

М.Ю. Гусев, Н.С. Неустроев, В.А. Котов

ЗАО «НИИ Материаловедения»

Магнитооптические методы контроля содержания ионов Pb^{2+} , Fe^{2+} и Fe^{4+} в пленках феррит-гранатов

Проведены исследования спектральных зависимостей магнитооптических эффектов (эффекта Фарадея и магнитного кругового дихроизма) в эпитаксиальных пленках иттриевого феррит-граната в спектральном интервале от 250 до 880 нм. Показано, что измерения спектров эффекта Фарадея и магнитного кругового дихроизма весьма эффективны для контроля содержание ионов Pb^{2+} , а измерения магнитного кругового дихроизма в спектральном интервале 700 – 880 нм позволяют по знаку эффекта обнаружить присутствие ионов Fe^{2+} или Fe^{4+} в таких эпитаксиальных пленка .

Ключевые слова: эпитаксиальные структуры феррит-гранатов, иттриевый феррит-граната

Эпитаксиальные структуры иттриевых феррит-гранатов, выращиваемые на подложках из гадолиний-галлиевого граната, широко используются для изготовления различных СВЧ-устройств, например, полосно-заграждающих фильтров гигагерцового диапазона, фазовращателей, направленных ответвителей, линий задержки на магнитостатических волнах [1] . Магнитные материалы с узкой шириной линии ферромагнитного резонанса (ФМР), что означает малые потери в СВЧ области спектра, крайне необходимы для изготовления нового поколения СВЧ устройств.

Основная проблема, возникающая при использовании в СВЧ технике эпитаксиальных пленок феррит-гранатов, выращиваемых из стандартного расплава PbO - B_2O_3 связана с вхождением в эпитаксиальную пленку двух- и четырехвалентных примесных ионов, таких как Pb^{2+} , Pb^{4+} и Pt^{4+} . При малом содержании таких ионов имеет место зарядовая самокомпенсация указанных ионов с образованием парных дефектов Pb^{2+} - Pb^{4+} и Pb^{2+} - Pt^{4+} [2]. При содержании ионов Pb^{2+} на уровне 0,04 формульной единицы обычно наблюдается зарядовая компенсация таких ионов ионами Pb^{4+} . При содержании ионов Pb^{2+} в интервале 0,04 – 0,08 формульной единицы компенсация заряда ионов Pb^{2+} происходит за счет вхождения в пленку ионов Pt^{4+} . Однако, при дальнейшем увеличении содержания ионов Pb^{2+} выше указанной концентрации с структуре феррит-граната появляются ионы Fe^{4+} [2].

Ширину линии ФМР ΔH обычно представляют в виде [3]

$$\Delta H = \Delta H_{KL} + \Delta H_{np} + \Delta H_{def},$$

где ΔH_{KL} представляет механизм релаксации Касуя – Ле Кро, ΔH_{np} – процессы быстрой и медленной релаксации, связанные с присутствием примесных редкоземельных ионов, а также иных двух- и четырехвалентных ионов. Сюда же включаются механизмы релаксации, связанные с изменением валентности трехвалентных ионов железа, и наконец, ΔH_{def} связано с наличием различных микронеоднородностей и дефектов, приводящих к рассеянию магнонов.

Параметр примесной релаксации $\Delta H_{\text{пр}}$ зависит от чистоты материала, и этот параметр необходимо тщательно контролировать. Ранее в ряде работ отмечалось, что наименьшая ширина линии ФМР достигается в том случае, когда концентрации примеси свинца и платины были равны. В дальнейшем выяснилось, что реальная ситуация несколько сложнее, и имеет место два механизма компенсации зарядов. Наряду с образованием пар Pb^{2+} - Pt^{4+} , происходит также образование пар Pb^{2+} - Pb^{4+} , причем, ионы Pb^{4+} размещаются в октаэдрических позициях. При увеличении содержания ионов Pb^{2+} выше 0,08 формульной единицы компенсация заряда происходит за счет образования ионов Fe^{4+} , что должно приводить к резкому росту ширины линии ферромагнитного резонанса, что, естественно, приводит к значительному затуханию при распространении в пленках феррит-граната магнитостатических волн.

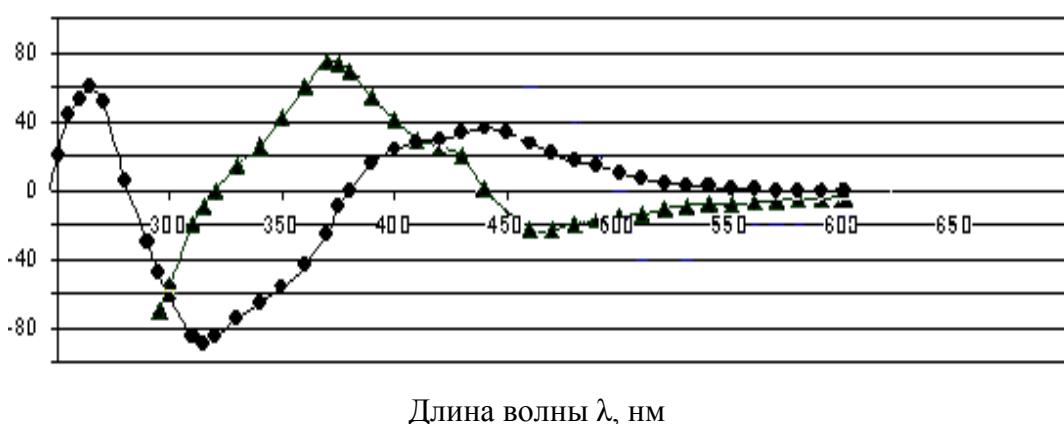
Эпитаксиальные пленки иттриевого феррит-граната выращивались методом жидкокристаллической эпитаксии в стандартной трехзонной установке, использовались подложки

гадолиний-галлиевого граната, которые погружались горизонтально с раствором расплава, вращение подложек происходило с реверсом направления вращения.

Хорошо известно, что введение в структуру феррит-граната ионов Bi^{3+} и Pb^{2+} приводит к драматическому изменению магнитооптических свойств висмут- и свинецзамещенных феррит-гранатов, в результате в видимой и ближней инфракрасной области спектра знак фарадеевского вращения меняет знак с положительного на отрицательный, а величина удельного фарадеевского вращения в районе $\lambda = 633$ нм для состава $\text{Bi}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ достигает значения более 6 град/мкм [2]. Разные авторы указывают различные значения в интервале от 6 до 8,4 град/мкм.

На рис. 1 приведены результаты измерений спектральной зависимости удельного эффекта Фарадея (-▲-) и магнитного кругового диахроизма (-◆-) в эпитаксиальной пленке феррит-граната состава $\text{Bi}_{0.45}\text{Tm}_{2.55}\text{Fe}_{3.9}\text{Ga}_{1.1}\text{O}_{12}$.

ЭФ и МКД, отн. ед.



Rис.1

Из приведенной зависимости следует, что максимальная точность измерений может быть достигнута при использовании длина волны $\lambda = 480$ нм для

магнитооптических из мерительных установок на основе эффекта Фарадея и длины волны $\lambda = 450$ нм при использовании эффекта магнитного кругового дихроизма.

2. Определение содержания ионов Pb^{2+} в эпитаксиальных пленках феррит-гранатов с помощью магнитооптических эффектов Фарадея и магнитного кругового дихроизма

Влияние ионов Pb^{2+} на фарадеевское вращение исследовалось в спектральном интервале от 390 до 900 нм на образцах эпитаксиальных пленок состава

$Y_{3-x}Pb_xFe_4Ga_1O_{12}$ с различным содержанием ионов свинца Pb^{2+} . Результаты измерений приведены на рис. 2. Содержание свинца в первом образце 1 (- + -), находилось на уровне $x = 0,01$ формульной единицы, при величине $x = 0,018$ ф.е. (образец 2 (- ■ -)) дисперсия фарадеевского вращения в ближней инфракрасной области спектра практически отсутствовала, т.е. имело место компенсация положительного фарадеевского вращения феррит-граната, связанного с результатирующим вкладом октаэдрической и тетраэдрической подрешеток ионов железа, и отрицательного вклада в фарадеевское вращение, связанного с присутствием в феррит-гранате ионов свинца. При содержании свинца на уровне $x = 0,04$ (образец 3 (- ▲ -)) величина фарадеевского вращения на длине волны 750 нм становится равной нулю, а для более коротких длин волн фарадеевское вращение имеет отрицательный знак.

Дисперсия ЭФ в $Y_{3-x}Pb_xFe_4Ga_1O_{12}$

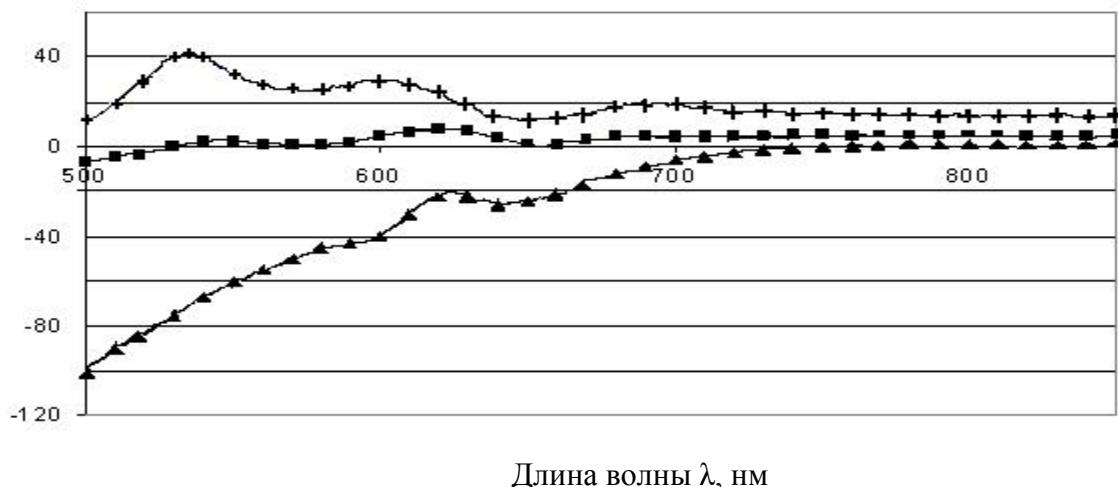


Рис. 2

Из приведенных на рис.2 зависимостей следует, что измерение эффекта Фарадея на длине волны $\lambda = 530$ нм позволяет с точностью 0,001 ф.е. определять содержание ионов свинца Pb^{2+} в эпитаксиальном слое. Были измерены также спектральные зависимости магнитного кругового дихроизма в эпитаксиальных феррит-гранатовых пленках состава $Pb_x(YLu)_{1-x}Fe_{3,8}Ga_{1,2}O_{12}$ с различным содержанием ионов свинца Pb^{2+} в эпитаксиальном слое. Из полученных зависимостей следует, что измерение величины магнитного кругового дихроизма на длине волны $\lambda = 530$ нм позволяет с точностью 0,001 ф.е. определять содержание ионов свинца Pb^{2+} в эпитаксиальном слое.

3. Исследование однородности эпитаксиальных пленок феррит-граната по толщине эпитаксиального слоя

При разработке СВЧ устройств на основе эпитаксиальных пленок феррит-гранатов, выращиваемых методом жидкофазной эпитаксии, неизбежно возникает вопрос об однородности свойств эпитаксиального слоя по его толщине. На рис. 3 приведены результаты измерения зависимости температуры Кюри материала от толщины эпитаксиального слоя для феррит-гранатовой эпитаксиальной структуры состава $\text{Bi}_{0,3}\text{Pb}_{0,1}\text{Sm}_{0,7}\text{Lu}_{1,7}\text{Gd}_{0,2}\text{Fe}_{4,3}\text{Al}_{0,5}\text{Sc}_{0,2}\text{O}_{12}$ (-+-), параметр $4\pi M_s = 620$ Гс, и для образца состава $\text{Bi}_{0,3}\text{Pb}_{0,1}\text{Sm}_{0,7}\text{Lu}_{1,7}\text{Gd}_{0,2}\text{Fe}_{4,2}\text{Al}_{0,6}\text{Sc}_{0,2}\text{O}_{12}$ (-■).

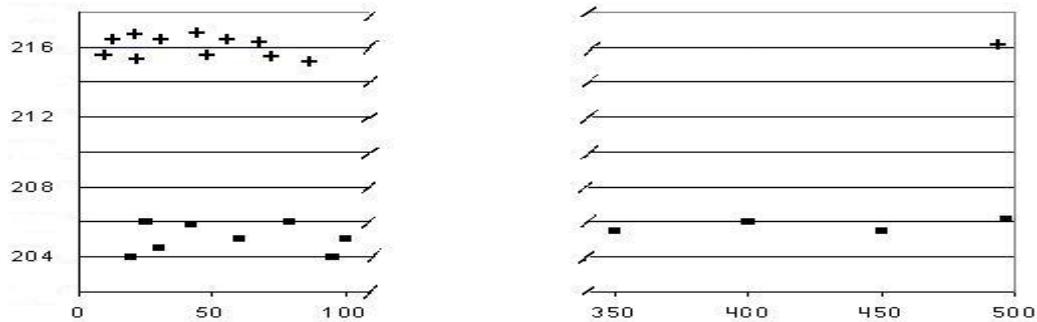
Измерения на первом образце проводились следующим образом. Эпитаксиальная структура диаметром 76 мм с исходной толщиной пленки феррит-граната 490 нм сполировывалась с помощью установки финишной полировки подложек до толщины эпитаксиального слоя 99 нм. Затем эпитаксиальная структура разрезалась на образцы размером 5 x 5 мм, которые после каждого измерения травились последовательно в нагретой до 100 °С ортофосфорной кислоте. В результате удалось получить сверхтонкие эпитаксиальные пленки с минимальной толщиной 9 нм.

Зависимость температуры Кюри от толщины эпитаксиального слоя получена с использованием эффекта магнитного кругового дихроизма на длине волны 445 нм, т.е. в области максимума сигнала МКД для висмутсодержащих феррит-гранатов. Измерения величины магнитного кругового дихроизма проводились на дихрографе Mark III фирмы Jobin-Ivon. При таком выборе точек измерения по площади эпитаксиальной структуры мы можем оценить однородность величины температуры Кюри материала по всей площади структуры. На основании полученных результатов можно утверждать о высокой однородности состава эпитаксиального слоя по всей площади эпитаксиальной структуры диаметром 76 мм. Толщины измеряемых образцов рассчитывались по величине сигнала МКД. В качестве калибровочной точки использовалась толщина исходной эпитаксиальной пленки и величина сигнала МКД этой пленки.

При измерениях распределения температуры Кюри по толщине второй эпитаксиальной структуры образцы готовились следующим образом. Исходная структура сразу разрезалась на большое число образцов размером 5 x 5 мм, а тонкие эпитаксиальные слои получали травлением в нагретой ортофосфорной кислоте. В этом случае самый тонкий образец имел толщину 25 нм. К сожалению, полученные образцы в области минимальных толщин имели большую неоднородность толщины по площади образца. Для измерения температуры Кюри использовалась установка для измерения величины фарадеевского вращения на длине волны 633 нм. В качестве источника излучения использовался лазер гелий-неоновый лазер.

Из результатов проведенных исследований следует, что температура Кюри, а значит и содержание ионов железа в эпитаксиальном слое не изменяются по всей толщине эпитаксиального слоя, а толщина переходного слоя подложка-пленка для первого образца оказалась менее 9 нм. Наблюдаемый разброс температуры Кюри находится в пределах ошибки использованных методов измерений.

Температура Кюри, °C



Толщина эпитаксиального слоя, нм

Puc. 3

Библиографический список

1. P.V. Bogun, M.Yu. Gusev, P.E. Kandyba, V.A. Kotov, A.F Popkov, Sorokin V.G. Propagation of the magnetostatic waves in Bi-substituted iron-garnets, Solid State Phys. (USSR), 1985, v. 27, N 6, 2776-2779.
2. Zvezdin A.K., Kotov V.A. Modern Magneto optics and Magneto optical Materials, Institute of Physics Publishing. Bristol and Philadelphia: IOP Publishing Ltd., 1997. 386 p.
3. M. Spark, "Ferrimagnetic relaxation theory", Advanced Physics Monograph Series, Mac Graw Hill. 1964.