## \_\_\_\_ ЛАБОРАТОРНАЯ \_\_\_\_ ТЕХНИКА \_\_\_\_

УДК 538.955

# МАГНИТНО-РЕЗОНАНСНЫЙ СИЛОВОЙ МИКРОСКОП НА БАЗЕ ЗОНДОВОГО КОМПЛЕКСА "SOLVER-HV"

© 2018 г. Е. В. Скороходов<sup>*a*</sup>, М. В. Сапожников<sup>*a*, *b*</sup>, А. Н. Резник<sup>*a*</sup>, В. В. Поляков<sup>*c*</sup>, В. А. Быков<sup>*c*</sup>, А. П. Володин<sup>*d*</sup>, В. Л. Миронов<sup>*a*, *b*, \*</sup>

<sup>а</sup> Институт физики микроструктур РАН Россия, 603950, Нижний Новгород, ГСП-105 <sup>b</sup> Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского Россия, 603005, Нижний Новгород, просп. Гагарина, 23 <sup>c</sup> NT-MDT Spectrum Instruments Poccus, 124460, Зеленоград, проезд 4922, 4 <sup>d</sup> KU Leuven, Afdeling Vaste-stoffysica en Magnetisme Celestijnenlaan 200D, BE-3001, Leuven, Belgium \* e-mail: mironov@ipmras.ru Поступила в редакцию 19.12.2017 г. После доработки 01.02.2018 г.

Описаны конструкция и принципы работы магнитно-резонансного силового микроскопа, созданного на основе вакуумного сканирующего зондового микроскопа "Solver HV". Прибор предназначен для исследования локальных с.в.ч.-свойств ферромагнитных микро- и наноструктур в диапазоне частот 0.1–20 ГГц во внешнем магнитном поле до 0.35 Тл.

DOI: 10.1134/S0032816218040316

#### введение

В последние годы интенсивное развитие получил новый метод исследования магнитных с.в.ч.свойств наноструктур с высоким пространственным разрешением – магнитно-резонансная силовая микроскопия [1–3]. Этот метод основан на локальном детектировании высокочастотных колебаний намагниченности образцов с помощью чувствительного механического датчика в виде упругой консоли малой жесткости (кантилевера) с магнитным зондом на конце. Для повышения чувствительности в магнитно-резонансной силовой микроскопии возбуждаются колебания магнитных моментов образца с.в.ч.-полем, модулированным по амплитуде на резонансной частоте механических колебаний кантилевера. Спектры магнитно-резонансной силовой микроскопии снимаются в виде зависимостей амплитуды или фазы колебаний кантилевера от частоты с.в.ч.накачки или от внешнего магнитного поля.

Принцип детектирования в магнитно-резонансной силовой микроскопии ферромагнитного резонанса (ф.м.р.) образцов заключается в следующем. Намагниченность образца испытывает вынужденные колебания под действием переменного магнитного с.в.ч.-поля, промодулированного по амплитуде на резонансной частоте кантилевера. В условиях ф.м.р происходит увеличение амплитуды с.в.ч.-колебаний намагниченности, соответственно средняя намагниченность образца уменьшается и начинает осциллировать на частоте модуляции. Эти осцилляции возбужлают периолическую силу, лействующую на зонл. которая вызывает резонансное увеличение колебаний кантилевера. Вдали от ф.м.р. средняя намагниченность слабо откликается на модулированный с.в.ч.-сигнал, соответственно раскачки кантилевера не происходит. Такая схема детектирования обеспечивает рекордную чувствительность регистрации локальных магнитных резонансов. Изображения магнитно-резонансной силовой микроскопии снимают при фиксированной частоте накачки посредством сканирования зонда над поверхностью образца. Таким образом, эти изображения представляют собой распределение амплитулы вынужденных колебаний кантилевера в зависимости от положения зонда над образцом, а по существу – распределение амплитуды колебаний намагниченности по плошали образца на заданной частоте накачки. Пространственное разрешение магнитно-резонансной силовой микроскопии определяется областью магнитостатического взаимодействия зонда с образцом.

В ферромагнетиках, в силу сильного обменного взаимодействия, поглощение с.в.ч.-излучения приводит к возбуждению коллективных колеба-



**Рис. 1.** Схема конструкции (**a**) и внешний вид измерительной части (**б**) м.р.с.м. *1* – вакуумная камера цилиндрической формы; *2* – фланец вакуумной камеры; *3* – основание микроскопа; *4* – электромагнит; *5* – магнитопровод; *6* – платформа; 7 – опоры; *8* – держатель образца; *9* – коаксиальный кабель; *10* – боковой фланец; *11* – универсальная измерительная головка "Smena"; *12* – шаговые двигатели; *13* – опоры измерительной головки; *14* – стеклянное окно для наблюдения.

ний намагниченности — спиновых волн. В этом случае магнитно-резонансный силовой микроскоп (м.р.с.м.) может быть использован для изучения спин-волновых резонансов. Диапазон частот ферромагнитного резонанса для металлических ферромагнетиков лежит в области выше 0.1 ГГц. При этом эффективным методом управления спектром поглощения и пространственными модами спин-волновых резонансов является наноструктурирование образцов [4—12].

В настоящей работе описана конструкция м.р.с.м., разработанная нами на основе серийно выпускаемого вакуумного сканирующего зондового микроскопа "Solver HV" ("NT-MDT Spectrum Instruments", г. Зеленоград). Разработанный м.р.с.м. предназначен для регистрации спектров и пространственных распределений амплитуды вынужденных колебаний намагниченности в тонкопленочных ферромагнитных наноструктурах.

### КОНСТРУКЦИЯ МИКРОСКОПА

Схема измерительной части м.р.с.м. и ее сопряжение с вакуумной камерой приведены на рис. 1а, внешний вид измерительной части изображен на рис. 1б.

Микроскоп расположен в вакуумной камере 1 цилиндрической формы. Камера откачивается турбомолекулярным насосом до остаточного давления  $10^{-5}$  Торр. На нижнем фланце 2 вакуумной камеры на основании 3 установлен электромагнит 4 с многослойным магнитопроводом 5 подковообразной формы, выполненным из трансформаторного железа. Сечение магнитопровода в зазоре между полюсами  $30 \times 20$  мм<sup>2</sup>, ширина зазора 10 мм. Над магнитом установлена платформа 6, выполненная из листового дюралюминия. Платформа установлена на трех опорах 7, позволяющих регулировать ее положение по вертикали. Верхняя плоскость платформы расположена ниже центра зазора магнита. В зазоре магнита расположен держатель 8 образца, представляющий собой короткозамкнутую полосковую линию, служащую для с.в.ч.-накачки образца. С.в.ч.мощность подводится к микрополосковой линии по коаксиальному кабелю 9 через боковой фланец 10 с уплотнением из вакуумной резины.

В м.р.с.м. используется модифицированная измерительная головка (11) SFV102NTF/M ("NT-MDT Spectrum Instruments"), выполненная из немагнитных материалов. Сканирование образца зондом осуществляется с помощью трубчатого пьезосканера. Размер максимальной области сканирования  $100 \times 100$  мкм. Динамический диапазон перемещений по оси *z* составляет ±6 мкм. Головка установлена на платформе *6* и может перемещаться в плоскости образца с помощью шаговых двигателей *12*, расположенных под опорами *13* головки. Диапазон перемещений головки в плоскости составляет ±2 мм, минимальный шаг позиционирования – 0.1 мкм.

Наблюдение рабочего промежутка м.р.с.м. осуществляется через стеклянное окно 14 в верхнем фланце вакуумной камеры с помощью длиннофокусной оптической системы ОРТЕМ ZOOM 125 (QIOPTICS, NY, USA) с видеокамерой и монитором "Sony". Вакуумная камера с микроскопом размещается на виброизолирующей платформе "Halcyonics" (HALCYONICS, GmbH, Germany), обеспечивающей активное подавление вибраций в полосе 0.6–100 Гц.



**Рис. 2.** Схема микрополосковой линии. *1* – разъем SMA; *2* – закороченная полосковая линия; *3* – образец. Ширина зазора между полосками 150 мкм. Стрелкой указано направление внешнего поля, создаваемого электромагнитом.

Для с.в.ч.-накачки образцов применяется микрополосковая линия, изготовленная из фольгированной пластины RT/duroid 5880 (ROGERS Corporation, USA) методом оптической литографии и химического травления. Общая толщина пластины составляет 1.5 мм, толщина медного покрытия – 17.5 мкм, диэлектрическая проницаемость – 2.2. Схематическое изображение микрополосковой линии представлено на рис. 2.

Для согласования с с.в.ч.-трактом геометрические параметры линии рассчитывались с помощью специализированного программного пакета "Calculator Microstrip Online", предназначенного для вычисления импеданса микрополосковых линий [13].

## ФУНКЦИОНАЛЬНАЯ СХЕМА М.Р.С.М.

Функциональная схема м.р.с.м. приведена на рис. 3. Управление установкой осуществляется с помощью многоканального контроллера (1) BLU-322NTF/M ("NT-MDT Spectrum Instruments"). Программное обеспечение представляет собой стандартный пакет управления контролле-

ром "Nova" с дополнительной программной надстройкой, обеспечивающей функции м.р.с.м., разработанной на основе пакета LabVIEW. Для с.в.ч.-накачки используется широкополосный перестраиваемый синтезатор частот SPS 20 (ООО "Спектран", г. Саратов), работающий в диапазоне частот 9 кГц—20 ГГц (выходная мощность от —10 до +20 дБм).

С.в.ч.-излучение накачки модулируется по амплитуде на частоте, соответствующей резонансной частоте кантилевера, с помощью p-i-n-диола (глубина молулянии 100%). Частота молулянии задается встроенным в контроллер генератором. С.в.ч.-мощность подводится к образцу с помощью коаксиального кабеля RG402 с волновым сопротивлением 50 Ом и планарного микрополоскового волновода. Амплитуда и фаза вынужденных колебаний кантилевера регистрируются с помошью синхронного детектора на частоте модуляции с.в.ч.-излучения. Микрополосковая линия закреплена в зазоре электромагнита, создающего постоянное продольное магнитное поле величиной до ±0.35 Тл. В качестве источника тока электромагнита используется программно-управляемый источник тока АКИП-1122 (ЗАО "Прист", г. Москва).

Разработанное программное обеспечение позволяет регистрировать м.р.с.м.-спектры образцов в виде зависимостей амплитуды и фазы колебаний кантилевера от частоты f с.в.ч.-накачки и внешнего магнитного поля H, а также м.р.с.м.-изображения в виде пространственных распределений амплитуды и фазы колебаний кантилевера при фиксированных f и H.

## АЛГОРИТМ РАБОТЫ МИКРОСКОПА

Магнитно-резонансный силовой микроскоп работает по следующему алгоритму (см. функциональную схему на рис. 3). Согласованное управ-



**Рис. 3.** Функциональная схема установки м.р.с.м. *ПВ* – пьезовибратор, *ИТ* – источник тока, *PC* – персональный компьютер.

ление контроллером, с.в.ч.-генератором и источником тока ИТ электромагнита осуществляется персональным компьютером РС. Вначале регистрируется спектр вынужденных колебаний свободного кантилевера и определяются его резонансная частота  $f_{p}$  и добротность Q. С этой целью напряжение со встроенного генератора звуковой частоты контроллера (выход 1) подается на пьезовибратор ПВ сканирующего элемента, и с помощью оптической системы детектирования регистрируется зависимость амплитуды колебаний кантилевера от частоты генератора. После определения резонансной частоты переменное напряжение на пьезовибраторе отключается. Затем на этапе непосредственных измерений со второго генератора (выход 2) на модулятор подается синусоидальное напряжение амплитудой 10 В с частотой  $f_{\rm p}$ . На второй вход модулятора подается сигнал с.в.ч.-накачки. Модулированный с.в.ч.-сигнал поступает на полосковую линию для накачки образца. Величина продольного подмагничивающего поля задается с помощью ИТ под управлением компьютера (выход 3).

В качестве м.р.с.м.-спектров измеряются либо зависимости амплитуды и фазы колебаний кантилевера от частоты накачки (перестройка частоты под управлением РС, выход 4) при фиксированном внешнем поле, либо зависимости амплитуды и фазы от величины подмагничивающего поля (перестройка поля под управлением PC, выход 3) при фиксированной частоте накачки. М.р.с.м.изображение исследуемого объекта получают при сканировании зондом образца в однопроходном режиме при постоянном расстоянии между зондом и образцом. При этом регистрируются амплитуда и фаза колебаний кантилевера как функции пространственных координат x, y при фиксированных значениях подмагничивающего поля и частоты накачки.

Для компенсации паразитных колебаний кантилевера, вызванных силами немагнитной природы (обусловленными воздействием модулированного с.в.ч.-излучения), на пьезовибратор измерительной головки подается противофазное напряжение (выход 1), приводящее к гашению этих колебаний.

Чувствительность прибора определяется в первую очередь характеристиками зонда, выражение для минимальной детектируемой силы имеет вид [14]

$$F_{\min} = \sqrt{\frac{2k_{\rm B}\kappa T\Delta v}{\pi Q f_c}}$$

где к,  $f_c$ , Q — соответственно жесткость, частота и добротность кантиливера; T — температура,  $\Delta v$  — полоса детектирования прибора. В нашем случае эта величина составляет 30 фН.

ПРИБОРЫ И ТЕХНИКА ЭКСПЕРИМЕНТА № 5 2018

Из анализа соотношения сигнал/шум при регистрации спектра можно оценить чувствительность прибора величиной 5 · 10<sup>4</sup> электронных спинов, которая в пределах одного порядка близка к термодинамически обусловленному пределу. Дальнейшее повышение чувствительности при комнатной температуре возможно за счет повышения механической добротности используемого кантилевера.

Разрешение микроскопа определяется размерами области резонансного взаимодействия образца и зонда и зависит от отношения ширины линии ф.м.р. магнитного материала к величине градиента магнитного поля зонда. Для зонда с магнитным моментом, ориентированным в плоскости образца, латеральное разрешение имеет вид:

$$\delta x = \frac{\Delta H_{res}}{\partial H_x / \partial z}$$

и в наших экспериментах составляет порядка 500 нм.

### М.Р.С.М.-ИССЛЕДОВАНИЯ МИКРОПОЛОСОК ПЕРМАЛЛОЯ

Нами были проведены тестовые м.р.с.м.-измерения спектров ф.м.р.-массива планарных микрополосок пермаллоя (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>, далее — NiFe), изготовленных методом взрывной литографии [15]. Изображение участка массива микрополосок, полученное с использованием сканирующей электронной микроскопии, приведено на рис. 4. Полоски имеют размеры  $3000 \times 500 \times 30$  нм и упорядочены на прямоугольной решетке с периодом 6 мкм в направлении длинной оси и периодом 3.5 мкм в направлении короткой оси полосок.

В качестве м.р.с.м.-датчика использовался стандартный кантилевер NSG-1 (резонансная частота 9.2 кГц, жесткость консоли 0.03 Н/м), на который наклеивалась магнитная частица CoSm диаметром 10 мкм. Образец размещали на планарной полосковой линии так, что магнитная составляющая с.в.ч.-поля накачки была направлена вдоль короткой оси полосок. При этом внешнее подмагничивающее поле Н было ориентировано вдоль длинной оси полосок, т.е. перпендикулярно полю накачки. Регистрировались зависимости амплитуды колебаний кантилевера от внешнего подмагничивающего поля. Накачка образца осуществлялась на частоте  $f = 5.8 \ \Gamma \Gamma \mu$  с мощностью 20 дБм. С.в.ч.-поле модулировалось по амплитуде на резонансной частоте кантилевера 9.2 кГц. Измерения проводились в вакууме (10<sup>-3</sup> Торр). При этом добротность кантилевера составляла 1000.

Измерения в магнитно-резонансной силовой микроскопии проводились с применением зонда, у которого магнитный момент был направлен вдоль поверхности образца параллельно длинной

1.00 0.99 0.98 0.97 0.96 0.95 30 40 50 0 10 20 60 Магнитное поле, мТл

Рис. 5. М.р.с.м.-спектр ф.м.р. микрополоски NiFe.

Рис. 6. М.р.с.м.-изображение участка массива микрополосок. Частота накачки 5.8 ГГц, подмагничивающее поле 30 мТл, расстояние между зондом и образцом 1 мкм. Пунктирными линиями показаны положения микрополосок. Размер кадра 11 × 4 мкм.

стороне полосок. Зонд располагался над центральной областью одной из микрополосок на расстоянии 3 мкм от поверхности. Пример экспериментального м.р.с.м.-спектра приведен на рис. 5. В спектре наблюдается широкий провал вблизи значения поля 30 мТл, соответствующий квазиоднородному ф.м.р. в микрополоске [15].

Изображение участка массива микрополосок, полученное с помощью магнитно-резонансной силовой микроскопии, приведено на рис. 6. Параметры эксперимента были выбраны соответствующими резонансу микрополоски. Частота накачки составляла 5.8 ГГц, подмагничивающее поле – 30 мТл, расстояние между зондом и образцом – 1 мкм. Колебания кантилевера, вызванные немагнитной силой воздействия модулированной с.в.ч.-накачки, компенсировались посредством подачи противофазного напряжения на пьезовибратор держателя зондового датчика.

На выбранной частоте в заданном магнитном поле максимумы в м.р.с.м.-изображении образца, соответствующие максимумам амплитуды колебаний кантилевера, расположены непосредственно над центральными областями микрополосок.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе описана конструкция и принципы работы м.р.с.м., разработанного на основе вакуумного сканирующего зондового микроскопа "Solver-HV". Возможности данного прибора продемонстрированы на примере м.р.с.м.-исследований массива микрополосок NiFe. Показана возможность локальной регистрации ф.м.р.-спектров, а также измерений пространственного распределения амплитуды колебаний намагниченности при заданной частоте возбуждения и величине внешнего магнитного поля. Предложенная конструкция м.р.с.м. существенно расширяет функциональность сканирующего зондового микроскопа за счет дополнительных возможностей по исследованию локальных с.в.ч.-свойств магнитных микроструктур.

Авторы выражают благодарность В.В. Рогову, О.Л. Ермолаевой, С.Н. Вдовичеву, Н.С. Гусеву за помощь при проведении экспериментов, а также А.А. Фраерману, А.М. Клушину и Р.В. Гореву за полезные обсуждения.

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (проект 16-02-10254).

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. Sidles J.A. // Applied Physics Letters. 1991. V. 58. P. 2854.
- 2. Rugar D., Budakian R., Mamin H.J., Chui B.W. // Nature. 2004. V. 403. P. 329.





Амплитуда колебаний зонда, отн. ед.

- Degen C.L., Poggio M., Mamin H.J., Rettner C.T., Rugar D. // Proc. of the National Academy of Sciences of the USA. 2009. V. 106. P. 1313.
- 4. Zang Z., Hammel P.C., Wigen P.E. // Applied Physics Letters. 1996. V. 68. P. 2005.
- De Loubens G., Naletov V.V., Klein O., ben Youssef J., Boust F., Vukadinovic N. // Physical Review Letters. 2007. V. 98. P. 127601.
- Klein O., de Loubens G., Naletov V.V., Boust F., Guillet T., Hurdequint H., Leksikov A., Slavin A.N., Tiberkevich V.S., Vukadinovic N. // Physical Review B. 2008. V. 78. P. 144410.
- Chia H.-J., Guo F., Belova L.M., McMichael D. // Phys. Review. B. 2012. V. 86. P. 184406.
- Guo F., Belova L.M., McMichael D. // Physical Review Letters. 2013. V. 110. P. 017601.
- 9. Aranda G.R., Kakazei N., González J., Guslienko K.Y. // Journal of Applied Physics. 2014. V. 116. P. 093908.

- Горев Р.В., Скороходов Е.В., Миронов В.Л. // ФТТ. 2016. Т. 58. Вып. 11. С. 2135. doi 10.21883/ftt.2016. 11.43726.2k
- 11. Sapozhnikov M.V., Budarin L.I., Demidov E.S. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2018. V. 449. P. 68.
- 12. Sapozhnikov M.V., Gorev R.V., Karashtin E.A., Mironov V.L. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2018. V. 446. P. 1.
- 13. https://www.microwaves101.com
- Hammel P.C., Pelekhov D.V., Wigen P.E., Gosnell T.R., Midzor M.M., Roukes M.L. // Proc. of the IEEE. 2003. V. 91. P. 789.
- Skorohodov E.V., Gorev R.V., Yakubov R.R., Demidov E.S., Khivintsev Yu.V., Filimonov Yu.A., Mironov V.L. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2017. V. 424. P. 118.