

С.І. Ющук¹, С.О. Юр'єв¹, І.Р. Зачек¹, В.В. Мокляк²

Діагностика намагніченості ферогранатових плівок

¹Національний університет "Львівська політехніка", вул. Ст. Бандери, 12, м. Львів, 79046
(032)258-27-66, E-mail: syuryev@mail.ru

²Інститут металофізики ім. Г.В. Курдюмова НАН України, бул. Акад. Вернадського, 36,
м. Київ, Україна, 03680 МСП

Розглянуто питання вимірювання статичних магнітних параметрів епітаксійних ферогранатових плівок. Показано, що особливості геометрії феритових епітаксійних структур вимагають змін у схемі розміщення індуктивних датчиків і тракті вибірного підсилення магнітометра. Наведено опис конструкції і принципу роботи магнітометра з вібруючим зразком. Розроблена установка дозволяє вимірювати такі параметри і залежності для ферогранатових плівок: намагніченість насичення M_s , коерцитивну силу H_c , петлю гістерезису, температурні залежності $M_s = f(T)$, $H_c = f(T)$. Похибка вимірювань не перевищує 5%.

Ключові слова: ферогранатові плівки, намагніченість, магнітометр.

Стаття постуила до редакції 02.03.2014; прийнята до друку 15.06.2014.

Вступ

Монокристалічні плівки ферит-гранатів становлять інтерес для приладів надвисоких частот (НВЧ) [1], запам'ятовуючих пристроїв на циліндричних магнітних доменах (ЦМД) [2], сенсорів магнітного поля [3] тощо. Плівки вирощують методом рідиннофазної епітаксії з розчинів-розплавів феритоутворюючих оксидів на монокристалічних підкладках з галій – гадолінієвого гранату $Gd_3Ga_5O_{12}$ (ГГГ) [4]. Для застосування в НВЧ - техніці найбільш перспективними є феритові епітаксійні структури (ФЕС), які складаються з плівки залізо-ітрієвого гранату $Y_3Fe_5O_{12}$ (ЗІГ), вирощеної на підкладці з ГГГ.

Основними параметрами ферит-гранатових плівок є: намагніченість насичення (M_s), поле магнітної анізотропії (H_A), ширина лінії феромагнітного резонансу (ФМР), товщина феритового шару. Намагніченість насичення і поле магнітної анізотропії визначають значення робочої частоти НВЧ - пристрою і значення фактора якості плівок з ЦМД. Для забезпечення стабільної роботи запам'ятовуючого пристрою на ЦМД фактор якості $Q = \frac{H_k}{4\pi M_s}$, де H_k - поле наведеної одновісної магнітної анізотропії, повинен перевищувати одиницю і зростати при збільшенні діаметра ЦМД.

Отже, точне і, по можливості, нетрудомістке вимірювання параметра M_s має першорядне значення.

I. Методи вимірювання намагніченості

Для феритової плівки з ЦМД значення намагніченості насичення може бути визначене по періоду доменної структури в нульовому зовнішньому полі і полю колапсу ЦМД [5]. Тут точність визначення M_s становить 5 ... 10%. У випадку великих полів колапсу може бути використаний метод, описаний в [6], в якому для знаходження M_s необхідно знати період доменної структури і залежність намагніченості в одиницях $\frac{M}{M_s}$ від H_{\perp} , тобто напруженості магнітного поля, прикладеного по нормалі до поверхні ФЕС.

У роботі [3] зразок ФЕС поміщувався в плоску вимірювальну котушку, яка перебувала всередині намагнічувальної котушки. При зміні струму в намагнічувальній котушці за лінійним законом, електричний сигнал, який індукується у вимірювальній котушці, є пропорційним до похідної по часу від магнітного моменту зразка, тобто до магнітної сприйнятливості. Враховувався також парамагнітний внесок від підкладки ФЕС, який давав сталу складову сигналу і віднімався від нього.

На екран комп'ютерного монітора виводилася залежність намагніченості від напруженості поля, а також значення магнітного моменту плівкового зразка. Намагніченість насичення визначалася з урахуванням площі зразка і товщини ферит-гранатової плівки, виміряної спектрофотометричним або ваговим методами. Калібрування виконувалось по еталонному зразку чистого ЗІГ ($4\pi M_s = 1750 \text{ Гс}$).

Сумарна похибка визначення намагніченості насичення ферит - гранатової плівки становила 5 %.

Ще один спосіб вимірювання намагніченості ферит-гранатових плівок полягає у використанні методу феромагнітного резонансу [7]. Плівку поміщають у зовнішнє магнітне поле і намагнічують по нормалі або подотичній до її поверхні. Складність полягає в тому, що у співвідношення між резонансною частотою і напруженістю магнітного поля входить поле анізотропії, яке для епітаксійно вирощених ферит-гранатових плівок, в основному, залежить від першої константи кубічної анізотропії K_1 і константи одновісноїростової анізотропії K_1^u . Крім того, зразки для вимірювань повинні мати форму диска діаметром менше 3 мм. Отже, для вимірювання M_s використовується лише невелика частина плівки, що не дає інформації про всю ФЕС, в той час як при вирощуванні монокристалічних ферит-гранатових плівок ми використовували підкладки з ГГГ у вигляді дисків діаметром 76,2 мм [8].

З нашого погляду, найбільш точним і універсальним приладом для дослідження статичних магнітних параметрів, в тому числі і намагніченості насичення, є магнітометр з віброуючим зразком [9].

Однак, застосування вібраційного магніто-метра для дослідження тонких феритових плівок має ряд особливостей. По-перше, для забезпечення необхідної точності вимірювань мала кількість досліджуваного матеріалу вимагає значного підвищення чутливості магнітометра. По-друге, використання зразків великої площі (до 2 см^2) ставить задачу зменшити похибку вимірювання, пов'язану зі зміщенням досліджуваного зразка відносно вимірювальних датчиків. Розрахунок оптимальних розмірів індуктивних датчиків проводиться при умові, що віддаль між датчиками значно перевищує геометричні розміри "магнітного диполя" - досліджуваного зразка [10]. В цьому випадку оптимальні розміри можна розрахувати, виходячи з конфігурації змінного магнітного поля, створеного віброуючим диполем [1]. Найчастіше застосовується розміщення датчиків на полюсах електромагніту або кілець Гельмгольца.

II. Принцип роботи та блок-схема магнітометра

Проведені нами дослідження показали, що при вимірюванні магнітних властивостей плівок більш ефективним є розміщення індуктивних датчиків в центрі зазора електромагніту (або кілець Гельмгольца) в паралельних горизонтальних площинах з віссю намотки, що збігається з напрямком магнітного поля. Таке розміщення датчиків дозволяє значно підвищити чутливість магнітометра і позбутись гострої залежності сигналу від площі зразка (при однакових об'ємах зразків). Крім того, дозволяє усунути нестабільність вимірювань, пов'язану зі зміщенням зразка відносно індуктивних датчиків, оскільки зменшення віддалі між ними обумовлює майже повну нечутливість

системи до малих (до 2 мм) зміщень зразка. Перенесення датчиків в центральну частину зазора дозволяє уникнути впливу полюсів намагнічуючого пристрою на компенсацію наводки при вимірюванні по "нульовому методу". Таке розташування було запропоновано в роботі [10], але не застосовувалось через складність вимірювань при розміщенні зразка в просторі між датчиками.

Другий шлях підвищення точності вимірювань магнітометром з віброуючим зразком пов'язаний зі збільшенням відношення сигнал-шум на виході тракту вибірного підсилення. Застосування селективних підсилювачів з вузькою смугою пропускання знижує стабільність роботи магнітометра, по-перше, через інерційність тракту підсилення, яка спричинена вузькістю смуги пропускання, і, по-друге, внаслідок нестабільності частоти вібрації. Тому для вимірювання феритових плівок ми застосували схему тракту вибірного підсилення з двома підсилювачами, розладнаними відносно частоти вібрації згідно умови $f_1 < f_{\text{вібр.}} < f_2$. Були вибрані наступні частоти: $f_{\text{вібр.}}=71 \text{ Гц}$; $f_1=69 \text{ Гц}$; $f_2=73 \text{ Гц}$.

На рис. 1 наведена блок-схема магнітометра. Застосування в магнітометрі схеми формування тракту вибірного підсилення дозволило значно збільшити відношення сигнал-шум на виході тракту підсилення і виконувати вимірювання не компенсаційним методом [10], а безпосереднім вимірюванням сигналу, що наводиться у вимірювальних датчиках віброуючим зразком [9]. При цьому інерційність тракту вибірного підсилення залишилася без змін, що є важливим для проведення досліджень температурної і польової залежностей магнітного моменту плівки.

Досліджуваний зразок ФЕС поміщають на Г-подібний тримач 2, який прикріплений до стрижня 6, з'єднаного з вібратором 7. Для заміни зразка стрижень відхиляють від вертикальної осі і тримач зразка висувається з порожнини між датчиками. Плівковий зразок є закріплений консольно, і, щоб запобігти появі при його вібрації в спектрі сигналу, що наводиться, гармонік вищих порядків, зразок прикріплюють до тримача стеарином або воском. Можливість повертання усієї механічної системи дозволяє поміщати досліджуваний зразок в зазор електромагніту 5 або в простір між кільцями Гельмгольца 1, що дає можливість проводити дослідження в сильних і слабких магнітних полях.

Електромагніт і кільця Гельмгольца живляться від регульованих стабілізованих джерел живлення 16 та 17, а вібратор - від звукового генератора 8. Індуктивні датчики 3, щомістять по 800 витків дроту перерізом 0,1 мм, розміщені в зазорі електромагніту або в просторі між кільцями Гельмгольца. В залежності від роду робіт їх перемикають на вхід тракту вибірного підсилення, що складається з підсилювачів 13, 14. До виходу тракту підсилення підключено осцилограф 12 і фазовий детектор 11 для контролю сигналу та

вимірювання коерцитивної сили плівки. Паралельно до фазового детектора підключений електронний вольтметр 9 для вимірювання точних значень сигналу і двокоординатний самозаписувач 10 для вимірювання функціональних залежностей. На вхід Х самозаписувача підключають залежно від роду роботи магнітометра датчик Холла 4, призначений для вимірювання напруженості магнітного поля або термопару.

де M_s - намагніченість насичення; V - об'єм магнітного матеріалу в плівковому зразку. У зв'язку з тим, що за допомогою вібраційного магнітометра визначення абсолютного значення магнітного моменту I_s є утрудненим, зазвичай використовують не абсолютний, а відносний метод вимірювання. Він полягає в порівнянні магнітного моменту досліджуваного зразка з відомим магнітним моментом еталона. В якості еталона ми використовували технічний нікель,

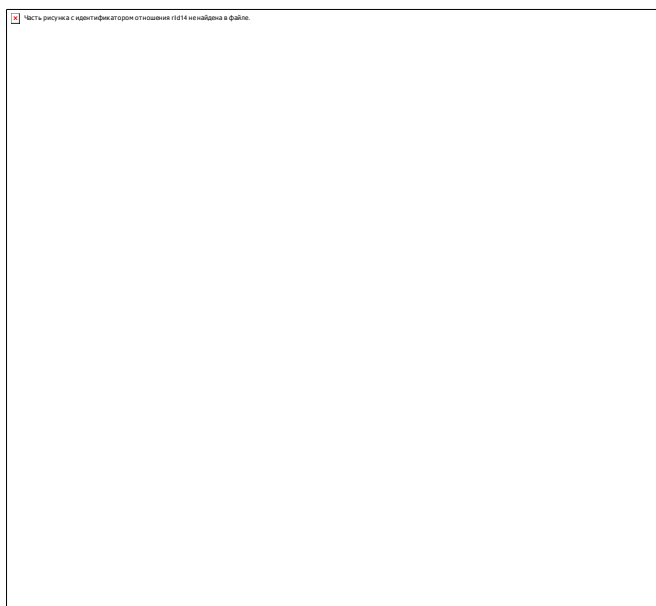


Рис. 1. Блок - схема магнітометра з вібруючим зразком . 1 - кільця Гельмгольца; 2 - тримач; 3 - індуктивні датчики; 4 - датчик Холла; 5 - електромагніт; 6 - стрижень; 7 - вібратор; 8 - звуковий генератор; 9 - електронний вольтметр; 10 - двокоординатний самозаписувач; 11 - фазовий детектор; 12 - осцилограф; 13, 14 - підсилювачі; 15 - вимірювач магнітної індукції; 16, 17 - джерела живлення.

Щоб запобігти мікрофонному ефекту, індуктивні датчики поміщають в масивні латунні обойми, прикріплені до полюсів електромагніту. Для проведення високотемпературних досліджень в зазор електромагніту вводять щільну електропіч, а зразок розміщують на кварцевому тримачі, притискаючи до нього термопарою, пропущеною крізь алундовий чохол, який знаходиться у вібруючому стрижні.

Зразок, здійснюючи коливальні рухи в магнітному полі електромагніту або кільця Гельмгольца, наводить у вимірювальних датчиках електро-рушійну силу (ЕРС), пропорційну магнітному моменту зразка

$$U_s = KI_s, \quad (1)$$

де U_s - ЕРС, що наводиться в датчиках; K - коефіцієнт пропорційності; I_s - магнітний момент зразка.

У випадку об'ємних матеріалів магнітний момент означається виразом:

$$I_s = m\sigma_s \quad (2)$$

де m - маса зразка; σ_s - питома намагніченість насичення, а у випадку плівкових зразків

$$I_s = M_s \mathcal{V}, \quad (3)$$

який намагнічується в порівняно слабких полях.

При використанні нікелевого еталона ЕРС, що наводиться ним у вимірювальних датчиках, дорівнює:

$$U_{se} = K M_{se} V_e, \quad (4)$$

де $M_{se} = 480 \text{ Гс}$ - намагніченість насичення нікелю; V_e - об'єм нікелевого зразка; K - коефіцієнт пропорційності.

Спільнорозв'язуючи рівняння (1), (3) і (4), отримуємо вираз для намагніченості насичення зразка феритової плівки:

$$M_s = \frac{480 U_s \mathcal{V}_e}{U_{se} \mathcal{V}}. \quad (5)$$

Оптимальні розміри досліджуваних зразків: ФЕС круглої форми діаметром 8...12 мм або квадратної - зі стороною 8...12 мм; зразки сферичної форми діаметром 2...4 мм, виготовлені з об'ємних феритів.

Так як плівкові зразки мають порівняно великі розміри, то лінійність в (5) не зберігається, незважаючи на застосування спеціальних датчиків, які значно зменшують похибку вимірювання при переході до великих зразків. Причиною такого відхилення від лінійності є те, що при вібрації магнітної плівки картина

виникаючого змінного електромагнітного поля сильно відрізняється від картини, що розраховується для магнітного диполя. Тому при переході до плівок з великими площами, ми використовували для кожного типорозміру досліджуваної плівки келевий еталон такого ж розміру. Однак, необхідно зазначити, що діапазон лінійності використаного тракту вибірного підсилення обмежується рівнем вхідних сигналів, який становить 3,5...4 мВ. Тому при вимірюванні плівок з великою питомою намагніченістю насичення доводиться збільшувати зазор між вимірювальними датчиками або зменшувати амплітуду вібрації зразка.

III. Результати вимірювань

В якості ілюстрації результатів вимірювань з допомогою розробленого магнітометра на рис. 2 наведено температурні залежності намагніченості насичення ферогранатових плівок із загальною формулою $\{Y_{3-y}La_y\}(Fe_{5-x}Ga_x)O_{12}$, а на рис. 3 залежності намагніченості насичення і температури Кюрі галій - заміщених плівок ЗІГ $\{Y\}_3(Fe, Ga)_5O_{12}$ від ступеня заміщення.

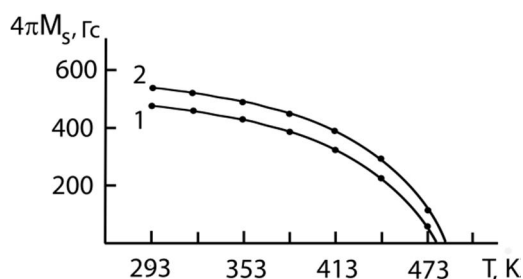


Рис. 2. Температурні залежності намагніченості насичення ферогранатових плівок $\{Y_{3-y}La_y\}(Fe_{5-x}Ga_x)O_{12}$: 1 - $x=0,9; y= 0,2$; 2 - $x=0,8; y= 0,16$.

Результати вимірювання добре узгоджуються з літературними даними [4, 11].

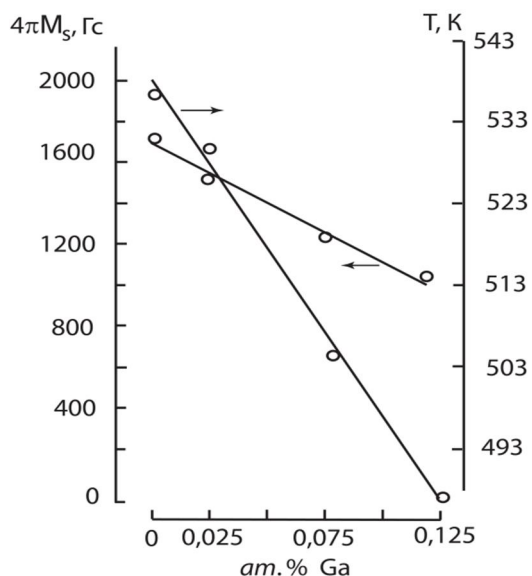


Рис. 3. Залежності намагніченості насичення і температури Кюрі ЗІГ заміщених плівок $\{Y\}_3(Fe, Ga)_5O_{12}$ від вмісту іонів Ga^{3+} .

Висновки

1. Для діагностики намагніченості ферогранатових плівок найбільш оперативним і зручним є метод віброуючого зразка.
2. Розроблена установка дозволяє вимірювати такі параметри і залежності: намагніченість насичення M_s , коерцитивну силу по намагніченості H_c , температурні залежності $M_s = f(T)$, $H_c = f(T)$, петлі гистерезису $M = f(H)$.
3. Застосування в магнітометрі схеми тракту вибірного підсилення з двома підсилювачами, розладнаними відносно частоти вібрації, а також методу порівняння магнітного моменту досліджуваного зразка з відомим магнітним моментом еталона такого ж розміру дозволяє підвищити точність і повторюваність результатів вимірювань. Похибка вимірювання не перевищує 5%.

С.І. Ющук – доктор технічних наук, професор кафедри фізики;
С.О. Юр'єв – кандидат фізико-математичних наук, доцент кафедри фізики;
І.Р. Зачек – доктор фізико-математичних наук, професор кафедри фізики;
В.В. Мокляк – кандидат фізико-математичних наук, старший науковий співробітник лабораторії фізики магнітних плівок ІМФ НАНУ.

- [1]. S.I. Jushhuk, S.A. Jur'ev, P.S. Kostjuk, V.I. Bondar, *Tehnologija i konstruirovanie v jelektronnoj apparature* 3(57), 22 (2005).
- [2]. A. Jeshenfel'der. *Fizika i tehnologija cilindricheskikh magnitnyh domenov* (Mir, M. 1983).
- [3]. S.B. Ubizs'kij. *Epitaksijniferogranatovistrukturi dlja sensorivmagnitnogo polja. Avtoref. disertacii d-ra fiz. - mat. nauk: 01.04.01/ Nacional'nij un-t "L'vivs'kapolitehnika"*. L'viv. 36 s. (2001).
- [4]. A.M. Balbashov, A.Ja. Chervonenkis, *Magnitnye materialy dlja mikroelektroniki* (Jenergija, M.1979).
- [5]. D.C. Fowlis, J.A. Copeland. *Rapid method for determining the magnetization and intrinsic length of magnetic bubble domain materials.* – AIP Conf. Proc.(5), 240 (1971).
- [6]. R.W. Shaw, D.E. Hill, R.M. Sandform, J.W. Moody, *J. Appl. Physic.*44(5),2346 (1975).
- [7]. A.G. Gurevich, G.A. Melkov. *Magnitnye kolebanija i volny*, (Nauka.Izd. FML VO, M. 1994).
- [8]. S.O. Jur'ev, P.I. Jurchishin, S.I. Jushhuk, *Visnik Nac.Un.-tu "L'vivs'kapolitehnika"* (592), 42 (2007).
- [9]. A.M. Lavruhin, *Ustanovka s vibracionnym magnitometrom dlja opredelenija staticheskikh harakteristik ferromaterialov. Vkn.: Izmeritel'najatehnika* (10), 53 (1967).
- [10]. S. Foner, *Rev. Sci. Instr.* 30(7),548 (1959).
- [11]. Ju.M. Jakovlev, S.Sh. Gendelev, *Monokristally ferritov v radiojelektronike* (Sov. Radio. M. 1975).

S.I. Yushchuk, S.O. Yuryev, S.R. Zachek, V.V. Moklyak

Diagnostics of Ferrogarnet Films Magnetization

*Nationaluniversity "Lvivskapolitehnika, 12, BanderySt, Lviv, 79046
(032) 258-27-66, E-mail: syuryev@mail.ru*

**G.V. KurdyumovInstituteforMetalPhysics, N.A.S. ofUkraine, 36 AcademicianVernadskyBoulevard,
UA-03680 Kyiv-142, Ukraine*

The problem of measuring the static magnetic parameters of epitaxial ferrogarnetfilms was discussed. It is shown that the characteristics of the geometry of ferrite epitaxial structures require changes in the allocation scheme of inductive sensors and in the selective amplification path of magnetometer. The description of the structure and work principle of magnetometer with a vibrating sample. Developed systems can measure the following parameters and dependencies for ferrogarnetfilms: saturation magnetization M_s , coercive force H_c , hysteresis loop, temperature dependence $M_s = f(T)$ and $H_c = f(T)$. The error of measurement shall not exceed 5%.

Keywords: garnetfilm, magnetization, magnetometer.