

**50-я Международная Тулиновская конференция по  
Физике Взаимодействия Заряженных Частиц с  
Кристаллами**

Москва, МГУ им М.В. Ломоносова, 25-27 мая 2021

## **Влияние имплантации ионов железа на магнитные свойства эпитаксиальных пленок палладия**

**Гумаров Амир, Янилкин И.В., Юсупов Р.В., Столяров В.С., Валеев В.Ф.,  
Тагиров Л.Р., Хайбуллин Р.И.**



**Kazan Federal  
UNIVERSITY  
SATS Lab**

# Бинарные сплавы палладия\* с железом $\text{Pd}_{1-x}\text{Fe}_x$

- Слабые ферромагнетики с низкой коэрцитивной силой вызывают большой практический интерес благодаря их интеграции в джозефсоновские спинтронные элементы – гетероструктуры по типу сверхпроводник-ферромагнетик-сверхпроводник (SFS) (см. например, Рязанов В.В., Джозефсоновский  $\pi$ -контакт сверхпроводник-ферромагнетик-сверхпроводник как элемент квантового бита (эксперимент) УФН, т.169, 920-922 (1999); Larkin T.I. *et al.* Ferromagnetic Josephson switching device with high characteristic voltage, *Appl. Phys. Lett.*, 100, 222601 (2012). I.I. Soloviev *et al.*, Beyond Moore's technologies: operation principles of a superconductor alternative. *Beilstein J. Nanotechnol.* 2017, 8, 2689–2710)
- Для создания на базе SFS-структур логических устройств и элементов памяти произвольного доступа требуются слабые ферромагнитные материалы с малым коэрцитивным полем. Перспективными являются сплавы Pd-Fe с концентрациями железа менее 10%.
- Огромным преимуществом сплавов палладий-железо является возможность настройки магнитных свойств: намагниченности насыщения, коэрцитивного поля и магнитной анизотропии в широком диапазоне путем изменением концентрации железа в данном сплаве.

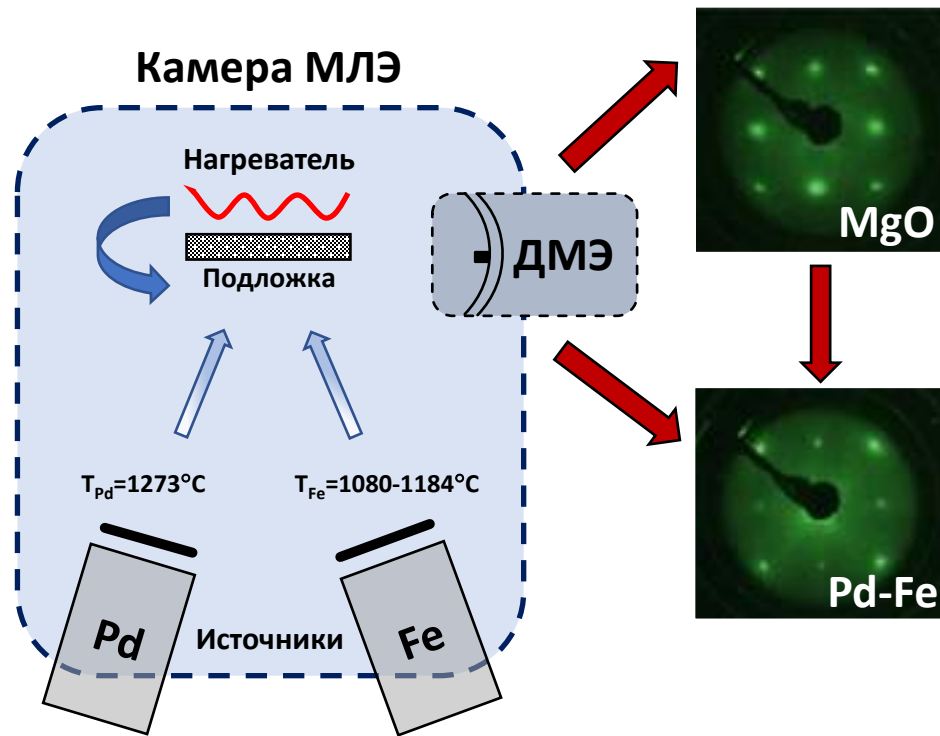
\*Pd  $4s^2 4p^6 4d^8 4f^0 5s^2$  – переходной(4d) и драгоценный металл, активно применяющийся в автомобилестроении (катализатор), химической промышленности (катализатор), а также в производстве электроники.

# Мотивация и Цель

- Тонкие пленки сплавов  $\text{Pd}_{1-x}\text{Fe}_x$  ( $x = 0,01-0,1$ ) представляют собой перестраиваемые ферромагнетики и являются перспективными материалами для сверхпроводящей спинтроники (суперспинтроники).
- Обычно такие пленки сплава  $\text{Pd}_{1-x}\text{Fe}_x$  получают методами магнетронного распыления или молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ).
- Современная микроэлектроника использует технику ионной имплантации для легирования полупроводников (кремний и др.) и производства электронных компонентов и материалов.
- Целью нашей работы является установление особенностей проявления ферромагнетизма в эпитаксиальных пленках палладия, содержащих имплантированную примесь железа.

# Синтез сплавов Pd-Fe методом МЛЭ

Сверхвысоковакуумная установка SPECS и BESTEC ( $10^{-11}$  мбар)



Esmaeili A., et al. Epitaxial growth of  $\text{Pd}_{1-x}\text{Fe}_x$  films on MgO single-crystal substrate. *Thin Solid Films*, 669, 338-344 (2019)



Kazan Federal  
UNIVERSITY  
SATS Lab

# Результаты исследований сплавов $\text{Pd}_{1-x}\text{Fe}_x$ ( $x < 10$ ат.%)

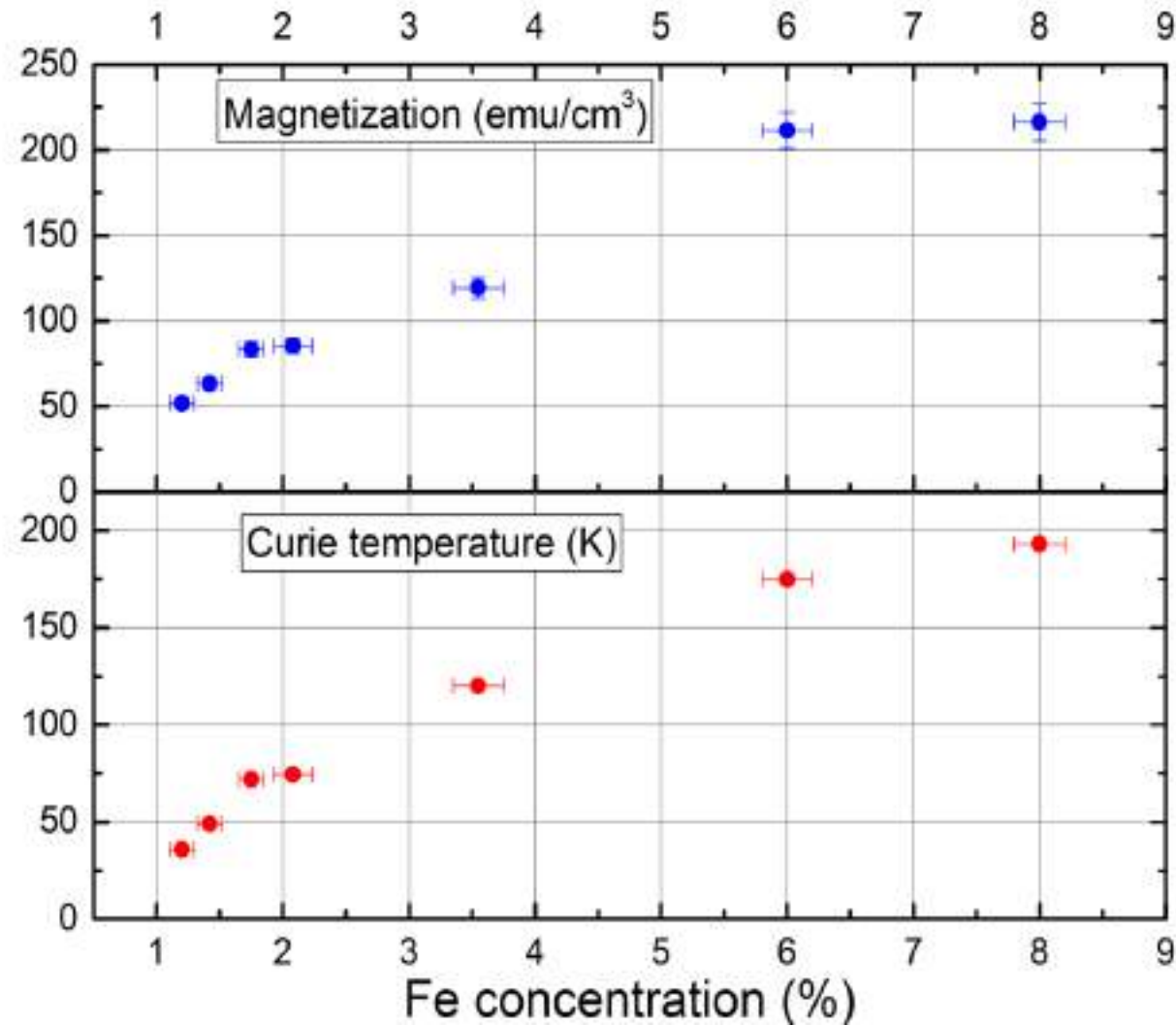
Esmaili A., et al. **FMF**  
*Applied Magnetic Res*

Yanilkin I., et al. **Ex**  
*Technical Physics L*

Mohammed W  
**of thin-film Pd**  
*Beilstein Journ*

Yanilkin I., et al.  
**epitaxial Pd**  
*Nanomate*

Esmaili A., et al. **Epi**  
*Science China Mater*



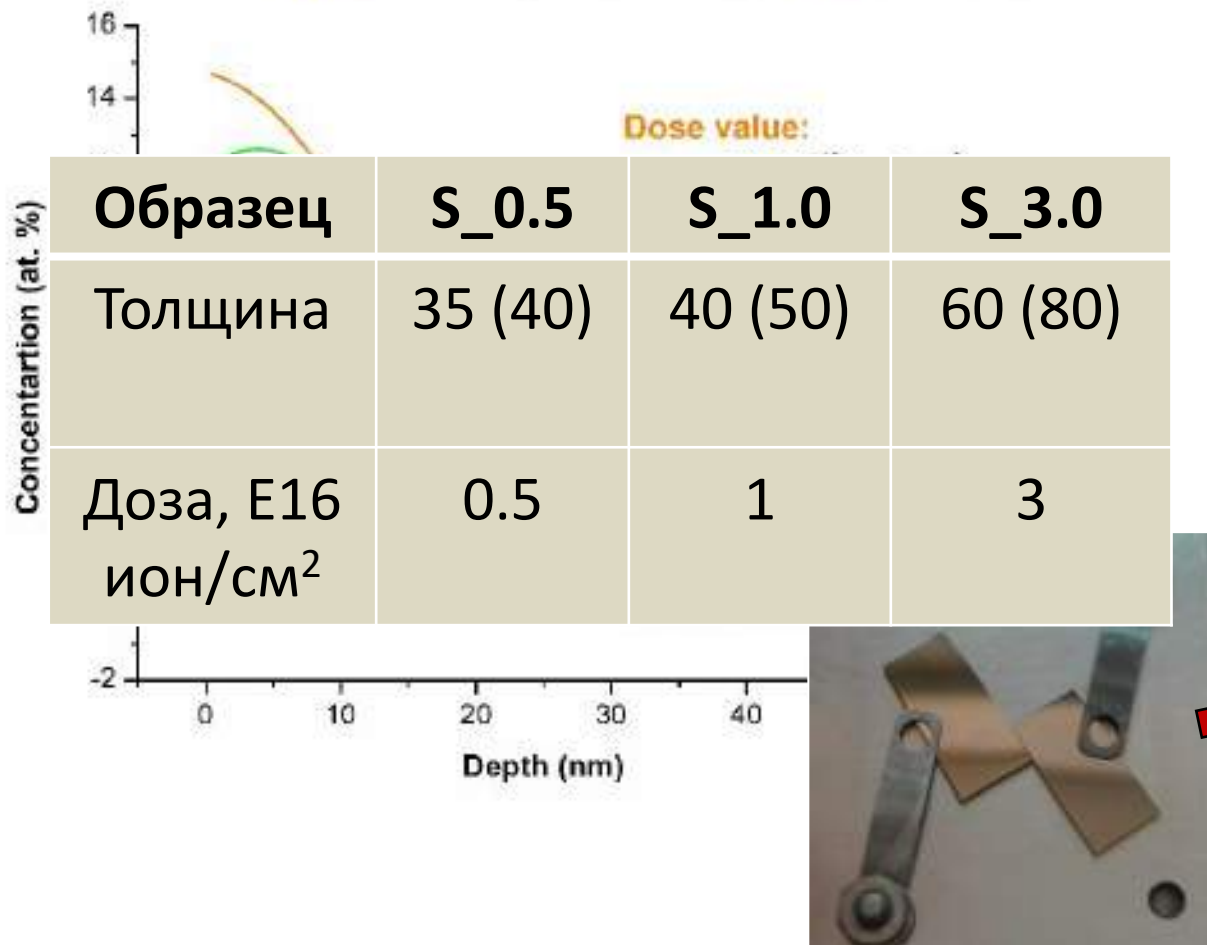
ire Ferromagnet.

of the  
ire.

ucting spintronics.

**Приготовление образцов.  
Молекулярно-лучевая эпитаксия и Ионная  
имплантация.**

40 keV Fe<sup>+</sup> ions in palladium films (S = 5.5 [atom/ion])

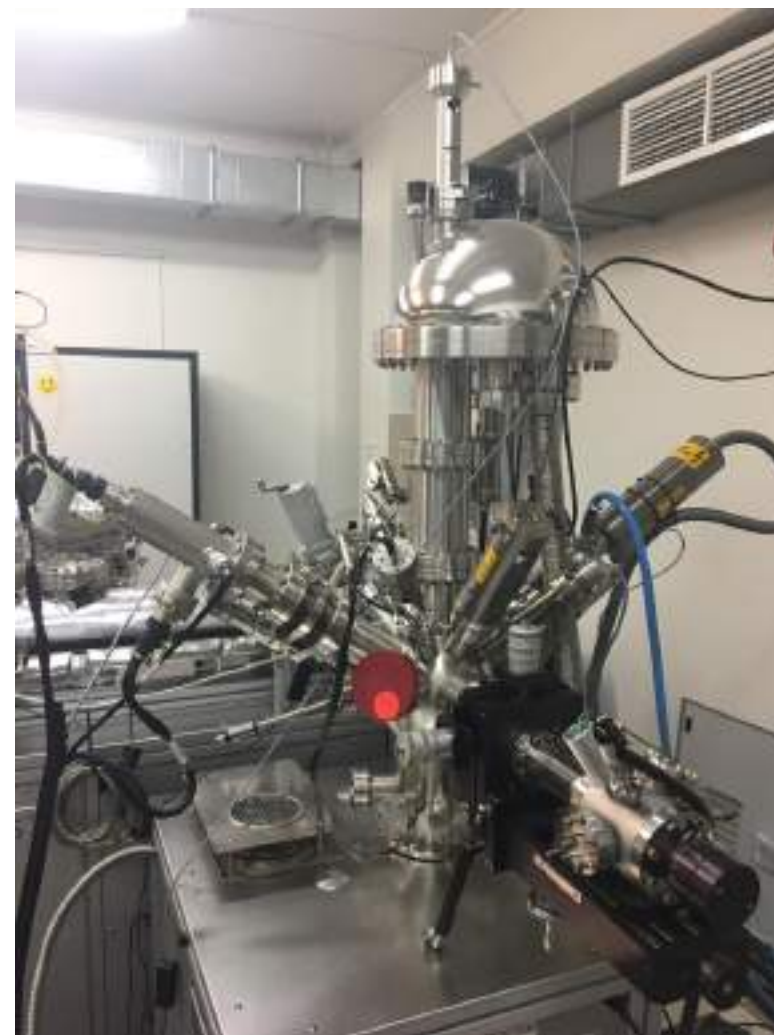


Ионно-лучевой ускоритель ИЛУ-3 (КФТИ КазНЦ РАН)

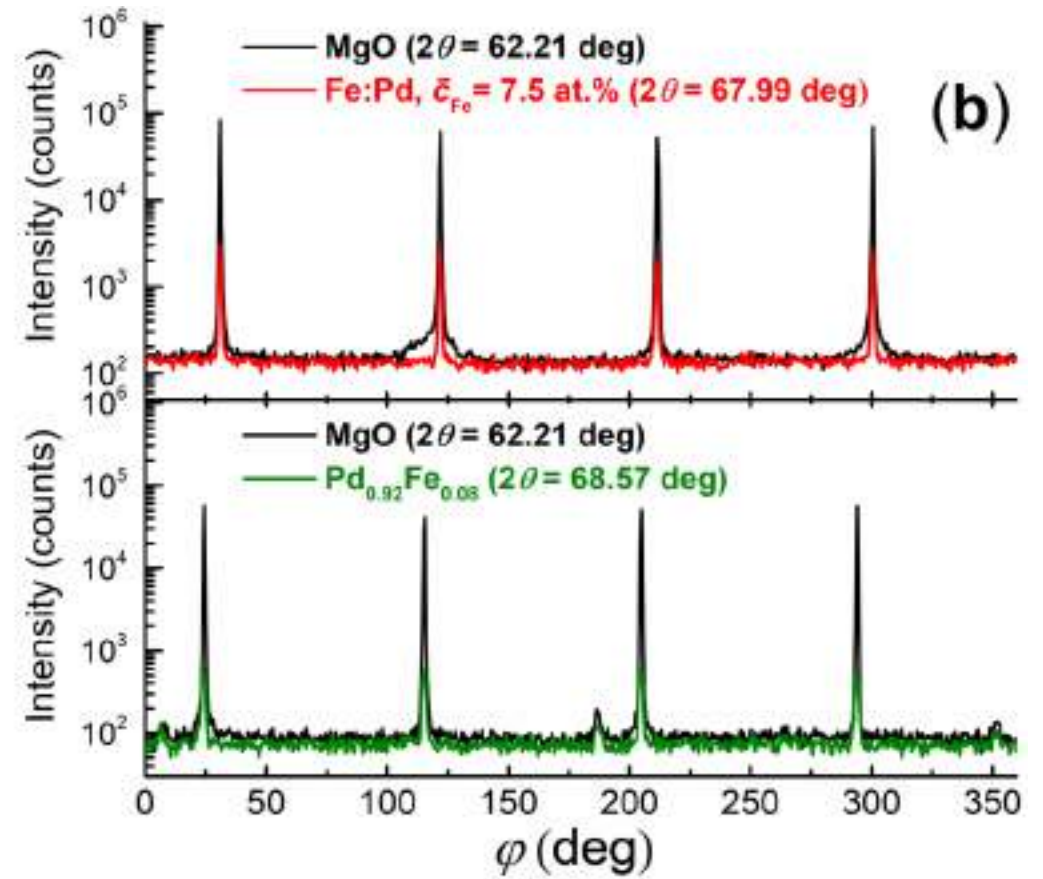
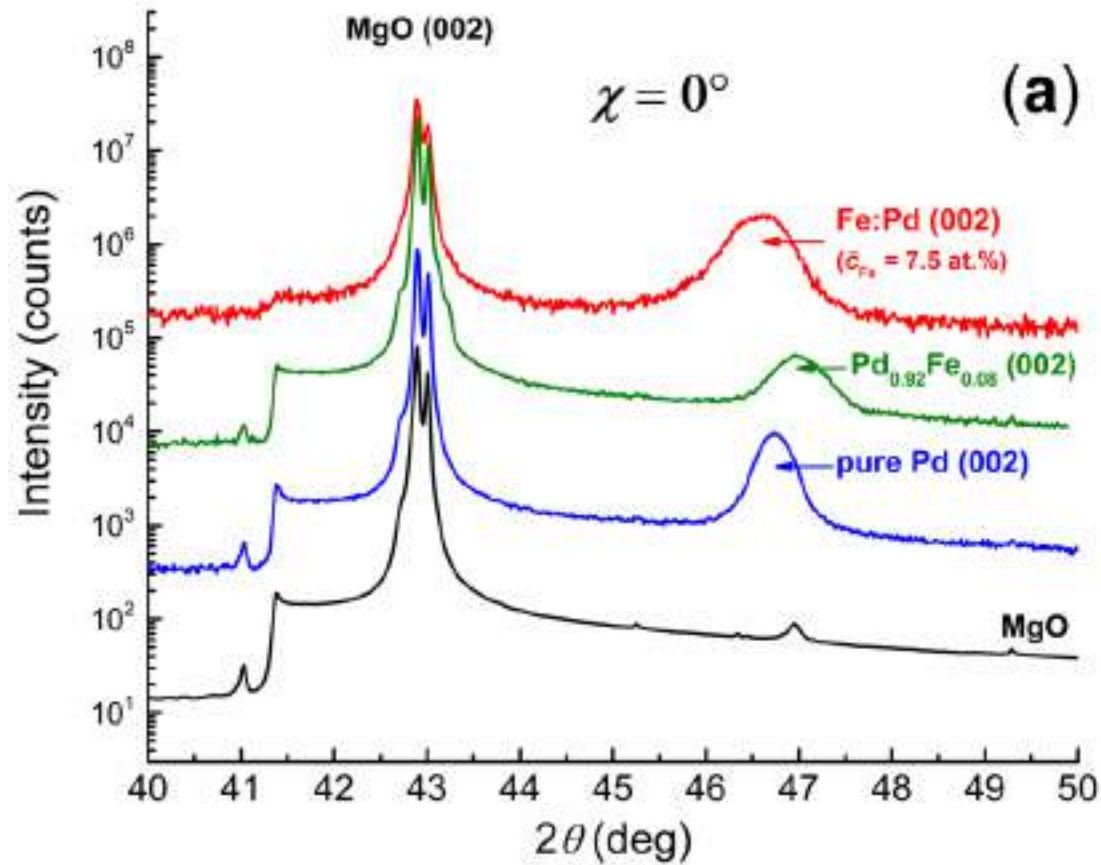


**Исследовали как исходные образцы, так и после высоковакуумного отжига при 500 °С в течение 20 мин**

# Исследование структурных свойств методами XRD и XPS. Профили распределения концентрации примеси железа по глубине.







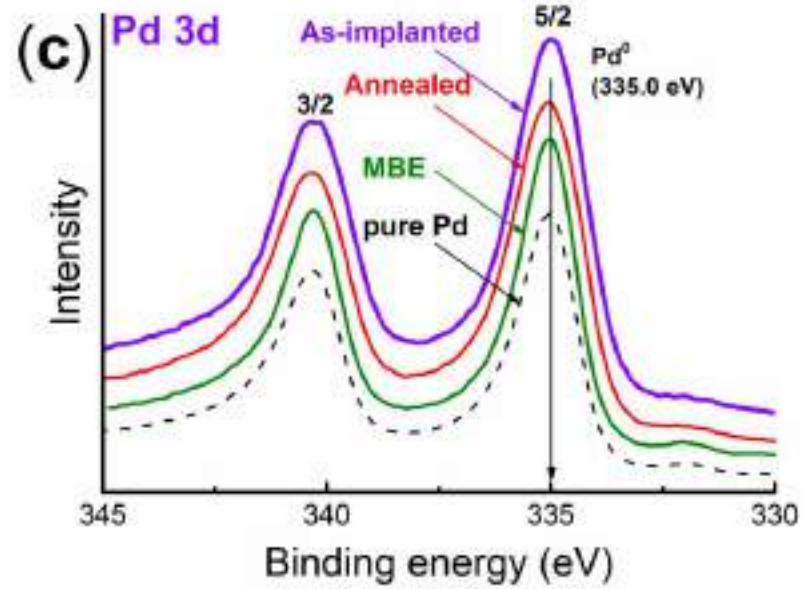
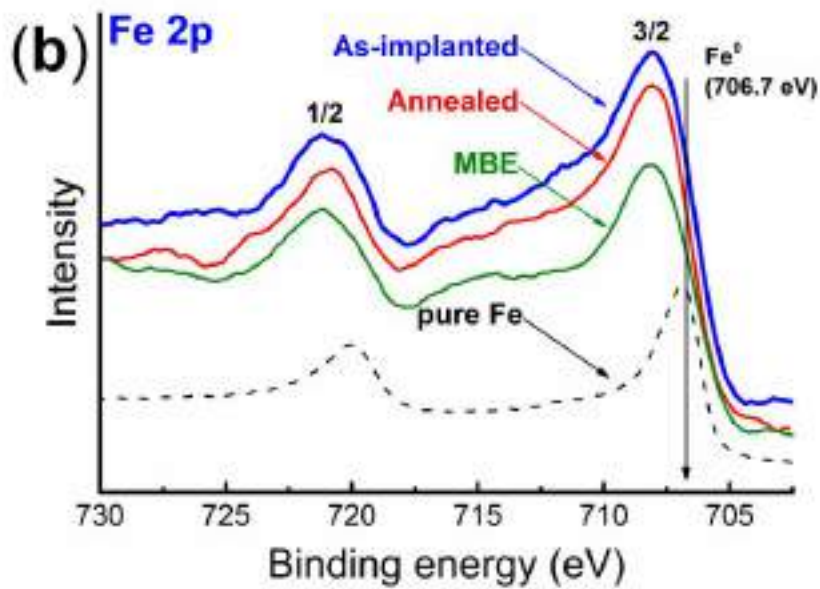
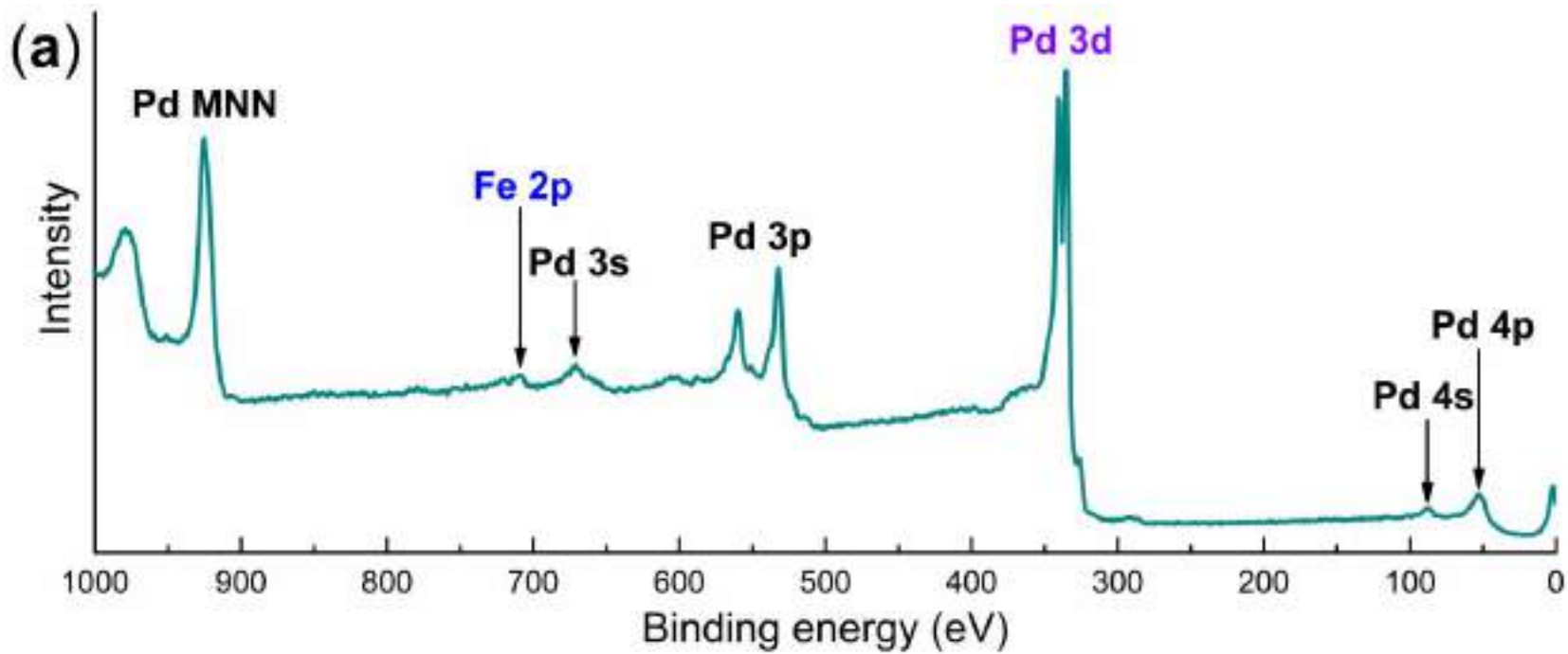
1) Pd film implanted with Fe to the dose of  $3.0 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> (red curve), монокристаллическая эпитаксиальная.

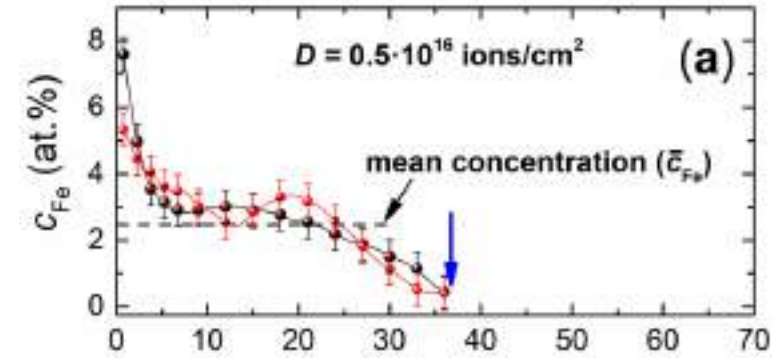
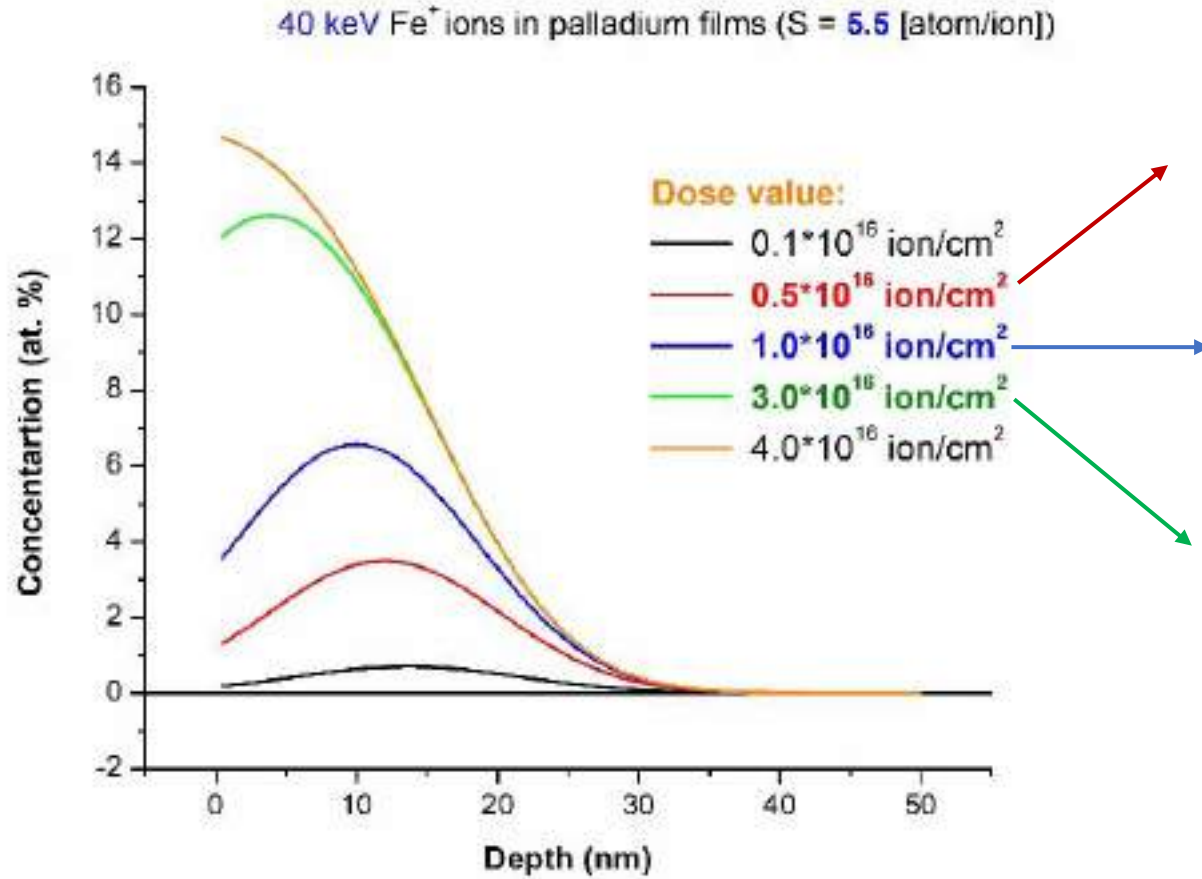
2) MBE-grown epitaxial Pd<sub>0.92</sub>Fe<sub>0.08</sub> film (green curve)

3) pure 40 nm Pd film (blue curve)

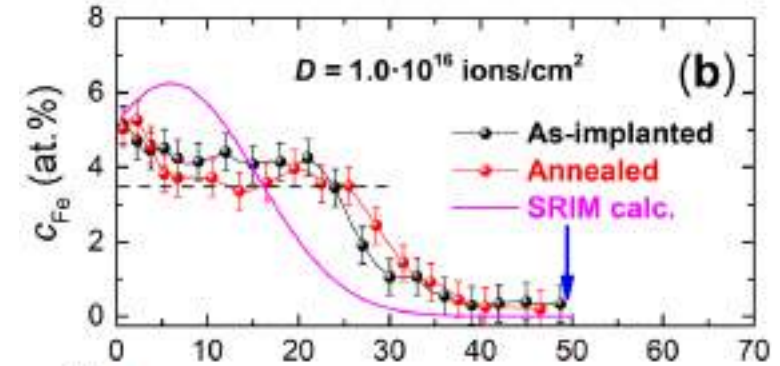
4) MgO substrate (black curve).

Eulerian cradle angle  $\chi$  was set to 0 degree in 2 $\theta$ -scans and was equal to 45 degrees in  $\phi$ -scans in order to detect <202> XRD-maxima (angle  $\phi$  is arbitrary).

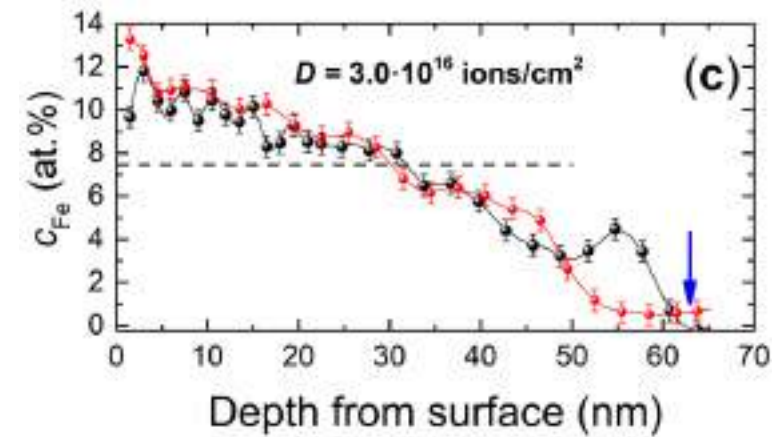




$$C_{Fe} = 2.5\%$$



$$C_{Fe} = 3.5\%$$



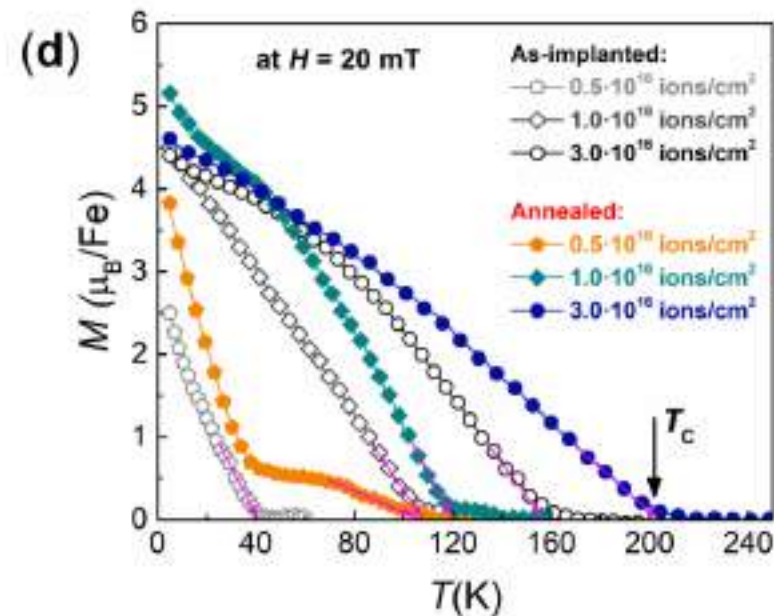
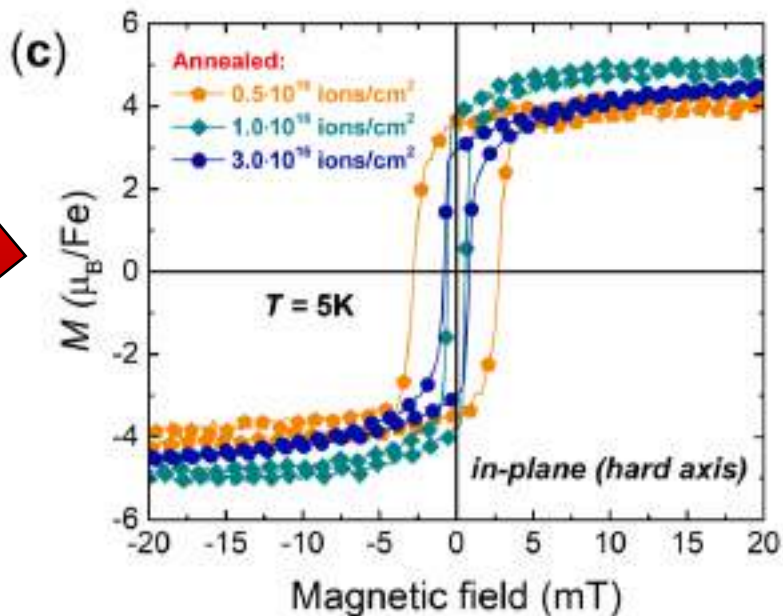
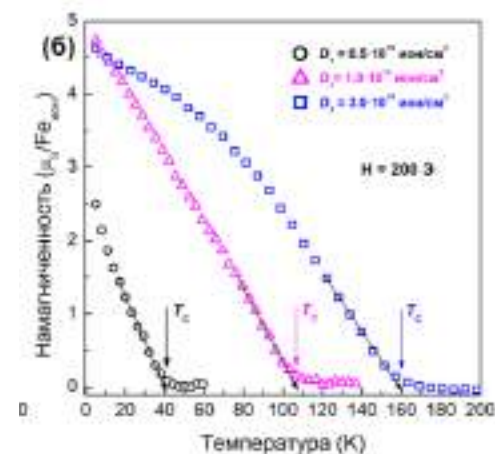
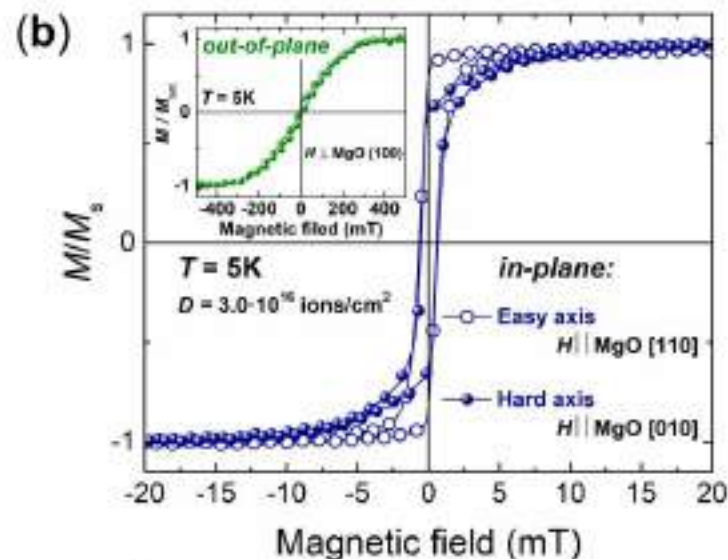
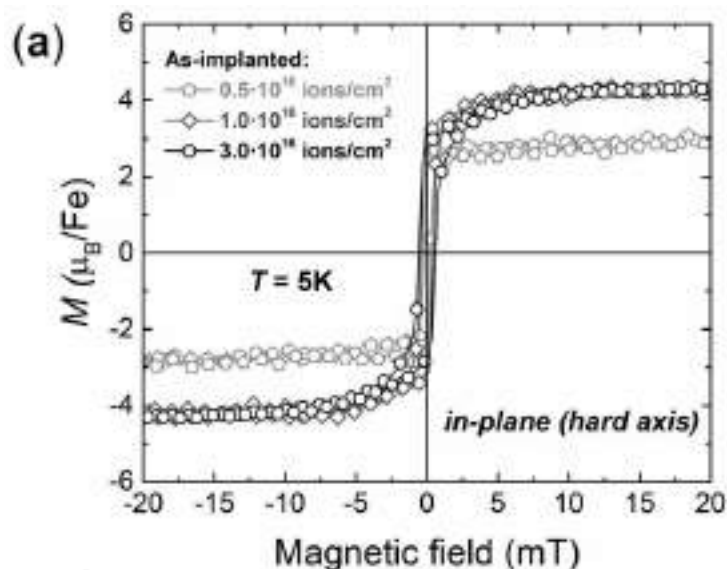
$$C_{Fe} = 7.5\%$$

# Исследование магнитных свойств образцов методом VSM в интервале температуры 5 - 300К.



# Наблюдения ферромагнетизма и магнитная анизотропия синтезированных пленок

500 °C



# Сравнение ФМ в пленках $\text{Pd}_{1-x}\text{Fe}_x$ : МЛЭ vs. Ионная имплантация

МЛЭ ( $x_{\text{Fe}} = 8 \text{ ат.}\%$ )

ИОННАЯ ИМПЛАНТАЦИЯ ( $\bar{x}_{\text{Fe}} \sim 7.5 \text{ ат.}\%$ )

$$M_s \cong 4.5 \mu_B / \text{Fe}_{\text{atom}}$$

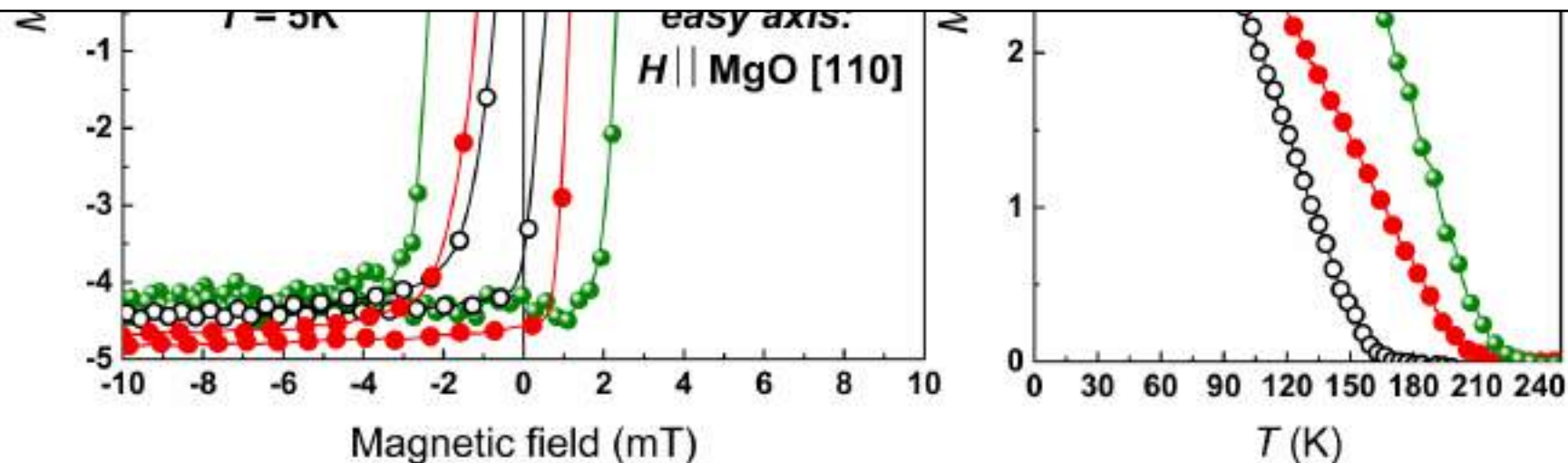
$$M_s \cong 4.8 \mu_B / \text{Fe}_{\text{atom}}$$

$$T_C \approx 200 \text{ K}$$

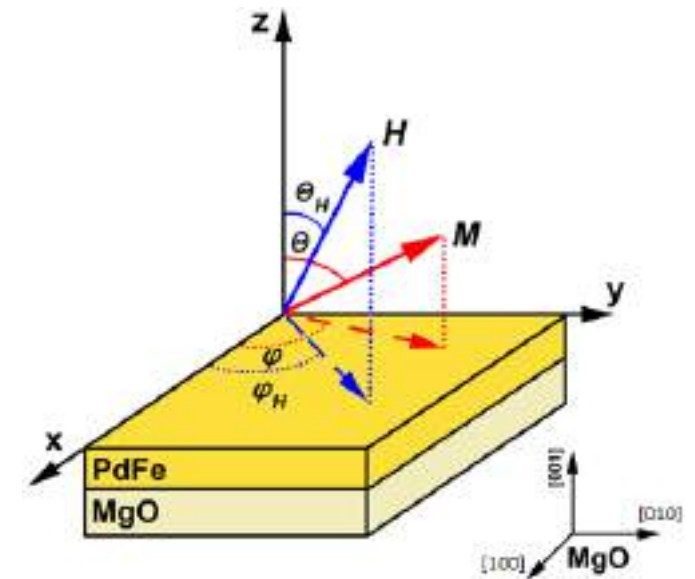
$$T_C \approx 200 \text{ K}$$

$$H_a \approx 200 \text{ Oe}, H_c \sim 25 \text{ Oe}$$

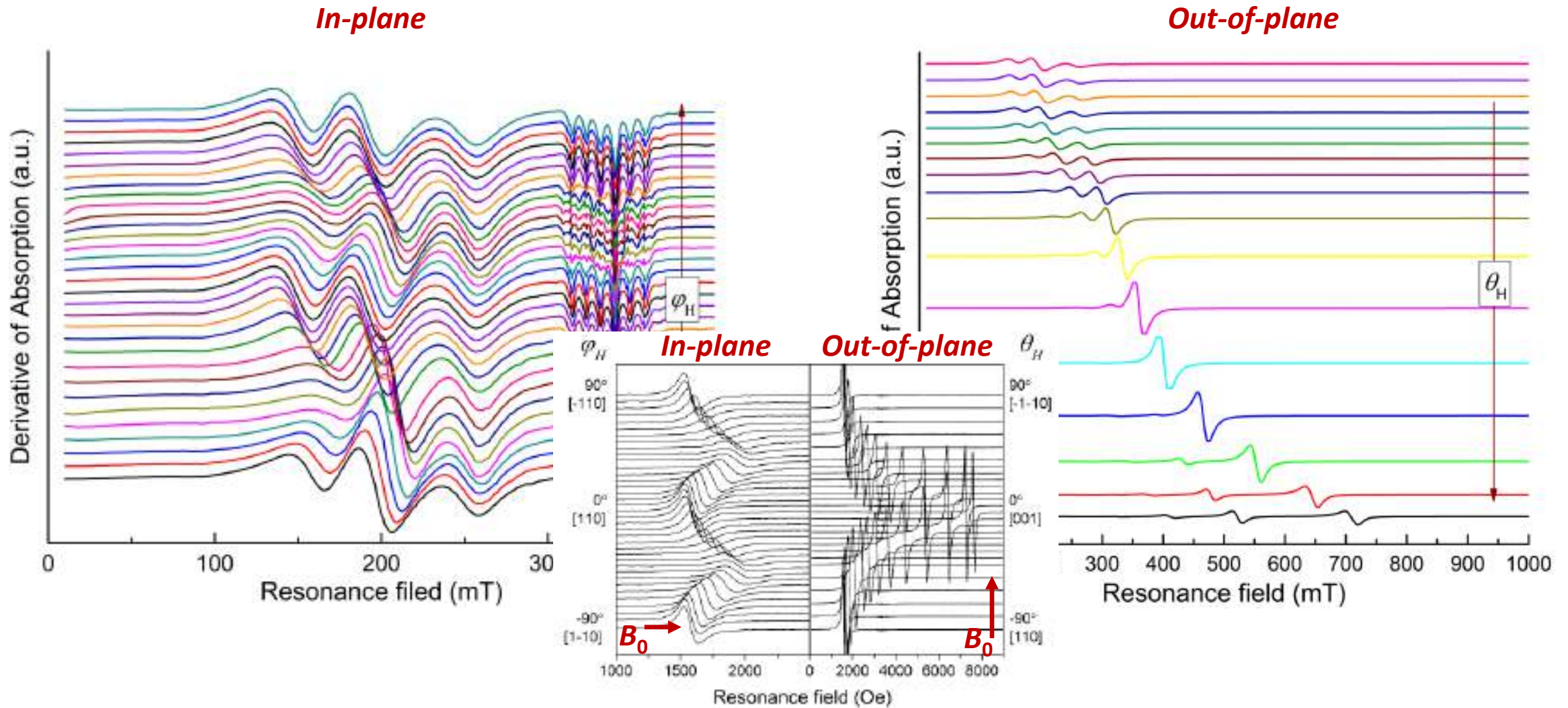
$$H_a \approx 75 \text{ Oe}, H_c \sim 6 \text{ Oe}$$



# FMR в эпитаксиальных пленках палладия с имплантированной примесью железа



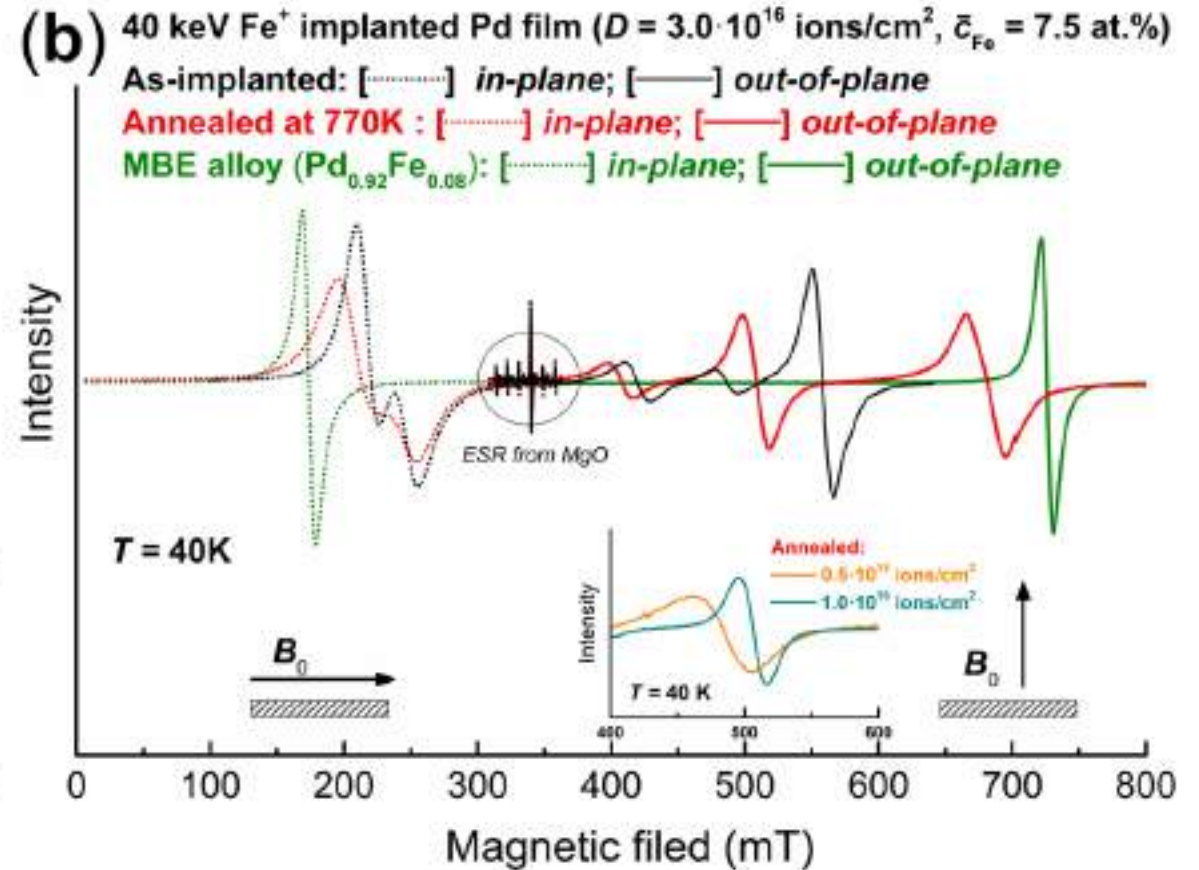
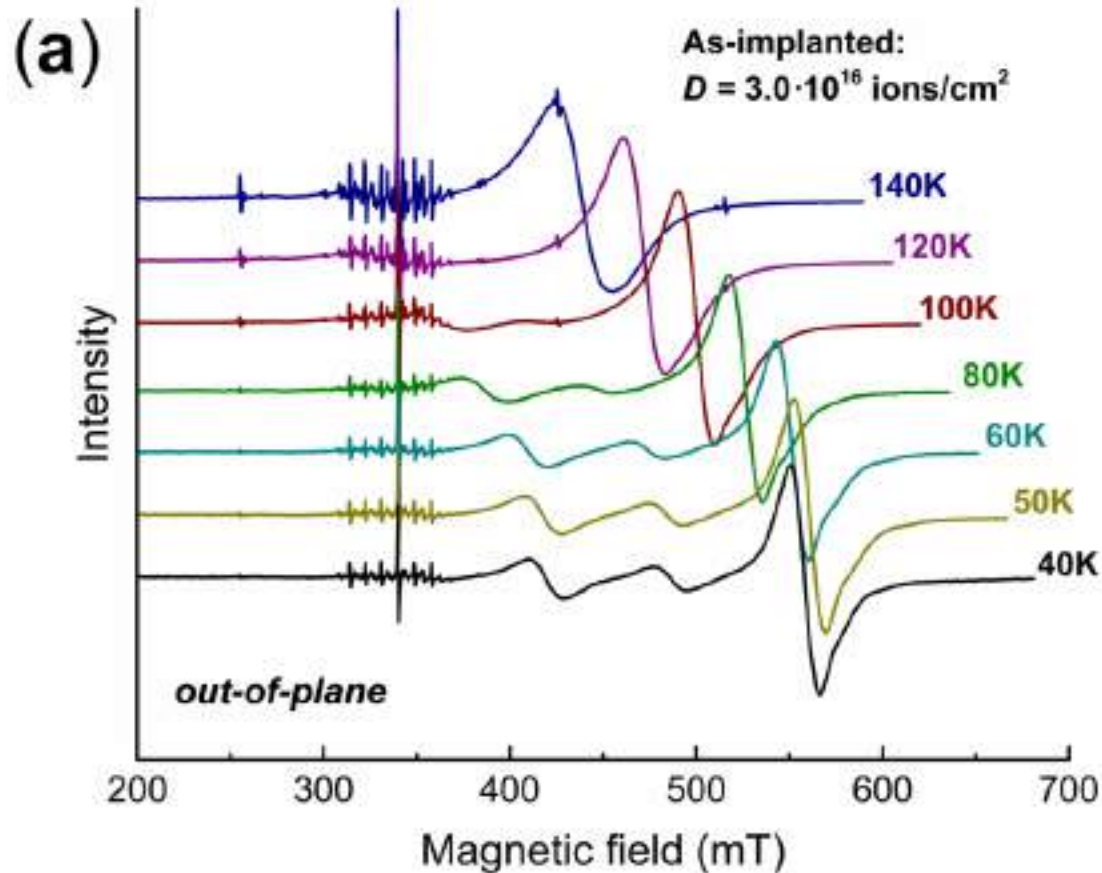
# FMR в эпитаксиальных пленках Pd, имплантированных ионами Fe: угловые зависимости



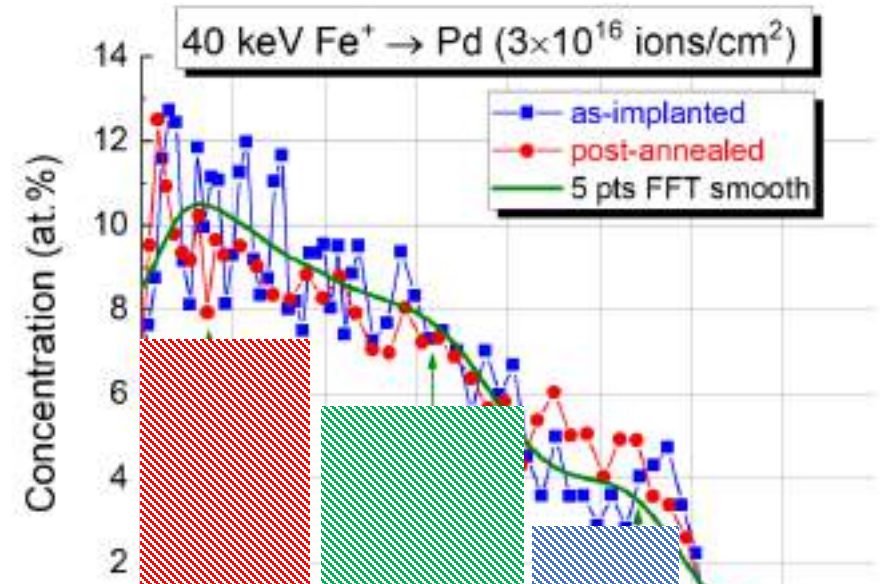
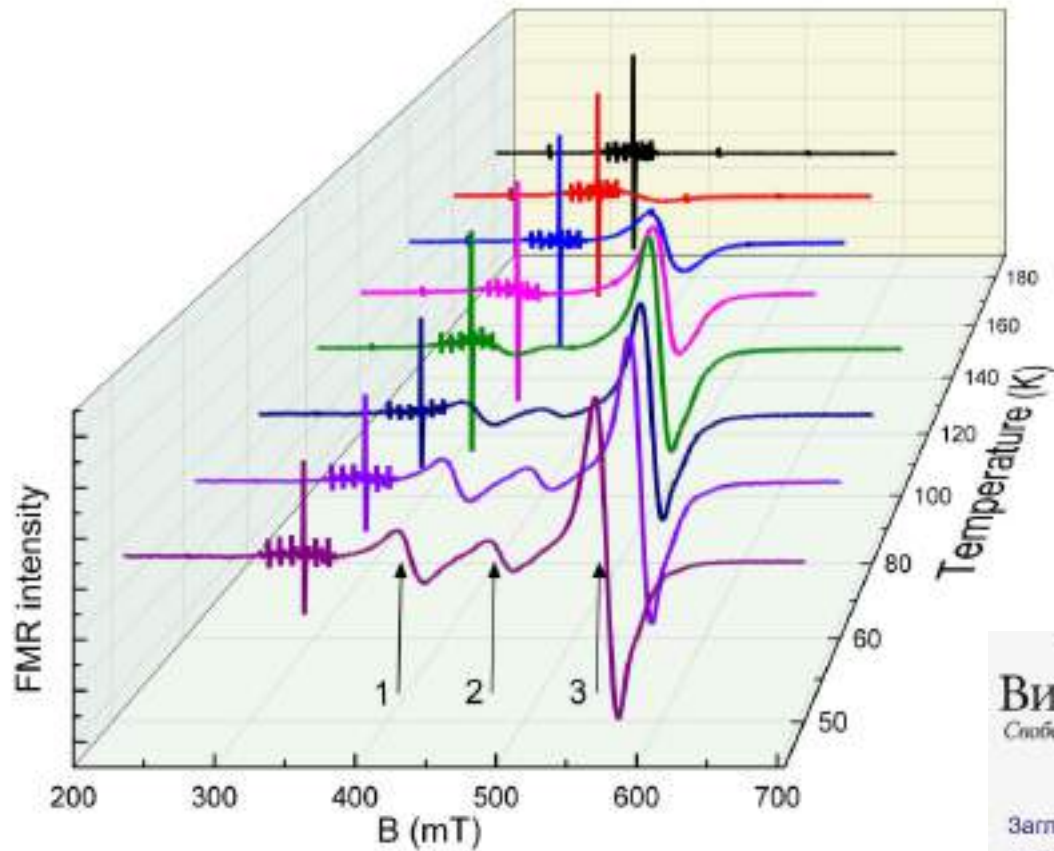
Ферромагнитный резонанс в имплантированной железом пленке  
с дозой  $3.0 \times 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> (40K)



# Особенности FMR в имплантированных тонких пленках Pd-Fe: зависимости от температуры и отжига



# Дискуссия. Спинодальный распад\* на слои с внутренне присущей (intrinsic) концентрацией железа в палладии (гипотеза)



**Википедия**  
Свободная энциклопедия

- Заглавная страница
- Рубрикация
- Указатель А — Я
- Избранные статьи
- Случайная страница
- Текущие события

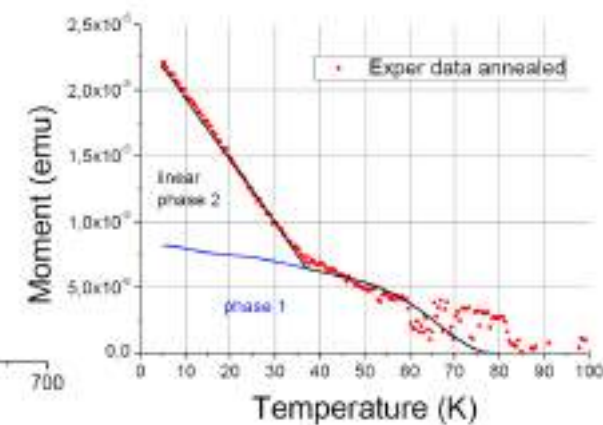
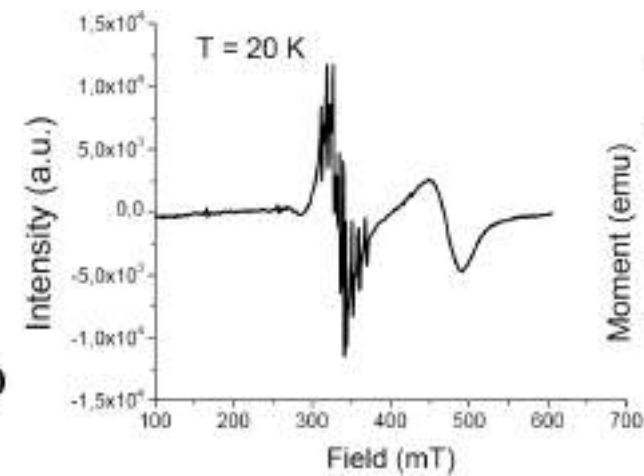
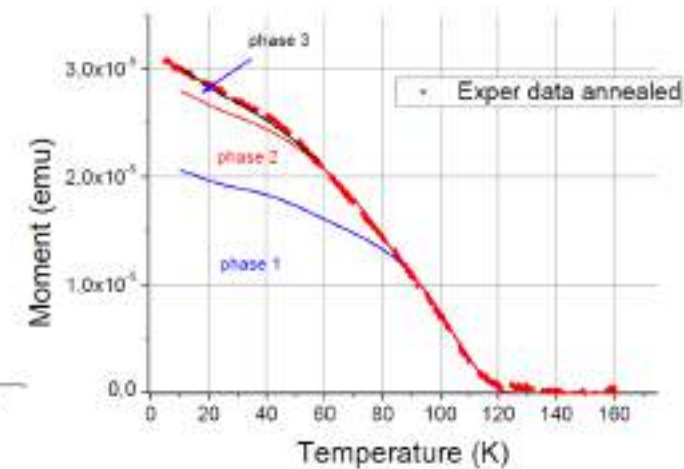
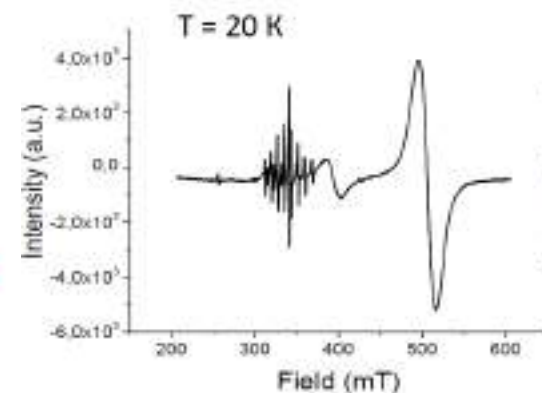
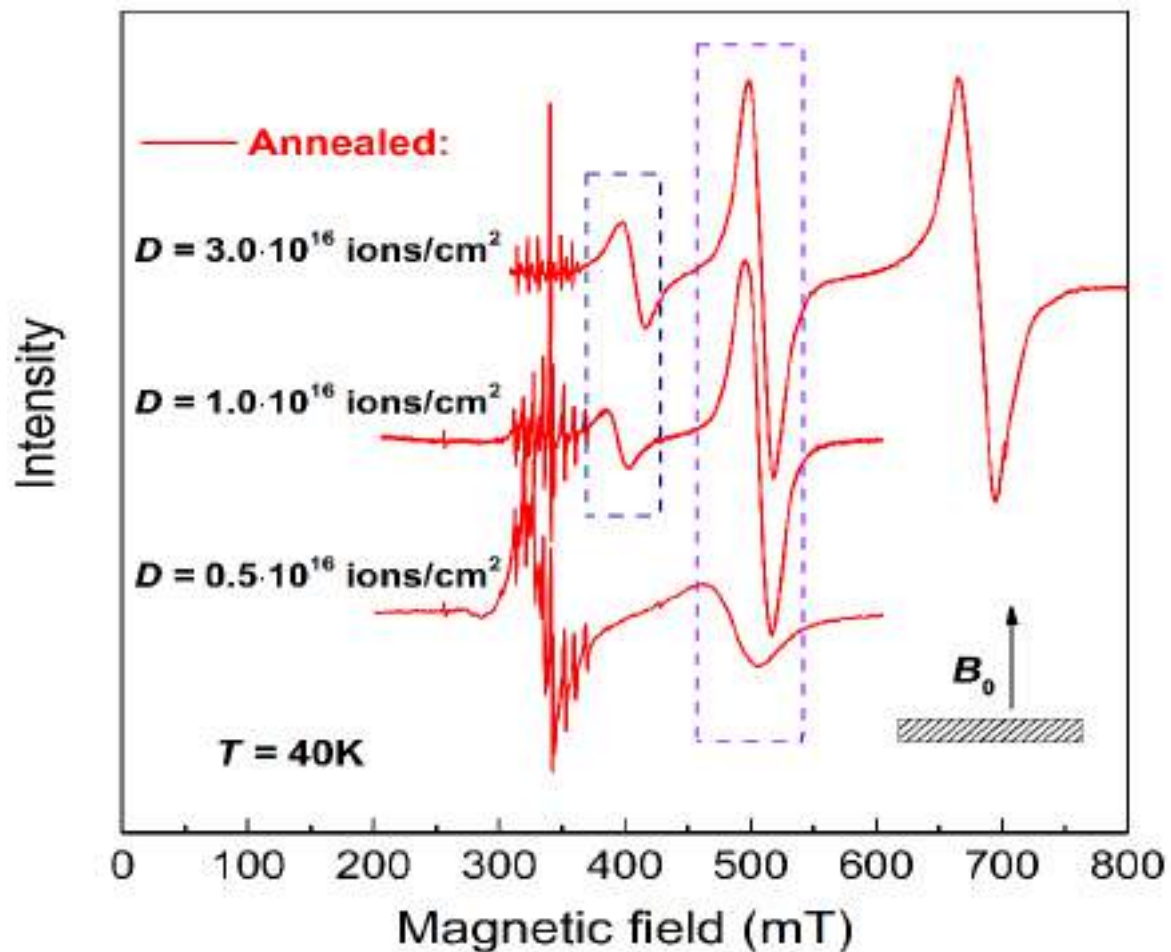
## ★ Спинодальный распад

Материал из Википедии — свободной энциклопедии [ править | править код ]

**Спинодальный распад** — начальная стадия фазового перехода в системе, находящейся вне области термодинамически устойчивых состояний, что происходит в случае достаточно быстрого фазового перехода. Спинодальный распад состоит в **расслоении** однородного вещества на различные фазы.

# Спинодальный распад на слои с внутренне присущей (intrinsic) концентрацией железа в палладии (гипотеза)

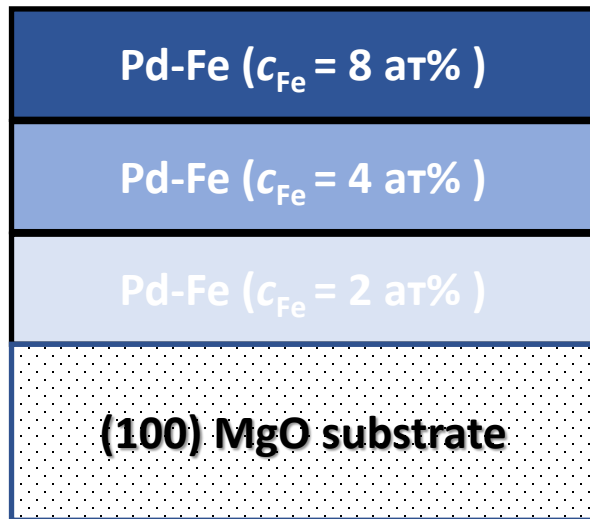
(ионная имплантация создает неравновесный и неоднородный профиль импланта)



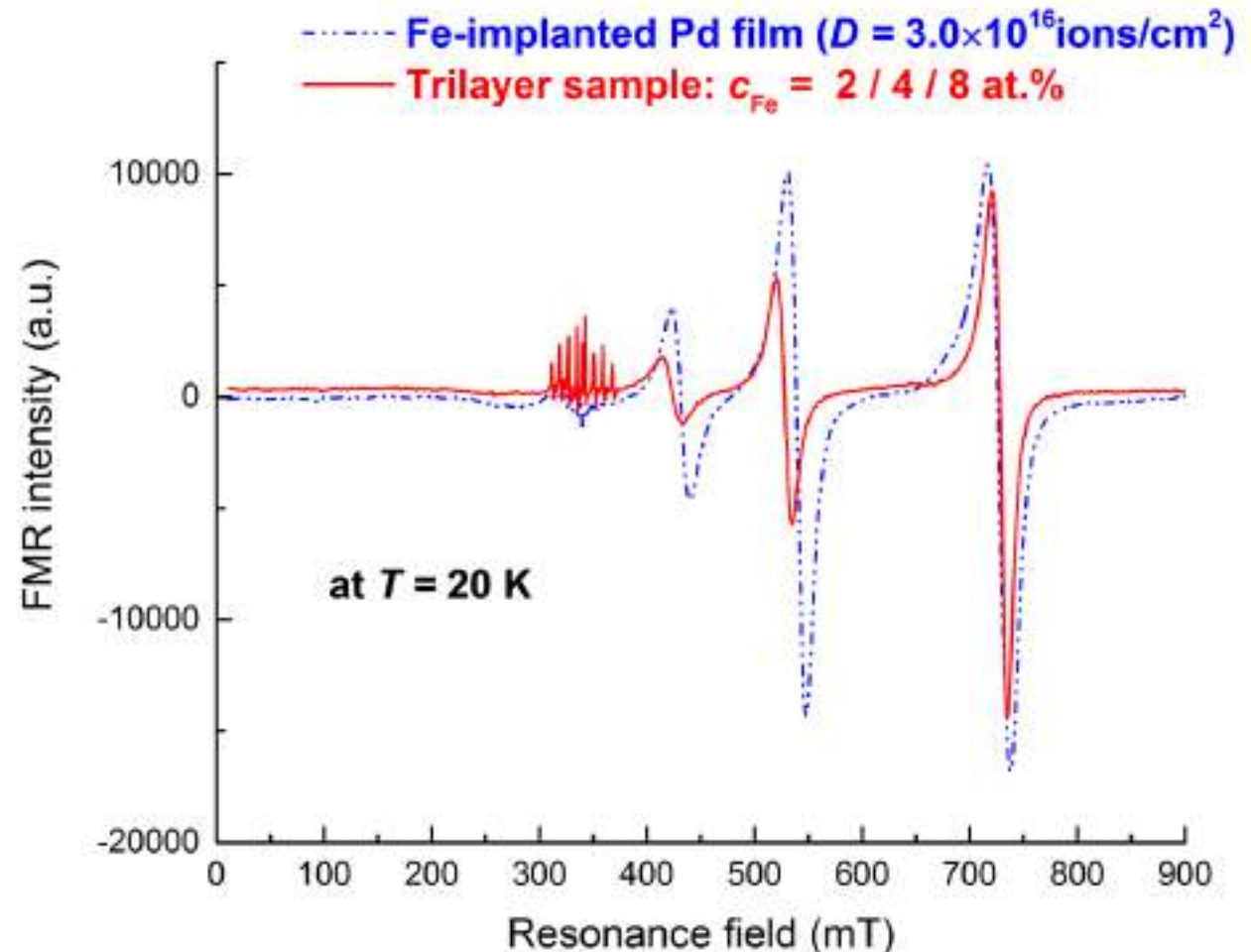
# Спинодальный распад на слои с внутренне присущей (intrinsic) концентрацией железа в палладии

– проверка на модельном образце (имплантированный отожжен 2 часа при 770K)

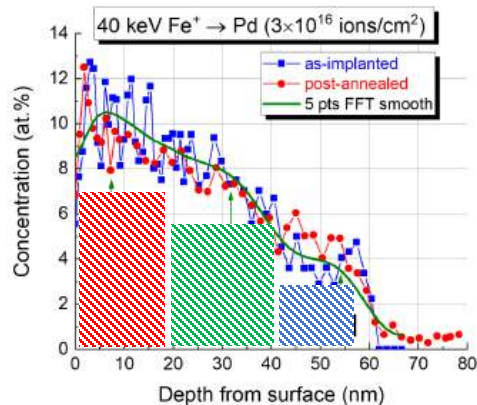
Модельный образец, выращенный методом МЛЭ



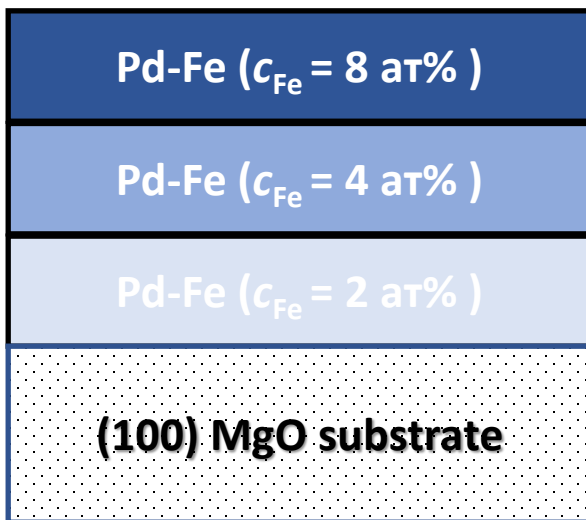
Tri-layer heterostructure formed by MBE. Each layer is 20 nm thick.



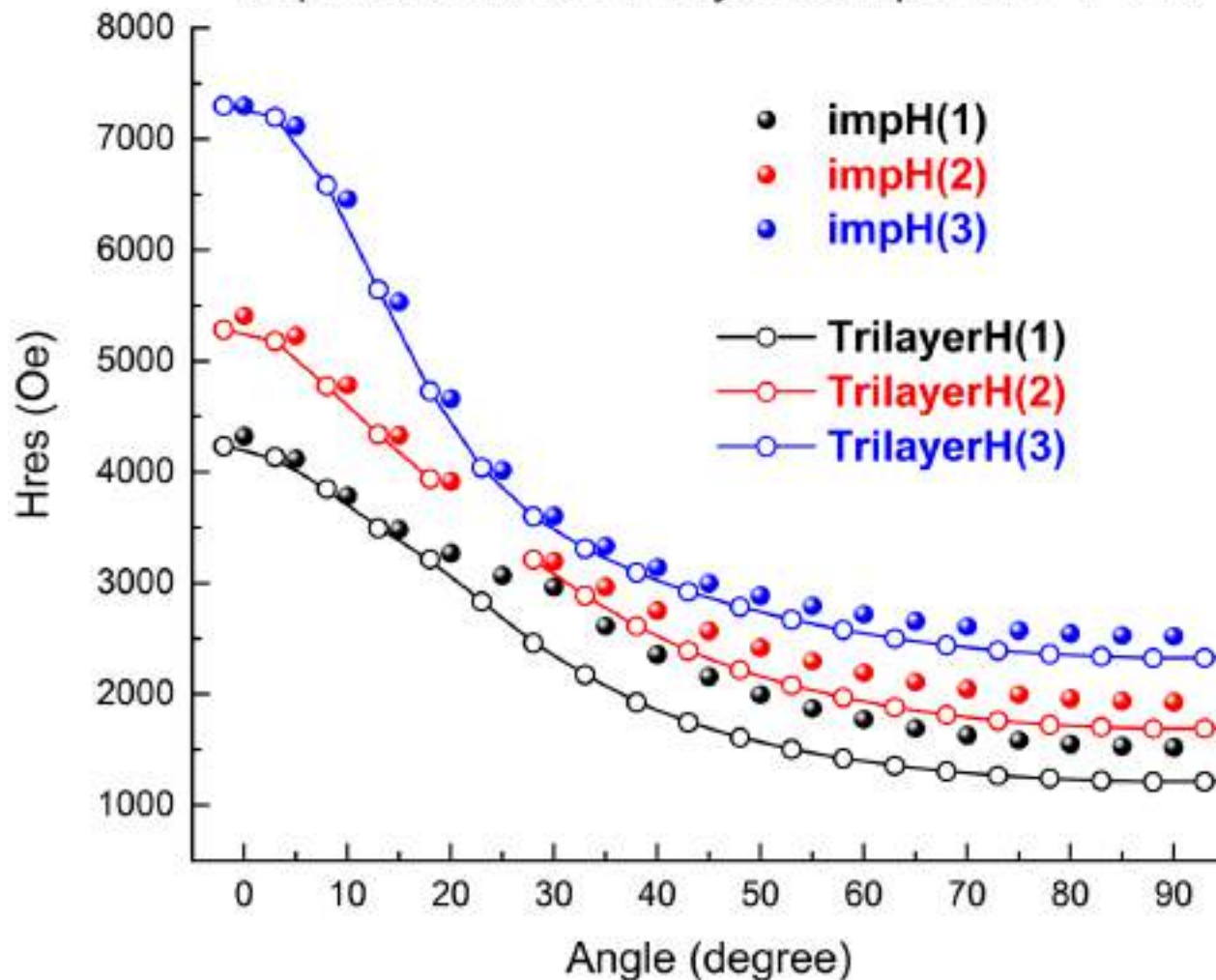
# Угловая зависимость резонансного поля FMR в имплантированном и модельном трехслойном образцах



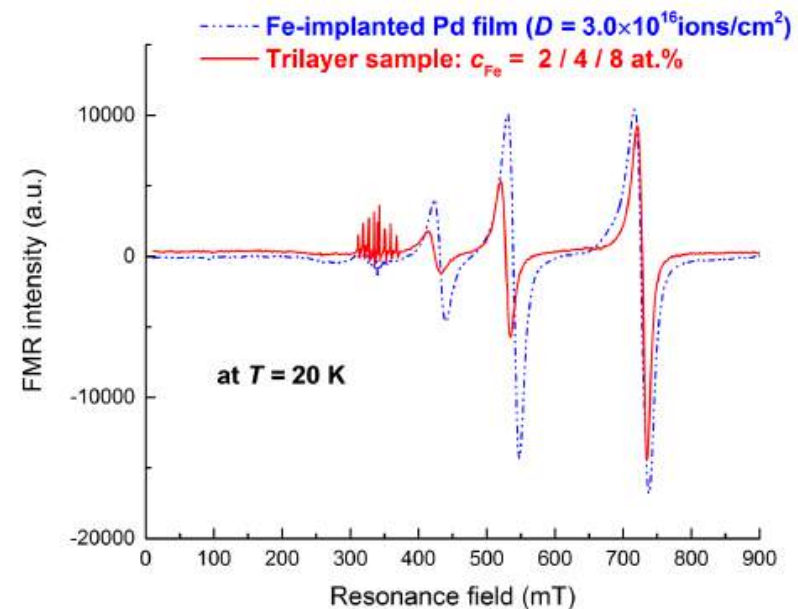
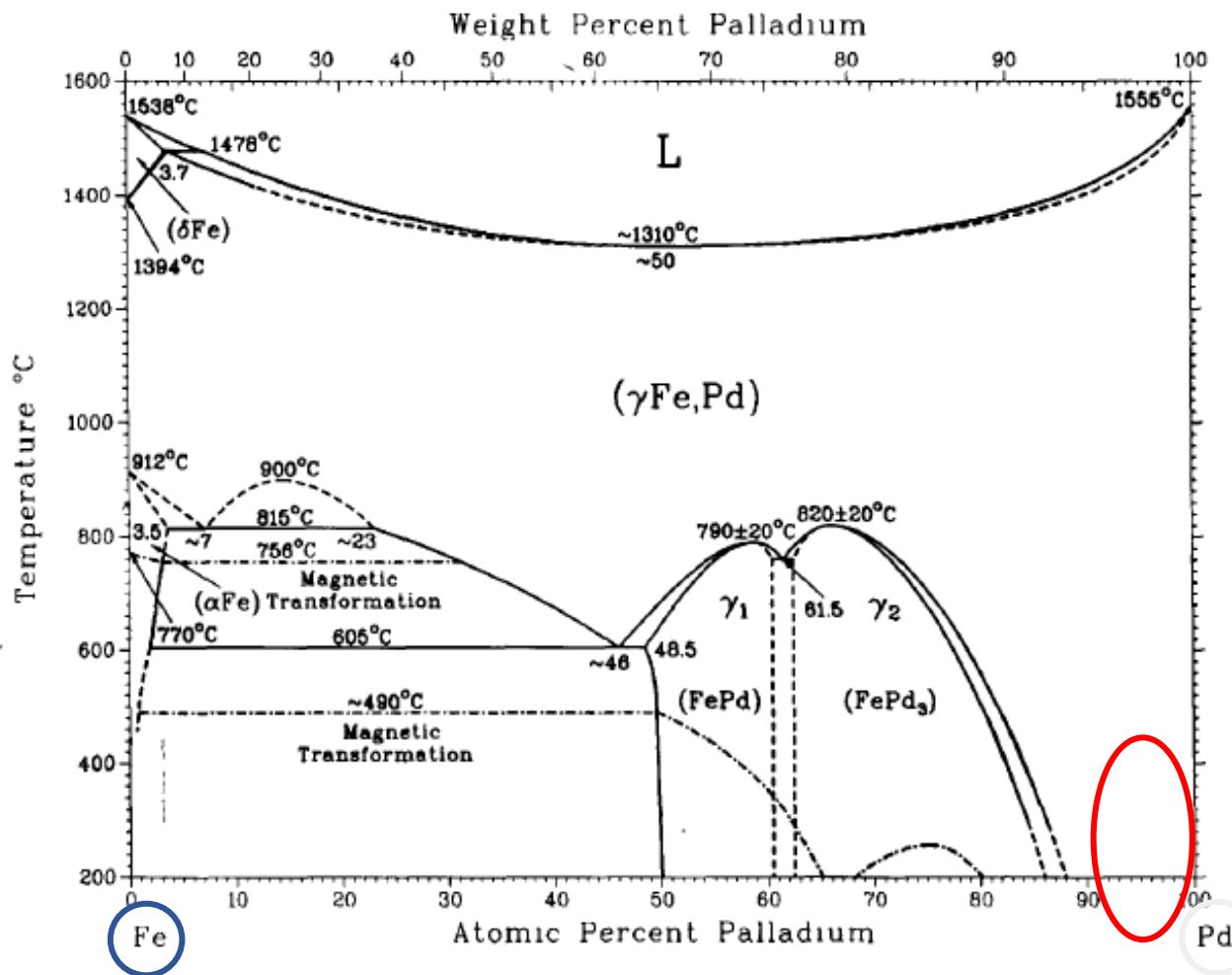
## MBE Trilayer



## Implantation vs. Trilayer sample of 2-4-8%



# Фазовая диаграмма бинарной системы Pd-Fe



**Однородный  
твердый  
раствор Pd-Fe  
ГЦК решетка**

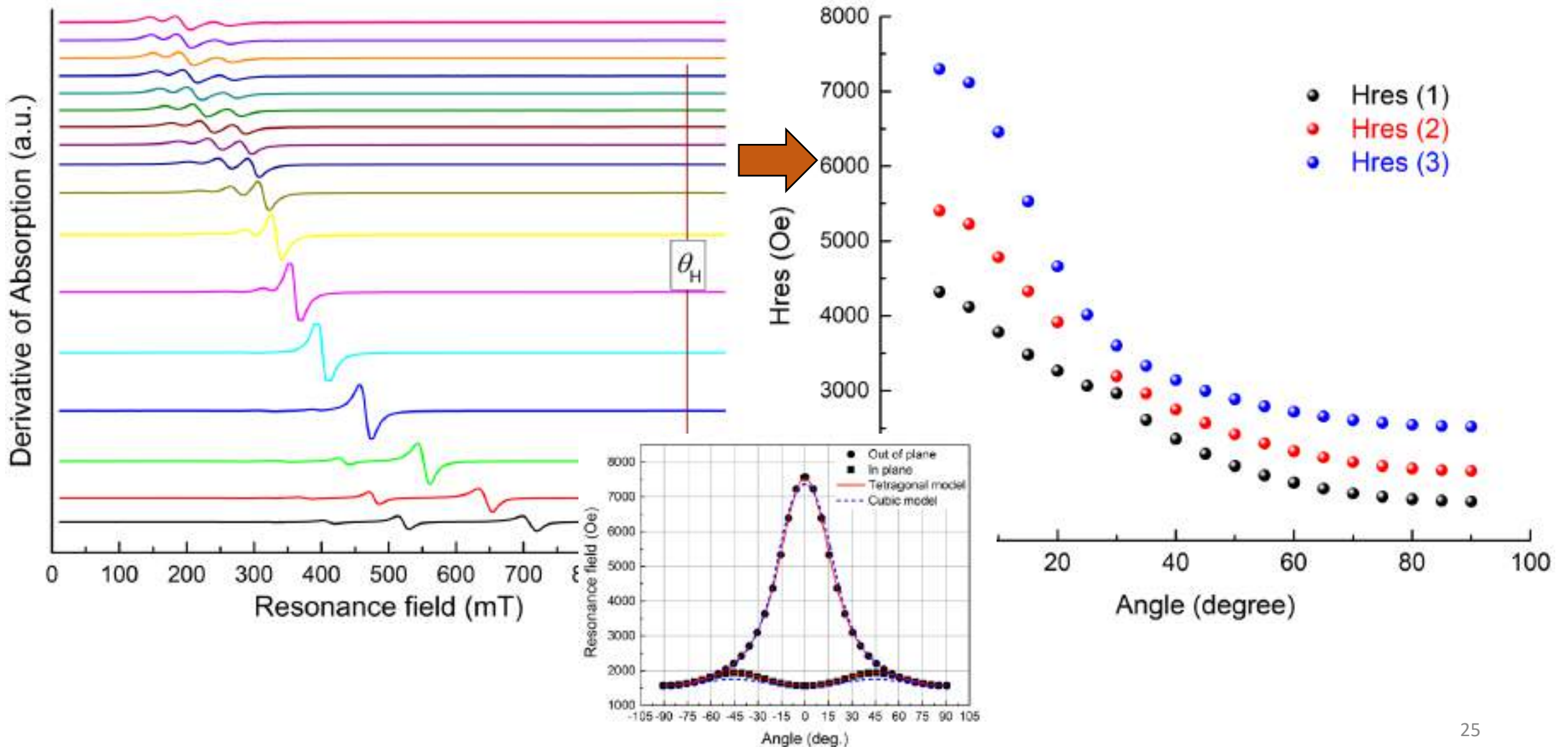
# Заключение

- Впервые методом ионной имплантации эпитаксиальные пленки палладия были легированы примесью Fe в широком диапазоне концентраций. Имплантированная примесь полностью растворяется в матрице палладия, формируя при этом бинарный сплав  $\text{Pd}_{(1-x)}\text{Fe}_x$ , где значение  $x$  лежит в диапазоне 0.02-0.08 при используемых в наших экспериментах доз имплантации.
- Все имплантированные железом пленки проявляют низкотемпературный ферромагнетизм (ниже 230 K), причем температура Кюри ( $T_c$ ) и намагниченность насыщения ( $M_s$ ) сильно зависят от содержания внедренной примеси Fe и последующего отжига в условиях вакуума.
- В отличие от тонкопленочных сплавов Fe-Pd, полученных методом МЛЭ, ионно-синтезированные сплавы имеют существенно меньшее значение коэрцитивного поля, что важно для практического применения полученных материалов в сверхпроводящей спинтронике.
- Неоднородное распределение имплантированной примеси приводит к спинодальному распаду ионно-синтезированного сплава  $\text{Pd}_{(1-x)}\text{Fe}_x$  и к формированию в имплантированной пленке Pd ферромагнитных слоев с различной концентрацией Fe и, соответственно, с различными значениями  $M_s$  и  $T_c$ . Предложена трехслойная модель для объяснения наблюдения трех сигналов ФМР в пленке Pd, имплантированной железом с высокой концентрации  $\sim 8$  атом %.
- Спинодальный распад в имплантированных железом пленках палладия - интригующее наблюдение для пары Pd и Fe, обычно считающейся полностью взаимно растворимой в бинарных смесях.

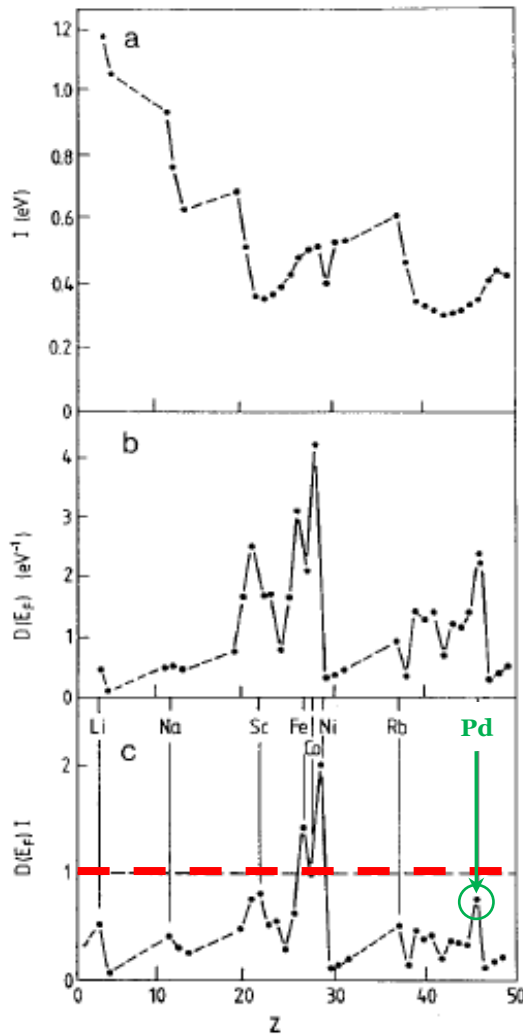
**Спасибо за внимание!**



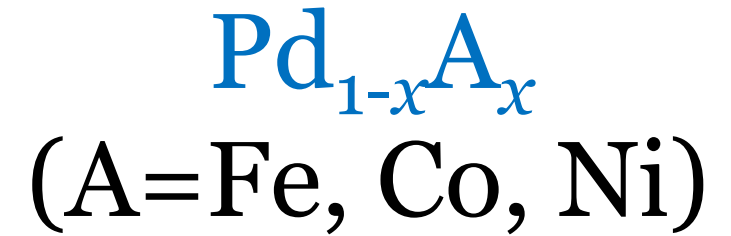
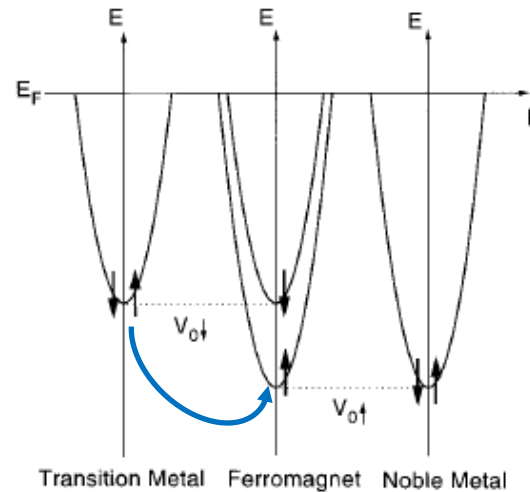
# Особенности FMR в эпитаксиальных пленках Pd, имплантированных ионами Fe: угловые зависимости



# Критерий ферромагнетизма Стонера. Ферромагнитный палладий.



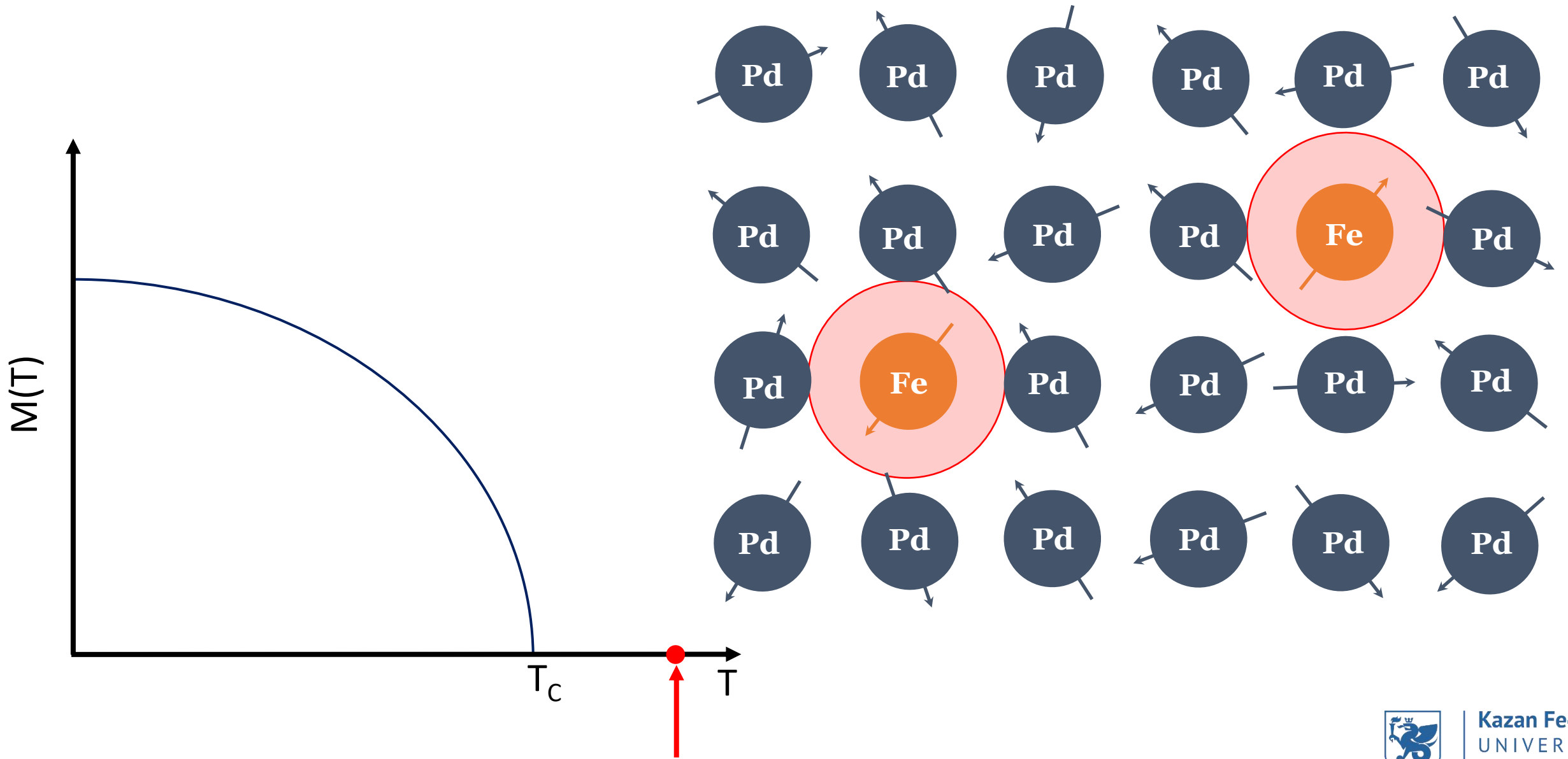
$$D(E_F) \cdot I > 1$$



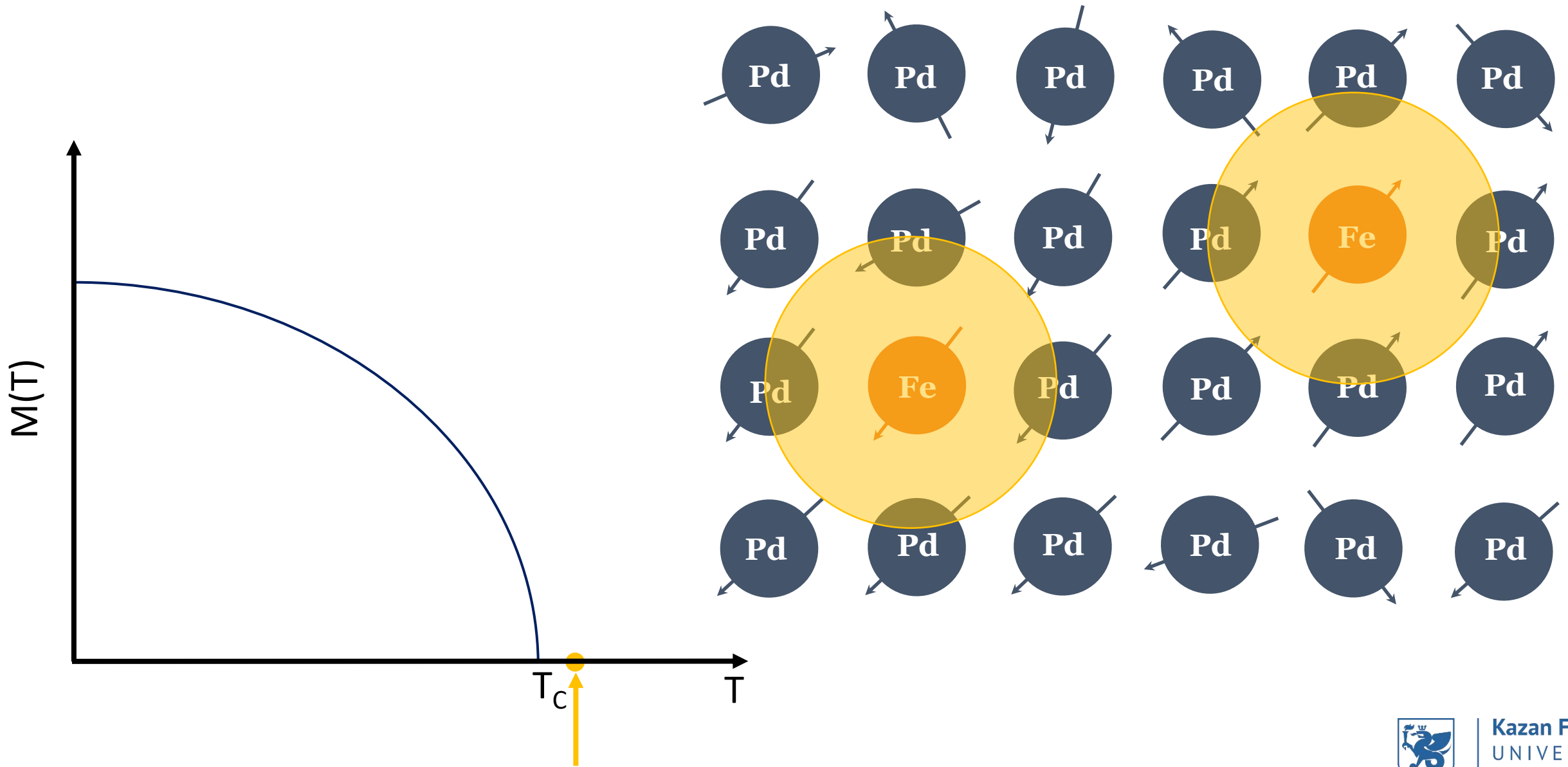
$$12\mu_B$$

*F. J. Himpsel, et. al. Magnetic nanostructures, Advances in Physics, (1998) 47:4, 511-597*

# Сплав $\text{Pd}_{1-x}\text{Fe}_x$ с содержанием железа менее 10 ат. %



# Сплав $\text{Pd}_{1-x}\text{Fe}_x$ с содержанием железа менее 10 ат. %



# Сплав $\text{Pd}_{1-x}\text{Fe}_x$ с содержанием железа менее 10 ат. %

