магнитного кантилевера, его коррозионная стойкость имеют большое значения для повторяемости получаемых результатов. Тип кантилевера, его жесткость и резонансная частота влияют на возможность получения информации о магнитной структуре, оператору следует учитывать тип кантилевера и подбирать соответствующие параметры сканирования.

2. Влияние условий окружающей среды на результат. Вибрация, акустические шумы, значительный перепад температуры оказывает непосредственное влияние на проведение эксперимента, поскольку малейшие механические вибрации или термическое расширение материалов приводит к существенному воздействию на кантилевер, который по сути является сверхчувствительным датчиком [89]. Дополнительно, при применении атомно-силовой микроскопии в полуконтактном режиме может возникнуть проблема накопления электростатического заряда на поверхности исследуемого образца. Это может препятствовать приближению кантилевера к образцу при его «подводе» к поверхности и исказить результаты измерений. Поэтому, рекомендуется устранить заряд с поверхности образца до начала эксперимента. Выявить наличие электростатического

заряда можно по изменению уровня шума на фазовом осциллографе при приближении кантилевера к образцу[89].

При проведении атомно-силовой микроскопии можно использовать однопроходные или двухпроходные методы. Однако, критическим моментом является установка начальных параметров сканирования. Для двухпроходного метода важно корректно определить высоту сканирования. Если она будет слишком большой, кантилевер может не обнаружить магнитное поле образца. Если же высота будет слишком маленькой, существует риск повреждения образца иглой кантилевера и воздействия приповерхностных сил на получаемое изображение. Поэтому, рекомендуется провести силовую спектроскопию (анализ зависимости силы прижатия от высоты) перед началом измерений, чтобы правильно выбрать высоту сканирования. [87–89].

1.6. Выводы и постановка задач.

Существующие методы исследования, описанные в данной Главе, позволяют проводить всестороннее изучение доменной структуры тонкопленочных образцов, однако каждый из существующих методов имеет свои недостатки и ограничения, сравнительный анализ приведен в Таблице 1.

Таблица 1.1. Методы исследования доменной структуры, их достоинства и ограничения.

	Разрешение	Интерпретация	Внешнее поле	Пробо- подготовка	Стоимость
Метод порошковых фигур	Red	Red	Red	Green	Green
Магнитооптические методы	Red	Green	Green	Green	Light Green
Магнитно-силовая микроскопия	Green	Light Green	Light Green	Light Green	Orange
Просвечивающая электронная микроскопия	Green	Green	Red	Red	Red
Рентгено-графический метод	Green	Red	Green	Red	Red

Совмещение МО и МСМ



Данный критерий является сильной стороной метода

Данный критерий не является сильной стороной, но и не является фактором, отрицательно влияющим на возможность применения метода

Данный критерий является слабой стороной метода и может ограничивать его применение на практике

Данный критерий является существенным недостатком метода и ограничивает его применение на практике

Целью данной работы является: Разработка методов измерений характеристик тонких пленок ферромагнетиков с расширенными функциональными возможностями и их апробация.

Задачи:

1. Разработка концепции реализации магнитооптического метода в составе атомно-силовой микроскопии для предварительной верификации доменной структуры прозрачных пленок ферромагнетиков.
2. Создание схемы измерения одновременно топографии и доменной структуры прозрачных пленок ферромагнетиков с высоким пространственным разрешением с помощью немагнитного апертурного кантилевера.
3. Разработка метода исследования доменной структуры непрозрачных образцов на основе термомагнитной печати.
4. Усовершенствование и апробация кантилеверов с апертурой для повышения разрешающей способности магнитооптического метода в составе атомно-силовой микроскопии.
5. Исследование магнитооптических, структурных и морфологических свойств ферромагнетиков на примере изучения структуры и свойств феррит-гранатовых тонких пленок, синтезированных методами реактивного ионно-лучевого распыления и отжига.
6. Исследование двухслойных структур тонких пленок ферромагнетиков для создания многослойных магнитооптических устройств.

Глава 2. Исследование магнитооптических, структурных и морфологических свойств ферритмагнитных тонких пленок и многослойных структур на их основе.

Как показано в первой Главе кристаллизационный отжиг однослойных и двухслойных пленок оказывает значительное влияние на магнитооптические, структурные свойства и параметры поверхности пленок. Основная цель исследования, изложенного в данной Главе – выявление параметров кристаллизационного отжига однослойных и двухслойных пленок, которые позволили бы получать пленки с удовлетворительными оптическими (прозрачность), магнитооптическими (удельный угол фарадеевского вращения), структурными (степень кристалличности) свойствами и низкой шероховатостью (RMS) поверхности на подложках GGG, кальций-магний-цирконий-гадолиний-галлиевого граната (CMZGGG) и SiO₂.

2.1. Исследование магнитооптических, структурных и морфологических свойств феррит-гранатовых тонких пленок, полученных методом реактивного ионно-лучевого распыления.

Пленки ферритов-гранатов состава $\text{Bi}_{2,3}\text{Dy}_{0,7}\text{Fe}_{4,2}\text{Ga}_{0,8}\text{O}_{12}$ (Bi,Ga: DyIG) и толщиной 120 нм были выбраны в качестве объекта исследования для изучения особенностей использования магнитооптического метода в составе атомно-силовой микроскопии при исследовании доменной структуры тонких пленок ферромагнетиков. Bi,Ga:DyIG пленки толщиной 120 нм осаждались на подложки нагретые до трехсот пятидесяти градусов цельсия (подложки представляют из себя монокристалл гадолиний-галлиевого граната - (GGG)) и (кальций-магний-цирконий-гадолиний-галлиевого граната - (CMZGGG)) методом реактивного ионно-лучевого распыления (RIBS) в смеси аргон-кислород в соотношении 7 к 3. После этого проводился кристаллизационный отжиг в воздухе при атмосферном давлении, параметры и особенности данного процесса описаны ранее [49,90]. Мишени состава $\text{Bi}_{2,3}\text{Dy}_{0,7}\text{Fe}_{4,2}\text{Ga}_{0,8}\text{O}_{12}$ были изготовлены с использованием традиционной керамической технологии. Сразу после распыления пленки Bi,Ga:DyIG были аморфными, а после осаждения образцы кристаллизовались отжигом при 700 °С. Кристаллизационный отжиг проводился в электрической печи вертикального типа и длительность процесса кристаллизационного отжига варьировалась от 30 с до 6 ч для пленок на подложках GGG и до 12 ч для пленок на подложках CMZGGG.

Для определения магнитооптических свойств пленок - угла фарадеевского вращения, коэрцитивной силы H_c и др., а также петель гистерезиса (FHL) использовался магнитополяриметр с фиксированной длиной волны излучения 655 нм. Магнитополяриметр основан на азимутальной методике модуляции и содержит следующие элементы: лазер 50 мВт с длиной волны 655 нм, поляризатор (призма Глана-Томпсона), фарадеевский вращающийся модулятор с Bi-замещенным эпитаксиальным феррит-гранатом в качестве магнитоактивного элемента, электромагнит с образцом, фарадеевский компенсатор вращения, анализатор (призма Глана-Томпсона), фотодетектор.

Топография поверхности и доменная структура пленок были определены в полуконтактном режиме магнитно-силовой микроскопии с использованием атомно-силового микроскопа (АСМ) Интегра производства компании НТ-МДТ (Россия) рис. 2.1.



Рис. 2.1. Атомно-силовой микроскоп Интегра (Россия). [91]

Полуконтактный режим наиболее предпочтителен для исследований, поскольку он позволяет получить наилучшее значение разрешения и минимизировать отрицательные воздействия зонда на образец. В этом режиме зонд колеблется на резонансной частоте с амплитудой приблизительно 50-100 нм. При этих амплитудах игла контактирует с поверхностью образца в момент максимального отклонения кантилевера от положения равновесия, что значительно изменяет частоту, фазу и амплитуду ее колебаний. Кроме того, полуконтактный режим имеет более высокое горизонтальное разрешение по сравнению с контактным режимом. Одной из существенных проблем при проведении измерений стало скопление электростатического заряда на образцах, частично данную проблему удалось решить контактом заземления, выбором более жесткого кантилевера и более жесткого режима сканирования, при котором кантилевер входил в более жесткий контакт с образцом. На рис. 2.2.-2.5з показаны изображения МСМ топографии образцов на подложках GGG с различным времени кристаллизационного отжига. В Таблице 1 показана динамика роста шероховатости пленки с увеличением времени отжига. Мелкая зернистая структура пленок с увеличением времени отжига постепенно становится крупноблочной, средний размер кристаллитов при основании увеличивается от 100 нм при $t = 1,2$ мин до 200-250 нм при $t = 360$ мин.

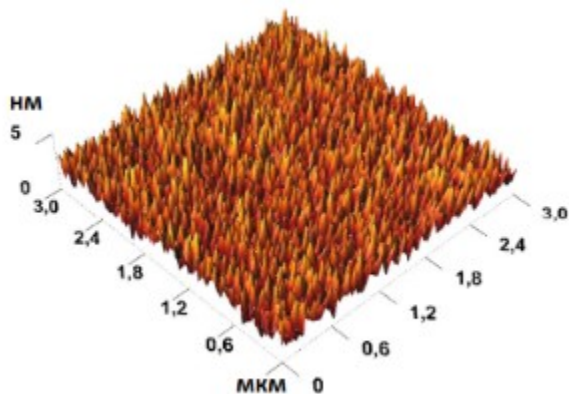


Рис. 2.2. МСМ топография, время отжига 1,2мин (подложка GGG).

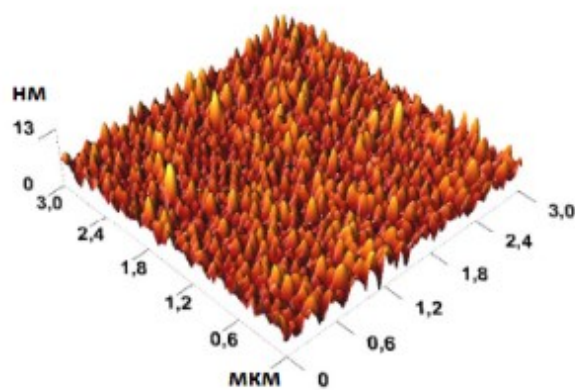


Рис. 2.3. МСМ топография, время отжига 1,5 мин (подложка GGG).

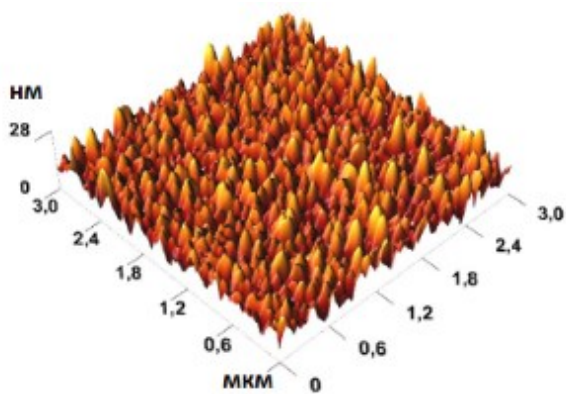


Рис. 2.4. МСМ топография, время отжига 20 мин (подложка GGG).

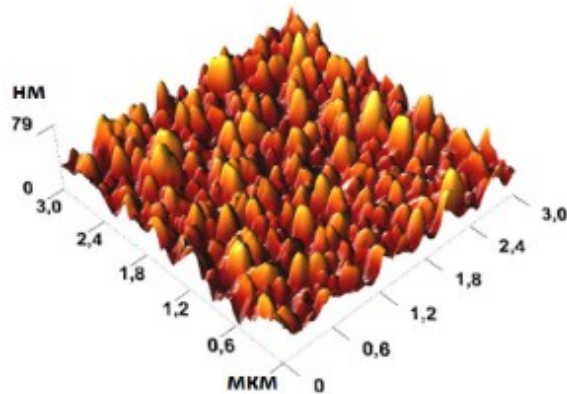


Рис. 2.5. МСМ топография, время отжига 60 мин (подложка GGG).

Таблица 2.1. Зависимость шероховатости (RMS) от времени отжига образцов на подложках GGG.

№	Время отжига. 700°, мин	Шероховатость RMS, нм	Параметр рассогласования решеток пленка-подложка
1	1,2	1,17	0,0168
2	5,0	2,85	
3	20,0	4,98	
4	60,0	9,1	
5	150,0	14,09	
6	360,0	14,62	

На рисунке 2.6 представлены зависимости угла фарадеевского вращения θ_F и шероховатости RMS от времени кристаллизационного отжига для пленок Bi,Ga:DyIG на подложках GGG. Показано, что после 10 минут отжига значение угла фарадеевского вращения на зависимостях достигает насыщения, при этом шероховатость составляет 3,3 нм. После 60 минут отжига угол фарадеевского вращения уже увеличивается незначительно, в то время как шероховатость вырастает до 10 нм и более. Структура поверхности пленок изменяется – при отжиге формируются уже более крупные зерна.

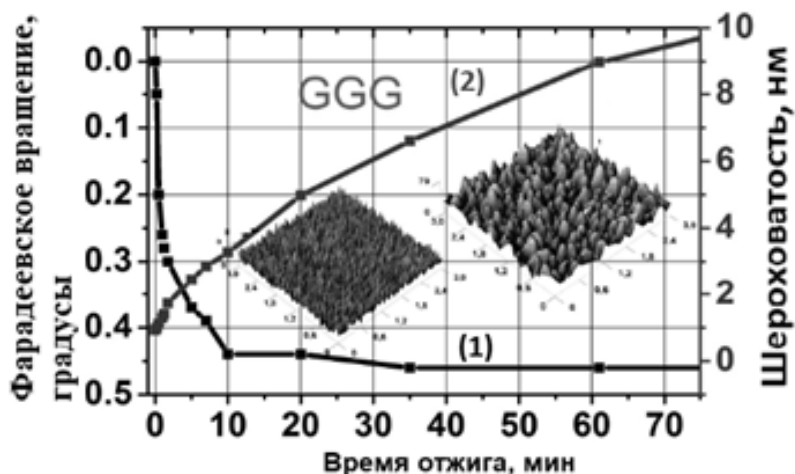


Рис. 2.6. Зависимости угла фарадеевского вращения (1) и шероховатости (2) от времени отжига для образцов пленок Bi,Ga:DyIG , синтезированных на подложке GGG.

Данные рентгеновской дифракции хорошо коррелируют с результатами МСМ измерений. Дифракционные картины измерялись с использованием многофункциональной рентгеновской аналитической системы CompleFlex производства CDP Company (Россия). В этой системе реализована рентгеновская оптическая схема Брэгга-Брентано. Используется рентгеновская медная трубка с рабочей мощностью 280 Вт и рабочим расстоянием 20 мм. Таким образом, требуемый уровень углового разрешения и интенсивности сигнала может быть достигнут без использования сложной системы коллимации и фокусировки рентгеновского излучения. Длина волны рентгеновского излучения ($\text{CuK}\alpha$) составляет 0,1541 нм. Никеливый фильтр используется для отсечки сигнала характеристической линии $\text{CuK}\beta$. Дифракционные картины получены в режиме Θ - 2Θ сканирования для симметричного Брэгговского отражения. Для получения информации о структуре пленки и подложки дифракционные кривые также были получены в режиме ω -сканирования при фиксированном положении детектора. На рисунке 2.7. (а-е) показаны дифрактограммы образцов, кристаллизованных при

длительности 1, 2, 5, 20, 60, 150 и 360 мин. В дифракционной картине образца $t=1,2$ мин (рис. 2.7, а) в области $2\Theta = 48,0-49,8^\circ$ наблюдается выраженное диффузное плато; при $2\Theta = 50,3^\circ$ виден слабо выраженный дифракционный пик от Bi,Ga:DyIG пленки, что указывает на начальную стадию процесса кристаллизации пленки. Дифракционный пик слева от подложки обусловлен тонкой структурой характеристической рентгеновской линии CuK_α (измерения проводились по схеме без монохроматизации излучения). Дифрактограммы (рис.2.7) представляют нормированные пиковые интенсивности от структуры пленки, поэтому с увеличением кристалличности осажденного слоя и его интенсивности дифракция пика линии CuK_α становится неотличимой.

В отличие от образца $t=1,2$ мин, в дифракционной картине образца $t=5$ мин (рис.2.7, б) наблюдается выраженный пик пленки Bi,Ga:DyIG . Полная ширина на половине максимума (FWHM) кривой довольно велика ($\text{FWHM} = 1,37^\circ$). FWHM определяется величиной диффузного рассеяния рентгеновских лучей и зависит от структурной плотности дислокаций, наличия микронеоднородностей и т.д. Поэтому ее высокое значение для $t=5$ мин указывает на высокую плотность структурных дефектов в сформированном поликристаллическом слое и незавершенность процесса кристаллизации.

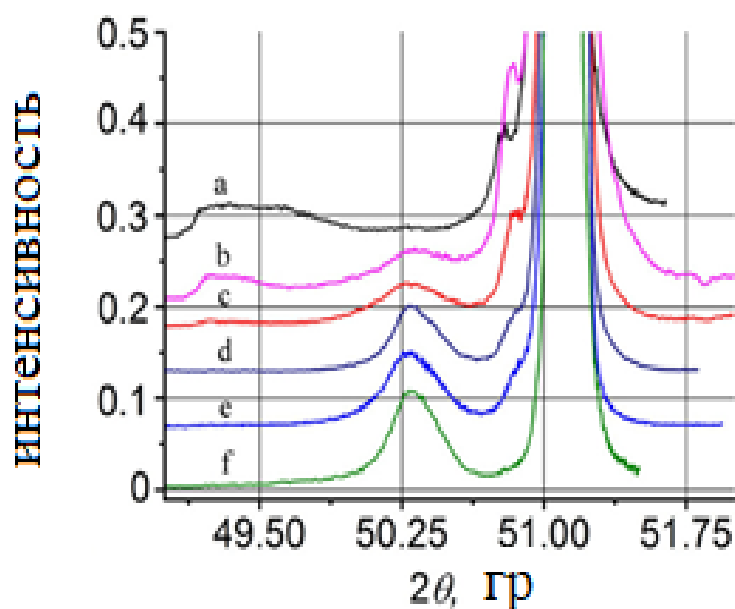


Рис. 2.7. XRD зависимость состава гранатовых пленок Bi,Ga:DyIG на подложках GGG от времени отжига: а – 1,2 мин; б – 5 мин; с – 20 мин; д – 60 мин; е – 150 мин; ф – 360 мин.

Для образца $t = 20$ мин (рис.2.7, с) просматривается такая же картина, как и для $t = 5$ мин, однако правые и левые «плечи» дифракционного пика менее выражены, что

указывает на релаксацию напряжения в структуре. Дифракционная картина полностью изменяется для образцов, кристаллизующихся при времени отжига $t = 60$ мин или более. При $t = 360$ мин дифракционный пик полностью разрешен (рис.2.7, f), правое и левое «плечи» отсутствуют, $\text{FWHM} = 0,89^\circ$. Таким образом, за счет продолжительного времени отжига остаточные напряжения спадают и плотность структурных дефектов уменьшается. Коэрцитивная сила и RMS для этих пленок принимали максимальные значения для всей серии образцов на подложках GGG 700 Э и 14,6 нм соответственно.

Чтобы определить влияние материала подложки (параметра рассогласования кристаллических решеток подложки и пленки) на шероховатость поверхности и другие характеристики пленки, несколько пленок было осаждено и кристаллизовано на подложке CMZGGG. На рисунках 2.8 – 2.10 представлены изображения MCM топографии образцов на подложках CMZGGG при разном времени отжига.

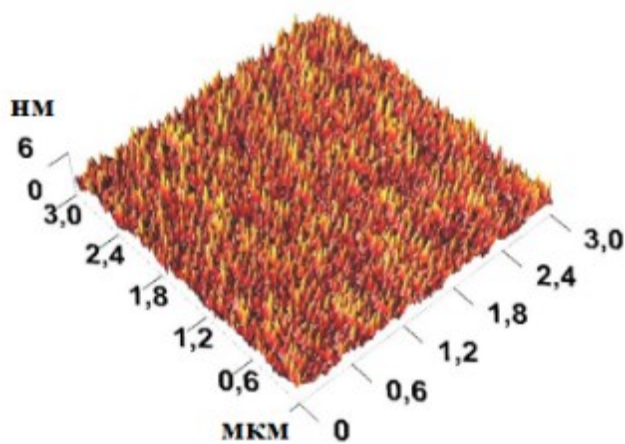


Рис. 2.8. MCM топография, время отжига 10 мин (подложка CMZGGG).

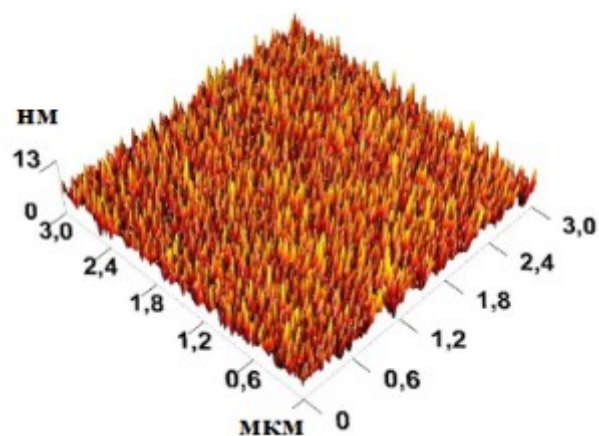


Рис. 2.9. MCM топография, время отжига 20 мин (подложка CMZGGG).

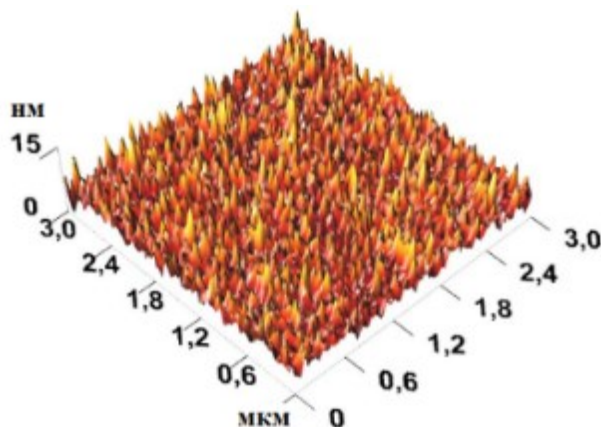


Рис. 2.10. МСМ топография, время отжига 60 мин (подложка CMZGGG).

На рисунке 2.11 представлены зависимости угла фарадеевского вращения и шероховатости от времени кристаллизационного отжига пленок на подложках CMZGGG. Показано, что после 60 минут отжига угол фарадеевского вращения еще не достигает насыщения, а шероховатость составляет 2,51 нм. Структура поверхности мелкозернистая. Зависимость угла фарадеевского вращения для данной серии образцов достигает насыщения только при $t = 360$ мин. При этом шероховатость составляет 32,6 нм, а средний размер кристаллитов при их основании – 250-300 нм. То есть пленки при такой длительности отжига уже демонстрируют развитую крупноблочную структуру поверхности.

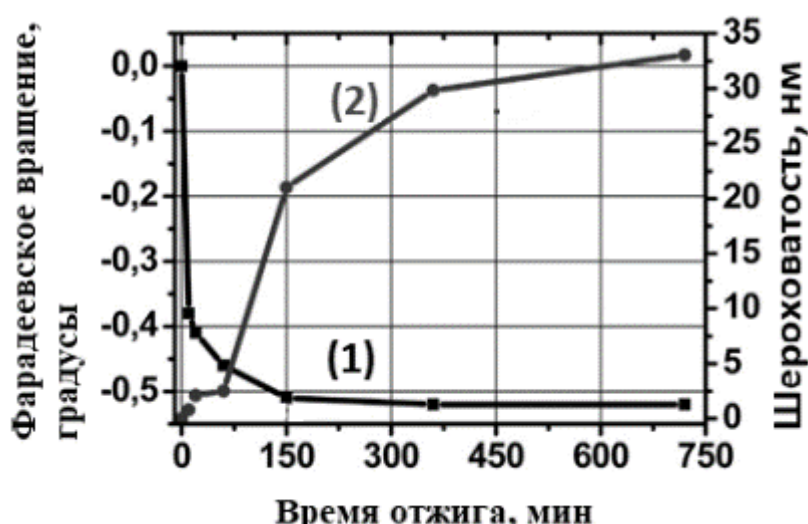


Рис. 2.11. Зависимости угла фарадеевского вращения (1) и шероховатости (2) пленок Bi,Ga:DyIG от времени отжига (подложка CMZGGG).

Таблица 2.2. Зависимость шероховатости RMS от времени отжига образцов пленок Bi,Ga:DyIG на подложках CMZGGG.

№	Время отжига. 700°, мин	Шероховатость RMS, нм	Рассогласование решеток
1	1,2	0,9	
2	10,0	1,7	
3	20,0	2,41	

4	60,0	2,51	0,0073
5	150,0	21,7	
6	360,0	32,6	

Угол дифракции Брэгга для пленок на подложках CMZGGG равен $2\Theta_B = 50,26^\circ$, параметр решетки равен $a_{\text{Film}} = 1,2567$ нм, а это означает, что $\Delta a = 0,0073$, что в 2,3 раза меньше, чем на подложке GGG. Расчет параметра решетки для образцов на CMZGGG в соответствии с номинальным составом мишени и законом Вегарда [92] показал, что $a = 1,2567$ нм. Это указывает на идентичные составы мишени и пленки на подложках CMZGGG, т.е. во время процесса распыления почти 100% материала мишени вступило в контакт с подложкой, и во время кристаллизационного отжига фаза граната такого же состава образуется на подложке CMZGGG.

Из представленных зависимостей шероховатости от времени отжига для образцов на подложках GGG и CMZGGG видно, что шероховатость RMS во втором случае на участке времен отжига до 60 мин растет значительно более медленными темпами, что обусловлено более низким значением параметра рассогласования решеток пленки и подложки: $\Delta a = 0,0168$ для образцов на подложке GGG, $\Delta a = 0,0073$ для образцов на подложках CMZGGG. В отличие от результатов, полученных в [44], не только размер кристаллитов, но и их плотность существенно зависят от времени отжига. Увеличение времени отжига приводит к увеличению размера кристаллитов за счет их слияния, форма кристаллитов остается неизменной. Аналогичные результаты были получены в [93] при кристаллизационном отжиге напыленных методом реактивного ионно-лучевого распыления пленок состава $\text{Bi}_{2,8}\text{Y}_{0,2}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$.

Магнитные доменные структуры тонких пленок Bi,Ga:DyIG на подложках GGG и CMZGGG, отожженных в разное время в отсутствие внешних магнитных полей, показаны на рис. 2.12 – 2.15. Доменные структуры наблюдались с использованием двухпроходного режима MCM микроскопии.

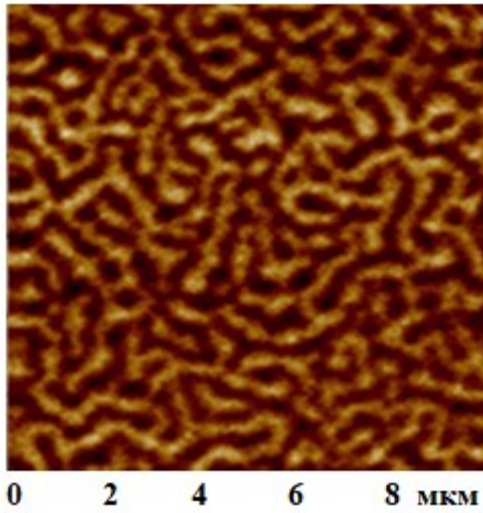


Рис. 2.12. МСМ, время отжига 1,2 мин (подложка GGG).

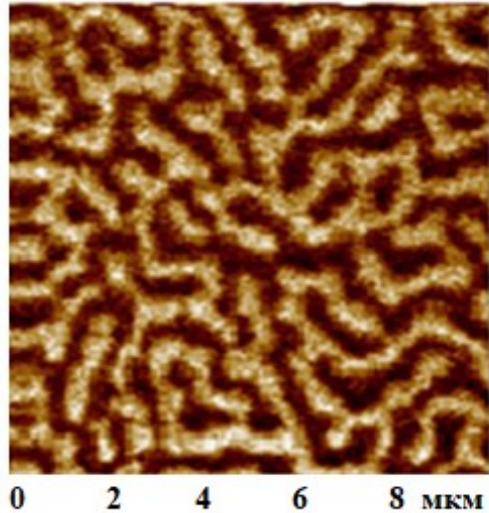


Рис. 2.13. МСМ, время отжига 5 мин (подложка GGG).

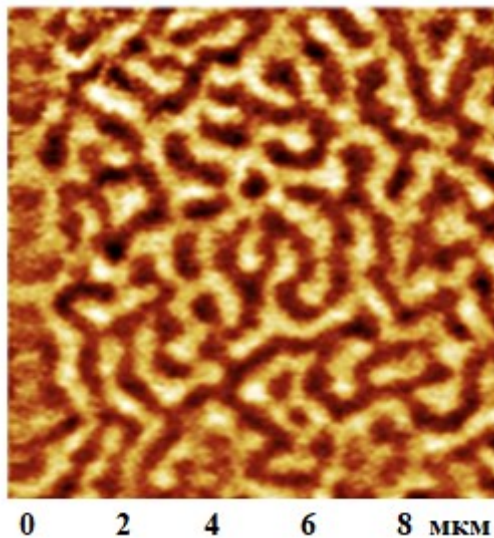


Рис. 2.14. МСМ, время отжига 20 мин (подложка GGG).

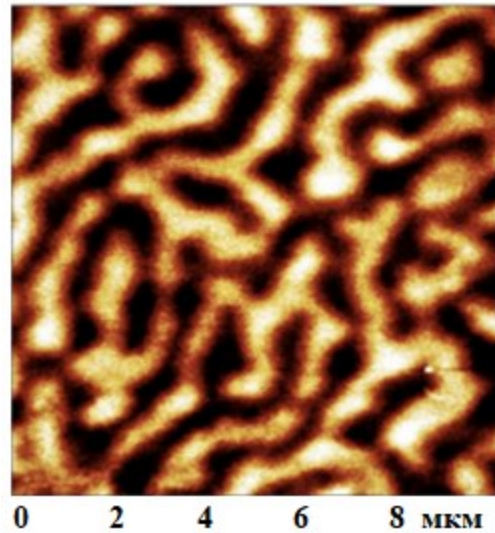


Рис. 2.15. МСМ, время отжига 20 мин (подложка CMZGGG).

Bi,Ga:DyIG пленки являются высококоэрцитивными и после намагничивания обычно имеют тенденцию оставаться в однодоменном состоянии. Для наблюдения за доменной структурой (ДС) таких пленок проводился процесс размагничивания путем нагрева выше температуры Кюри и охлаждением в отсутствие внешнего магнитного поля. Доменная структура данных пленок аналогична классическим пленкам эпитаксиального граната, которые четко указывают на кристалличность фазы феррит-гранатовых пленок.

Однако для пленок на подложках GGG с низким временем отжига (рис. 2.12 – 2.14) на фоне однородно намагниченных доменов наблюдается тонкая магнитная структура (субструктура). Увеличение времени отжига приводит к увеличению средней ширины доменов W ($W = 0,5$ мкм при $t = 1,2$ мин и $W = 1$ мкм при $t = 20$ мин). Для пленок на подложках CMZGGG $W = 0,7$ мкм при $t = 20$ мин, что может указывать на различные значения одноосной магнитной анизотропии пленок на подложках GGG и CMZGGG. Действительно, измерения поля одноосной анизотропии показали, что при том же времени отжига поле одноосной анизотропии пленок на GGG выше, чем пленки на CMZGGG.

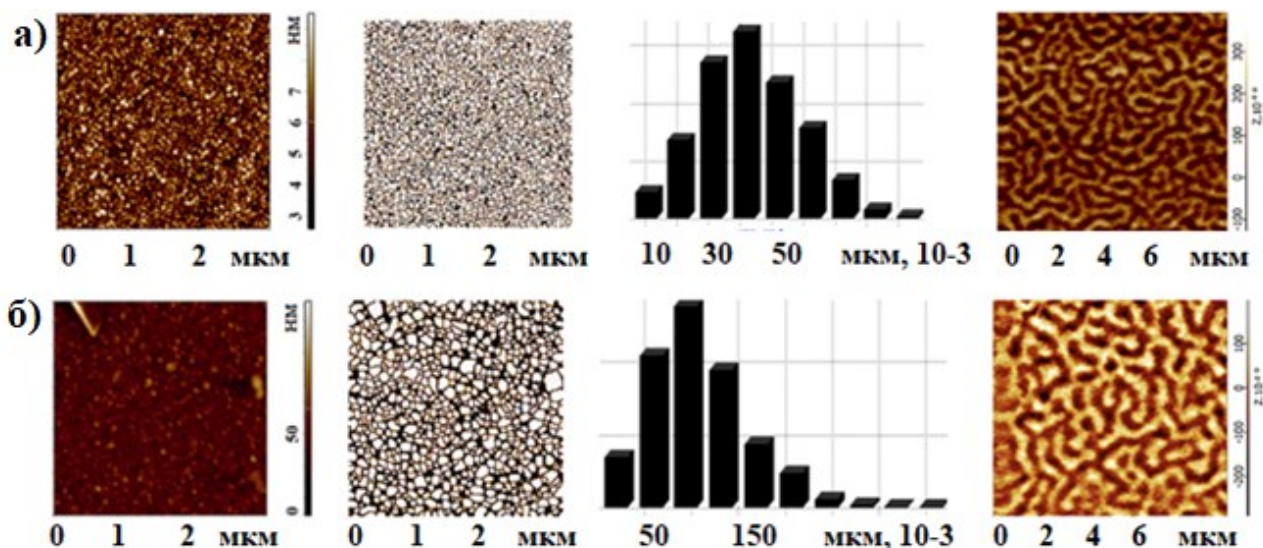


Рис. 2.16. Топография, распознавание зеренной структуры, гистограмма распределения зерен по размерам и доменная структура (слева направо) пленок Bi,Ga:DuIG на подложке GGG для 1,2 мин (а) и 20 мин (б) отжига.

2.2. Исследование двухслойных структур тонких пленок ферримагнетиков для создания многослойных магнитооптических устройств.

Метод реактивного ионно-лучевого осаждения (RIBS) был использован для создания двухслойных пленок из висмут-замещенных ферритов-гранатов (Bi:IG). Этот процесс осуществлялся в смеси кислорода и аргона, используя источник ионного пучка. Пленки были нанесены из керамической мишени на подложки из гадолиний-галлиевого граната (GGG) с кристаллографической ориентацией (111), а также на подложки из оксида кремния SiO₂ [7,9,10,94]. Кристаллизационный отжиг осуществлялся на воздухе (при атмосферном давлении) и диапазоне температур от 650°C до 710°C, периоде времени от 20 мин до 60 мин. В процессе отжига образуется фаза граната. Использовались различные составы Bi:IG: G1 – Bi_{1,0}Lu_{0,5}Gd_{1,5}Fe_{4,2}Al_{0,8}O₁₂, G8 – Bi_{2,5}Gd_{0,5}Fe_{3,8}Al_{1,2}O₁₂, GN – Bi_{2,8}Y_{0,2}Fe₅O₁₂. Все исследованные образцы имеют два слоя (G1/G1, G1/G2 или G1/GN) с толщиной первого слоя G1, вторых слоев G1, G8 и GN 80 нм, 230 нм, 195 нм и 177 нм, соответственно.

Использовались два ключевых технологических режима (метода, способа) кристаллизационного отжига для данного типа структур. Каждый слой структуры кристаллизовался отдельно в обоих режимах. Температура отжига зависела от состава и составляла 700°C, 680°C и 650°C для G1, G8 и GN соответственно.

Первый режим (погружение), именуемый в дальнейшем "I", описание:

- Образец почти сразу же погружали в тепловое поле при температуре отжига.
- Кристаллизационный отжиг образца происходил в течение 20 мин после достижения термодинамического равновесия.

Второй режим (медленный), именуемый в дальнейшем "II", описание:

- Синтез проводили при очень медленном нагреве (скорость нагрева около 2 – 3°C/мин) образца до оптимальной температуры для данного состава и последующей кристаллизации при постоянной температуре в течение 60 мин.

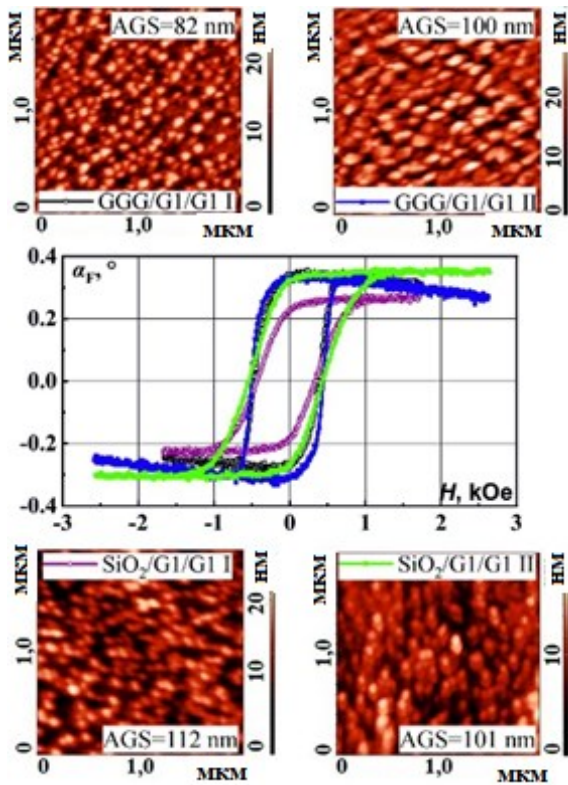


Рис. 2.17. Топография и FHL двухслойных структур Bi:IG на подложках SiO₂ и GGG со слоями состава G1/G1.

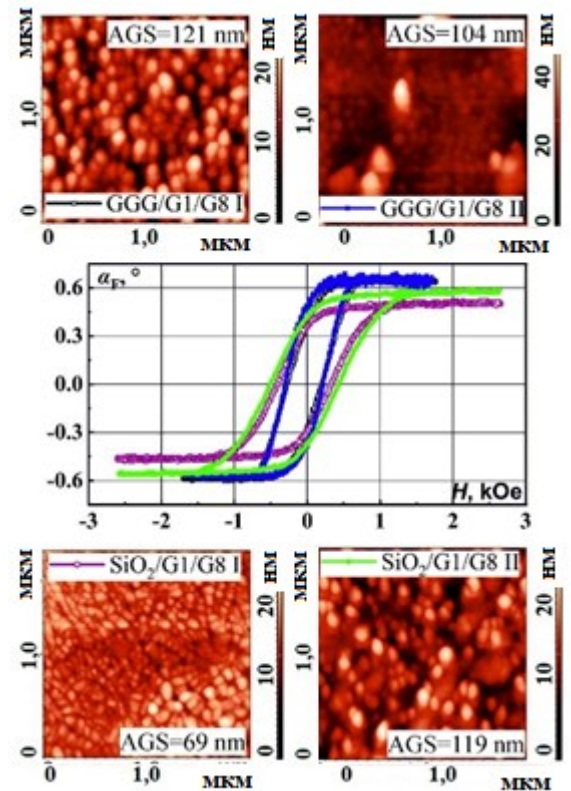


Рис. 2.18. Топография и FHL двухслойных структур Bi:IG на SiO₂ и подложках GGG со слоями состава G1/G8.

На рис. 2.17 представлена топография и FHL двухслойных структур Bi:IG на подложках SiO₂ и GGG со слоями состава G1/G1. На рис. 2.18 представлена топография и FHL двухслойных структур Bi:IG на подложках SiO₂ и GGG со слоями состава G1/G8. На рис. 2.19 представлена топография и FHL двухслойных структур Bi:IG на подложках SiO₂ и GGG со слоями состава G1/GN.

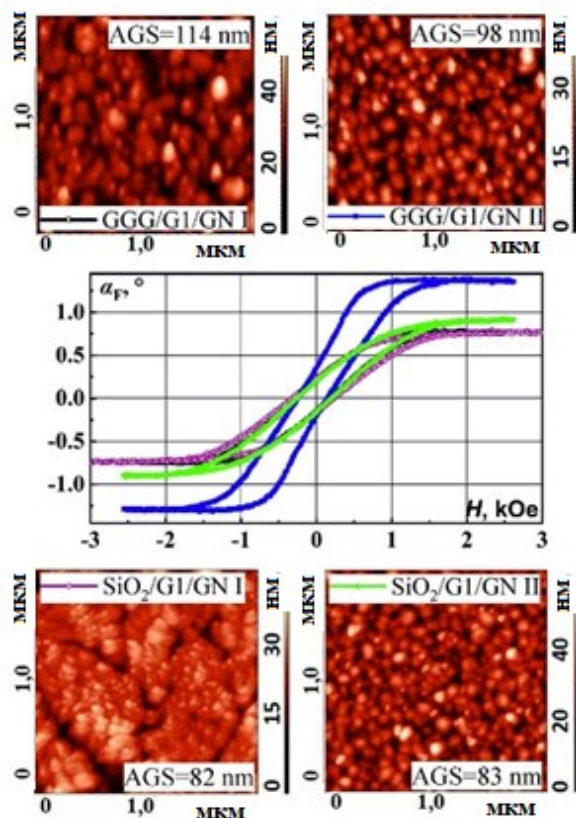


Рис. 2.19. Топография и FHL двухслойных структур Bi:IG на SiO₂ и GGG подложках со слоями состава G1/GN.

Для исследований были использованы АСМ-изображения размерами 15x15 мкм и 2x2 мкм. Были определены параметры перепада высот P , среднеквадратичного значения шероховатости RMS, и среднего размера поликристаллитов AGS. Угол фарадеевского вращения и петли гистерезиса Фарадея FHL были измерены компенсационным методом с использованием автоматического магнитополяриметра на длине волны 655 нм. Магнитополяриметр включает источник света (полупроводниковый лазер), поляризатор, МО модулятор, электромагнит, компенсатор, анализатор, фотоприемник, электронную систему и персональный компьютер. В зазор электромагнита был помещен специальный держатель образца и датчик Холла для измерения напряженности магнитного поля. Диапазон доступных магнитных полей составлял от -5 до 5 кЭ.

Угол фарадеевского вращения α_F , удельный угол фарадеевского вращения Θ_F , коэрцитивная сила H_C , магнитное поле насыщения H_S , коэффициент прямоугольности петли гистерезиса K_S определялись по FHLs. Для расчета удельного угла Θ_F учитывалась общая толщина магнитных слоев. Толщину пленки h рассчитывали на основе скорости распыления с оптическим контролем и АСМ методами.

Таблица 2.3. Структурные и магнитные параметры образцов.

Состав&метод	θ_F , %/мкм	RMS, нм	P, нм	H_C , Oe	K_S
Gd₃Ga₅O₁₂					
G1/G1 I	0,97	4,6	89	426	0,98
G1/G1 II	1,01	5,9	65	487	0,99
G1/G8 I	2,22	3,4	51	240	0,52
G1/G8 II	2,22	9,8	60	264	0,71
G1/GN I	2,92	7,8	52	230	0,24
G1/GN II	5,25	5,2	80	193	0,19
SiO₂					
G1/G1 I	0,75	4,6	47	384	0,84
G1/G1 II	1,01	12	142	501	0,91
G1/G8 I	1,75	9,6	119	389	0,66
G1/G8 II	2,07	5,9	65	469	0,68
G1/GN I	2,92	8,1	65	289	0,27
G1/GN II	3,50	9,1	117	241	0,19

На рис. 2.17 – 2.19 показана корреляция топографии и FHL трех типов образцов. Все образцы, независимо от их состава, после кристаллизации имеют поликристаллическую поверхность. Процессы кристаллизации протекают по-разному на подложках, имеющих структуру граната и без нее [49,93]. Эпитаксиальный рост поликристаллов Vi:IG происходит на гранатовых подложках или подслоях. Но в случае подложек SiO₂ рост гранатовой фазы происходит по механизму спонтанной кристаллизации. Согласно данным АСМ, в обоих случаях пленкообразование происходит по островковому механизму. Для подложки GGG наблюдается рост отдельных ориентированных поликристаллов, равномерно распределенных по поверхности подложки [50]. В случае подложки SiO₂ образование поликристаллов начинается самопроизвольно в некоторых местах на поверхности подложки, а образование пленки происходит путем объединения агрегатов зерен микронных размеров. Это также видно по увеличению полей насыщения образцов при переходе от подложки GGG к SiO₂ (рис.2.19, FHL). Зерна на подложках SiO₂ имеют больший разброс анизотропии.

В результате на поверхности SiO_2 образуется пленка состава G1 с толщиной слоя более 60-70 нм [95]. Гранатовые структуры состава G8 и GN не образуются на SiO_2 . Для двухслойных пленок определен базовый слой G1 толщиной 80 нм. Его назначение – быть «затравкой» для кристаллизации второго основного слоя G1, G8 или GN. Эти слои рассматриваются нами как функциональные части двухслойной пленки в целом. Структура двухслойных пленок зависит от исходной структуры подслоя G1. Например, поверхность двухслойных пленок G1/ G8 I демонстрирует различные характеристики на подложках GGG и SiO_2 , соответственно. Поверхность пленок на GGG характеризуется равномерным распределением кристаллитов. Зерна имеют примерно одинаковый размер даже на кадрах большой площади. Средний размер кристаллитов составляет около 90-100 нм. Поверхность пленок на SiO_2 показывает наличие областей с различными кристаллическими структурами – областей с крупными кристаллитами около 200-500 нм четкой прямоугольной или треугольной формы, гладких областей с небольшими "круглыми" кристаллитами того же размера или областей, явно являющихся границами сросшихся конгломератов. Фрагмент гладкой области размером 2x2 мкм показан на рис. 2.17.

Наиболее неравномерная структура наблюдается на образцах с подложками SiO_2 при первом режиме отжига. Пленки, образующиеся при втором режиме отжига, имеют более однородную структуру на SiO_2 . Более длительное время отжига (второй режим) приводит к переформированию центров кристаллизации в крупные гладкие поликристаллические пленки. Напротив, увеличение времени отжига приводит к образованию крупных кристаллитов и неоднородности их распределения на GGG.

На рисунке 2.20 показана структура поверхности таких пленок на GGG и гистограммы распределения их зерен по размерам. Сравнение топографии на подложке GGG при различных методах отжига показано на рис. 2.21. Изменяя состав второго слоя (меняя тип анизотропии), мы можем варьировать магнитные характеристики системы. Пленки G1/G1 имеют максимальный коэффициент прямоугольности $K_S = 0,99$ и низкое поле насыщения H_S 0,59-1,10 кЭ (рис. 2.17, FHL). Это подтверждает наличие анизотропии типа «легкая ось». Анизотропии «угловой фазы» и «легкой плоскости» реализованы в пленках G1/G8 ($K_S = 0,66$, $H_S = 0,75-1,34$ КЭ) и G1/GN ($K_S = 0,27$, $H_S = 0,74-1,60$ КЭ).

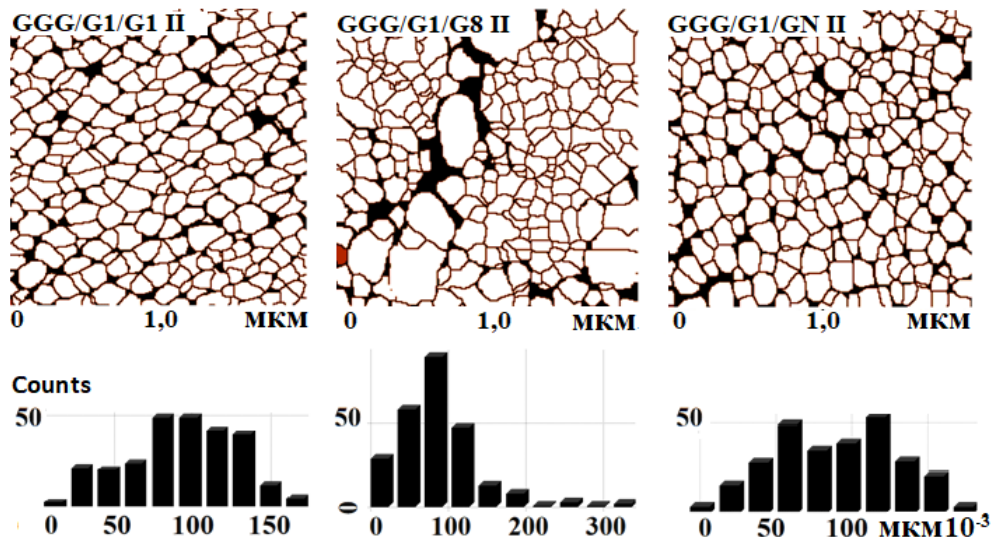


Рис. 2.20. Анализ зерен различных двухслойных Bi:IG структур на подложке GGG.

Пленки были подвергнуты отжигу в режиме II.

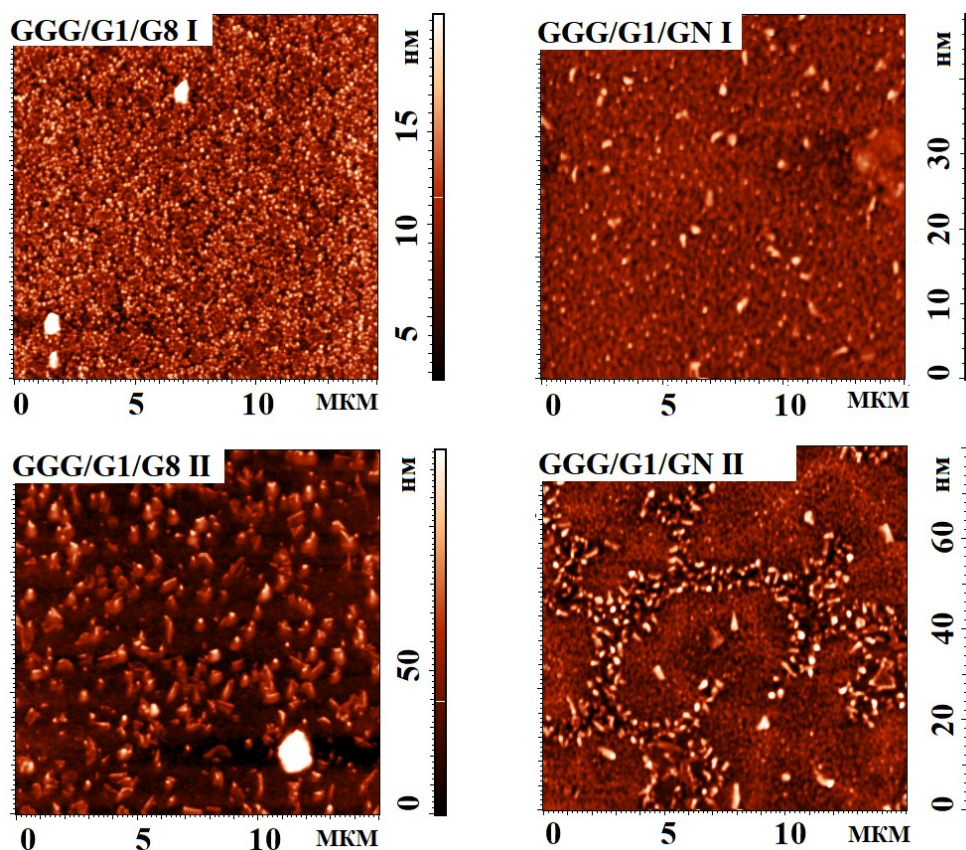


Рис. 2.21. Топография Bi:IG структур различного состава на подложке GGG.

Сравнение пленок, подвергнутых отжигу с первым I и вторым II режимами.

Таким образом, пленки G1/G1 и G1/G8 демонстрируют более выраженную одноосную анизотропию при втором способе отжига. Это также может быть связано с диффузией гранатообразующих элементов из подложки во время длительного отжига в случае подложки GGG.

Уменьшение значений угла фарадеевского вращения для пленок SiO_2 происходит довольно сильно при применении первого режима (таблица 2.3). Для образцов G1/G1 и G1/G8 тенденции магнитооптических и магнитных параметров совпадают. Пленки на GGG при первом и втором режимах отжига идентичны. Разница в режимах отжига наиболее отчетливо видна для образцов на SiO_2 . Для всех типов таких пленок наиболее выгоден второй режим отжига. Для G1/GN первый режим отжига приводит к снижению качества пленок для любой подложки. Этот состав имеет наибольший параметр решетки, и процессы его кристаллизации, по-видимому, требуют более специфических условий без резкого изменения температурного градиента.

2.3. Выводы

Шероховатость RMS пленок Bi,Ga:DyIG на подложках GGG и CMZGGG возрастает с увеличением времени отжига, их поверхностная текстура изменяется от мелкозернистой до крупнозернистой. При времени отжига до 60 мин RMS пленок на подложках CMZGGG существенно ниже, чем на GGG. Рассогласование параметров кристаллических решеток пленок и подложек GGG и CMZGGG после отжига при $t = 5$ мин не зависит от дальнейшего отжига и составляет 0,0168 нм на подложках GGG и 0,0073 нм на подложках CMZGGG. Таким образом, составляющая напряжений в пленках на подложках GGG выше, что объясняет повышенную RMS пленок на подложках GGG по сравнению с пленками на CMZGGG при одинаковых t . При том же времени отжига поле одноосной анизотропии пленок на подложках GGG выше, чем пленок на CMZGGG. Время кристаллизационного отжига для пленок на подложках гадолиний-галлиевого граната и пленок на подложках кальций-магний-циркониевого гадолиний-галлиевого граната, позволяющее выйти на высокие значения угла Фарадеевского вращения при относительно низкой шероховатости поверхности, составляет 15 ± 5 мин. Таким образом данный временной интервал отжига позволяет обеспечить сочетание высоких магнитооптических характеристик, с одной стороны, и параметров шероховатости поверхности, с другой стороны.

Изучено влияние режима кристаллизационного отжига на формирование двухслойной кристаллической структуры Bi:IG . Сравнивались два метода. Оба метода подходят для кристаллизации пленок Bi:IG состава G1/G1 и G1/G8 на подложках GGG. Однако второй метод лучше подходит для формирования всех исследованных пленок Bi:IG на подложках из SiO_2 , которая не имеет исходной структуры граната, и G1/GN независимо от типа подложки. Было обнаружено, что более гладкие и однородные

образцы на негранатowych подложках могут быть получены при использовании медленного и длительного отжига, в то время как высококачественные пленки на гранатowych подложках формируются при более коротком нагреве и отжиге.

Глава 3. Разработка и апробирование комплекса методов, объединяющих технологии магнитооптической микроскопии и атомно-силовой микроскопии.

3.1. Комбинация магнитооптического метода измерения и атомно-силовой микроскопии.

Сегодня магнитно-силовая микроскопия (МСМ) активно используется для исследования доменных структур малого размера. Изображения, полученные с помощью МСМ, показывают распределение в пространстве различных параметров, которые описывают магнитное взаимодействие между зондом и образцом. [11]. Чтобы устранить влияние рельефа образца на изображение магнитной доменной структуры, был предложен двухпроходный метод сканирования. [62,84–86,96]. Кроме того, одним из направлений совершенствования магнитных методов зондовой микроскопии является создание магнитных кантилеверов с меньшим радиусом закругления, то реализуется, в том числе за счет напыления магнитного материала исключительно на боковую поверхность кантилевера. Данный метод позволяет найти компромисс между максимальной чувствительностью и минимальным радиусом закругления [97].

Однако, существенными недостатками МСМ являются следующие: регистрация не столько самой доменной структуры, сколько градиента магнитного поля на некоторой поверхности над образцом, возможные перемагничивания в системе магнитный зонд - магнитный образец, которые могут происходить во время исследования образца, а также сложность измерений с изменением параметров внешней среды, таких как изменение температуры (в частности – нагрев) и изменение магнитного поля.

Дополнительный фактор неопределенности вносит невозможность предварительной визуализации, пусть и с худшим разрешением доменной структуры образца. МСМ исследует относительно малые области образца, ограниченные движением пьезокерамического сканера в латеральной плоскости, как правило 100 x 100 мкм. Исследуемая область может иметь структурные дефекты, грязь которые не позволят использовать МСМ. Кроме того, на исследуемом участке доменная структура может находиться в однодоменном состоянии или же доменная структура может отсутствовать. Эти факторы могут не позволить эффективно использовать МСМ методы. В то же время существует давно зарекомендовавший себя магнитооптический способ визуализации магнитной доменной структуры за счет регистрации угла поворота плоскости

поляризации света при прохождении через магнитный образец, эффектов Фарадея и/или Керра как описано в первой главе.

В данном подразделе представлен способ комбинации магнитооптического метода измерения и атомно-силовой микроскопии. Для этого использовалась схема измерений, включающая следующие основные узлы: диодный лазер с длиной волны 473 нм, поляризатор – пластина $\lambda/2$, схему сбора и подвода лазерного излучения к магнито-силовому микроскопу, специальную оптическую измерительную АСМ головку с объективом 100X и NA=0,7 для фокусировки лазерного излучения на образец, полый держатель образца, линзу для сбора прошедшего через образец оптического сигнала, анализатор, детектор. Схематично измерительная установка представлена на рис. 3.1.

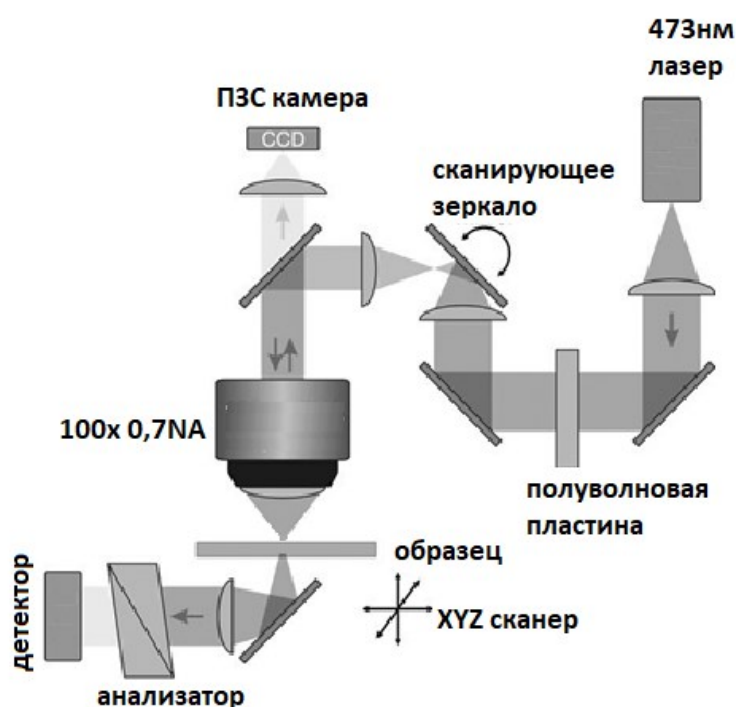


Рис. 3.1. Схема измерительной установки комбинации магнитооптического метода и АСМ.

Данная схема измерений позволяет провести магнитооптические измерения в той же самой области образца, в которой затем, могут быть проведены измерения классической магнито-силовой микроскопией. В данной конфигурации измерительной системы не требуется переюстировка, репозиционирование измерительной головки или образца, что гарантирует при наличии оптического контроля, попадание в единую область сканирования как лучом лазера, так и АСМ кантилевером. Для проведения магнитооптических измерений выполняется настройка положений поляризатора и

анализатора друг относительно друга, для этого в отсутствии образца определяется минимум и максимум приходящего на детектор света (PMT) в зависимости от относительного положения поляризатора. На рис. 3.2 показан результат сканирования лазером квадратной области со стороной 5 мкм. В процессе сканирования производился поворот поляризатора относительно анализатора на 5° каждые пять линий сканирования. Показано изменение интенсивности пропускания света в зависимости от угла положения пластины $\lambda/2$ (поляризатора).

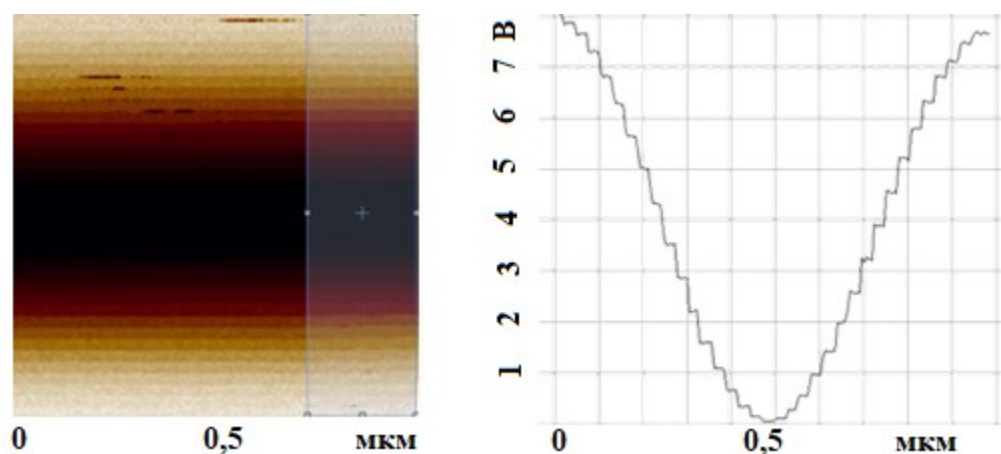


Рис. 3.2. Сканирование лазером при повороте поляризатора относительно анализатора на 5° каждые пять линий сканирования – слева. Сечение скана – справа.

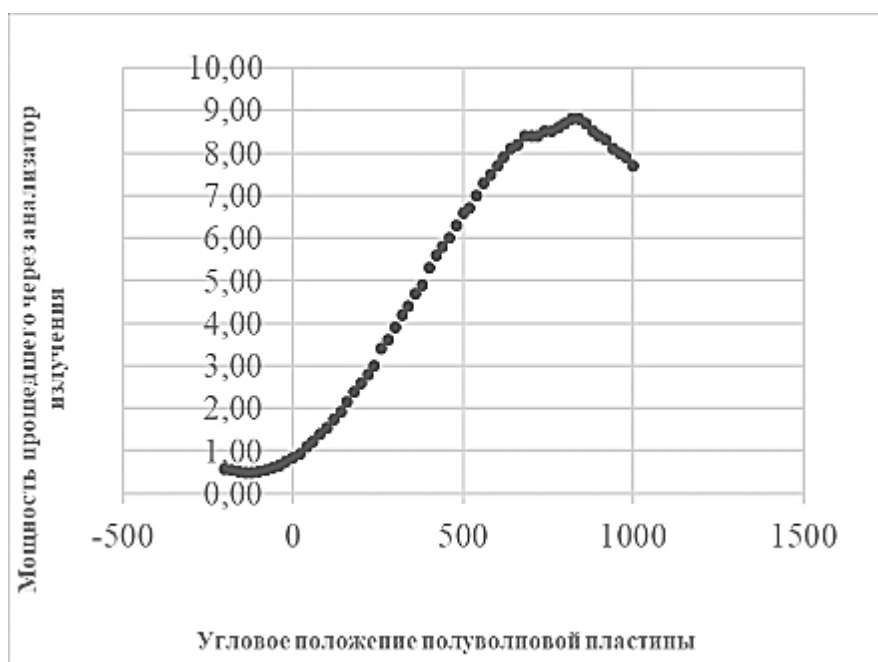


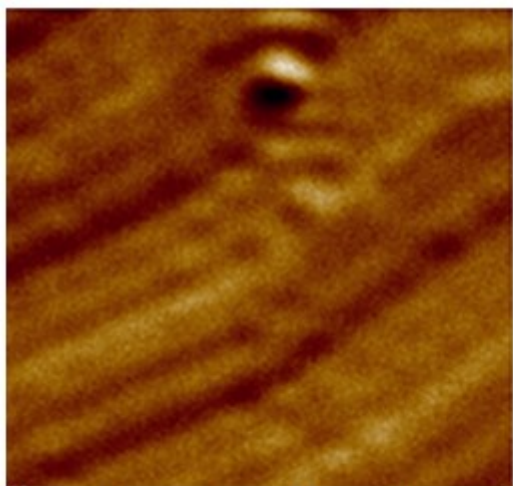
Рис. 3.3. Мощность падающего на детектор излучения в зависимости от положения поляризатора.

На рис. 3.3 показана зависимость мощности падающего на детектор излучения в зависимости от положения поляризатора. Показана возможность работы установки во всем диапазоне углов вращения поляризации. После калибровки необходимо выбирать режим работы поляризатора и анализатора с учетом этой зависимости. После калибровки производится сканирование (в режиме сканирования образцом), при котором образец позиционируется под лазерным излучением и проходит заданное количество строк. В результате лазерное излучение попадая в каждый момент времени на новую область на образце, проходит через данную область в собирающую линзу, при этом происходит вращение плоскости поляризации излучения благодаря эффекту Фарадея, заключающегося в том, что при распространении линейно-поляризованного света через оптически неактивное вещество, находящееся в магнитном поле, наблюдается вращение плоскости поляризации света. Угол поворота плоскости поляризации равен

$$\theta = \rho Vd,$$

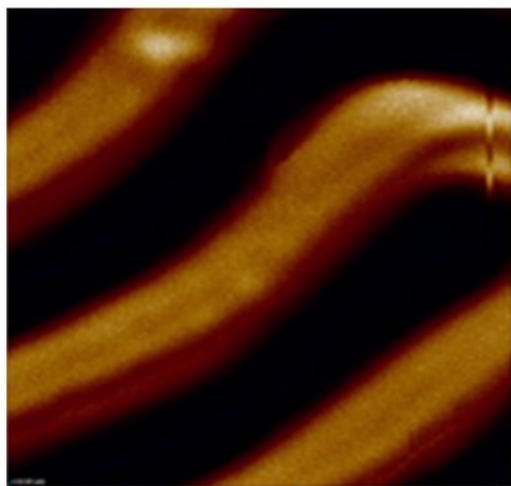
где ρ - постоянная Вердэ (скалярная физическая величина, характеризующая вращение плоскости поляризации света, распространяющегося в веществе вдоль линий магнитного поля, в которое помещено вещество, значение постоянной Верде зависит от свойств вещества, длины волны и монохроматичности падающего излучения, а также температуры среды), V – амплитуда магнитного поля, d – длина пути лазерного излучения в веществе.

Таким образом, из-за разнонаправленности магнитного поля в отдельных доменах, вращение плоскости поляризации падающего света происходит в разную сторону, как показано на рис. 3.4. Для получения более контрастного изображения необходимо подстроить положение анализатора таким образом, чтобы обеспечить максимальное пропускание излучения, поляризованного одним из типов доменов. Поскольку домены в исследуемых тонких пленках феррита граната разнонаправлены, то соответственно если поляризатор настроен на максимум пропускания через один тип доменов, излучение, проходящее через другой тип доменов, практически не будет пропускаться анализатором. После соответствующей юстировки мы получим изображение показанное на рис. 3.5.



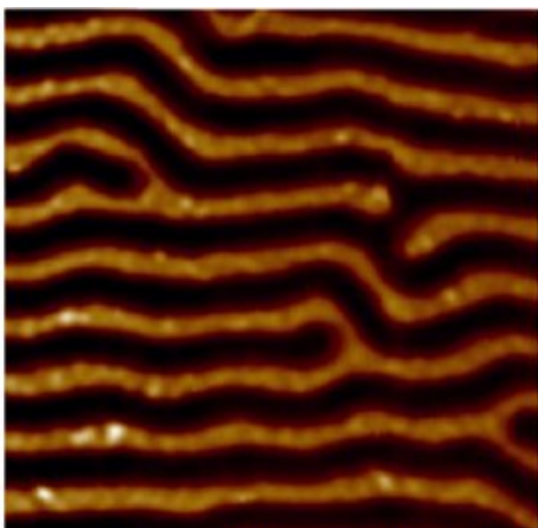
0 2 4 6 8 мкм

Рис. 3.4. Магнитооптическое изображение тонкой пленки феррита-граната без юстировки положения анализатора на домен.



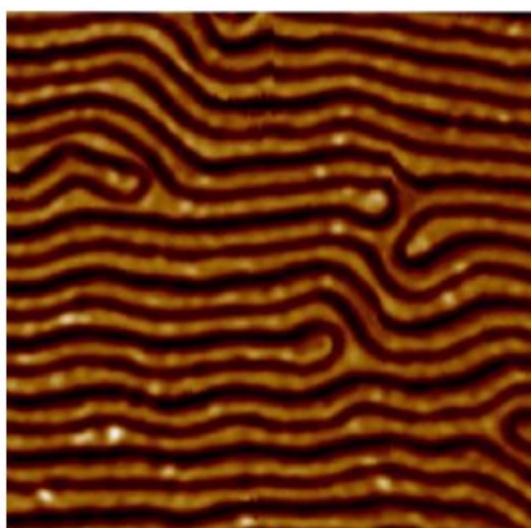
0 2 4 6 8 мкм

Рис. 3.5. Магнитооптическое изображение тонкой пленки феррита-граната после юстировки положения анализатора на домен.



0 5 10 15 мкм

Рис. 3.6. Магнитооптический контраст на доменах.



0 5 10 15 мкм

Рис. 3.7. Магнитооптический контраст на доменных границах.

Видно, что данным образом возможно получить изображение доменной структуры феррит-гранатовой тонкой пленки в АСМ. Изменяя угловое положение анализатора, можно добиться положения, при котором оба типа разнонаправленных доменов будут одинаково хорошо видны на детекторе, при этом минимум излучения будет приходиться на доменную стенку. На рис. 3.6 и 3.7 показаны изображения с магнитооптическим контрастом на доменах и на доменных границах в той же самой области образца.

Поскольку весь необходимый инструментарий для данных магнитооптических измерений был реализован в атомно-силовом микроскопе, то затем та же самая область может, без каких-либо манипуляций с образцом и/или оптическими элементами измерительной системы, быть просканирована в режиме магнитно-силовой микроскопии для получения информации о рельефе образца и магнитной доменной структуре с более высоким пространственным разрешением классической магнитно-силовой микроскопией с магнитным кантилевером. Пример таких результатов показан на рис. 3.8 (а – д). На рис. 3.8 (а) показана доменная структура тонкой пленки феррита-граната, полученная в режиме магнитооптической микроскопии в составе МСМ. Затем та же область образца была исследована магнитным зондом классическим двухпроходным МСМ (рис. 3.8, б), так же на первом проходе была снята топография этой области (рис. 3.8, с). Затем было произведено контрольное сканирование магнитооптическим методом (рис. 3.8, д).

Показано, что доменные структуры, полученные магнитооптическим методом и МСМ, соответствуют друг другу, однако в результате сканирования образца в режиме двухпроходного МСМ, магнитный кантилевер при взаимодействии с образцом перемагнитил некоторые участки исходной доменной структуры (красная область на рис. 3.8 (а, б, д)). Тот факт, что в МСМ изображение доменной структуры строится на взаимодействии магнитного датчика с магнитным же образцом, является одним из факторов, влияющих на достоверность получаемых в МСМ результатах.

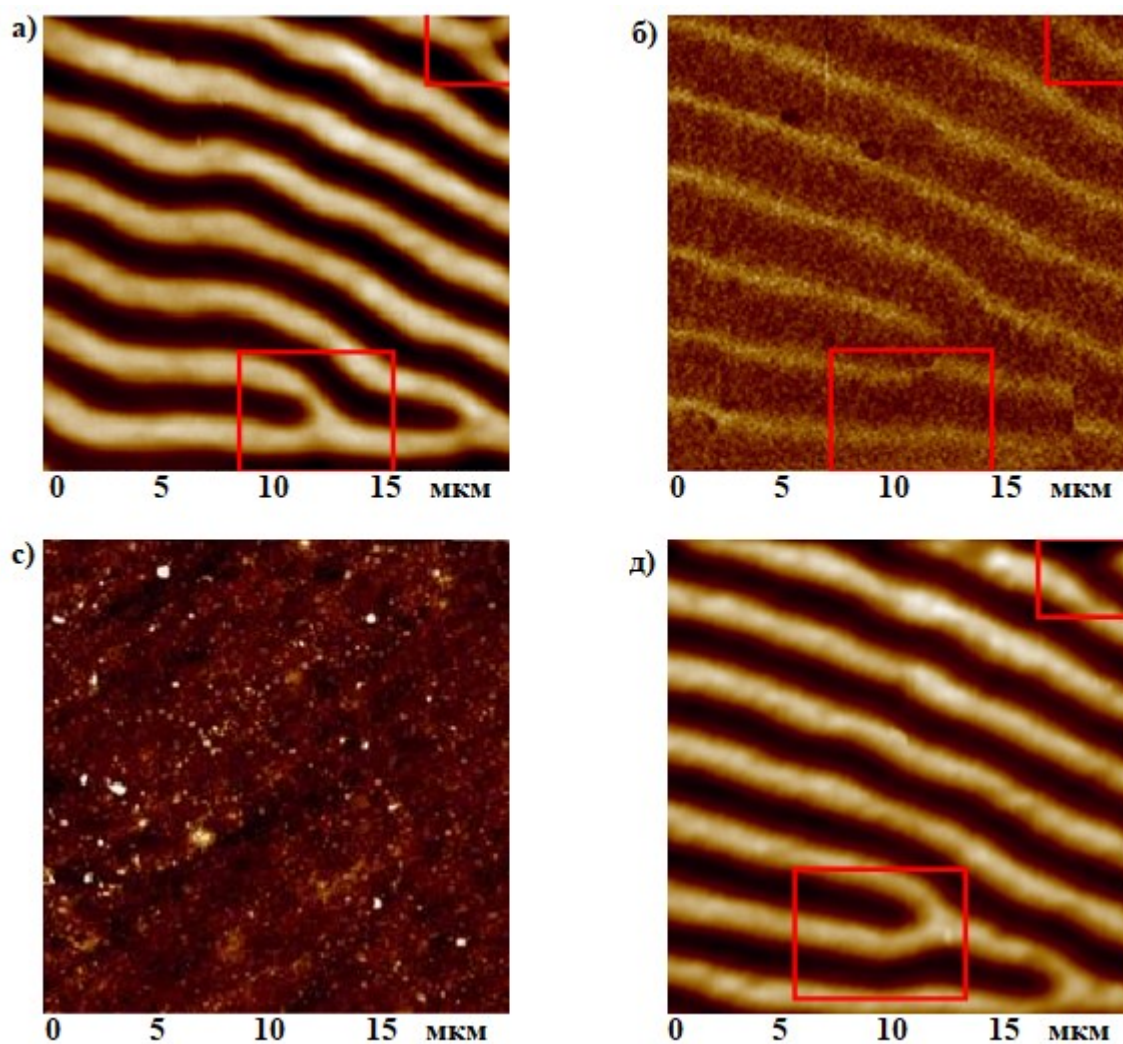


Рис. 3.8. Доменная структура, полученная МО методом (а); доменная структура, полученная двухпроходной МСМ (б); АСМ топография этой же области (с); доменная структура, полученная МО методом, контрольный скан (д).

Как показано выше, из-за взаимодействия магнитного кантилевера и магнитного тонкопленочного образца возможно перемагничивание. Кроме того, направление магнитного момента кантилевера оказывает существенное влияние на его взаимодействие с образцом и на получаемое изображение магнитной доменной структуры.

Однако, как было показано в первой Главе, применение магнитооптического метода существенно ограничено дифракционным пределом оптической микроскопии, так что наблюдение доменов субмикронных размеров сильно ограничено. При этом

существующие методы, позволяющие работать в диапазоне менее 1 мкм имеют свои существенные ограничения - так электронная микроскопия ограничена сложностью подготовки исследуемого образца, влиянием электромагнитного излучения электронной колонны, сильными электростатическими полями, а методы магнитно-силовой микроскопии ограничены необходимостью использования магнитного кантилевера, что может привести к перемагничиванию образца или самого кантилевера и, следовательно, погрешностями в результатах исследования [4,12]. Это требует усовершенствования методов визуализации доменной структуры образца исключающих недостатки существующих методов.

3.2. Усовершенствование магнитооптического метода в составе атомно-силовой микроскопии для исследования ферромагнитных тонких пленок с высоким пространственным разрешением.

Для преодоления дифракционного предела магнитооптического метода в составе АСМ предложено использование ближнепольной схемы засветки образца в режиме скрещенной поляризации относительно детектора. Оптическая микроскопия ближнего поля включает в себя значительно количество различных оптических методик, которые основаны на использовании оптической апертуры (отверстия в волноводе) размерами меньше длины волны света, при этом апертура располагается в непосредственной близости (на расстоянии меньше длины волны) от изучаемого образца [98]. На Рис. 3.9 демонстрируется процесс проникновения плоской волны через отверстие на экране с субволновой апертурой. Также на изображении представлено распространение волны за экраном, которое происходит в форме затухающих волн.

Коэффициент пропускания через апертуру в идеально тонком экране, в зависимости от размера апертуры и длины волны излучения, характеризуется следующим математическим выражением [99]

$$P_{\text{пропускания}} = \frac{64}{27 \times \pi} \left(\frac{2\pi a}{\lambda} \right)^4 a^2 \times \frac{c}{2} \varepsilon_0 E^2. \quad (3.2)$$

Данный коэффициент зависит от следующих основных параметров: диаметра апертуры a и длины волны света, которая используется для засветки образца λ как $(a/\lambda)^4$ [99]. В общих терминах, принцип ближнепольной оптической микроскопии основан на эффекте детектирования в дальней зоне следов взаимодействия света с зондом, находящимся в ближнем световом поле, то есть на расстоянии, которое описывается условием $h \ll \lambda$. Еще одним условием для ближнепольной микроскопии является размер апертуры d , который должен быть меньше длины волны ($d < \lambda$).

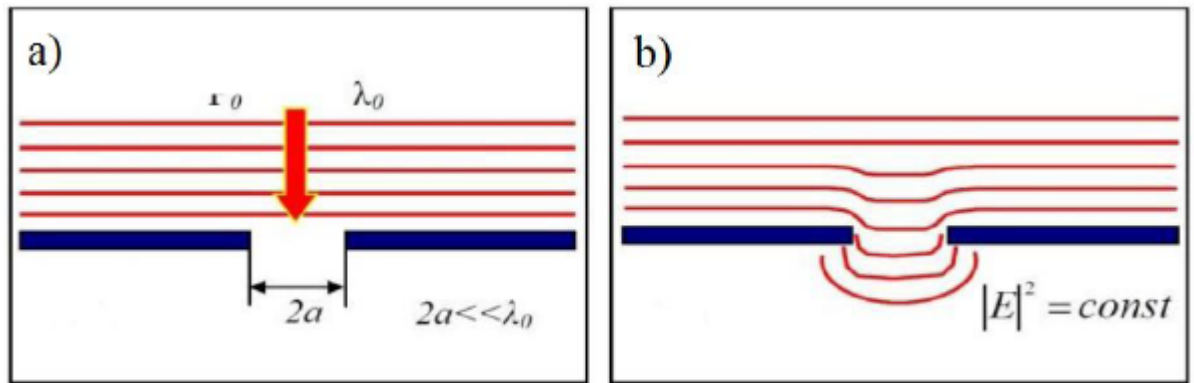


Рис. 3.9. Прохождение плоской волны через отверстие на экране с субволновой апертурой [11].

В Таблице 3.1. представлен сопоставительный анализ двух разновидностей апертурных зондов: оптоволоконного и кантилеверного типов. Зонд на основе оптоволоконна, применяемый в сканирующей ближнепольной оптической микроскопии (СБОМ), обычно представляет из себя заостренное стеклянное или кварцевое оптическое волокно. Металлическое покрытие наносится на боковую поверхность зонда, ограничивая световое излучение через боковые стороны [100]. Размер апертуры острия зонда для ближнепольной микроскопии, как правило, имеет диаметр сотни нанометров, данный факт представляет существенное ограничение для использования зондов оптоволоконного типа для исследования образцов с развитым рельефом. Поскольку, в данном случае, поддержание постоянного субволнового расстояния между зондом и образцом, в целях реализации ближнепольного метода, становится затруднительным в виду того, что размеры зонда могут превышать геометрические размеры впадин и высот на топографии изучаемого образца. Кроме того, оптоволоконные зонды для ближнепольной микроскопии являются довольно ненадежными из-за своей хрупкости. Невысокий коэффициент пропускания света является ограничивающим фактором применения зондов для оптических методик в том числе ближнепольной микроскопии. Оптоволоконные зонды при одинаковом диаметре отверстия могут иметь различное оптическое пропускание, значения коэффициента пропускания при этом могут отличаться на порядок, что может быть объяснено влиянием формы апертуры и микродефектов на игле. Еще одним типом зондов для ближнепольной микроскопии являются зонды изготавливаемые по примеру кремниевых АСМ кантилеверов, при этом в игле кантилевера создается

отверстие, обеспечивающее функционирование ближнепольных методик. Апертура на кремниевом кантилевера получается с помощью селективных химических процессов травления и сфокусированного ионного травления [101–104]. Кантилеверы для ближнепольной микроскопии получают значительно более прочными и имеют более повторяемые оптические параметры по сравнению с оптоволоконными зондами. При покрытии таких кантилеверов хромом и алюминием можно достичь существенного прогресса с точки зрения возможности работы при высоких температурах, которые могут образовываться при длительном лазерном облучении [105], в этом случае, представляется возможным работа с более мощными источниками излучения, которые могут существенно превосходить по мощности источники для волоконных игл [105]. В таблице 3.1. показано сравнение двух типов ближнепольных зондов.

Таблица 3.1. Сравнение оптоволоконного и кантилеверного зондов

Оптоволоконный зонд	Кантилеверный зонд
Хрупкость конструкции из-за использования оптоволокна как для засветки (фокусирования оптического излучения на образец), так и для получения информации о топографии в контактном режиме.	Кремниевый кантилевер намного более прочный относительно оптоволоконного.
Не позволяет использовать высокие мощности лазера засветки из-за деградации острия оптоволоконного датчика	Высокая термическая стабильность позволяет использовать более высокие мощности засветки благодаря возможности напыления термостабильного защитного слоя
Размер острия оптоволоконного зонда составляет несколько сотен нанометров, что затрудняет его использование для шероховатых образцов	Размер острия апертурного кантилевера как правило 120-200нм.
Пропускная способность оптоволоконных датчиков хуже кантилеверных из-за технологической сложности контроля угла сходимости острия	Более высокая пропускная способность относительно оптоволоконных зондов, на практике до 2×10^{-3}
Плохая повторяемость размера апертуры (размер выходного отверстия кантилевера)	Более высокая относительно оптоволоконных зондов повторяемость формы и размеры апертуры

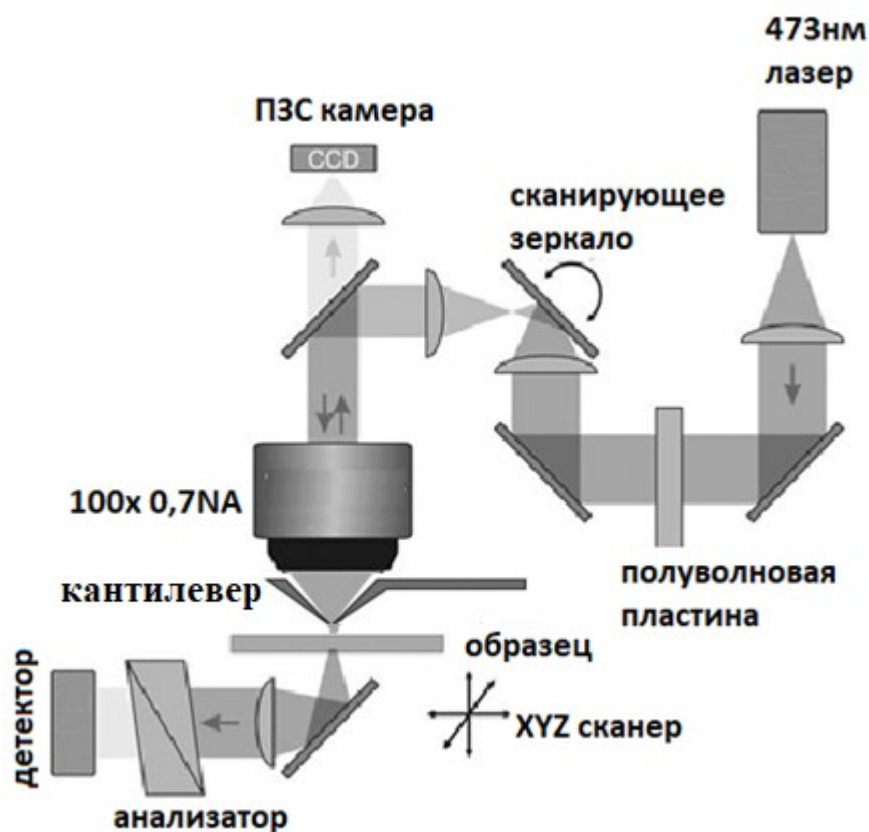


Рис. 3.10. Схематичное представление измерительной установки для реализации магнитооптического метода в составе атомно-силовой микроскопии с использованием апертурных кантилеверов.

Предложено использование апертурного кантилевера для повышения разрешающей способности магнитооптического метода в составе магнитно-силовой микроскопии. Схема измерительной установки для реализации магнитооптического метода в составе магнитно-силовой микроскопии с использованием апертурных кантилеверов представлена на рис. 3.10.

Основным отличием магнитооптического метода в составе АСМ от классического магнитооптического метода является использование немагнитного апертурного кремниевого кантилевера для фокусировки оптического излучения на образец в режиме СБОМ. Для фокусировки поляризованного лазерного излучения используется специальная АСМ измерительная головка со встроенным 100X, 0,7 NA объективом, который позволяет точно сфокусировать лазерный луч на апертуру кантилевера рис. 3.11.

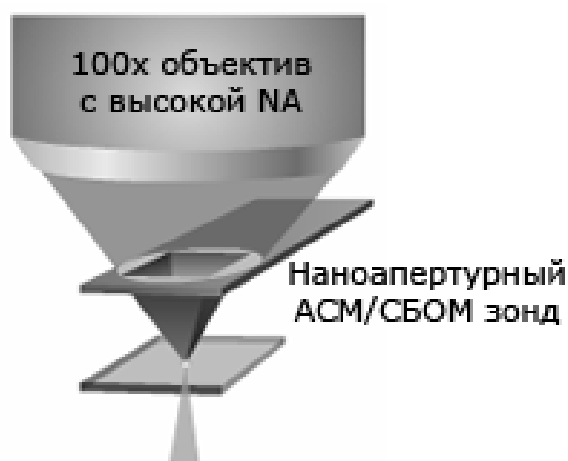


Рис.3.11. Немагнитный апертурный кантилевер для магнитооптического метода в составе АСМ.

После установки полуволновой пластины в режим скрещенной поляризации, тонкая пленка засвечивается через апертуру кантилевера с помощью линейно поляризованного лазера 473 нм в ближне-полюном режиме (расстояние от образца до апертуры кантилевера поддерживается менее 10 нм). Лазер с длиной волны 1064 нм используется в этом случае в системе регистрации отклонения кантилевера для избегания интерференции с лазером засветки. Держатель образца спроектирован с отверстием внутри для пропускания к системе регистрации света, проходящего через тонкую пленку.

Держатель образца устанавливается на пьезокерамический сканнер. Кантилевер подводится к образцу с помощью шагового двигателя. После подвода расстояние зонд-образец контролируется системой обратной связи. Пьезокерамический сканер передвигает образец строчка за строчкой под кантилевером (область сканирования до 100×100 мкм). При этом система «объектив-кантилевер-собирающая линза» находится в постоянном друг относительно друга положении независимо от движения образца сканером.

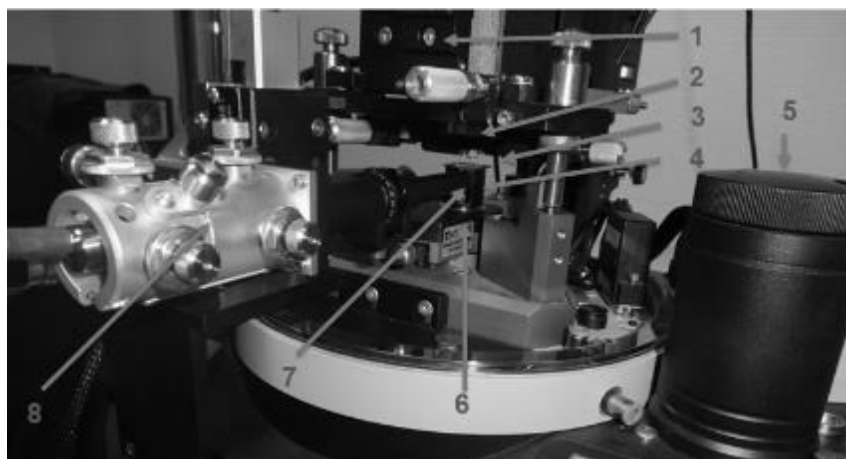


Рис. 3.12. Вид измерительной установки для реализации магнитооптического метода в составе магнитно-силовой микроскопии с использованием апертурных кантилеверов.

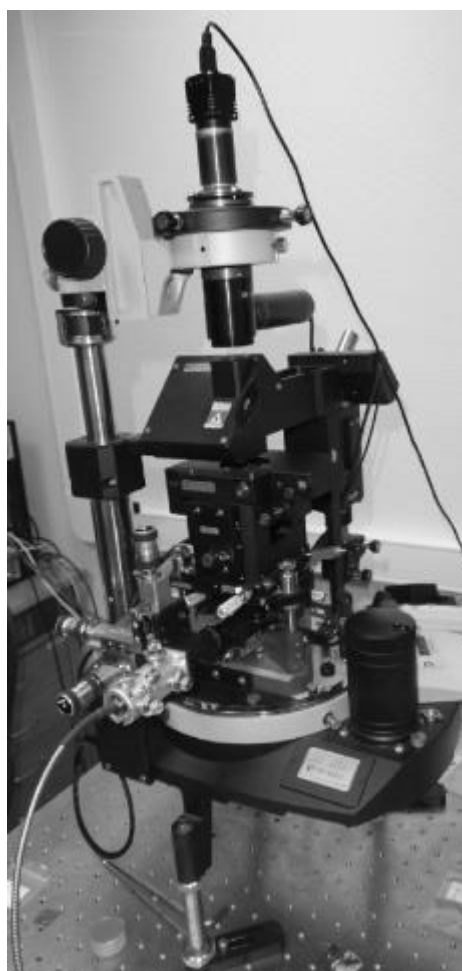


Рис. 3.13. Общий вид измерительной установки для реализации магнитооптического метода в составе магнитно-силовой микроскопии с использованием апертурных кантилеверов.

На рис. 3.12, 3.13 показан внешний вид измерительной установки, собранной для реализации измерений магнитооптическим методом в составе АСМ:

- 1 – измерительная оптическая АСМ головка,
- 2 – место установки кантилевера,
- 3 – образец,
- 4 – полый держатель образца,
- 5 – система подвода,
- 6 – пьезокерамический трубчатый сканер,
- 7 – собирающая линза,
- 8 – анализатор и волновод на детектор.

Показано, что засветка образца в ближне-польном режиме позволяет существенно улучшить разрешение и контраст магнитооптического метода в составе магнитно-силовой микроскопии. На рис. 3.14 показано сравнение двух режимов работы магнитооптического метода. Видно, что при засветке образца через апертурный кантилевер качество магнитооптического изображения доменной структуры тонкой пленки значительно повышается. Измерения проводились на образцах эпитаксиальных феррит-гранатовых тонких пленок номинального состава $(\text{Bi,Gd,Lu,Ca})_3(\text{Fe,Ga,Ge})_5\text{O}_{12}$ с осью легкого намагничивания, перпендикулярной плоскости образца. Пленки были выращены методом жидкофазной эпитаксии на подложках гадолиний-галлиевого-граната $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$, имеют ориентацию (111), толщину 4 – 6 мкм. Период доменной структуры составляет 4 мкм.

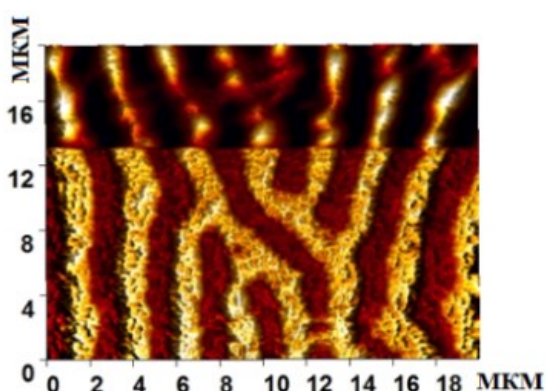


Рис. 3.14. Классический магнитооптический контраст (сверху) и магнитооптический контраст с использованием апертурного кантилевера в составе магнитно-силовой микроскопии (снизу).

3.3. Апробация магнитооптического метода в составе атомно-силовой микроскопии.

Использование апертурного кантилевера для усовершенствования магнитооптического метода в составе атомно-силовой микроскопии позволяет не только повысить разрешающую способность метода, но и получать информацию о рельефе образца одновременно с магнитооптическим контрастом. На рис. 3.15, 3.16 показаны соответственно топография и изображение доменной структуры тонкой пленки эпитаксиального феррита-граната $(\text{Bi,Gd,Lu,Ca})_3(\text{Fe,Ga,Ge})_5\text{O}_{12}$, полученные с помощью магнитооптического метода в составе магнитно-силовой микроскопии с использованием апертурных кантилеверов.

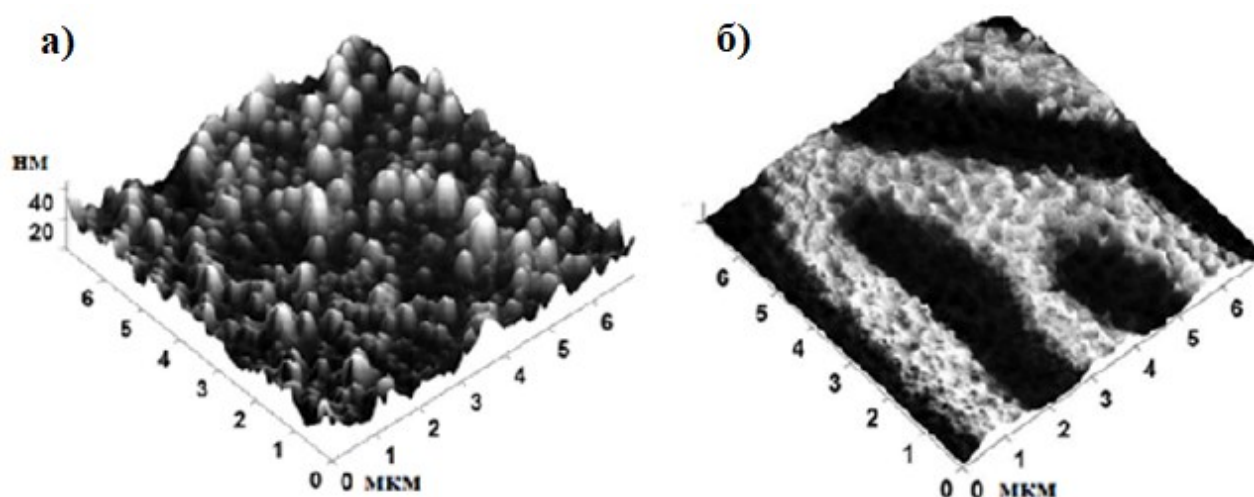


Рис. 3.15. Топография феррит-гранатовой тонкой пленки (а), полученная одновременно с магнитооптическим контрастом (б) с одной и той же области образца 7×7 мкм.

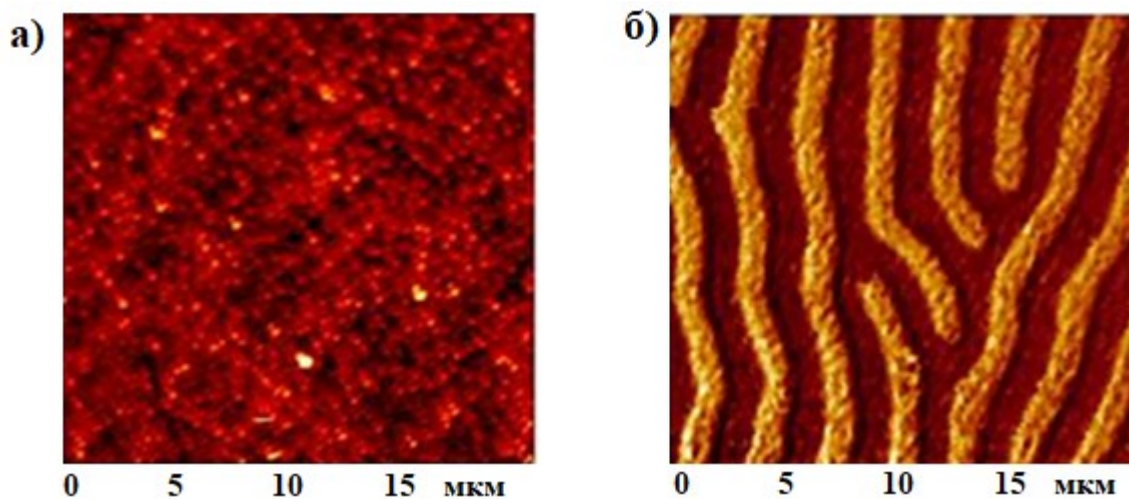


Рис. 3.16. Топография феррит-гранатовой тонкой пленки (а), полученная одновременно с магнитооптическим контрастом (б) с одной и той же области образца 20×20 мкм.

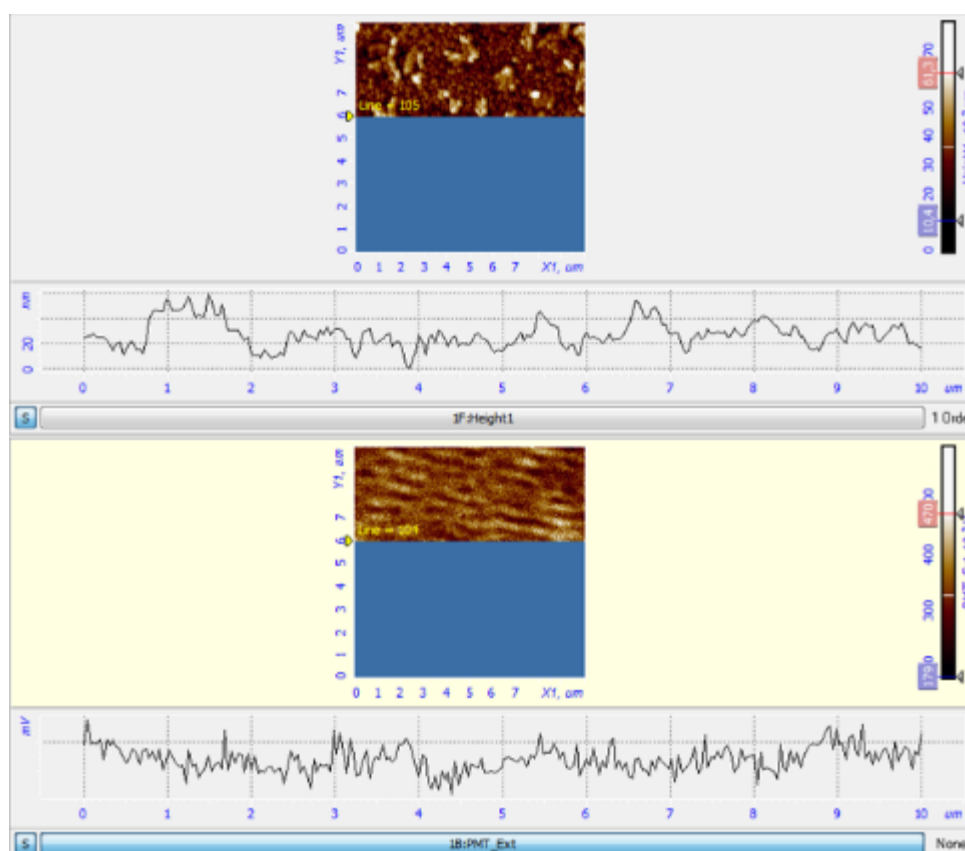


Рис. 3.17. Процесс получения изображений топографии феррит-гранатовой тонкой пленки (сверху) и магнитооптического контраста (снизу) с одной и той же области образца одновременно с соответствующими профилями.

На практике показана возможность одновременного исследования топографии и доменной структуры образцов тонких пленок магнитооптическим методом в составе магнитно-силовой микроскопии. Использование немагнитного апертурного кантилевера для засветки образца в ближней зоне позволяет решить одновременно несколько важных задач:

1. Исключает возможность перемагничиваний в системе зонд-образец.
2. Повышает разрешающую возможность магнитооптического метода, позволяя получать изображения магнитной доменной структуры образца с разрешением выше дифракционного предела.
3. Позволяет одновременно получать информацию о доменной структуре образца магнитооптическим методом и информацию о топографии с помощью контактного или полуконтактного режима МСМ.
4. Позволяет получать магнитный контраст в МСМ используя единичный проход при сканировании образца.
5. Позволяет исключить влияние внешних магнитных полей на кантилевер при сканировании.

3.4. Использование высококоэрцитивных эпитаксиальных феррит-гранатовых пленок с низкой температурой Кюри для визуализации доменной структуры непрозрачных образцов магнитооптическим методом в составе атомно-силовой микроскопии.

Существенным ограничением магнитооптического метода в составе атомно-силовой микроскопии является возможность исследования только прозрачных тонкопленочных образцов. Предложен способ преодоления данного ограничения путем создания реплик магнитной доменной структуры непрозрачных образцов на прозрачные феррит-гранатовые пленки обладающими возможностью термомагнитной записи, благодаря низкой температуре Кюри и высокой коэрцитивности. Была исследована возможность термомагнитной записи магнитной доменной структуры дискетки на специально подготовленную феррит-гранатовую пленку.

Термомагнитная запись представляет собой метод магнитной записи, где одновременное применение теплового и магнитного полей к носителю записи вызывает изменение его магнитного состояния в соответствии с приложенными магнитными полями. Материалы с высокой коэрцитивностью предпочтительны для термомагнитной записи, так как они обеспечивают высокую стабильность записанных областей исключая случайное перемагничивание. Когда температура области носителя записи повышается, его магнитные свойства значительно меняются, например, коэрцитивная сила может уменьшиться в 3-4 раза. Это ведет к тому, что нагретые области перемагничиваются под воздействием внешнего магнитного поля.

Приведены результаты исследования возможности использования феррит-гранатовых пленок в качестве носителей термомагнитной записи. Созданы высококоэрцитивные пленки с низкой температурой Кюри. Пленки номинального состава $(\text{SmLuBi})_3(\text{FeGaAlSc})_5\text{O}_{12}$ были синтезированы методом жидкофазной эпитаксии на кристаллической подложке гадолиний-галлиевого граната (GGG) с кристаллографической ориентацией (111). Увеличение рассогласования между кристаллическими решетками пленки и подложки, а также включение Sm в состав приводит к увеличению коэрцитивности пленки. Добавление Al, Ga и Sc уменьшает

температуру Кюри пленки [90]. Для экспериментов была выбрана пленка толщиной 2,5 мкм, температурой Кюри 70°C, коэрцитивностью 62 Э, полем насыщения 280 Э и рассогласованием постоянных решетки пленки-подложки 0,087 Å, шероховатостью поверхности 5 нм. Низкая шероховатость феррит-гранатовой пленки позволяет обеспечить равномерный контакт с носителем информации (магнитной дискетой) и исключить неравномерность распределения магнитного поля.

Методами магнито–силовой микроскопии исследована топография и магнитная доменная структура синтезированных феррит – гранатовых пленок. Исходная доменная структура и топография пленки показаны на рис. 4.20. Изображения были получены с одной и той же области.

Термомагнитная запись доменной структуры флоппи - диска (дискеты 3,5") осуществлялась на пленку феррита-граната. Для этого пленка феррита-граната размещалась на рабочей поверхности дискеты и нагревалась до 100°C. Затем дискету и пленку охлаждали в контакте друг с другом до температуры окружающей среды. Доменная структура дискеты показана на рис. 3.18 (а).

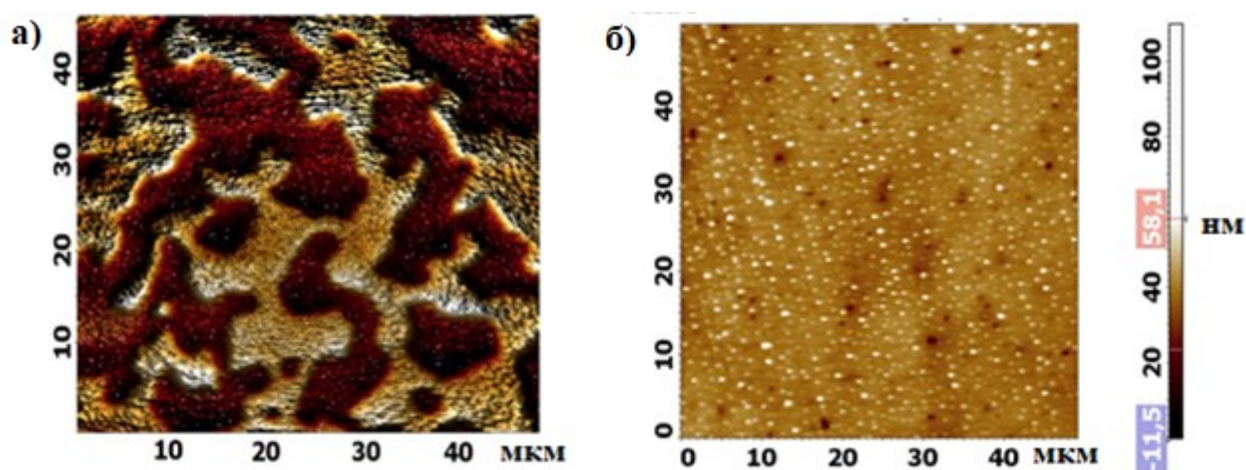


Рис. 3.18. MFM (а) и АСМ (б) изображения пленки феррит-граната.

Как было отмечено ранее, в термомагнитной записи процесс формирования доменной структуры магнитной пленки происходит благодаря действию магнитного поля исследуемого образца (в нашем случае флоппи-диска). В результате, доменная

структура феррит-гранатовой пленки повторила доменную структуру флоппи-диска, как это продемонстрировано на рис. 3.19 (а).

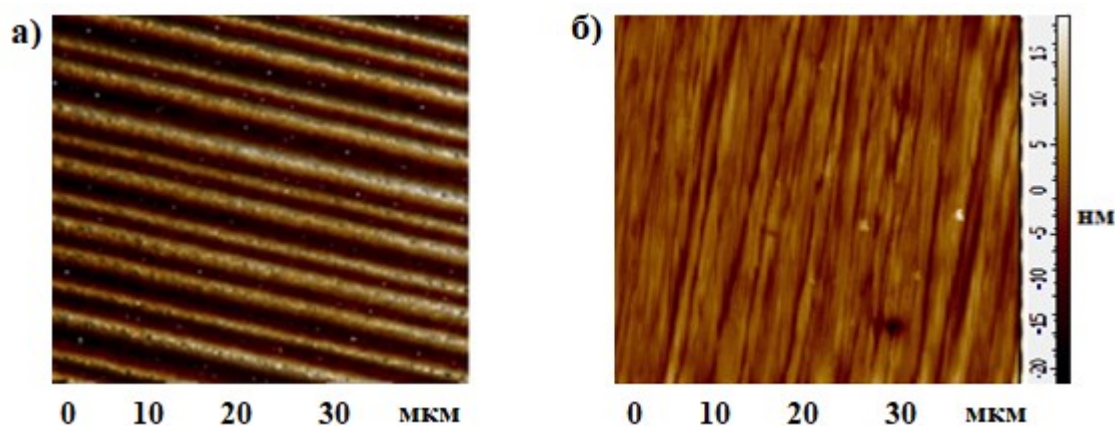


Рис. 3.19. MCM (а) и АСМ (б) изображения исходной доменной структуры дискеты.

Детальный анализ доменной структуры феррит – гранатовых пленок после записи показал, что результат термомагнитной записи зависит не только от магнитного поля флоппи-диска, но и от особенностей морфологии пленок и дефектов в них. Выявлено, что записанная доменная структура имеет размытые границы доменов. Данное обстоятельство связано с наличием дислокационной сети, сформированной в процессе роста феррит-гранатовых пленок (из-за рассогласования констант решеток пленки-подложки). На рис. 3.20 показано изображение доменной структуры дискеты (MCM) и доменной структуры пленки с записанной информацией (магнитооптический метод в составе АСМ).

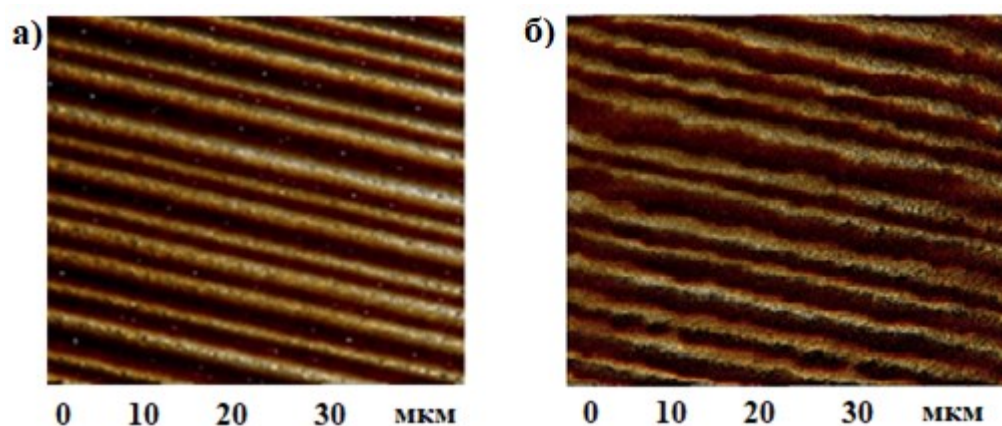


Рис. 3.20. Изображения поверхности дискеты (а) и пленки феррита-граната с записанной доменной структурой дискеты (б).

Процесс записи идет через сегменты, свободные от дислокаций. Сформированная сеть дислокаций в магнитных пленках при термомагнитной записи ограничивает размер сегментов до размеров 1-3 мкм. Из полученных результатов было определено отклонение формы регистрируемых границ доменной структуры в феррит-гранатовой пленке от оригинальной доменной структуры флоппи-диска, оно составило $\pm 0,4$ мкм. Поскольку дискета в некоторых областях не имела доменной структуры (отсутствовала запись), то после термомагнитного копирования в данных областях феррит-гранатовая пленка проявляла свою собственную доменную структуру со средним периодом 6,4 мкм. Граница между двумя типами доменной структуры пленки показана на рис. 3.21.

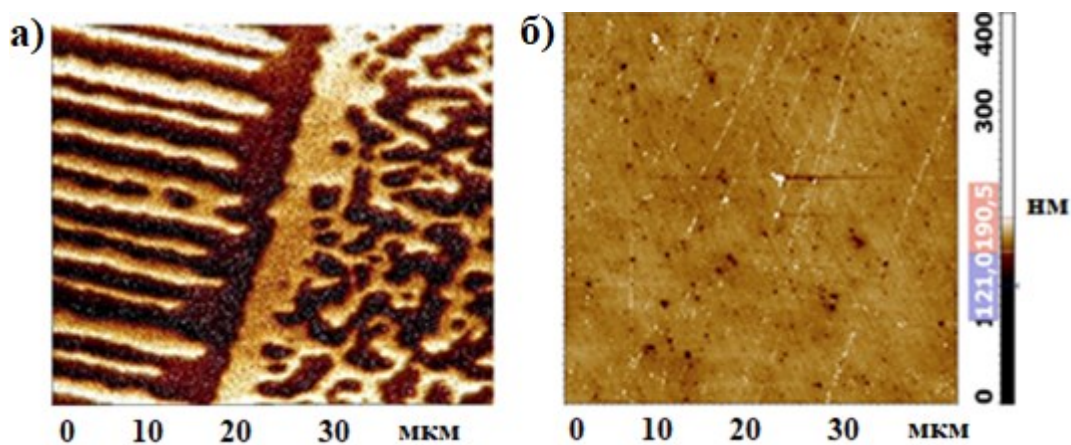


Рис. 3.21. Изображение границы между двумя типами доменной структуры в пленке феррита-граната (записанная область слева и собственная область пленки справа) (а) и АСМ изображение той же самой области (б).

Таким образом, в результате исследования процесса термомагнитной записи доменной структуры флоппи-диска на высококоэрцитивную феррит-гранатовую пленку с низкой температурой Кюри, полученную методом жидкофазной эпитаксии, было показано, что разрешение при копировании ограничено сетью дефектов в кристалле и связанными с ней структурой и морфологией поверхности. Ожидается, что разрешение термомагнитной записи будет коррелировать с параметрами рассогласования решеток пленки-подложки.

3.5. Выводы по третьей главе.

Разработан и апробирован комплекс методов, объединяющих технологии магнитооптической микроскопии и атомно-силовой микроскопии и позволяющих: одновременно исследовать топографию и магнитную доменную структуру прозрачных пленок ферромагнетиков без риска обратного влияния измерительной системы (магнитного кантилевера) на исследуемую магнитную структуру образца, с возможностью обеспечить переход от предварительной визуализации большой области образца размерами десятки и сотни микрон с разрешением вплоть до оптического дифракционного предела к исследованию субмикронных областей с субдифракционной разрешающей способностью. В том числе разработан метод определения с высоким пространственным разрешением доменной структуры непрозрачных образцов на основе термомагнитной печати с применением высококоэрцитивных эпитаксиальных феррит-гранатовых пленок с низкой температурой Кюри.

Глава 4. Исследование апертурных кантилеверов, изготовленных ионно-ассистированным осаждением и их применение для повышения разрешающей способности МО метода в составе АСМ.

4.1. Анализ конструктивно-технологических особенностей создания апертурных кантилеверов.

Апертурный кантилевер, использующийся для преодоления дифракционного предела магнитооптического метода, должен обладать рядом параметров, обеспечивающих надежность и качество измерений. Для максимального разрешения метода необходимо создание минимально возможной апертуры зонда, минимизировать фоновую засветку образца и обеспечить максимальную пропускную способность зонда. Существует ряд конструктивно-технологических решений для создания зондов с апертурой. Исторически наиболее востребованными долгое время оставались апертурные зонды на основе оптоволокна, получаемые путем заострения стеклянного или кварцевого волокна методом термовытягивания и напылением на него алюминиевого слоя [106]. Фокусированный ионный пучок может использоваться для придания острию нужной формы, удалению артефактов и наростов [107,108].

Диаметр острия зонда оптоволоконного типа составляет несколько сотен нанометров, что ограничивает возможность его применения для образцов с развитой шероховатостью, поскольку становится затруднительным обеспечить постоянную заданную высоту засветки образца через апертуру. Кроме того, апертурные зонды оптоволоконного типа обладают низкой пропускной способностью (6×10^{-9}), плохой воспроизводимостью и высокой хрупкостью, что так же затрудняет их применение [101].

Развитие кремниевых технологий микроэлектроники в 90ых годах, в частности травления, осаждения, литографии, дало толчок развитию микромеханических кремниевых зондовых датчиков. С точки зрения апертурных зондов, появляется альтернатива оптоволоконным решениям в виде апертурных кремниевых зондов на основе АСМ кантилеверов с полый пирамидой. С внешней стороны пирамида, как

правило, подпыляется металлом. Отверстие в пирамиде создается с помощью фокусированного ионного пучка [104,109,110]. Апертурные зонды на основе кремниевых кантилеверов обладают более высокими эксплуатационными характеристиками по сравнению с оптоволоконными решениями, долгим временем жизни, высоким коэффициентом пропускания, способностью сохранять поляризацию [101].

Технология создания апертурных кремниевых кантилеверов, позволяет создавать полую пирамиду с радиусом отверстия в десятки нанометров. Однако на практике удается создавать кантилеверы с апертурой не менее 150-200 нм, дальнейшее уменьшение диаметра отверстия ведет к критическому уменьшению пропускной способности, что не позволяет использовать кантилевер в работе. Сложность технологии создания полого канала в пирамиде кантилевера на практике приводит к невозможности создания абсолютно одинаковых зондов с полностью воспроизводимыми параметрами. Для минимизации существующих недостатков технологии создания апертурных кантилеверов исследована и апробирована технология на основе напыления конусообразной полый пирамиды фокусированным ионным пучком для применения в магнитооптической микроскопии высокого разрешения.

4.2. Технология создания апертурных кантилеверов, изготовленных ионно-ассистированным осаждением, для МО измерений в составе АСМ.

Для исследования возможности применения в магнитооптике в составе атомно-силовой микроскопии были использованы специализированные кантилеверы, острие которых представляет собой полый углеродный конус с отверстием от 50 до 200 нм. Зонды были изготовлены на основе чипов стандартных кантилеверов NSG-01 (TipsNano). Для формирования острия использовались методы локального ионно-лучевого травления и локального ионно-стимулированного осаждения на основе электронно-ионного микроскопа Nova NanoLab 600 (рисунок 4.1). В системе используется колонна фокусированных ионных пучков с галлиевым жидкометаллическим ионным источником. На начальном этапе формирования нового острия зонда методом ионно-лучевого травления в вакууме 5×10^{-7} Торр удалялась часть балки, содержащая кремниевое острие. Поскольку при удалении острия кантилевера не требовалось высокое разрешение, использовался максимальный ток ионно-лучевого травления равный 20 нА, обеспечивающий максимальную скорость травления (Схематичное представление процесса в камере электронно-ионного микроскопа – рисунок 4.2).

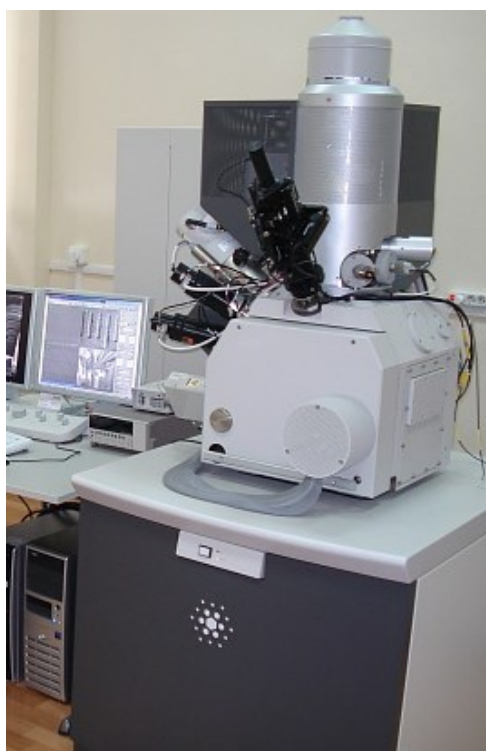


Рис. 4.1. Электронно-ионный микроскоп Nova NanoLab 600.

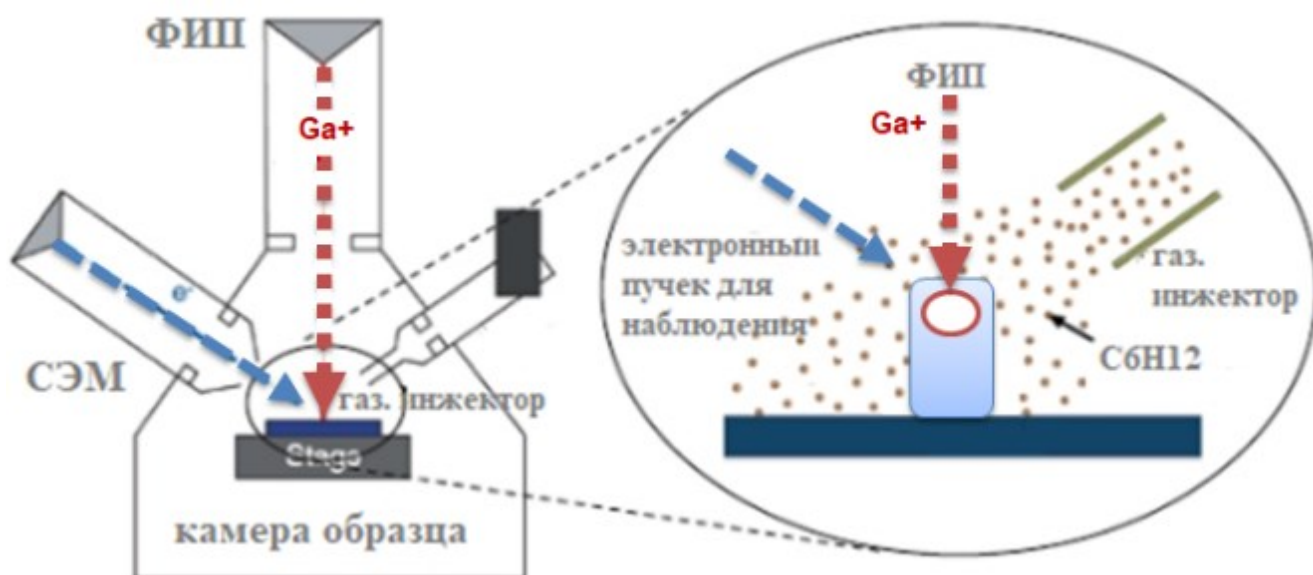


Рис. 4.2. Схематичное представление процесса в камере электронно-ионного микроскопа.

На следующем этапе в балке кантилевера методом ионно-лучевого травления формировалось сквозное отверстие круглой формы диаметром около 5 мкм, которое является входным отверстием для оптического излучения (рисунок 4.3). Диаметр отверстия должен быть достаточно большим для возможности засветки через него образца и в то же время не превышать разумные значения в целях обеспечения достаточного расстояния от отверстия до края балки в целях исключения попадания паразитной засветки образца от лазера и сохранения прочности и жесткости кантилевера.

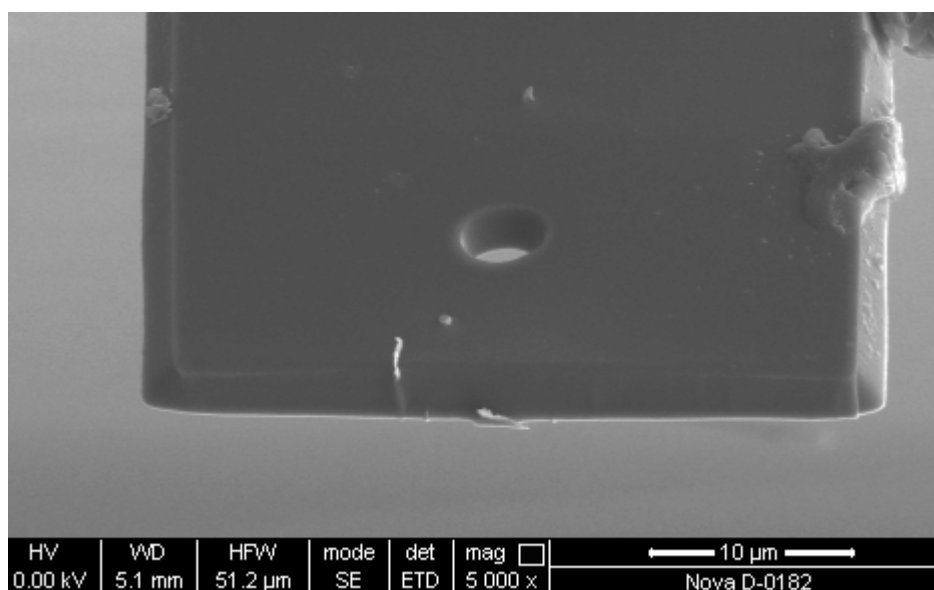


Рис. 4.3. Протравленное отверстие в кремниевом чипе.

После этого в область сформированного отверстия через газовый инжектор подавался газ C_6H_{14} , который при взаимодействии с ионным пучком галлия с энергией 30 кэВ разлагался на летучие компоненты (которые сразу же удалялись вакуумной системой микроскопа) и твердый углерод, который осаждался на поверхность. При энергии 30 кэВ диаметр ионного пучка минимален (относительно меньших значений энергии), кроме того, при таком значении энергии эффективность разложения газа-прекурсора будет максимальной, что обеспечивает и более высокую скорость осаждения и позволяет минимизировать количество органических примесей в осаждаемом материале. Траектория перемещения ионного пучка определялась таким образом, чтобы осаждение углерода происходило упорядоченно от основания конуса (диаметром около 5,5 мкм) до его острия (рисунок 4.4).

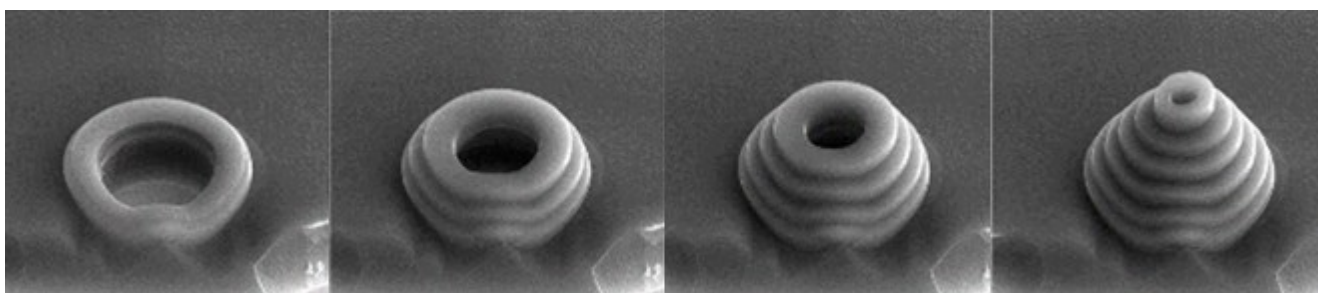


Рис. 4.4. Формирование углеродного конуса методом ионно-лучевого ассистирования.

В результате было сформировано полое острие высотой около 5–6 мкм. После этого на конце конуса методом ионно-лучевого травления при малых токах ионного пучка формировалось выходное отверстие для оптического излучения диаметром 50–200 нм (рисунок 4.5).

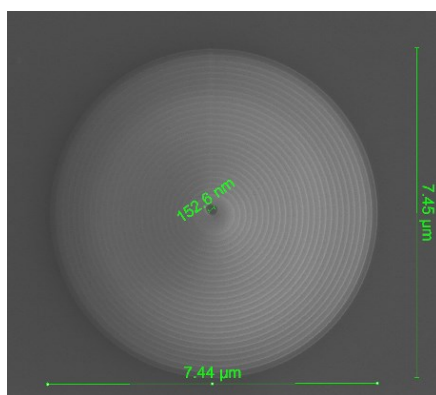


Рис. 4.5. Вид снизу апертурного кантилевера.

4.3. Исследование оптических свойств апертурных кантилеверов для МО измерений в составе АСМ.

Исследование оптических свойств предлагаемых апертурных кантилеверов проводилось следующим образом:

1. Проверка пропускания света через апертуру с помощью видеомикроскопа и получения оптического изображения апертур. Оптические изображения апертур кантилеверов были получены с использованием схемы засветки «снизу» (Рис. 4.6, д). Изображение формируется ПЗС-камерой.

2. Проверка возможности установки точки сбора света внутри проходящего светового пятна. Для этого пришлось применить другой способ регистрации апертурного изображения – схему верхней подсветки и сканирование зеркалом (Рис. 4.6, е).

3. Схема засветки сверху и сбора сигнала снизу использовалась для оценки коэффициента светопропускания.

4. Схема освещения «сверху» была использована для исследования поведения поляризации, проходящего через апертурные кантилеверы света. Измерены поляризационные характеристики падающего света без кантилевера и света, проходящего через кантилевер, в соответствии с рисунком 4.6 (е). Поляризационной характеристикой является измеренный сигнал ФЭУ в зависимости от угла поворота анализатора α . Направление поляризации света определялось по максимальному сигналу ФЭУ (т. е. интенсивности света), регистрируемому в процессе вращения анализатора. Направление поляризации падающего света фиксировалось введением поляризатора.

5. Для исследования возможности работы во всем диапазоне углов поляризации (от 0° до 90°) возбуждающего света использовалась схема освещения «сверху» с вращающимся поляризатором и неподвижным анализатором.

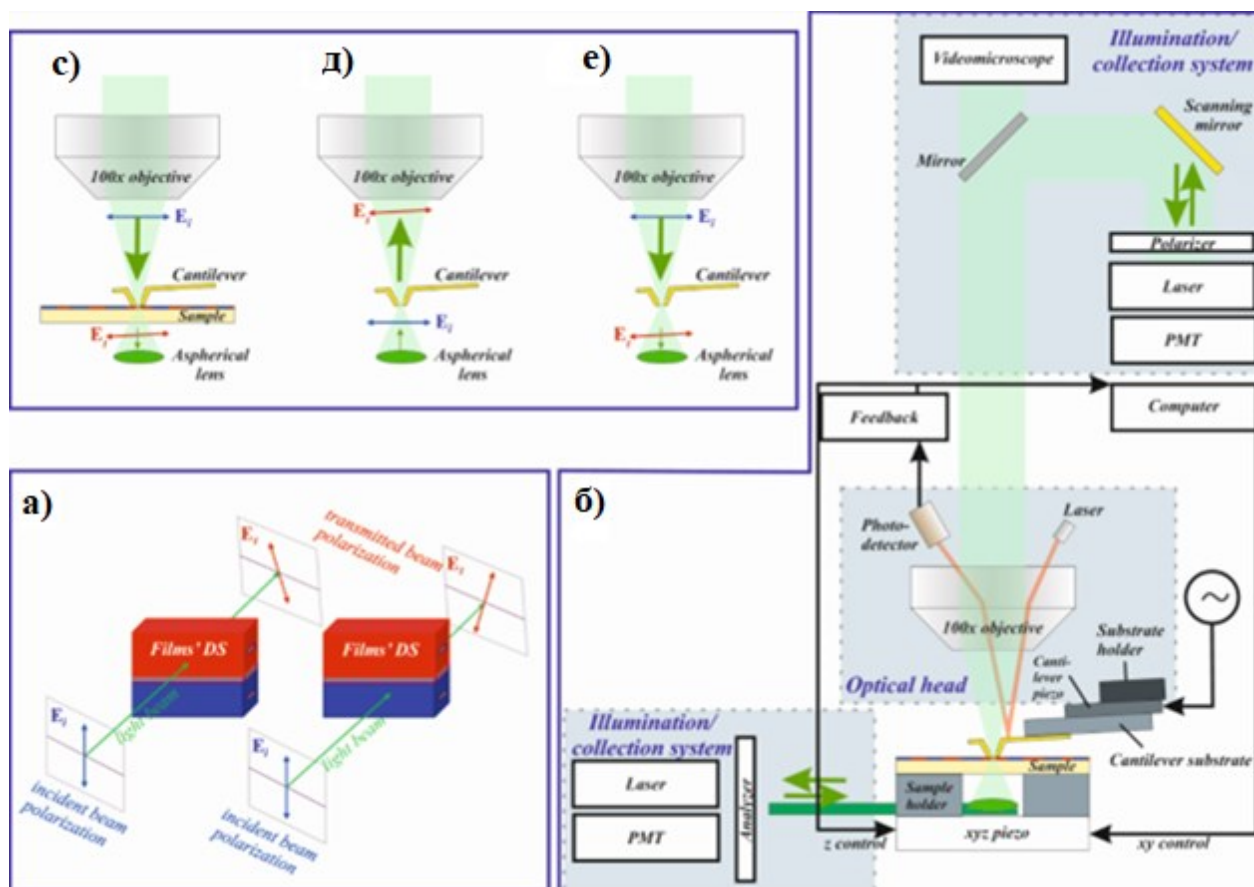


Рис. 4.6. Схемы измерений: а) схема измерения доменной структуры по эффекту Фарадея прозрачной магнитной пленки; б) конфигурация измерительной установки; в) схема засветки «сверху» с образцом; д) схема засветки «снизу» без образца; е) схема засветки «сверху» без образца.

Латеральное разрешение в случае магнитооптической микроскопии в составе атомно-силовой микроскопии ограничено размером апертуры. Однако размер апертуры, достижимый технологически, ограничивает интенсивность проходящего света, что является крайне критичным для корректной работы предложенного метода. Были исследованы оптические свойства созданных апертурных кантилеверов с размерами апертуры от 83 до 264 нм, которые показали, что изготовленные зонды удовлетворяют всем требованиям для проведения поляризационных измерений. По схемам, представленным на рисунке 4.6, были получены два типа оптических изображений апертуры, коэффициента светопропускания и поляризационных характеристик.

Примеры оптических изображений первого типа, то есть оптических изображений, полученных при схеме освещения «снизу», представлены на рис.4.7 (а, б).

Центральные световые пятна, обозначенные красными эллипсами и стрелками на рис. 4.7 (а, б), показывают возможность прохождения поляризованного света через апертуру размером до 90 нм с соответствующей измеренной интенсивностью.

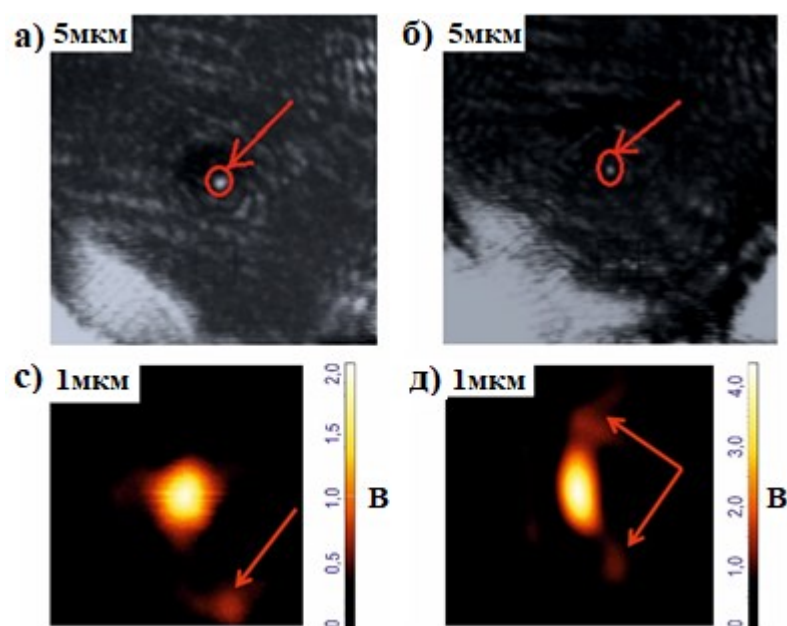


Рис. 4.7. Оптические изображения (а – д) апертурных кантилеверов: 264 нм (а, с), 90 нм (б, д).

Оптические изображения апертур, полученные лазерным сканированием с использованием зеркальной схемы верхнего освещения, показаны на рис.4.7 (с, д) и демонстрируют возможность фокусировки светового пятна на апертуру. Как видно, основные (центральные) световые пятна для апертур диаметром 264 нм и 90 нм различаются по форме. Незначительные световые возмущения возникают вблизи апертур (обозначены красными стрелками на рис. 4.7 (с, д)). Предположительно, паразитная засветка в картах интенсивности апертур была вызвана разницей в форме углеродных колец из-за неточностей технологического процесса изготовления конуса кантилевера.

Определены зависимости значения пропускания T_1 (это пропускание линейно поляризованного падающего света с поляризатором, ориентированным на максимальное пропускание), малого пропускания T_2 (это пропускание линейно поляризованного света с поляризатором, ориентированным на минимальное пропускание) и степени поляризации $P = (T_1 - T_2) / (T_1 + T_2)$. Изначально лазерный

луч имеет значение интенсивности 0,93. В то время как для света, прошедшего через апертуры кантилевера, Р может принимать значения от 0,74 для апертуры диаметром 90 нм до 0,91 для апертуры диаметром 264 нм. Из полученных данных становится очевидным, что незначительная деполяризация светового состояния сопровождается вращением плоскости поляризации относительно положения плоскости поляризации исходного лазерного пучка. Форма углеродного конуса и его положение относительно падающего пучка будут влиять на формирование дополнительных оптических мод.

На рис.4.8 показан измеренный коэффициент пропускания апертурных кантилеверов с углеродным острием и значения коэффициента пропускания альтернативных апертурных кантилеверов на основе конуса металлизированного оксида кремния. Коэффициент пропускания стабильно превышает контрольные значения в несколько раз. Мы предполагаем, что несколько факторов могут привести к улучшению светопропускания. Во-первых, это изменение основного рабочего материала полый пирамиды. В результате изменяется отражательная способность пирамиды в целом. В то же время оптические свойства аморфного углерода, промежуточного между алмазом и графитом, делают пирамиду непрозрачной для проходящего излучения. Этот факт был подтвержден нашим оптическим исследованием апертуры. Во-вторых, это вариации геометрии пирамиды и фокусировки луча. Угол сужения пирамиды и числовая апертура NA объектива должны быть согласованы. Угол сужения пирамиды апертурного кантилевера или ее входной части больше подходит для нашей измерительной установки (от 80° до 106°), чем угол сужения кантилеверов на основе кремния (70° , SNOM_NC, резонансная частота 130 кГц, постоянная силы 16,5 Н/м).

Таким образом, проведенные исследования оптических характеристик показали, что изготовленные апертурные кантилеверы можно рассматривать в качестве замены широко используемых кремниевых апертурных кантилеверов для поляризационно-чувствительной ближнепольной оптической микроскопии. Кантилеверы обладают свойством поддерживать состояние поляризации проходящего света и хорошей пропускной способностью. Кроме того, использование новой технологии позволяет реализовать любой угол сужения полый пирамиды и

получить более высокое светопропускание для установок с различными геометриями засветки.

Carbon tip aperture cantilevers	Transmission ratio	Commonly used silicon aperture cantilevers
120 nm	0,51	
95 nm #1	0,39	
90 nm	0,36	
83 nm	0,33	
95 nm #2	0,31	
147 nm	0,31	
264 nm	0,14	
	0,09	150 nm #1
	0,06	150 nm #2
	0,02	150 nm #3

Рис. 4.8. Коэффициенты светопропускания кантилеверов различной апертуры.

На рис. 4.9 показаны измерения зависимостей вращения плоскости поляризации света, прошедшего через апертуру кантилевера относительно поляризации исходного луча. Показана необходимость учета внутреннего вращения поляризации кантилевера при выборе положения анализатора. Установлено, что с увеличением апертуры кантилевера уменьшается разность угла поворота исходного луча и луча, прошедшего через апертуру кантилевера.

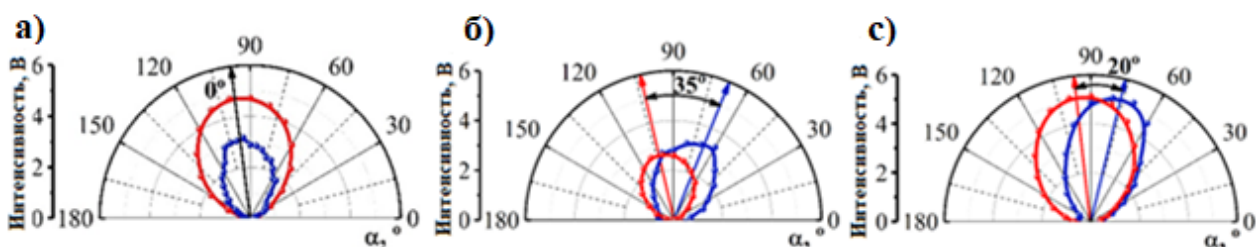


Рис. 4.9. Вращение поляризации в апертурных кантилеверах с размерами апертуры 264 нм (а), 83 нм (б) и 90 нм (с). Красным цветом показано положение поляризации исходного лазерного луча. Синим цветом показана поляризация света, прошедшего через апертуру кантилевера.

4.4. Применение апертурных кантилеверов для изучения топографии.

Апертурные кантилеверы позволяют не только получать магнитооптическое изображение высокого разрешения, но и проводить исследования топографии. Топографическая визуализация возможна за счет использования системы обратной связи лазер-кантилевер-фотодиод, которая выполняется одновременно с магнитооптической визуализацией (рис.4.6). Кантилевер колеблется под поверхностью со своей резонансной частотой. Сила взаимодействия между иглой кантилевера и поверхностью остается постоянной благодаря обратной связи. Обратная связь оценивает сдвиг резонансной частоты (за счет воздействия поверхности на зонд) и дает команду пьезосканеру переместить образец в направлении, при котором резонансная частота будет равна начальному значению. Каждое из этих движений записывается как высота поверхности. Точка за точкой и линия за линией мы можем сканировать весь образец и получать топографическое изображение. В нашей системе мы достигаем сочетания этого режима магнитооптической визуализации высокого разрешения одновременно.

Очевидно, что боковое разрешение апертурных кантилеверов страдает по сравнению с широко используемыми зондами из-за различий в радиусе кривизны острия. Обычно коммерчески доступные АСМ кантилеверы имеют радиус кривизны в диапазоне от 5 до 10 нм (например, Etalon Tipsnano, резонансная частота 380 кГц, постоянная силы 34 Н/м). Мы не можем достичь такого малого радиуса острия в случае апертурных кантилеверов с диаметром отверстия более 50 нм. Проведены калибровочные испытания, чтобы понять возможность использования апертурных кантилеверов не только для поляризационных ближнепольных измерений, но и для топографической визуализации (Рис. 4.10). Все представленные на Рис. 4.10 изображения были получены в полуконтактном режиме (512×512 точек, частота 1 Гц, частотный режим 210,6 кГц) с диаметром апертуры 120 нм.

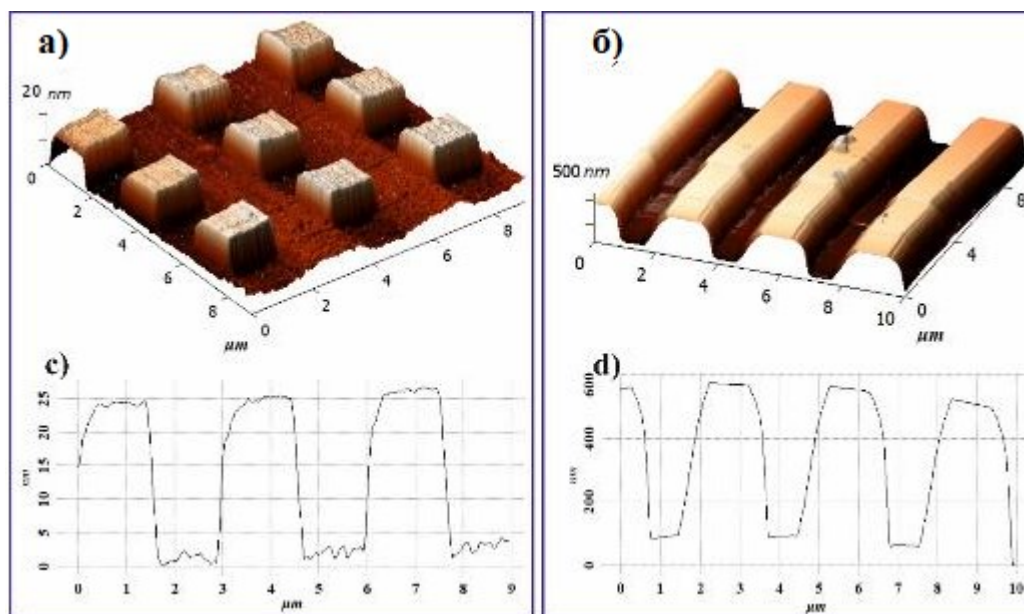


Рис. 4.10. Топография калибровочных решеток TGQ1 (TipsNano) (a) и TGZ3 (TipsNano) (b) измеренная апертурными кантилеверами с размером аперттуры 120 нм и их профили (c) и (d), соответственно. TGQ1 имеет период 3 мкм и высоту 20 ± 3 нм. TGZ3 имеет период 3 мкм и высоту 500 ± 20 нм.

Измерения показывают хорошую корреляцию между паспортными параметрами решеток (высота и период конструкции) и измеряемыми. Измеренный период TGQ1 составляет 3,07 мкм, а высота структур – 23,1 нм (рис. 4.10, а, с). Измеренный период TGZ3 составляет 3,02 мкм, а высота – 496 нм (рис. 4.10, б, д). Это означает, что апертурные кантилеверы могут быть использованы для получения топографических изображений с очень высокой точностью по оси Z не смотря на кольцеобразную структуру и угол схождения конуса.

Для оценки возможности использования данного типа кантилеверов для визуализации объектов с высоким соотношением сторон и нанометровым масштабом по осям XY выбрана TGT-тестовая решетка (TipsNano). Решетка сформирована на верхней поверхности пластины Si в виде 3-D массива острых пиков с периодом $3 \pm 0,05$ мкм, высотой 0,3 – 0,5 мкм и радиусом кривизны наконечника ≤ 10 нм (рис.4.11, а). Показано, что период совпадает с паспортными данными, но высота и геометрия наконечника решетки сильно страдают из-за ее высокого аспектного соотношения сторон. Мы даже можем видеть полость вместо кончика, что вызвано проникновением наконечника решетки в отверстие аперттуры. Эти результаты

показывают как возможности, так и ограничения использования апертурных кантилеверов с изготовленной пирамидальной формой углеродного острия для топографической визуализации. Исследуемый объект должен иметь плоскую поверхность без структурных элементов с высоким соотношением сторон. В этом случае мы можем измерить как магнитооптическое изображение, так и топографию с высоким пространственным разрешением.

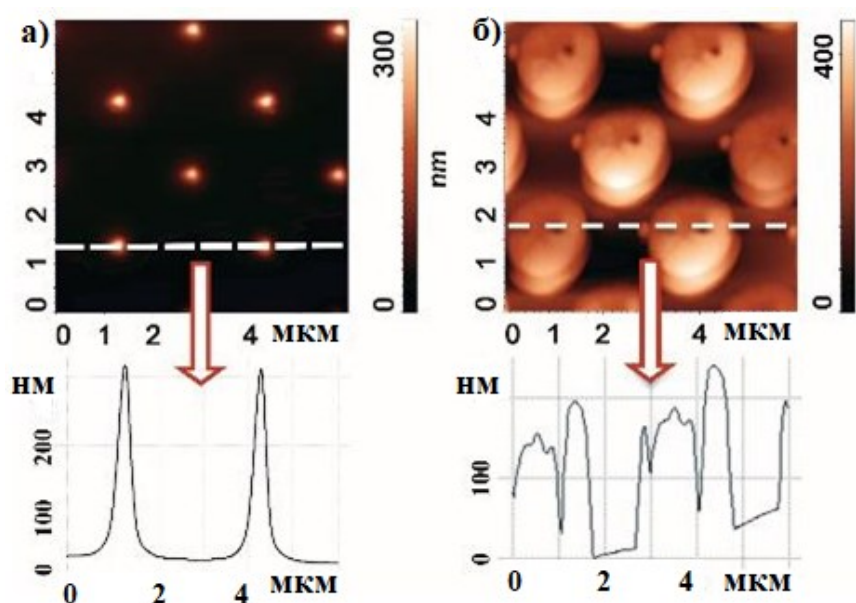


Рис. 4.11. Топография тестовой решетки TGT (TipsNano), полученная с использованием обычного кремниевого кантилевера HA-HR Etalon (а) и апертурного кантилевера (б).

4.5. Апробация апертурных кантилеверов, изготовленных ионно-ассистированным осаждением, для МО измерений в составе АСМ.

Для апробации апертурных кантилеверов, созданных для магнитооптического метода в составе атомно-силовой микроскопии, были синтезированы ферромагнитные феррит-гранатовые пленки с различным периодом доменной структуры. Методом жидкофазной эпитаксии [8,111] получены пленки с периодом доменной структуры 4 мкм, 6 мкм и 9 мкм. Напыленные пленки с периодом доменной структуры 300 нм и 800 нм, подобные пленкам представленным в Главе 2, использовались для демонстрации высокой разрешающей способности метода. Данные тонкопленочные структуры обладают высокой магнитооптической активностью в видимом и инфракрасном диапазонах длин волн света и являются перспективным материалом для оптоэлектроники и магнитооптики, на их основе создаются различные МО датчики, модуляторы, фильтры, дефлекторы, затворы, вентили, циркуляторы, оптрона. Отдельное распространение так же получили элементы МО памяти, устройства топографирования пространственно неоднородных магнитных полей, устройства термомагнитной записи информации [1,31,112]. Схема экспериментальной установки представлена на рисунке 4.12.

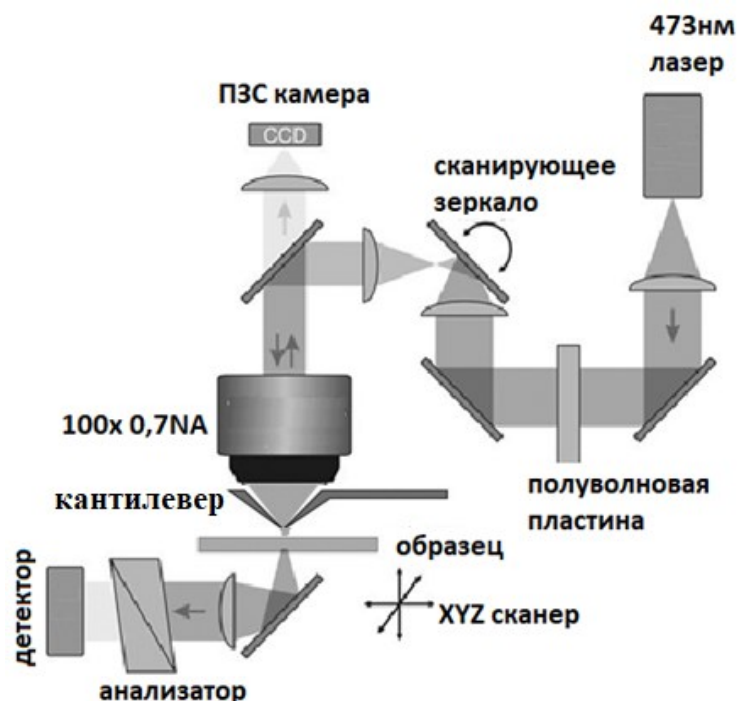


Рис. 4.12. Схема установки для проведения исследований магнитооптическим методом в составе атомно-силовой микроскопии

Для фокусировки поляризованного лазерного излучения используется специальная АСМ измерительная головка со встроенным 100х, 0,7 NA объективом, которая позволяет точно сфокусировать лазерный луч на апертуру кантилевера. После установки полуволновой пластины в режим скрещенной поляризации, тонкая пленка засвечивается через апертуру кантилевера с помощью линейно поляризованного лазера 473 нм в ближне-польном режиме (расстояние от образца до апертуры кантилевера поддерживается менее 10 нм). Лазер с длиной волны 1064 нм используется в этом случае в системе регистрации отклонения кантилевера для избегания интерференции с лазером засветки (видимый диапазон света, авторами использовался лазер с длиной волны 473 нм). Держатель образца спроектирован с отверстием внутри для пропускания к системе регистрации света, проходящего через тонкую пленку. Держатель образца устанавливается на пьезокерамический сканнер. Кантилевер подводится к образцу с помощью шагового двигателя. После подвода расстояние зонд-образец контролируется системой обратной связи. Пьезокерамический сканнер передвигает образец строчка за строчкой под кантилевером (область сканирования до 100 мкм x 100 мкм). При этом система «объектив – кантилевер – собирающая линза» находится в постоянном друг относительно друга положении независимо от движения образца сканером. Принцип исследования магнитной доменной структуры образца (получения контрастного изображения разнонаправленных доменов образца), основан на регистрации проходящего или отраженного света через образец в режиме скрещенной поляризации после засветки образца через апертуру немагнитного кремниевого зонда на расстоянии от образца значительно меньшим чем длина волны используемого для засветки лазера, около 10 нм. Ниже представлены результаты измерения апертурным кантилевером ферромагнитных тонких пленок с периодом 9 мкм, 6 мкм, 4 мкм (соответственно рис. 4.13, а,б,с), измерения проводились в полуконтактном режиме с оптической схемой на просвет.

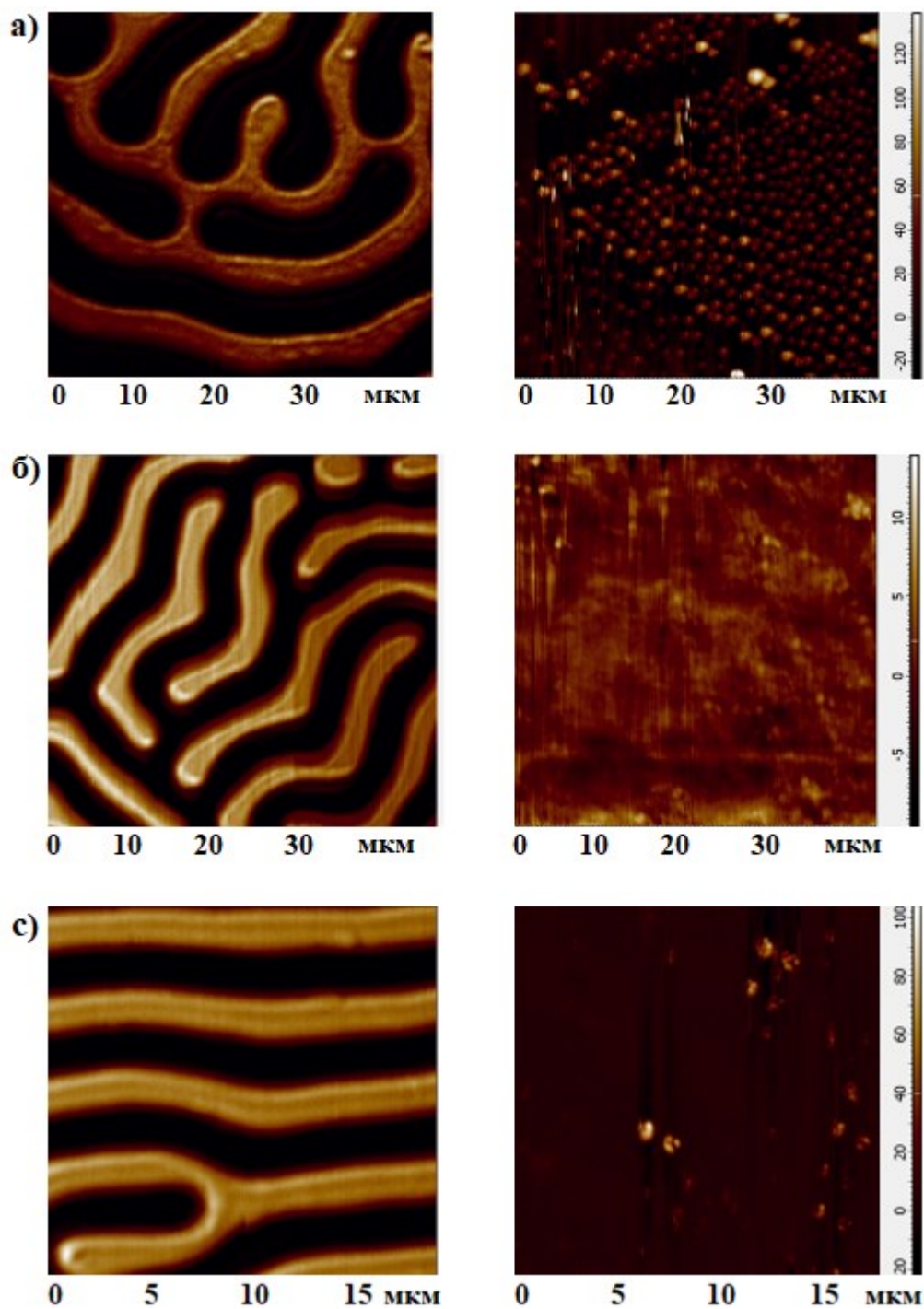


Рис. 4.13. Доменная структура (слева) и топография (справа) образцов пленок ферритов-гранатов с периодом: (а) 9 мкм; (б) 6 мкм; (с) 4 мкм. Апертура кантилевера при измерениях составила 56,8 нм.

Для демонстрации возможности использования апертурных кантилеверов для визуализации магнитооптического контраста одновременно с топографией с высоким пространственным разрешением были исследованы пленки висмут-замещенных ферритов-гранатов (Bi:IG) наноразмерной толщины и с малым периодом доменной структуры (рис. 4.14.)

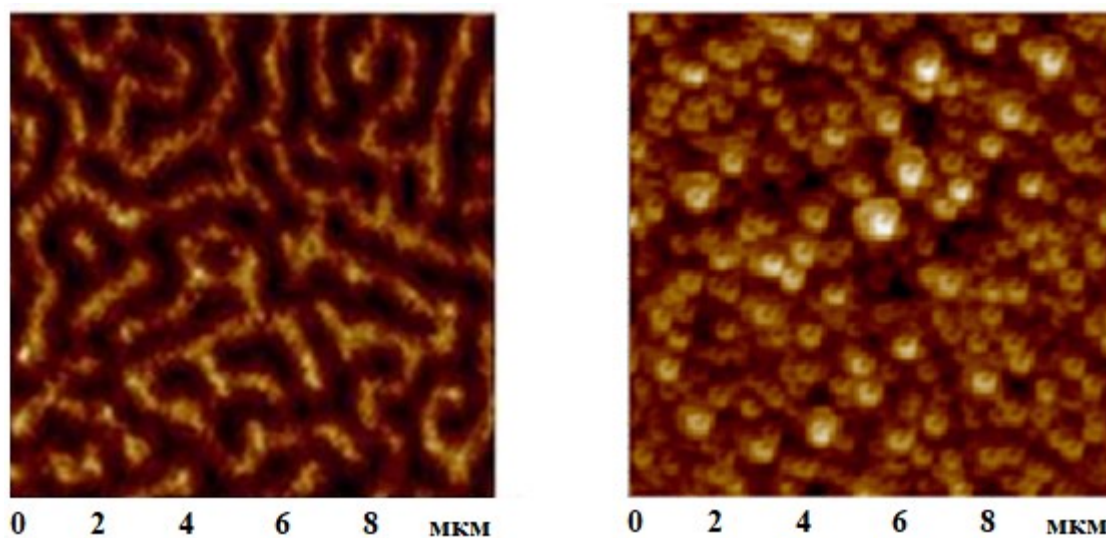


Рис. 4.14. Доменная структура (слева) и топография (справа) пленки Bi:IG, период доменной структуры 800 нм.

На рис. 4.15 показано, что даже наноразмерные доменные структуры могут быть четко различимы с помощью предложенного метода. При этом продемонстрировано оптическое пространственное разрешение около 100 нм. Измерения проводились кантилевером с апертурой диаметром 50 нм. Это наилучший результат, полученный нами при использовании ближнепольной схемы с апертурными кантилеверами.

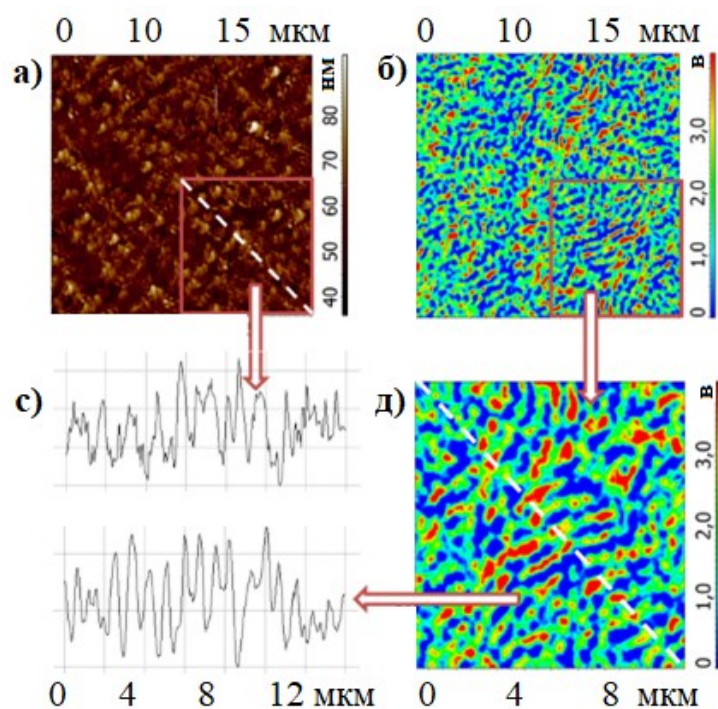


Рис. 4.15. Топография (а) и доменная структура (б) тонкой пленки Vi:IG . Изображения получены одновременно методом ближнепольной поляризационной микроскопии. Увеличенное изображение доменной структуры (д) и сравнение профилей топографии и доменной структуры (с).

Рассчитаны морфологические параметры АСМ-изображения на рис. 4.15 (а): измеренная площадь – 102 мкм^2 ; расстояние от пика до пика – 70 нм ; среднеквадратичная шероховатость – 8 нм ; средняя шероховатость – 6 нм . Полученные значения показывают хорошее разрешение метода, так как статистические параметры топографии аналогичны тем, которые были измерены стандартным кантилевером АСМ. На изображении хорошо видна поликристаллическая зернистая структура пленки. Профиль пленок (рис. 4.15, с) показывает средний размер зерен 130 нм , что также подтверждается АСМ измерениями [92, 93]. Фрагментарный тип доменной структуры, наблюдаемый на изображении (рис. 4.15, д), обусловлен зернистой структурой образца. Локальная намагниченность ограничена границами зерен, и направления намагниченности двух соседних зерен, принадлежащих к одному и тому же макродомену, могут быть слегка отклонены относительно друг друга.

Как показано на рис. 4.15 (с), доменный профиль более или менее коррелирует с топографическим профилем. Это может быть вызвано как влиянием топографии, так и локализацией домена вдоль поверхностных зерен. Для оценки влияния топографии и реальности доменной структуры объекта были проведены МСМ измерения с помощью обычных кремниевых немагнитных и магнитных кантилеверов (рис. 4.15).

Показано, что напыленная поликристаллическая пленка V_iIG имеет зернистую структуру поверхности рис. 4.16 (а, с). Доменная структура, полученная магнитным кантилевером в режиме фазового изображения второго прохода (рис. 4.16, б), коррелирует с топографией, собранной тем же кантилевером в режиме фазового изображения первого прохода (рис. 4.16, а). Аналогичная корреляция наблюдалась и при измерениях в ближнепольном режиме. Фазовое изображение второго прохода было получено с градиентом высоты от 50 до 200 нм (высота кантилевера, проходящего под поверхностью). Амплитуда колебаний кантилевера составляла 30 нм. На рис. 4.15 (б) хорошо виден фазовый контраст, обусловленный магнитным взаимодействием в режиме второго прохода. Этот факт доказывает, что контраст в режиме второго прохода выявляет магнитную доменную структуру.

Также, были проведены те же измерения с обычным кремниевым кантилевером без магнитного покрытия, чтобы понять, является ли эта корреляция влиянием топографии или это реальная доменная структура, локализованная вдоль поверхности зерен. Фазовые изображения первого и второго прохода были получены аналогично предыдущим измерениям. Показано, что в режиме визуализации первого прохода выявляется зернистая структура топографии (рис. 4.16, с), а в режиме визуализации второго прохода мы вообще не видим контраста (рис. 4.16, д). Этот факт доказывает, что корреляции между доменной структурой и топографией на рис. 4.15 обусловлены локализацией доменов вдоль зерен поверхности.

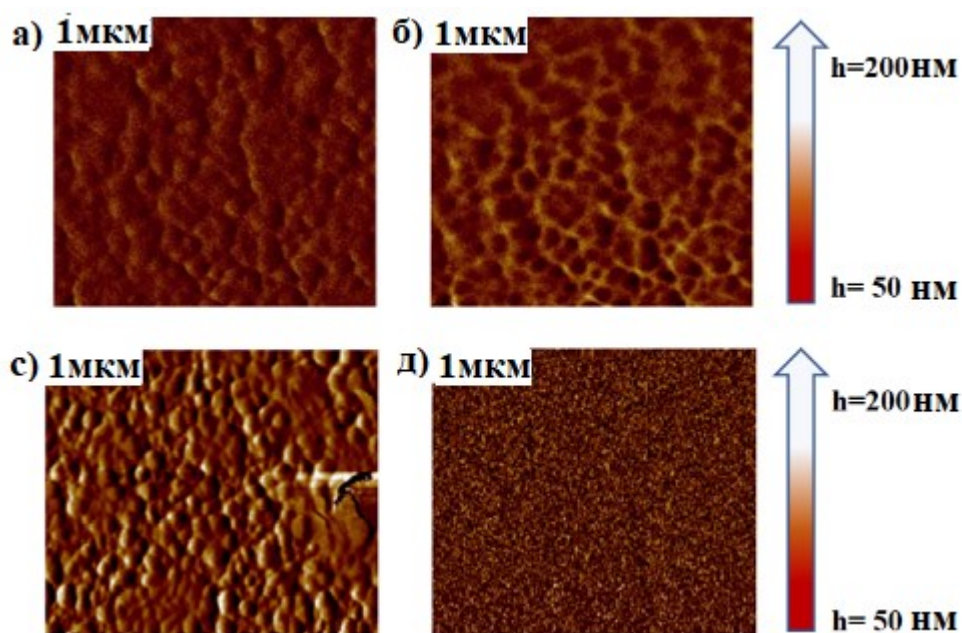


Рис. 4.16. Фазовые изображения первого и второго прохода: изображение топографии на первом проходе в режиме МСМ магнитным кантилевером (а); фазовое изображение доменной структуры при градиенте высоты на втором проходе магнитным кантилевером (б); изображение топографии на первом проходе в режиме МСМ немагнитным кантилевером (с); фазовое изображение при градиенте высоты на втором проходе немагнитным кантилевером (д).

4.6. Выводы по четвертой главе

Проведено исследование апертурных кантилеверов, изготовленных ионно-ассистированным осаждением, и их применение для магнитооптического метода в составе атомно-силовой микроскопии в целях довести латеральную разрешающую способность до 100 и менее нанометров. Изучена возможность применения кантилеверов с свободно формируемым острием на основе технологии фокусированного ионного пучка для создания зондов с малой апертурой. Измеренные параметры данных зондов, такие как коэффициент пропускания света, сдвиг поляризации света и применимость в режиме АСМ, показывают лучшие результаты по сравнению с широко используемыми апертурными кремниевыми кантилеверами. Измеряя поляризационные характеристики апертурных зондов с размером апертуры диаметром от 83 до 263 нм, показана возможность зондов поддерживать линейную поляризацию проходящего света. Получены данные о характеристиках поверхности и доменной структуры пленок феррита-граната, продемонстрирована возможность получения изображения высокого разрешения (100 нм) магнитной доменной структуры ферромагнетиков с помощью магнитооптического метода в составе атомно-силовой микроскопии при использовании сформированной апертуры углеродного зонда диаметром до 50 нм.

Заключение

Общим результатом диссертационной работы является разработка и апробация комплекса методов, объединяющих технологии магнитооптической микроскопии и атомно-силовой микроскопии и позволяющих одновременно исследовать топографию и магнитную доменную структуру прозрачных пленок ферромагнетиков без риска обратного влияния измерительной системы (магнитного кантилевера) на исследуемую магнитную структуру образца и с возможностью обеспечить переход от предварительной визуализации большой области образца размерами десятки и сотни микрон с разрешением вплоть до оптического дифракционного предела к исследованию субмикронных областей с субдифракционной разрешающей способностью вплоть до 100 нм.

В процессе работы получены следующие основные результаты:

1. Разработан метод, основанный на использовании немагнитного апертурного кантилевера в составе атомно-силовой микроскопии и ее комбинации с магнитооптической микроскопией, который позволяет исследовать магнитную доменную структуру тонких пленок с высоким пространственным разрешением и без воздействия кантилевера на магнитную структуру образца, получая одновременно изображение доменной структуры и топографии образца с высоким пространственным разрешением.
2. Разрешающая способность магнитооптического метода в составе атомно-силовой микроскопии, повышена до 100 нм, что превосходит дифракционный предел классической оптической микроскопии, путем использования изготовленных ионно-ассистированным осаждением апертурных кантилеверов.
3. Разработан метод создания магнитных реплик непрозрачных образцов с помощью высококоэрцитивных эпитаксиальных феррит-гранатовых пленок с низкой температурой Кюри, который позволяет исследовать магнитную структуру непрозрачных образцов оптическими методами в проходящем свете.
4. Показана возможность использования изготовленных ионно-ассистированным осаждением апертурных кантилеверов для исследования морфологии образцов с высоким пространственным разрешением.

5. Апробирован магнитооптический метод в составе атомно-силовой микроскопии с использованием изготовленных ионно-ассистированным осаждением кантилеверов сверхмалой до порядка 100 нм апертуры для получения магнитооптического контраста высокого пространственного разрешения.
6. Исследована возможность комбинации магнитооптического метода и магнитно-силовой микроскопии для изучения доменной структуры тонких пленок. Показана возможность исследования прозрачных тонкопленочных образцов магнитооптическим методом в составе атомно-силового микроскопа без использования кантилевера для предварительной визуализации доменной структуры.
7. Исследованы зависимости функциональных и морфологических параметров пленок ферритов-гранатов состава $\text{Bi}_{2,3}\text{Dy}_{0,7}\text{Fe}_{4,2}\text{Ga}_{0,8}\text{O}_{12}$, осажденных методом реактивного ионно-лучевого распыления от времени кристаллизационного отжига. Показана динамика изменений морфологии и магнитооптических характеристик пленок в зависимости от времени кристаллизационного отжига. Впервые определена оптимальная длительность отжига для достижения сочетания магнитооптических характеристик, с одной стороны, и параметров шероховатости поверхности пленок, с другой стороны.
8. Исследованы перспективные феррит-гранатовые пленки. Для состава $\text{Bi}_{2,3}\text{Dy}_{0,7}\text{Fe}_{4,2}\text{Ga}_{0,8}\text{O}_{12}$ изучены и определены зависимости угла фарадеевского вращения и шероховатости от длительности термообработки и параметров рассогласования параметров решеток пленок и подложек.
9. Для двухслойных структур на подложках гадолиний галлиевого граната и оксида кремния с составами слоев $\text{Bi}_{1,0}\text{Lu}_{0,5}\text{Gd}_{1,5}\text{Fe}_{4,2}\text{Al}_{0,8}\text{O}_{12}$; $\text{Bi}_{2,5}\text{Gd}_{0,5}\text{Fe}_{3,8}\text{Al}_{1,2}\text{O}_{12}$, $\text{Bi}_{2,8}\text{Y}_{0,2}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ изучены и определены зависимости параметров шероховатости, среднего размера зерен и фарадеевского вращения от способа кристаллизационного отжига.
10. Результаты диссертации внедрены в учебный процесс МИЭТ на кафедре «Интегральная электроника и микросистемы», используются при чтении курса лекций «Технологические процессы наноэлектроники» и в соответствующем лабораторном практикуме для магистрантов 1-го курса.

Список используемых источников:

1. Рандошкин В.В. Применение висмутсодержащих монокристаллических пленок ферритов-гранатов // Труды ИОФАН. 1992. Vol. 35. P. 123–135.
2. Смоленский Г.А., Леманов В.В. Ферриты и их техническое применение. Ленинград: НАУКА, 1975. 219 p.
3. Звездин А.К., Котов В.А. Магнитооптика тонких пленок. Москва: НАУКА, 1988. 192 p.
4. Тикадзуми С. Физика ферромагнетизма. Магнитные характеристики и практические применения / ed. Писарева Р.В. Москва: МИР, 1987.
5. Xichao Zhang et al. Skyrmion-electronics: writing, deleting, reading and processing magnetic skyrmions toward spintronic applications // Journal of Physics: Condensed Matter. 2020. Vol. 32, № 143001.
6. Voronov A. A. et al. Bismuth-substituted Iron Garnet Films for Magnetophotonics: Part B–Devices and Applications // Inorganic and Organic Thin Films: Fundamentals, Fabrication and Applications. 2021. Vol. 1. P. 161–197.
7. Berzhansky V.N. et al. Nano- and micro-scale Bi-substituted iron garnet films for photonics and magneto-optic eddy current defectoscopy // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2017.
8. Prokopov A.R. et al. Epitaxial Bi-Gd-Sc iron-garnet films for magnetophotonic applications // Journal of Alloys and Compounds. 2016. Vol. 671. P. 403–407.
9. Berzhansky V.N. et al. Synthesis and properties of substituted ferrit-garnet films for one-dimensional magnetophotonic crystals // Functional Materials. 2010. Vol. 17, № 1. P. 120–126.
10. Vysokikh Y.E. et al. Magneto-optical, Structural and Surface Properties of RIB Sputtered (Bi,Ga)- substituted DyIG films // Materials Research Bulletin. 2017. Vol. 95. P. 115–122.
11. Mironov V.L. Fundamentals of Scanning Probe Microscopy // THE RUSSIAN ACADEMY OF SCIENCES INSTITUTE OF PHYSICS OF

MICROSTRUCTURES. 2004. 1–95 p.

12. Hartmann U., Göddenhenrich T., Heiden C. Magnetic force microscopy: Current status and future trends // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 1991. Vol. 101, № 1–3. P. 263–270.
13. Dillon J.F. Observation of domains in the ferrimagnetic garnets by transmitted light // *Journal of Applied Physics*. 1958. Vol. 29, № 9. P. 1286–1291.
14. Vasiliev M. et al. RF magnetron sputtered (BiDy)₃(FeGa)₅O₁₂:Bi₂O₃ composite garnet-oxide materials possessing record magneto-optic quality in the visible spectral region // *Optics Express*. Optical Society of America, 2009. Vol. 17, № 22. P. 19519.
15. Vysokikh Y.E. et al. Study of functioning of the magneto-optical method as part of magnetic force microscopy // *Nanotechnologies in Russia*. 2016. Vol. 11, № 11–12. P. 815–819.
16. Vysokikh Y.E. et al. Integration of scanning near field polarization optical microscopy and atomic force microscopy for investigation of magnetic and ferroelectric materials // *IEEE Conference of Russian Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering (EIConRus)*. IEEE, 2017. P. 1445–1448.
17. Vysokikh Y.E. et al. Advanced aperture cantilevers made by focused ion beam for both magnetic domain structure and morphology investigation in high resolution magneto optical microscopy // *Journal of Physics: Conference Series*. 2019. Vol. 1410, № 1.
18. Shaposhnikov A.N. et al. Scanning probe microscopy investigation of iron garnet films for magnetoplasmonics // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2019. Vol. 699, № 1.
19. Nur-E-Alam M., Vasiliev M., Alameh K. Synthesis, Characteristics, and Material Properties Dataset of Bi:DyIG-Oxide Garnet-Type Nanocomposites // *Journal of Nanomaterials*. Hindawi, 2015. Vol. 2015. P. 1–9.
20. Вонсовский С.В. Магнетизм. Магнитные свойства диа-, пара-, ферро-, антифер-

- ро-, и ферримагнетиков. Москва: НАУКА, 1971. 805 р.
21. Барьяхтар В.Г., Иванов Б.А. В мире магнитных доменов / ed. Воронцов В.И. Научная думка, 1986.
 22. Смит Я., Вейн Х. Ферриты. Издательства иностранной литературы, 1962. 504с. р.
 23. Кандаурова Г.С. Хаос, порядок и красота в мире магнитных доменов // Известия Уральского Государственного Университета. 1997. № 5. Р. 31–52.
 24. Ландау Л.Д.; Лифшиц Е.М. Теоретическая физика: Учеб. пособ.: Для вузов. В 10 т. Т. VIII. Электродинамика сплошных сред. Москва: ФИЗМАТЛИТ, 2005.
 25. Weiss P. Molekulares Feld und Ferromagnetismus // Physikalische Zeitschrift. 1908. Vol. 9, № 358. P. 31.
 26. Салихова А.Р., Рыбаков А.В. Способ лечения кожных заболеваний с использованием магнитных пленок феррит-гранатов: пат. №2447911. 11.05.2010. USA. РФ: АГУ.
 27. Elna A Vitol V.N.& E.A.R. Microfabricated magnetic structures for future medicine: from sensors to cell actuators // NANOMEDICINEVOL. 2012. Vol. 7, № 10.
 28. Mapps D.J. Remote magnetic sensing of people // Sensors and Actuators A: Physical. 2003. Vol. 106, № 1–3. P. 321–325.
 29. ЦЕГЛОВ Д.А. ПАРАМЕТРЫ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ ФЕРРОМАГНЕТИКОВ И ФЕРРИМАГНЕТИКОВ // Дни науки студентов Владимирского государственного университета имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых. 2020. Р. 36–942.
 30. Berzhansky V.N. et al. High-coercive garnet films for thermo-magnetic recording // Journal of Physics: Conference Series. 2016. Vol. 741, № 1. P. Article number 012187.
 31. Балбашов А.М., Червоненкис А.Я. Магнитные материалы для микроэлектроники. Москва: Энергия, 1979. 216 р.

32. Shaposhnikov A.N. et al. Magneto-optical, structural and surface properties of RIB sputtered (Bi,Ga)-substituted DyIG films // *Materials Research Bulletin*. 2017.
33. Berzhansky V.N. et al. One-dimensional magnetophotonic crystals with magneto-optical double layers // *Journal of Experimental and Theoretical Physics*. 2016.
34. Inoue M. et al. Magnetophotonic crystals—a novel magneto-optic material with artificial periodic structures // *Journal of Materials Chemistry*. 2006. Vol. 16, № 7. P. 678.
35. Khokhlov N.E. et al. Photonic crystals with plasmonic patterns: novel type of the heterostructures for enhanced magneto-optical activity // *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2015. Vol. 48. P. 95001.
36. Park J.-H. et al. Magneto-optic spatial light modulators driven by an electric field // *Journal of Applied Physics*. American Institute of Physics, 2003. Vol. 93, № 10. P. 8525–8527.
37. Chung K.H. et al. Characteristics of Magneto-Photonic Crystals based Magneto-Optic SLMs for Spatial Light Phase Modulators // *Journal of the Magnetics Society of Japan*. The Magnetics Society of Japan, 2008. Vol. 32, № 2_2. P. 114–116.
38. Vasiliev M. et al. Novel Magnetic Photonic Crystal Structures for Magnetic Field Sensors and Visualizers // *IEEE Transactions on Magnetics*. 2008. Vol. 44, № 3. P. 323–328.
39. Shaposhnikov A.N. et al. Magneto-optics of single and microresonator iron-garnet films at low temperatures // *Optical Materials*. 2016.
40. Kučera M., Gerber R., Teggart B.. Magnetization reversal in coupled magneto-optical BiDy-iron garnet films // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. North-Holland, 2000. Vol. 219, № 2. P. 241–247.
41. Papakonstantinou P., Teggart B., Atkinson R. Characterisation of Pulsed Laser Deposited Bi Doped Dy Iron Garnet Thin Films on GGG(111), GGG(110), YSZ(100) and Si(100) // *Le Journal de Physique IV*. EDP Sciences, 1997. Vol. 07, № C1. P. C1-

- 475-C1-476.
42. Gomi M., Tanida T., Abe M. rf sputtering of highly Bi-substituted garnet films on glass substrates for magneto-optic memory // *Journal of Applied Physics*. American Institute of Physics, 1985. Vol. 57, № 8. P. 3888–3890.
 43. Gomi M., Utsugi K., Abe M. RF sputtered films of Bi-substituted garnet for magneto-optical memory // *IEEE Transactions on Magnetics*. 1986. Vol. 22, № 5. P. 1233–1235.
 44. Suzuki T. et al. Magnetic and magneto-optical properties and crystallization kinetics of rapid-thermally crystallized Bi-substituted garnet films // *IEEE Transactions on Magnetics*. 1990. Vol. 26, № 5. P. 1927–1929.
 45. Nur-E-Alam M. et al. Physical Properties and Behaviour of Highly Bi-Substituted Magneto-Optic Garnets for Applications in Integrated Optics and Photonics // *Advances in Optical Technologies*. Hindawi, 2011. Vol. 2011. P. 1–7.
 46. Kotov V.A. et al. Magnetic heterostructures with low coercivity for high-performance magneto-optic devices // *Journal of Physics D: Applied Physics*. IOP Publishing, 2013. Vol. 46, № 3. P. 035001.
 47. Vasiliev M. et al. Microstructural characterization of sputtered garnet materials and all-garnet magnetic heterostructures: establishing the technology for magnetic photonic crystal fabrication // *Journal of Physics D: Applied Physics*. IOP Publishing, 2009. Vol. 42, № 13. P. 135003.
 48. Nur-E-Alam M. et al. Garnet multilayer thin film structure with magnetostatically-altered and improved magnetic properties prepared by RF magnetron sputtering // *8th International Conference on High-capacity Optical Networks and Emerging Technologies*. IEEE, 2011. P. 177–181.
 49. Berzhansky V.N. et al. One-dimensional magnetophotonic crystals based on double-layer Bi-substituted iron garnet films // *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*. WILEY-VCH Verlag, 2011. Vol. 42, № 1. P. 19–23.
 50. Shaposhnikov A.N. et al. Dynamics of crystallization of ferrite-garnet films of various

- thicknesses during thermal annealing // Nanophysics and nanoelectronics. Proceedings of the XXV International Symposium (Nizhny Novgorod, March 9-12, 2021). 2021. Vol. 1. P. 346–347.
51. Uspenskaya L.S., Rakhmanov A.L. Dynamical magnetic structures in superconductors and ferromagnets // Uspekhi Fizicheskikh Nauk. 2012. Vol. 182, № 7. P. 681.
 52. Bitter F. Experiments on the Nature of Ferromagnetism // Physical Review. 1932. Vol. 41. P. 507.
 53. Hubert A., Schafer R. Magnetic Domains // Springer Verlag Berlin Heidelberg. 1998. № 159.
 54. Černák J, Macko P. The time dependence of particle aggregation in magnetic fluid layers // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 1993. Vol. 123, № 1–2. P. 107–116.
 55. Hale M.E., Fuller H.W., Rubinstein H. Magnetic Domain Observations by Electron Microscopy // Journal of Applied Physics. American Institute of Physics, 1959. Vol. 30, № 5. P. 789–791.
 56. Hefferman S.J., Chapman J.N., McVitie S. In-situ magnetising experiments on small regularly shaped permalloy particles // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 1991. Vol. 95, № 1. P. 76–84.
 57. Lang A.R. The projection topograph: a new method in X-ray diffraction microradiography // Acta Cryst. 1959. Vol. 12, № 3. P. 249–250.
 58. Polcarova M. Applications of X-ray diffraction topography to the study of magnetic domains // IEEE Transactions on Magnetics. 1969. Vol. 5, № 3. P. 536–544.
 59. Polcarova M., Lang A.R. X-RAY TOPOGRAPHIC STUDIES OF MAGNETIC DOMAIN CONFIGURATIONS AND MOVEMENTS // Applied Physics Letters. American Institute of Physics, 1962. Vol. 1, № 1. P. 13–15.
 60. Шавров В.Г., Щеглов В.И. Ферромагнитный резонанс в условиях ориентационного перехода. Москва: Физматлит, 2018.

61. Melikyan H. et al. Hard disk magnetic domain nano-spatial resolution imaging by using a near-field scanning microwave microscope with an AFM probe tip // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2009. Vol. 321, № 16. P. 2483–2487.
62. Grütter P. et al. 10-nm resolution by magnetic force microscopy on FeNdB // *Journal of Applied Physics*. 1990. Vol. 67, № 3. P. 1437.
63. Whiteside P.J.D., Chininis J.A., Hunt H.K. Techniques and challenges for characterizing metal thin films with applications in photonics // *Coatings*. 2016. Vol. 6, № 3. P. 1–26.
64. Fowler C.A., Fryer E.M. Magnetic domains by the longitudinal Kerr effect // *Physical Review*. 1954. Vol. 94, № 1. P. 52–56.
65. Williams H.J., Foster F.G., Wood E.A. Observation of magnetic domains by the Kerr effect [25] // *Physical Review*. 1951. Vol. 82, № 1. P. 119–120.
66. Kerr J. On the Rotation of the Plane of Polarization of Light by Reflection from the Pole of a Magnet // *Proceedings of the Royal Society of London*. 1876. Vol. 25, № 171–178. P. 447–450.
67. Fowler C.A., Fryer E.M. Magnetic Domains in Thin Films by the Faraday Effect // *Physical Review*. American Physical Society, 1956. Vol. 104, № 2. P. 552–553.
68. Sherwood R.C., Remeika J.P., Williams H.J. Domain behavior in some transparent magnetic oxides // *Journal of Applied Physics*. 1959. Vol. 30, № 2. P. 217–225.
69. Williams H.J., Foster F.G., Wood E.A. Observation of Magnetic Domains by the Kerr Effect // *Physical Review*. 1951. Vol. 82, № 1. P. 119–120.
70. Basterfield J. Domain structure and the influence of growth defects in single crystals of yttrium iron garnet // *J. Appl. Phys.* 1968. Vol. 39. P. 5521–5526.
71. Szymczak R. Observation of internal domain structure of barium ferrite in infrared // *Acta Phys. Polon.* 1973. Vol. 43. P. 571–578.
72. Gemperle R., Tomas I. Microstructure of thick 180° domain walls // *J. Magn. Magn. Mat.* 1988. Vol. 73. P. 339–334.

73. Abbe E. Beiträge zur Theorie des Mikroskops und der mikroskopischen Wahrnehmung // Archiv für Mikroskopische Anatomie. 1873. Vol. 9, № 1. P. 413–418.
74. Rayleigh, Lord. LVI. Investigations in optics, with special reference to the spectroscope // Philosophical Magazine Series 5. 1879. Vol. 8, № 51. P. 477–486.
75. Binnig G., Quate C., Gerber C. Atomic Force Microscope // Physical Review Letters. 1986. Vol. 56, № 9. P. 930–933.
76. Israelachvili J.N. Van der Waals Forces // Intermolecular and Surface Forces. 2011. P. 107–132.
77. Saint Jean M. et al. Van der Waals and capacitive forces in atomic force microscopies // Journal of Applied Physics. 1999. Vol. 86, № 9. P. 5245.
78. Ducker W.A., Cook R.F., Clarke D.R. Force measurement using an ac atomic force microscope // Journal of Applied Physics. 1990. Vol. 67, № 9. P. 4045–4052.
79. Ueyama H. et al. Atomically resolved $\text{InP}(110)$ surface observed with noncontact ultrahigh vacuum atomic force microscope // Japanese Journal of Applied Physics. 1995. Vol. 34, № 8. P. L1086–L1088.
80. Tamayo J., García R. Relationship between phase shift and energy dissipation in tapping-mode scanning force microscopy // Applied Physics Letters. 1998. Vol. 73, № 20. P. 2926–2928.
81. Tamayo J. Energy dissipation in tapping-mode scanning force microscopy with low quality factors // Applied Physics Letters. 1999. Vol. 75, № 22. P. 3569–3571.
82. Bykov V.A., Fedirko V.A. Scanning Probe Microscopy Application for Biological Objects Investigation // Spectroscopy of Biological Molecules. Dordrecht: Springer Netherlands, 1995. P. 471–472.
83. Cleveland J.P. et al. Energy dissipation in tapping-mode atomic force microscopy // Applied Physics Letters. 1998. Vol. 72, № 20. P. 2613–2615.
84. Martin Y., Rugar D., Wickramasinghe H.K. High-resolution magnetic imaging of

- domains in TbFe by force microscopy // *Applied Physics Letters*. 1988. Vol. 52, № 3. P. 244–246.
85. Sáenz J.J. et al. Observation of magnetic forces by the atomic force microscope // *Journal of Applied Physics*. 1987. Vol. 62, № 10. P. 4293.
86. Martin Y., Wickramasinghe H.K. Magnetic imaging by “force microscopy” with 1000 angstrom resolution // *Applied Physics Letters*. 1987. Vol. 50, № 1987. P. 1455–1457.
87. Алексеев А.М. et al. Особенности методики трехпроходных измерений в магнитной силовой микроскопии // *Известия высших учебных заведений. Электроника*. 2010. Vol. 6. P. 63–66.
88. Краснобородько С.Ю. Исследование влияния физико-технологических факторов на результаты измерений в магнитной силовой микроскопии // *Проектирование электронной компонентной базы и систем на кристалле*. 2007, 2007. P. 8–15.
89. Краснобородько С.Ю. Исследование и разработка комплекса методов для совершенствования функциональных и точностных характеристик атомно-силовой и магнитно-силовой микроскопии: диссертация к.т.н: защищена 2014г. / Краснобородько С.Ю.- Москва, 2014.-155 с.
90. Berzhansky V.N. et al. Microcavity One-Dimensional Magnetophotonic Crystals with Double Layer Bi-Substituted Iron Garnet Films: Optical and Magneto-Optical Responses in Transmission and Reflection Vladimir N. Berzhansky // *Solid State Phenomena*. 2015. Vol. 230. P. 241–246.
91. Группа компаний ООО «НТ-МДТ»: информация об атомно-силовом микроскопе NTEGRA. [электронный ресурс]. URL: <https://ntmdt-russia.com/products/ntegra-prima/> (дата обращения: 10.08.2023).
92. Denton A.R., Ashcroft N.W. Vegard’s law // *Physical Review A. American Physical Society*, 1991. Vol. 43, № 6. P. 3161–3164.
93. Shaposhnikov A.N. et al. Modification of Bi:YIG film properties by substrate surface pre-treatment // *Materials Research Bulletin*. 2014. Vol. 55. P. 19–25.

94. Berzhansky V. et al. Magneto-optics of nanoscale Bi:YIG films // *Applied Optics*. 2013. Vol. 52, № 26. P. 6599–6606.
95. Berzhansky V.N. et al. Microcavity One-Dimensional Magnetophotonic Crystals with Double Layer Iron Garnet // *Journal of the Magnetics Society of Japan. The Magnetics Society of Japan*, 2012. Vol. 36, № 1_2. P. 42–45.
96. Hartmann U., Göddenhenrich T., Heiden C. Magnetic force microscopy: Current status and future trends // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 1991.
97. Krasnoborodko S.Yu. et al. Scanning probe microscopy cantilevers improvement for advanced research and manipulation at nano scale. // *Journal of Physics: Conf. Series*. 2020. Vol. 1461, № 012190.
98. Paesler M. a., Moyer P.J., Lewis A. Near-Field Optics: Theory, Instrumentation, and Applications // *Physics Today*. 1997. Vol. 50, № 11. P. 67.
99. Bethe H.A. Theory of diffraction by small holes // *Physical Review*. 1944. Vol. 66, № 7–8. P. 163–182.
100. Betzig E., Trautman J.K. Near-field optics: microscopy, spectroscopy, and surface modification beyond the diffraction limit. // *Science (New York, N.Y.)*. 1992. Vol. 257, № 5067. P. 189–195.
101. Veerman J.A. et al. High definition aperture probes for near-field optical microscopy fabricated by focused ion beam milling // *Applied Physics Letters*. 1998. Vol. 72, № 24. P. 3115–3117.
102. Suh Y.D., Zenobi R. Improved probes for scanning near-field optical microscopy // *Advanced Materials*. 2000. Vol. 12, № 15. P. 1139–1142.
103. Schmid T. et al. Nanoscale chemical imaging using tip-enhanced Raman spectroscopy: a critical review. // *Angewandte Chemie (International ed. in English)*. 2013. Vol. 52, № 23. P. 5940–5954.
104. Jiang Y. et al. Cantilever tip near-field surface-enhanced raman imaging of tris(bipyridine)ruthenium(II) on silver nanoparticles-coated substrates // *Langmuir*. 2008. Vol. 24, № 20. P. 12054–12061.

105. Yakobson B.I. et al. Thermal/optical effects in NSOM probes // *Ultramicroscopy*. 1995. Vol. 61, № 1–4. P. 179–185.
106. Betzig E. et al. Near Field Scanning Optical Microscopy (NSOM) // *Biophysical journal*. 1986. Vol. 49, № 1. P. 269–279.
107. Dunn R.C. Near-field scanning optical microscopy. // *Chemical reviews*. 1999. Vol. 99, № 10. P. 2891–2928.
108. Hecht B. et al. Facts and artifacts in near-field optical microscopy // *Journal of Applied Physics*. 1997. Vol. 81, № 6. P. 2492–2498.
109. Oesterschulze E. et al. Cantilever probes for SNOM applications with single and double aperture tips // *Ultramicroscopy*. 1998. Vol. 71, № 1–4. P. 85–92.
110. Mai A. et al. Aperture based Raman spectroscopy on SiGe film structures with high spatial resolution // *Journal of Raman Spectroscopy*. 2008. Vol. 39, № 4. P. 435–438.
111. Leitenmeier S. et al. Studies on the growth of epitaxial bismuth-substituted iron garnet on gadolinium gallium garnet single crystals by pulsed laser deposition // *Journal of Crystal Growth*. 2008. Vol. 310, № 24. P. 5392–5401.
112. Рандошкин В.В., Червоненкис А.Я. *Прикладная магнитооптика*. Москва: Энергоатомиздат, 1990. 320 p.