

MOKE-Untersuchungen ultradünner Fe_3O_4/Fe -Schichten auf MgO(001)

Bachelor-Arbeit vorgelegt im Rahmen der Prüfung für den Bachelor-Studiengang Physik

von Andreas Krampf Matrikel-Nummer: 942071 Osnabrück, 10. Oktober 2013 Erstprüfender: Prof. Dr. Joachim Wollschläger Zweitprüfender: Dr. Timo Kuschel

Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung	1
2.	Theoretische Grundlagen 2.1. LEED - Beugung niederenergetischer Elektronen 2.2. XPS - Röntgenphotoelektronenspektroskopie 2.3. XRR - Röntgenreflektometrie 2.4. Magnetismus 2.4.1. Materie im magnetischen Feld 2.4.2. Kollektiver Magnetismus 2.4.3. Domänenstruktur und Magnetisierungskurve 2.4.4. Magnetische Anisotropien 2.4.5. STONER-WOHLFARTH-Modell 2.5.1. Geometrien des MOKE 2.5.2. KERR-Winkel und KERR-Effekt 2.5.3. Trennung von linearem und quadratischem MOKE	3 3 4 6 8 8 9 10 11 14 20 21 22
3.	Materialsystem 3.1. Magnesiumoxid - MgO(001) 3.2. Eisen - Fe 3.3. Magnetit - Fe ₃ O ₄	25 25 26 26
4.	Experimentelle Grundlagen 4.1. Versuchsaufbauten	29 30 30 31 33
5.	Ergebnisse 5.1. XRR 5.2. XPS 5.3. LEED 5.4. MOKE 5.5. STONER-WOHLFARTH-Modell	35 39 41 43 53
6.	Diskussion	59
7.	Zusammenfassung und Ausblick	65

8.	Summary and Outlook	67
Lit	teraturverzeichnis	69
Α.	Anhang	73
	A.1. XRR-Auswertung	73
	A.1.1. Fit-Parameter der XRR-Auswertung	73
	A.1.2. XRR-Kurven weiterer Fit-Modelle	75
	A.2. Berechnung der Remanenz mit Hilfe des STONER-WOHLFARTH-Modells	76

1. Einleitung

Die Steigerung der Leistungsfähigkeit und der Energieeffizienz elektronischer Geräte, wie bspw. von Computerprozessoren, bringt eine zunehmende Miniaturisierung der verwendeten Bauteile mit sich. Da dieser jedoch eine Grenze gesetzt ist, müssen alternative Methoden zur Leistungssteigerung entwickelt werden. Eine Möglichkeit ist die Abkehr von der klassischen Elektronik hin zur sogenannten Spintronik, die sich mittlerweile zu einem Forschungsschwerpunkt der Nanoelektronik entwickelt hat. Bereits seit Jahrzehnten sind Materialanordnungen bekannt, bei denen mit Hilfe eines äußeren Magnetfeldes die Elektronenspins "geschaltet" und so Informationen übertragen werden können.

Dazu gehören unter anderem Anordnungen aus zwei Ferromagneten, die eine dünne, nichtmagnetische, aber elektrisch leitfähige Schicht einschließen. An solchen Bauelementen entdeckten PETER GRÜNBERG vom Forschungszentrum Jülich und ALBERT FERT von der Universität Paris-Süd unabhängig voneinander im Jahre 1988 den Riesenmagnetowiderstand (en.: giant magneto resistance, GMR) [1,2]. Sind die Magnetisierungen der beiden Ferromagneten antiparallel ausgerichtet, so ist eine enorme Erhöhung des elektrischen Widerstands im Vergleich zu einer parallelen Ausrichtung der Magnetisierungen feststellbar. Dieser Effekt wird bspw. in Leseköpfen von Computerfestplatten ausgenutzt.

Wird die dünne, leitende Schicht durch einen Isolator getauscht, so kann ein Tunnelstrom festgestellt werden, vorausgesetzt es wird ein geeignetes Material mit einer passenden Dicke als elektrische Barriere verwendet. Das Auftreten des Tunnelstroms ist erneut von den Richtungen der Magnetisierungen abhängig und wird als Tunnelmagnetwiderstand (en.: tunneling magneto resistance, TMR) bezeichnet. Dieser Effekt wurde bereits 1975 von Michel Jullière entdeckt und wird unter anderem in nichtflüchtigen Speichermedien, den MRAM-Bauteilen (en.: magnetoresistive random access memory), in denen magnetische Tunnelkontakte (en.: magnetic tunnel junctions, MTJs) zum Einsatz kommen, ausgenutzt [3–5].

Zur Realisierung von MTJs kann das ferrimagnetische Magnetit $(Fe^{2+}(Fe^{3+})_2O_4)$ verwendet werden, das eine hohe Spinpolarisation an der FERMI-Kante besitzt und aufgrund seiner hohen CURIE-Temperatur von 858 K auch für Anwendungen bei Raumtemperatur genutzt werden kann [6,7]. Untersuchungen dünner Magnetitschichten zeigen große Unterschiede zwischen den magnetischen Eigenschaften dünner Schichten im Vergleich zum Volumenmaterial. Zum Beispiel lässt sich die Magnetisierung dünner Magnetitfilme selbst bei Feldern von 70 kOe nicht sättigen, was seit den Untersuchungen von MARGULIES et al. auf die Ausbildung von Antiphasengrenzen (en.: anti-phase boundary, APB) zurückgeführt wird [8,9]. Die Wahl von Magnesiumoxid als Substrat begünstigt aufgrund der geringen Gitterfehlanpassung zu Magnetit die Ausbildung solcher Antiphasengrenzen, die durch die Hinzunahme einer Schicht zwischen MgO und Magnetit gehemmt werden kann [10]. Die Untersuchungen von Wachstum und Struktur dünner Eisenoxidschichten auf unterschiedlichen Substraten wie Silber und Magnesiumoxid stellte in den vergangenen Jahren einen Schwerpunkt der Forschung in der AG Dünne Schichten und Grenzflächen dar [11, 12]. Zuletzt standen dabei speziell Magnetitschichten, die sowohl reaktiv durch Molekularstrahlepitaxie (MBE) unter Sauerstoffatmosphäre als auch durch Oxidation von Eisenschichten hergestellt wurden, im Fokus [13, 14]. Unter Verwendung von Messmethoden wie der Röntgendiffraktometrie, Photoelektronenspektroskopie sowie dem SPA-LEED konnten die kristallographischen Eigenschaften sowie die stöchiometrischen Zusammensetzungen der präparierten Schichten studiert werden. Darüber hinaus erfolgte die Bestimmung der magnetischen Anisotropie von dünnen Eisen- und reaktiv gewachsenen Magnetitschichten auf Magnesiumoxid mit Hilfe des magnetooptischen KERR-Effekts [15, 16]. Ziel dieser Arbeit ist es deshalb, Zweischichtsysteme aus Eisen und Magnetit auf MgO zu

präparieren und die magnetischen Eigenschaften wie bspw. die Ausprägung magnetisch leichter und schwerer Achsen zu untersuchen. Dazu wird das in der Arbeitsgruppe konstruierte MOKE-Messsystem verwendet [17].

Die theoretischen Grundlagen der verwendeten Untersuchungsmethoden, des Magnetismus, des magnetooptischen KERR-Effekts und des STONER-WOHLFARTH-Modells werden in Kapitel 2 beschrieben. Danach folgt eine kurze Einführung des verwendeten Materialsystems. In Kapitel 4 werden sowohl die Messaufbauten als auch die Präparationsverfahren der Doppelschichtsysteme vorgestellt. Eine Darstellung der Messergebnisse und Berechnungen wird in Kapitel 5 vorgenommen und in Kapitel 6 diskutiert.

2. Theoretische Grundlagen

Dieses Kapitel dient zur Einführung der zum Verständnis dieser Arbeit notwendigen theoretischen Grundlagen. Dabei werden zunächst die Untersuchungsmethoden vorgestellt, die zur Vorcharakterisierung der hergestellten Proben Verwendung finden. Kapitel 2.1 gibt einen kurzen Überblick über die Beugung niederenergetischer Elektronen (LEED), mit der kristalline Strukturen von Oberflächen untersucht werden können. Die Photoelektronenspektroskopie (XPS), die oberflächensensitiv die Abschätzung chemischer Zusammensetzungen ermöglicht, wird in Kapitel 2.2 eingeführt. Eine Bestimmung der Schichtdicken dünner Schichten kann über die Röntgenreflektometrie (XRR) vorgenommen werden, die in Kapitel 2.3 beschrieben ist.

Die Einführung des Magnetismus erfolgt in Kapitel 2.4. Nach einer kurzen Beschreibung von Materie in magnetischen Feldern wird ein Überblick über den kollektiven Magnetismus, die Domänenstruktur und die Magnetisierungskurve gegeben. Abschließend werden Beiträge zur magnetischen Anisotropie und das STONER-WOHLFARTH-Modell vorgestellt. Zuletzt werden in Kapitel 2.5 die Grundlagen des magnetooptischen KERR-Effekts beschrieben. Es wird gezeigt, dass die Messung des KERR-Winkels qualitative Aussagen über die Magnetisierung zulässt.

2.1. LEED - Beugung niederenergetischer Elektronen

Eine Möglichkeit zur Charakterisierung der kristallinen Struktur von Oberflächen stellen Beugungsversuche niederenergetischer Elektronen (en.: low energy electron diffraction, LEED) dar. Anfang der 20er Jahre des 20. Jahrhunderts erkannte LOUIS DE BROGLIE, dass sich der von Licht bereits bekannte Welle-Teilchen-Dualismus bspw. auch auf Elektronen anwenden lässt, sodass Wellenphänomene wie Beugung und Interferenzerscheinungen beobachtbar sein müssen. Damit Beugungserscheinungen an einer periodischen Struktur festgestellt werden können, muss die Wellenlänge des gestreuten Teilchens in der gleichen Größenordnung wie der Gitterabstand des Kristalls liegen. Dieser befindet sich typischerweise im Bereich einiger Å, sodass sich über die von DE BROGLIE gefundene Beziehung zwischen Wellenlänge, Masse und Energie eines Teilchens Elektronen mit Energien um 100 eV als geeignet identifizieren lassen.

Die mathematische Beschreibung der Beugung erfolgt im Impuls-Raum, auch reziproker Raum genannt, der aus der realen periodischen Struktur konstruiert werden kann. Eine kristalline Oberfläche kann mit Hilfe der Gittervektoren \vec{a}_1 und \vec{a}_2 beschrieben werden. Über die Konstruktionsvorschriften

$$\vec{g}_1 = 2\pi \frac{\vec{a}_2 \times \vec{n}}{|\vec{a}_1 \times \vec{a}_2|}$$
 und $\vec{g}_2 = 2\pi \frac{\vec{n} \times \vec{a}_1}{|\vec{a}_1 \times \vec{a}_2|}$ (2.1)

lassen sich daraus die reziproken Gittervektoren \vec{g}_1 und \vec{g}_2 bestimmen. Die Abstände zwischen zwei Gitterpunkten beim Übergang zum reziproken Raum werden invertiert. Oberflächen weisen die Charakteristik auf, dass im reziproken Raum sogenannte Beugungsstangen entstehen. Der Grund dafür ist, dass oberhalb der Oberfläche keine Atomlage existiert, die zur konstruktiven Interferenz der gebeugten Elektronen beiträgt, sodass der Abstand der Beugungspunkte in senkrechter Richtung zur Oberfläche im reziproken Raum infinitesimal wird.

Konstruktive Interferenz zwischen den gebeugten Elektronen kann nur unter Erfüllung der LAUE-Bedingung

$$\vec{G} = \vec{q} = \vec{k}' - \vec{k} \tag{2.2}$$

zu Stande kommen, d.h. der reziproke Streuvektor $\vec{q} = \vec{k'} - \vec{k}$ muss mit einem reziproken Gittervektor \vec{G} übereinstimmen. Dabei sind \vec{k} und $\vec{k'}$ die Wellenvektoren der eingestrahlten bzw. gebeugten Elektronen. Bei elastischer Streuung gilt $|\vec{k}| = |\vec{k'}|$. Die sogenannte EWALD-Konstruktion (Abbildung 2.1) liefert eine Veranschaulichung der LAUE-Bedingung. Wird um den einfallenden Wellenvektor \vec{k} eine Kugel mit dem Radius $k = |\vec{k}|$ gezeichnet, so ist die LAUE-Bedingung genau dann erfüllt, wenn die Kugeloberfläche eine Beugungsstange schneidet.



Abbildung 2.1.: EWALD-Konstruktion. Um einen einfallenden Wellenvektor \vec{k} wird eine Kugel des Radius k gezeichnet. Es werden Beugungsreflexe beobachtet, wenn die Kugeloberfläche die Beugungsstangen schneidet. Nur dann ist die LAUE-Bedingung $\vec{G} = \vec{k}' - \vec{k}$ erfüllt.

2.2. XPS - Röntgenphotoelektronenspektroskopie

Das grundlegende physikalische Phänomen bei der Röntgenphotoelektronenspektroskopie (en.: X-ray photoelectron spectroscopy, XPS) ist der äußere photoelektrische Effekt, der erstmals 1905 von ALBERT EINSTEIN mit seiner Lichtquantenhypothese theoretisch gedeutet werden konnte. Darin wird elektromagnetische Strahlung als Quantenobjekte beschrieben, die Teilcheneigenschaften besitzen können und dann als Photonen bezeichnet werden. Diese sind in der Lage, Elektronen aus einem Material herauszulösen, falls ihre Energie ausreicht, die Austrittsarbeit Φ_S zu überwinden. Überschüssige Energie wird in Form kinetischer Energie E_{kin} von den Elektronen mitgeführt. So kann die Beziehung

$$E_{kin} = h\nu - \Phi_S \tag{2.3}$$

mit dem PLANCK'schen Wirkungsquantum h und der Frequenz des eingestrahlten Lichts ν aufgestellt werden. Gleichung (2.3) gilt nur für Elektronen nahe des FERMI-Niveaus. Für kernnahe Elektronen muss zur Photoemission zusätzlich die Bindungsenergie E_B aufgebracht werden. Wird ein Atom ionisiert, so ändern sich die elektronischen Energiezustände nur unmerklich (KOOPMANS-Theorem), sodass E_B einfach aus der Differenz zwischen FERMI-Energie und der Energie des jeweiligen Orbitals besteht. Wird dem FERMI-Niveau eine Energie von 0 eV zugeordnet, so kann Gleichung (2.3) zu

$$E_{kin} = h\nu - E_B - \Phi_S \tag{2.4}$$

erweitert werden. Aus der Kenntnis der kinetischen Energie der Elektronen können Rückschlüsse auf die Bindungsenergien gezogen werden.

Die Detektion der Photoelektronen erfolgt mit einem Spektrometer, das selbst eine Austrittsarbeit Φ_{Spek} besitzt, die in der Energiebilanz zu berücksichtigen ist. Gemessen wird demnach E'_{kin} und nicht die theoretische kinetische Energie E_{kin} . Wie Abbildung 2.2 zeigt, ergibt sich dementsprechend der Zusammenhang

$$E'_{kin} = h\nu - E_B - \Phi_{Spek}.$$
(2.5)

Da Φ_{Spek} bekannt ist, kann aus der Messung von E'_{kin} die Bindungsenergie des emittierten Photoelektrons berechnet werden. Diese ist charakteristisch für jedes Element und kann durch die chemische Umgebung beeinflusst werden, sodass eine Bestimmung der Zusammensetzung eines Stoffes einschließlich der Bindungswertigkeiten und der chemischen Umgebung möglich ist.

Trotz einer Eindringtiefe der Röntgenphotonen von $1 - 10 \,\mu\text{m}$ stellt die Photoelektronenspektroskopie eine oberflächensensitive Messmethode dar. Die Ausdringtiefe der Photoelektronen beträgt nämlich lediglich $10 \,\text{\AA}$.



Abbildung 2.2.: Energieniveauschema eines XPS-Experiments am Beispiel von Aluminium. Ein 1s Elektron absorbiert ein Röntgenphoton der Energie $h\nu$. Die Energie ist größer als die Summe aus Bindungsenergie E_B und Austrittsarbeit Φ_S , sodass das Elektron das Material mit der restlichen kinetischen Energie E_{kin} verlassen kann. Es erreicht das Spektrometer, das die Austrittsarbeit Φ_{Spek} besitzt, und wird dort mit der kinetischen Energie E'_{kin} detektiert. Entnommen aus [12].

2.3. XRR - Röntgenreflektometrie

Die Röntgenreflektometrie (en.: X-ray reflectivity, XRR) ermöglicht die Bestimmung der Dicke dünner Schichten. Gemessen wird die Intensität des reflektierten Röntgenlichtes in Abhängigkeit des Einfallswinkels.

Eine Beschreibung der Reflektivität eines Materials geschieht über den komplexen Brechungsindex \boldsymbol{n} der Form

$$n = 1 - \delta + i\beta. \tag{2.6}$$

Dabei sind Dispersion δ und Absorption β von der Elektronendichte abhängig und stellen materialspezifische Konstanten dar. Das Gesetz von SNELLIUS erlaubt eine Abschätzung des kritischen Winkels α_{krit} , bis zu dem Totalreflexion auftritt. Demnach gilt

$$\alpha_{krit} \approx \sqrt{2\delta}.\tag{2.7}$$

Damit die Röntgenstrahlung in das Material eindringen kann, muss der Einfallswinkel größer als der kritische Winkel sein. Die auftreffende Strahlung wird dann teilweise reflektiert und der Rest transmittiert. Ebenfalls aus dem SNELLIUS-Gesetz folgt, dass $\alpha_{einf} = \alpha_{refl}$ gilt. Der reziproke Streuvektor \vec{q} , der sich aus

$$\vec{q} = \vec{k}' - \vec{k} \tag{2.8}$$

ergibt, steht somit senkrecht auf der Oberfläche der Probe (Abbildung 2.3).



Abbildung 2.3.: Reflexion und Transmission einer einfallenden Welle (Wellenvektor \vec{k} , Einfallswinkel α_{einf}) an der Grenzfläche zweier Schichten mit den unterschiedlichen Brechungsindizes n_1 und n_2 . Die Welle wird teilweise reflektiert (Wellenvektor \vec{k}' , Reflexionswinkel α_{refl}) und der Rest transmittiert (Wellenvektor \vec{k}'' , Transmissionswinkel α_{trans}). Der Wellenvektor \vec{q} steht senkrecht auf der Oberfläche. Für seinen Betrag kann mit $|\vec{k}'| = |\vec{k}| = k = \frac{2\pi}{\lambda}$ und der Annahme, dass für Röntgenstrahlen $n \approx 1$ gilt, die Beziehung

$$q = \frac{4\pi}{\lambda} \sin(\alpha_{einf}) \tag{2.9}$$

gefunden werden. Die Intensität I des reflektierten Lichts nimmt bei Reflexion an einer Oberfläche mit steigendem Betrag q des Wellenvektors ab $(I \propto q^{-4})$. Wird auf die Oberfläche eine dünne Schicht der Dicke D aufgebracht, so ist eine Oszillation der Intensität beobachtbar, die von Interferenzen der an den Grenzflächen ober- und unterhalb der dünnen Schicht reflektierten Strahlen verursacht wird. Die Periode der Oszillation ist ein Maß für die Dicke der Schicht, die sich über

$$D = \frac{2\pi}{\Delta q} \tag{2.10}$$

bestimmen lässt. Dabei gibt Δq die Periode einer Oszillation an (Abbildung 2.4(a)). Wird ein Mehrschichtsystem untersucht, ist, wie Abbildung 2.4(b) zeigt, eine komplizierte Oszillation der Intensität beobachtbar. Die Ermittlung der Schichtdicke kann über den PARRAT-Algorithmus erfolgen [18].



Abbildung 2.4.: Reflektometrie-Kurven für die Reflexion an einem Substrat, auf dem (a) eine dünne Schicht und (b) zwei dünne Schichten unterschiedlicher Dicke aufgebracht wurden. Die Periode einer Oszillation Δq ist ein Maß für die Dicke einer Schicht $D = \frac{2\pi}{\Delta q}$.

2.4. Magnetismus

Magnetische Stoffe lassen sich in drei Klassen unterteilen. Die Unterscheidung erfolgt an Hand der magnetischen Suszeptibilität χ . Diese wird in Kapitel 2.4.1 eingeführt. Grundsätzlich wird eine Klassifizierung in Diamagnetismus ($\chi < 1$), Paramagnetismus ($\chi > 1$) und kollektiven Magnetismus ($\chi \gg 1$) vorgenommen. Da eine einheitliche Theorie zur Beschreibung magnetischer Phänomene bisher nicht abgeleitet werden konnte, müssen verschiedene Modelle herangezogen werden. Kapitel 2.4.2 befasst sich näher mit dem kollektiven Magnetismus. Die Domänenstruktur sowie die Magnetisierungskurve werden in Kapitel 2.4.3 beschrieben. Beiträge zur magnetischen Anisotropie werden in Kapitel 2.4.4 vorgestellt und es folgt eine Einführung des STONER-WOHLFARTH-Modells in Kapitel 2.4.5.

2.4.1. Materie im magnetischen Feld

Zur Beschreibung von Materie in magnetischen Feldern werden zwei Feldvektoren verwendet, die ursachenbezogene magnetische Feldstärke \vec{H} und die wirkungsbezogene magnetische Flussdichte \vec{B} . Beide sind über die magnetische Feldkonstante μ_0 und den Permeabilitätstensor $\hat{\mu}$ gemäß der Beziehung

$$\vec{B} = \mu_0 \hat{\mu} \vec{H} \tag{2.11}$$

miteinander verknüpft. Das magnetische Feld \vec{H} bewirkt eine Magnetisierung \vec{M} der Probe, die über den Tensor der magnetischen Suszeptibilität $\hat{\chi}$ mit der Feldstärke verbunden ist. Es gilt

$$\vec{M} = \hat{\chi} \vec{H}. \tag{2.12}$$

Die resultierende magnetische Flussdichte \vec{B} ergibt sich aus der magnetischen Feldstärke \vec{H} und der Magnetisierung \vec{M} nach

$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M}). \tag{2.13}$$

Aus den vorangegangenen Gleichungen folgt direkt die Beziehung

$$\hat{\mu} = \mathbb{1} + \hat{\chi}. \tag{2.14}$$

Die magnetische Suszeptibilität ist eine zentrale Größe zur Beschreibung der magnetischen Eigenschaften einer Probe. Sie dient zur Einteilung der verschiedenen Arten des Magnetismus.

2.4.2. Kollektiver Magnetismus

Der kollektive Magnetismus ist ein Vielteilchen-Phänomen, das auf der Austauschwechselwirkung permanenter magnetischer Momente beruht. Diese bewirkt eine spontane magnetische Ordnung ohne externes magnetisches Feld, die oberhalb einer kritischen Temperatur zusammenbricht. Es findet dann ein Phasenübergang zum Paramagnetismus statt. Die Austauschwechselwirkung ist nur quantenmechanisch begründbar. Ihre Ursache liegt in der Ununterscheidbarkeit identischer Teilchen und den daraus resultierenden Symmetrieanforderungen möglicher Vielteilchenwellenfunktionen. Für Elektronen, die zu den Fermionen gehören, sind nur antisymmetrische Gesamtwellenfunktionen zulässig (PAULI-Prinzip), die als Produkte von Orts- und Spinwellenfunktionen aufgefasst werden können. Möglich sind so symmetrische Ortswellenfunktionen multipliziert mit antisymmetrischen Spinwellenfunktionen und umgekehrt. Grundsätzlich kann energetisch eine Konkurrenz zwischen kinetischer und potentieller Energie betrachtet werden. Eine antisymmetrische Spinwellenfunktion, d.h. eine antiparallele Ausrichtung der Spins, erfordert eine symmetrische Ortswellenfunktion. Die Elektronen befinden sich so im gleichen Orbital und besitzen aufgrund der COULOMBwechselwirkung eine hohe potentielle Energie. Die parallele Ausrichtung der Spins, d.h. eine symmetrische Spinwellenfunktion, bedingt dagegen eine antisymmetrische Ortswellenfunktion, was bedeutet, dass sich die Elektronen in verschiedenen Orbitalen aufhalten müssen, sodass im k-Raum Zustände höherer kinetischer Energie besetzt werden. Für eine parallele Ausrichtung der Spins ist somit die COULOMBwechselwirkung geringer, die kinetische Energie der Elektronen jedoch größer. Der Uberlapp der Einelektronenwellenfunktionen mit denen nächster Nachbarn entscheidet, welcher Energiebeitrag dominiert und ob eine Parallel- oder Antiparallelstellung benachbarter Spins bevorzugt wird.

Je nach Kopplung lässt sich der kollektive Magnetismus in drei weitere Klassen unterteilen. Richten sich alle Spins parallel zueinander aus, so spricht man von **Ferromagnetismus** (Abbildung 2.5(a)). Ohne externes Magnetfeld ist bis zur CURIE-Temperatur eine makroskopische Magnetisierung vorhanden. Da für die magnetische Suszeptibilität $\chi \gg 1$ gilt, kann Gleichung (2.13) zu

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{M} \tag{2.15}$$

vereinfacht werden. Im Festkörper, in dem die zuvor diskreten Energieniveaus Bänder bilden, kann die spontane Magnetisierung anhand der Zustandsdichte erklärt werden. Die Austauschwechselwirkung verursacht eine Energieverschiebung der Bänder, die von der Spinorientierung (up, down) abhängig ist. Es entstehen so zwei Energiebänder, die eine gemeinsame FERMI-Energie besitzen, sodass die Anzahl einer Spinsorte überwiegt. Die einzigen Elemente, deren Festkörper bei Raumtemperatur ferromagnetisches Verhalten zeigen sind Eisen, Nickel und Cobalt.

Antiferromagnetische Stoffe besitzen zwar ebenfalls eine magnetische Ordnung, jedoch kompensieren sich die magnetischen Momente und die resultierende Magnetisierung ist null (Abbildung 2.5(b)). Der Phasenübergang zum Paramagnetismus erfolgt bei Überschreitung der NEÈL-Temperatur.

Die antiparallele Ausrichtung benachbarter magnetischer Momente mit unterschiedlichen

Beträgen wird **Ferrimagnetismus** genannt (Abbildung 2.5(c)). Es liegen zwei Untergitter mit je parallel ausgerichteten magnetischen Momenten vor und eine makroskopische, spontane Magnetisierung bleibt erhalten.



Abbildung 2.5.: Schematische Darstellung der Ordnung benachbarter magnetischer Dipolmomente eines (a) Ferromagneten, (b) Antiferromagneten und (c) Ferrimagneten.

2.4.3. Domänenstruktur und Magnetisierungskurve

Die Betrachtung ferromagnetischer Kopplung beschränkte sich bisher auf die quantenmechanische Austauschwechselwirkung. Die zwar langreichweitige, aber im Vergleich zur Austauschwechselwirkung schwache, magnetische Dipol-Dipol-Wechselwirkung kann eine spontane Ordnung benachbarter Spins nicht erklären. Liegt jedoch eine sehr große Anzahl an Spins vor, bspw. in einem makroskopischen Festkörper, so kann sie nicht mehr vernachlässigt werden. Eine homogene Spinausrichtung im gesamten Festkörper wird somit durch die Dipol-Dipol-Wechselwirkung energetisch ungünstig. Ist die kurzreichweitige Austauschwechselwirkung noch lokal in der Lage eine ferromagnetische Ordnung herzustellen, so überwiegt auf großer Skala die Dipol-Dipol-Kopplung. Eine Minimierung der Gesamtenergie erfolgt dann, wenn Domänen homogener Spinausrichtungen ausgebildet werden, deren Magnetisierungsvektoren sich in ihren Richtungen möglichst stark unterscheiden. Die Minimierung der Dipolenergie aller Spins kompensiert die Erhöhung der Austauschenergie weniger Spins an den Grenzen der Domänen. Makroskopisch lässt sich keine Magnetisierung mehr feststellen. Die Gesamtenergie ist wesentlich von der Größe der Domänen und der Struktur der Grenzflächen abhängig. Da eine Antiparallelstellung der Spins beim Übergang einer Domäne in eine andere eine enorme Erhöhung der Austauschenergie bedeutet, findet der Übergang kontinuierlich statt und die Domänenwand besitzt eine endliche Dicke.

Das Anlegen eines externen magnetischen Feldes führt zu einer Umstrukturierung der magnetischen Domänen im Festkörper. Schwache Felder verschieben die Domänenwände leicht, wodurch sich die Domänengrößen zunächst reversibel ändern können. Starke Felder sind jedoch in der Lage die Domänen auch über Kristallfehler hinaus auszudehnen, die nach Abschalten des Feldes eine Rückführung in den Ausgangszustand verhindern. Es zeigt sich somit ein Hystereseverhalten der Magnetisierungskurve, wie in Abbildung 2.6 dargestellt. Die Magnetisierung ist also nicht einfach durch äußere Parameter festgelegt, sondern wird ebenfalls durch ihre Historie bestimmt. Ist der Festkörper zu Beginn entmagnetisiert und wird dann einem Magnetfeld H ausgesetzt, so finden Verschiebungen der Domänengrenzen und Domänenrotationen statt, bis der Sättigungswert $M_{sätt}$ erreicht ist und alle magnetischen Momente entlang des Feldes ausgerichtet sind. Die Irreversibilität dieses Vorgangs bewirkt, dass nach Abschalten des Feldes eine Restmagnetisierung, die sogenannte Remanenz M_{rem} , bestehen bleibt. Um erneut einen entmagnetisierten Körper zu erhalten, muss ein entgegengesetztes Feld angelegt werden. Sind keine Anisotropien der freien Energiedichte vorhanden, so stellt sich erneut das Gleichgewicht zwischen Austauschenergie und magnetischer Dipol-Dopol-Energie ein. Kommen Messmethoden zum Einsatz, die lediglich sensitiv für eine Komponente der Magnetisierung sind (bspw. MOKE), so wird ebenfalls keine Magnetisierung gemessen, wenn der Magnetisierungsvektor senkrecht zum angelegten Magnetfeld H steht. Die dazu notwendige Magnetfeldstärke H_c wird im Folgenden Koerzitivfeldstärke genannt.



Abbildung 2.6.: Schematische Darstellung der Magnetisierungskurve eines Ferromagneten. Aufgetragen ist die Magnetisierung M gegen das angelegte magnetische Feld H. Wird ein externes magnetisches Feld an eine unmagnetisierte Probe gelegt, so steigt die Magnetisierung bis zum Sättigungswert M_{satt} an (schwarz). Eine Verringerung des magnetischen Feldes auf null lässt die Magnetisierung bis auf die Remanenz absinken. Bei der Koerzitivfeldstärke H_c ist die Projektion des Magnetisierungsvektors auf die Magnetfeldrichtung null. Nach dem Umpolen des Magnetfeldes wird ebenfalls ein Sättigungswert erreicht (violett). Erneutes Verringern und Umpolen des magnetischen Feldes führt zu dem zuvor erreichten Sättigungswert (rot).

2.4.4. Magnetische Anisotropien

Festkörper zeigen i.A. richtungsabhängige magnetische Eigenschaften, sodass eine Unterscheidung von magnetisch leichten und schweren Richtungen möglich ist. Die leichten Richtungen zeichnen sich durch ein großes Koerzitivfeld und eine hohe Remanenz aus. Das Umkehren der Magnetisierung erfolgt in einem engen Feldstärkenbereich, sodass eine nahezu kastenförmige Kurve beobachtbar ist. Dagegen ist bei den magnetisch schweren Richtungen ein kleines Koerzitivfeld, eine geringe Remanenz und ein sukzessives Ansteigen bzw. Abnehmen der Magnetisierung festzustellen (Abbildung 2.7).

Eine Betrachtung der freien Energie
dichteFgibt Aufschluss über die magnetische Anisotropie von Festkörpern. Sie setzt sich aus der ZEEMAN-Energie und mehreren Anisotropie
beiträgen zusammen zu

$$F = F_{Zeeman} + F_{Form} + F_{Kristall} + F_{Uni} + \dots$$
(2.16)



Abbildung 2.7.: Darstellung Hysteresekurven magneder tisch leichter (violett) und (rot) Richtungen. schwerer Aufgetragen ist die Magnetisierung M in Abhängigkeit der magnetischen Feldstärke H. Eine hohe Remanenz $(M_{rem.l})$ und ein großes Koerzitivfeld (H_{cl}) ist typisch für magnetisch leichte Richtungen. Die Ummagnetisierung geschieht in einem kleinen Feldstärkebereich. Magnetisch schwere Richtungen zeigen dagegen eine geringe Remanenz $(M_{rem,s})$ und kleine Koerzitivfelder $(H_{c.s})$.

Magnetisch leichte Richtungen stellen lokale Minima der Energiedichte dar, dementsprechend sind lokale Maxima verantwortlich für die magnetisch schweren Richtungen. Wesentliche Beiträge zur freien Energiedichte sollen kurz erläutert werden.

ZEEMAN-Energie

Ein Körper mit der Magnetisierung \vec{M} besitzt in einem externen Magnetfeld \vec{H} eine potentielle Energiedichte F_{Zeeman} , die ZEEMAN-Energie genannt wird. Sie bestimmt sich nach

$$F_{Zeeman} = -\mu_0 \vec{H} \cdot \vec{M}. \tag{2.17}$$

Eine Minimierung der Gesamtenergie erfolgt somit durch eine Ausrichtung der Magnetisierung parallel zum äußeren Magnetfeld. Liegt nur dieser Beitrag vor, so handelt es sich um ein magnetisch isotropes Medium. Die Magnetisierung ist dann immer in der Lage, dem externen magnetischen Feld direkt zu folgen.

Formanisotropie

Die Wechselwirkung zwischen magnetischen Dipolen in endlich ausgedehnten Festkörpern führt zur Formanisotropie. An der Oberfläche befinden sich unkompensierte Dipole, die nicht zu allen Seiten von Nachbarn umgeben sind. Es wird ein magnetisches Feld \vec{H}_{Streu} erzeugt, welches Streufeld oder Entmagnetisierungsfeld genannt wird. Es ist dem äußeren Magnetfeld entgegengesetzt gerichtet. Sein Beitrag zur freien Energiedichte folgt durch Integration gemäß

$$F_{Form} = -\mu_0 \int \vec{H}_{Streu} \vec{M} dM. \tag{2.18}$$

Es ist möglich, das Streufeld mit Hilfe des Entmagnetisierungstensors \hat{N} über

$$\vec{H}_{Streu} = -\hat{N}\vec{M} \tag{2.19}$$

zu beschreiben. Für dünne Schichten hat dieser die Form

$$\hat{N} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}.$$
(2.20)

Damit folgt $\vec{H}_{Streu} = (0, 0, M_z)$ mit $M_z = M_{s\ddot{a}tt}\cos(\phi)$. Der Winkel ϕ wird von dem Magnetisierungsvektor und der Oberflächennormalen eingeschlossen (Abbildung 2.8). So kann der Beitrag der Formanisotropie zur freien Energiedichte im Falle dünner Schichten zu

$$F_{Form} = \frac{1}{2}\mu_0 M_{s\ddot{a}tt}^2 \cos^2(\phi)$$
 (2.21)

vereinfacht werden. Liegt die Magnetisierung parallel zur Probenoberfläche ($\phi = 90^{\circ}$), so wird dieser Beitrag minimal.

Magnetokristalline Anisotropie

Aufgrund der Spin-Bahn-Kopplung stehen die Spins der Elektronen in Wechselwirkung mit dem Kristallgitter. Eine Drehung der untereinander gekoppelten Spins lässt auf die Bahnmomente ein Drehmoment wirken. Liegt eine anisotrope Elektronenverteilung vor, so ist die übertragene Drehung der Bahnmomente energieabhängig, da sich der Überlapp der Wellenfunktionen ändert. Die Symmetrie des Gitters findet sich also in der magnetokristallinen Anisotropie wieder. Eine quantitative Beschreibung erfolgt durch eine Reihenentwicklung nach den Komponenten der Magnetisierungsrichtung in Bezug auf die Kristallachsen. Als Basis werden Richtungscosinus α_i verwendet. Für kubische Systeme lässt sich

$$F_{Kristall} = K_1(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \dots$$
(2.22)

mit den Anisotropiekonstanten K_j (j=1,2,3,...) finden [19]. Da für dünne Schichten die Magnetisierung i.A. in der Ebene der Probenoberfläche liegt, kann $\alpha_3 = 0$ angenommen werden. Aus Abbildung 2.8 lassen sich $\alpha_1 = \cos(\theta)$ und $\alpha_2 = \sin(\theta)$ identifizieren. Gleichung (2.22) vereinfacht sich dann zu

$$F_{Kristall} = \frac{K_1}{4} \sin^2(2\theta) + \dots \qquad (2.23)$$

Die magnetokristalline Anisotropie dünner magnetischer Schichten weist somit bei kubischen Kristallgittern eine Vierzähligkeit auf.



Abbildung 2.8.: Darstellung der Richtungscosinus α_i (i=1,2,3). Der Vektor $\vec{M^*} = \vec{M}/M_{s\ddot{a}tt}$ stellt den Einheitsvektor der Magnetisierung dar. Das von den Einheitsvektoren \vec{M}_j^* (j=1,2,3) definierte Koordinatensystem wird in den folgenden Abschnitten weiter verwendet.

Wachstumsinduzierte uniaxiale Anisotropie

Auch der Wachstumsprozess einer magnetischen Schicht auf einem Substrat kann Einfluss auf die magnetischen Eigenschaften haben. Häufig verursachen die durch Gitterfehlanpassungen hervorgerufenen mechanischen Spannungen und hohe Rauheiten des Substrats eine uniaxiale Anisotropie. Auch ein schräges Aufdampfen oder die Anwesenheit eines magnetischen Feldes während des Wachstums einer Schicht können eine Ursache darstellen. Die Beschreibung erfolgt durch den Zusammenhang

$$F_{Uni} = K_u \sin^2(\theta - \theta_u). \tag{2.24}$$

Dabei wird der Winkel θ erneut von der Magnetisierung \vec{M} und einer Kristallachse eingeschlossen und der Winkel θ_u von einer Kristallachse und der Richtung minimaler Energie der uniaxialen Anisotropie. K_u stellt den Anisotropiekoeffizienten dar.

Die freie Energiedichte kann von weiteren Anisotropiebeiträgen abhängen, auf die an dieser Stelle nicht näher eingegangen werden soll. Dazu zählen bspw. die magnetoelastische Anisotropie, die Grenzflächenanisotropie oder der Exchange-Bias-Effekt.

2.4.5. STONER-WOHLFARTH-Modell

Das STONER-WOHLFARTH-Modell ist das einfachste Modell zur Beschreibung magnetischer Hysteresen von Ferromagneten. Dabei wird der Ferromagnet als eine einzelne magnetische Domäne homogener Magnetisierung ($\vec{M}(\vec{r}) = \text{konst.}$) angenommen, d.h. alle Spins besitzen eine konstante Phasenbeziehung zueinander und der Magnetisierungsvektor \vec{M} einen konstanten Betrag M_s [20]. Diese Eigenschaften werden allein von ellipsoidförmigen Körpern erfüllt, da nur für diese das durch die Formanisotropie hervorgerufene Streufeld im Körper homogen ist. Zu diesen Körpern zählen die Kugel, der Rotationsellipsoid, der

Zylinder und eine unendlich ausgedehnte Schicht.

Ein Rotationsellipsoid besitzt eine magnetisch leichte und senkrecht dazu eine magnetisch schwere Achse. Die Gesamtenergiedichte $F^* := \frac{F}{\mu_0}$ ergibt sich demnach aus der Summe von ZEEMANN-Energie und dem Beitrag einer uniaxialen Anisotropie

$$F^* = -HM_s \cos(\alpha - \theta) + K_u \sin^2(\theta).$$
(2.25)

Der Winkel α wird von dem Magnetfeld \vec{H} und der magnetisch leichten Achse eingeschlossen und θ von der Magnetisierung \vec{M} und der magnetisch leichten Achse. Ein stabiler Zustand liegt vor, wenn die Gesamtenergie minimal ist. Die Extrema der Energiedichte sind durch die Nullstellen der ersten Ableitung gegeben. Da die Richtung von \vec{H} und somit auch α konstant sind, gilt es

$$\frac{\partial F^*}{\partial \theta} = -M_s H \sin(\alpha - \theta) + K_u \sin(2\theta) = 0$$
(2.26)

zu lösen. Mit der Bedingung $H_k=\frac{2K_u}{M_s}$ und der reduzierten Variablen $h=\frac{H}{H_k}$ ergibt sich direkt

$$\frac{1}{2}\sin(2\theta) - h\sin(\alpha - \theta) = 0.$$
(2.27)

Minima erfüllen zusätzlich die Nebenbedingung $\frac{\partial^2 F^*}{\partial \theta^2} > 0$. Für die zweite Ableitung kann analog

$$\frac{\partial^2 F^*}{\partial \theta^2} = M_s H \cos(\alpha - \theta) + 2K_u \cos(2\theta) = h \cos(\alpha - \theta) + \cos(2\theta) > 0$$
(2.28)

gefunden werden. Verwenden der Relationen $h\cos(\alpha) := h_x$ und $h\sin(\alpha) := h_y$ führt zur Bestimmung der Extrema auf das Gleichungssystem

$$\frac{1}{2}\sin(2\theta) + h_x\sin(\theta) - h_y\cos(\theta) = 0$$

$$\cos(2\theta) + h_x\cos(\theta) + h_y\sin(\theta) > 0.$$
(2.29)

Wird die Ungleichung gleich null gesetzt, so lassen sich die Übergänge von Minima zu Maxima finden. Die Lösungen für h_x und h_y lauten dann

$$h_x = -\cos^3(\theta)$$

$$h_y = \sin^3(\theta).$$
(2.30)

Einsetzen der zuvor verwendeten Bedingungen führt mit Hilfe des Satzes von PYTHAGO-RAS auf die kritische Kurve

$$(H\cos(\alpha))^{\frac{2}{3}} + (H\sin(\alpha))^{\frac{2}{3}} = (H_x)^{\frac{2}{3}} + (H_y)^{\frac{2}{3}} = H_k^{\frac{2}{3}}.$$
(2.31)

Diese wurde 1956 von JOHN SLONCZEWSKI in einem unveröffentlichten Artikel zur geometrischen Lösung der Minimierung der Gesamtenergiedichte, die durch Gleichung (2.25) gegeben ist, eingeführt [21]. Sie ist in Abbildung 2.9(a) dargestellt und kann zur Veranschaulichung der kohärenten Drehung der Magnetisierung genutzt werden. Dazu wird die Achse des äußeren Magnetfeldes \vec{H} eingezeichnet. Anschließend wird eine Tangenten so an die kritische Kurve gelegt, dass sie aus einer magnetisch leichten Richtung kommend die Achse des Magnetfeldes in einem Punkt schneidet (Abbildung 2.9(b) Pfeil 1) [22]. Der Abstand des Schnittpunktes zum Koordinatenursprung gibt die Stärke des angelegten Magnetfeldes (H > 0) und die Tangente die Richtung des Magnetisierungsvektors für diese Magnetfeldstärke an.

Wird das externe Magnetfeld verringert, so muss durch einen Punkt auf der Magnetfeldachse, der näher am Koordinatenursprung liegt, eine weitere Tangente in Richtung einer magnetisch leichten Richtung an die kritische Kurve gezeichnet werden (Pfeil 2). Für die Magnetfeldstärke H = 0 ist $\alpha = 0$ und der Magnetisierungsvektor \vec{M} liegt direkt in magnetisch leichter Richtung (Pfeil 3). Wird das Magnetfeld umgepolt (H < 0), ist es nicht mehr möglich, eine Tangente an den bisher verwendeten Zweig der kritischen Kurve zu zeichnen. Ein Wechseln des Zweiges ist notwendig (Pfeile 4 – 6). Ab einer kritischen Magnetfeldstärke $|H| > H_{krit}$, muss erneut der Zweig der kritischen Kurve gewechselt werden und der Magnetisierungsvektor \vec{M} macht einen Sprung in die andere magnetisch leichte Richtung (Pfeile 6 – 7, grün markiert). Im Falle einer uniaxialen Anisotropie ist die kritische Magnetfeldstärke H_{krit} direkt durch die kritische Kurve gegeben.

Eine analoge Betrachtung kann für eine vierzählige Anisotropie wie b
spw. der magnetokristallinen Anisotropie eines kubischen Kristall
gitters einer dünnen magnetischen Schicht durchgeführt werden. Die freie Energie
dichte F^* ist dann gegeben durch

$$F^* = -HM_s \cos(\alpha - \theta) + \frac{K_1}{4} \sin^2(2\theta).$$
 (2.32)

Mit der Bedingung $H_k = \frac{K_1}{2M_s}$ und den bereits eingeführten reduzierten Variablen ergibt sich für die erste und zweite Ableitung der freien Energiedichte

$$\frac{\partial F^*}{\partial \theta} = h_x \sin(\theta) - h_y \cos(\theta) + 4\cos^3(\theta)\sin(\theta) - 4\cos(\theta)\sin^3(\theta) = 0$$

$$\frac{\partial^2 F^*}{\partial \theta^2} = h_x \cos(\theta) + h_y \sin(\theta) + 4\cos^4(\theta) - 24\cos^2(\theta)\sin^2(\theta) + 4\sin^4(\theta) > 0. \quad (2.33)$$

Lösen des Gleichungssystems liefert

$$h_x = 4\cos^3(\theta) \ (2 - 3\cos(2\theta)) h_y = 4\sin^3(\theta) \ (2 + 3\cos(2\theta)).$$
(2.34)



Abbildung 2.9.: (a) Kritische Kurve einer uniaxialen Anisotropie mit eingezeichneten magnetisch leichten (rot) und schweren (blau) Richtungen. (b) Schematische Darstellung der kohärenten Drehung des Magnetisierungsvektors. Aus einer magnetisch leichten Richtung kommend wird der Magnetisierungsvektor als Tangente an die kritische Kurve gezeichnet (nummerierte schwarze Pfeile). Der Schnittpunkt mit der Magnetfeldachse gibt die Stärke des magnetischen Feldes H an, bei der die Richtung des Magnetisierungsvektors realisiert ist. Nach dem Verringern der Magnetfeldstärke H auf null (1-3) liegt der Magnetisierungsvektor in einer magnetisch leichten Richtung. Wird das Magnetfeld umgepolt (H < 0), so muss zum Zeichnen einer Tangente der Zweig der kritischen Kurve gewechselt werden (4 - 6). Wird die kritische Magnetfeldstärke $(|H| > H_{krit})$, die im Falle einer uniaxialen Anisotropie durch die kritische Kurve gegeben ist, überschritten, so macht der Magnetisierungsvektor einen Sprung (6 - 7, grün markiert).

Die Elimination von θ kann mit Hilfe einer GRÖBNERbasis erfolgen [23, 24]. Erneutes Verwenden der reduzierten Variablen ergibt das Polynom

$$-4194304 + 7864320h^{2} - 4362240h^{4} + 643840h^{6} + \frac{10935}{2}h^{8} + 729h^{10} - \frac{84375}{2}h^{8}\cos(8\alpha), \qquad (2.35)$$

dessen Nullstellen die gesuchte Relation darstellen. Die kritische Kurve ist in Abbildung 2.10(a) dargestellt. Im Gegensatz zur uniaxialen Anisotropie werden im Bereich von 22, $5^{\circ} < \alpha < 67, 5^{\circ}$ zwei Sprünge des Magnetisierungsvektors beobachtet (Abbildung 2.10(b)) [21]. Die Drehungen und Sprünge des Magnetisierungsvektors sind für die zwei unterscheidbaren Bereiche in den Abbildungen 2.10(c) bzw. 2.10(d) veranschaulicht.



Abbildung 2.10.: (a) Kritische Kurve einer vierzähligen Anisotropie mit eingezeichneten magnetisch leichten (rot) und schweren (blau) Richtungen. (b) Schematische Darstellung der Bereiche, in denen ein bzw. zwei Sprünge des Magnetisierungsvektors auftreten. Die gestrichelten Linien deuten die Nullstellen des Polynoms aus Gleichung (2.35) an, bei deren Überschreiten ein Sprung der Magnetisierung energetisch ungünstig wäre. (c) Bis zu einem Winkel von 22,5° findet nur ein Sprung des Magnetisierungsvektors statt (grün markiert). (d) Bei größeren Winkeln tritt zusätzlich ein weiterer Sprung auf (grün bzw. gelb markiert).

Mit Hilfe von numerischen Verfahren können aus Gleichung (2.35) die Nullstellen $\frac{H_k}{H}(\alpha)$ bestimmt werden. Im Rahmen des STONER-WOHLFARTH-Modells, d.h. bei kohärenter Drehung der Magnetisierung, stimmt H_k mit dem Koerzitivfeld H_c überein, sodass die in Abbildung 2.11 dargestellten Lösungen $\frac{H_k}{H}(\alpha)$ alle möglichen Verläufe des Koerzitivfeldes in Abhängigkeit des Drehwinkels α wiedergeben. Daraus muss jedoch der tatsächliche Verlauf erst ermittelt werden, da bspw. ein minimales Koerzitivfeld in magnetisch leichter Richtung, wie es ebenfalls in der Abbildung auftritt, physikalisch nicht sinnvoll ist. Dies wird in Kapitel 5.5 vorgenommen.



Abbildung 2.11.: Kartesische Auftragung der numerisch bestimmten Lösungen $\frac{H_k}{H}(\alpha)$. Die Darstellung enthält somit alle möglichen Verläufe des Koerzitivfeldes in Abhängigkeit des Drehwinkels α .

2.5. MOKE - Magnetooptischer KERR-Effekt

Im Jahr 1876 entdeckte JOHN KERR die Drehung der Polarisationsebene linear polarisierten Lichts nach der Reflexion an einer magnetisierten Oberfläche, was als magnetooptischer KERR-Effekt (MOKE) bezeichnet wird [25]. Wie in den folgenden Abschnitten gezeigt wird, steht der Drehwinkel der Polarisationsebene in proportionalem Zusammenhang mit der Magnetisierung, über die somit durch Bestimmen des Drehwinkels qualitative Aussagen getroffen werden können.

Arten des MOKE

Abhängig von der relativen Lage der Magnetisierung zur Probenoberfläche und der Einfallsebene des Lichts lassen sich prinzipiell drei Arten des MOKE unterscheiden, die in Abbildung 2.12 veranschaulicht sind.

• Polarer MOKE (PMOKE)

Der polare MOKE tritt dann auf, wenn die Magnetisierung senkrecht zur Probenoberfläche und parallel zur Einfallsebene des Lichtes steht. Die Polarisation des Lichtes ist nach der Reflexion gedreht (KERR-Drehung) und elliptisch. Beachtet werden sollte die Abhängigkeit des Effekts von dem Einfallswinkel des Lichtes. Der PMOKE ist umso größer, je kleiner der Einfallswinkel zum Lot ist.

• Longitudinaler MOKE (LMOKE)

In diesem Fall steht die Magnetisierung sowohl parallel zur Probenoberfläche als auch zur Einfallsebene des Lichtes. Ebenfalls sind Drehung und Änderung der Elliptizität der Polarisation beobachtbar, jedoch nimmt der Effekt mit kleineren Einfallswinkeln ab.

• Transversaler MOKE (TMOKE)

Steht die Magnetisierung parallel zur Probenoberfläche und senkrecht zur Einfallsebene des Lichtes, so kann der transversale MOKE beobachtet werden. Anders als beim polaren und longitudinalen MOKE wird die Polarisation des Lichtes nicht beeinflusst, sondern es kann nur eine Änderung der Intensität festgestellt werden.

Liegt die Magnetisierung nicht parallel oder senkrecht zur Einfallsebene des Lichtes und der Probenoberfläche, werden Mischformen der Effekte detektiert. Die Auswirkungen des PMOKE und LMOKE, die beide die gleichen Lichteigenschaften ändern, können jedoch im Nachhinein getrennt werden.

2.5.1. Geometrien des MOKE

Die MOKE Arten sind i.A. von den sogenannten MOKE Geometrien zu unterscheiden. Wurden die einzelnen Effekte noch über die relativen Lagen von Magnetisierung zu Probenoberfläche und Einfallsebene des Lichtes definiert, so erfolgt dies bei den Geometrien anhand des externen Magnetfeldes. Eine Differenzierung ist sinnvoll, da die Magnetisierung dem externen Feld insbesondere bei kleinen Feldstärken aufgrund möglicher Anisotropien nicht zwangsläufig folgen muss. Es ist so ersichtlich, dass bei einer MOKE Geome-



Abbildung 2.12.: Schematische Darstellung der MOKE Arten. Je nach Relativstellung der Magnetisierung zur Einfallsebene des Lichtes und der Probenoberflächen wird zwischen PMOKE, LMOKE und TMOKE unterschieden.

trie mehrere MOKE Arten auftreten können. Die Nomenklatur der MOKE Geometrien erfolgt analog zu den MOKE Arten.

2.5.2. KERR-Winkel und KERR-Elliptizität

Die in den durchgeführten Versuchen messbaren Größen sind der KERR-Winkel θ_K und der Elliptizitätswinkel ϵ_K , der ein Maß für die KERR-Elliptizität e_K darstellt. Der KERR-Winkel ist durch die Differenz der Polarisationswinkel des einfallenden (θ_{einf}) und reflektierten Lichts (θ_{refl}) gegeben (Abbildung 2.13). Die Elliptizität des reflektierten Lichts wird durch die KERR-Elliptizität gemäß

$$e_K = \tan(\epsilon_K) = \frac{E_{ref,min}}{E_{ref,max}}$$
(2.36)

angegeben. $E_{ref,min}$ und $E_{ref,max}$ stellen die Halbachsen der Ellipse dar. Näherungsweise gilt also für kleine Winkel $e_K = \epsilon_K$. Zusammengefasst stellen die beiden Größen den komplexen KERR-Winkel

$$\Phi_K = \theta_K + ie_K \tag{2.37}$$

dar, der proportional zur Magnetisierung der Probe ist [26, 27]. Mit Hilfe des JONES-Formalismus lässt sich die Reflexion des Lichtes an der Probe als Matrix der Form

$$\hat{R} = \begin{pmatrix} r_{ss} & r_{sp} \\ r_{ps} & r_{pp} \end{pmatrix}$$
(2.38)

beschreiben [28]. Bei den Einträgen der Matrix handelt es sich um die komplexen Reflexionskoeffizienten für senkrecht (s) und parallel (p) polarisiertes Licht. Die Diagonalelemente beschreiben die Änderung senkrechter bzw. paralleler Polarisation in gleicher Richtung. Eine Beimischung eines parallelen Anteils zu einem senkrecht polarisierten und umgekehrt findet über die Nichtdiagonalelemente statt. So ist eine Änderung der Polarisationsrich-



Abbildung 2.13.: Änderung einer linearen Eingangspolarisation (blau) durch die Reflexion an einer Oberfläche. Die Polarisation des reflektierten Lichts ist gedreht und elliptisch (rot). Der KERR-Winkel θ_K entspricht dem Differenzwinkel der Polarisationsachsen. Ein Maß für die Elliptizität stellt der Elliptizitätswinkel ϵ_K dar.

tung und Elliptizität beschreibbar.

Nach [29] ist es nun möglich die komplexen KERR-Winkel über

$$\Phi_s = -\frac{r_{ps}}{r_{ss}} \quad \text{bzw.} \quad \Phi_p = \frac{r_{sp}}{r_{pp}} \tag{2.39}$$

zu bestimmen.

Die komplexen Reflexionskoeffizienten hängen vom Dielektrizitätstensor $\hat{\epsilon}$ ab, der zur Beschreibung der Wechselwirkung von Materie mit elektromagnetischen Wellen dient. Die Nichtdiagonalelemente dieses Tensors sind proportional zur magnetischen Flussdichte \vec{B} , die nach Gleichung (2.15) wiederum proportional zur Magnetisierung der Probe ist. Es gilt demnach

$$\Phi_s = -\frac{r_{ps}}{r_{ss}} \propto \epsilon_{ij} \propto B \propto M \quad \text{bzw.} \quad \Phi_p = \frac{r_{sp}}{r_{pp}} \propto \epsilon_{ij} \propto B \propto M.$$
(2.40)

Der Proportionalitätsfaktor zwischen $\Phi_{s/p}$ und M ist materialabhängig, sodass ein Vergleich der Magnetisierungen zweier Proben nur in Einheiten des KERR-Winkels möglich ist.

2.5.3. Trennung von linearem und quadratischem MOKE

Die im letzten Abschnitt angestellten Überlegungen beziehen nur lineare Abhängigkeiten von der Magnetisierung mit ein. Jedoch konnte 1965 theoretisch und 1990 schließlich auch experimentell gezeigt werden, dass zur korrekten Beschreibung des MOKE zusätzlich Terme zweiter Ordnung berücksichtigt werden müssen [30, 31]. Dieser im Folgenden als quadratischer MOKE (QMOKE) bezeichnete Effekt soll in diesem Abschnitt vom linearen MOKE (LinMOKE) getrennt werden, damit zur Deutung der experimentell bestimmten komplexen KERR-Winkel des LinMOKE die oben gezeigte Proportionalität zur Magnetisierung weiterhin ausgenutzt werden kann.

Für Schichten der Dicke D, für die

$$D \ll \frac{\lambda}{4\pi n},\tag{2.41}$$

erfüllt ist, wobe
i λ die Wellenlänge des eingestrahlten Lichts und
n den Brechungsindex des reflektierenden Materials darstellen, ergibt sich nach [29] für den komplexen KERR-Winkel die Beziehungen

$$\Phi_s = -\frac{r_{ps}}{r_{ss}} = A_s \left(\epsilon_{21} - \frac{\epsilon_{23}\epsilon_{31}}{\epsilon_d}\right) + B_s \epsilon_{31}$$
(2.42)

bzw.

$$\Phi_p = \frac{r_{sp}}{r_{pp}} = -A_p \left(\epsilon_{12} - \frac{\epsilon_{32}\epsilon_{13}}{\epsilon_d}\right) + B_p \epsilon_{13}.$$
(2.43)

Die Abhängigkeit von Einfallswinkel und Brechungsindex sind in den Koeffizienten $A_{s/p}$ und $B_{s/p}$ enthalten. Die ϵ_{ij} sind Elemente des Dielektrizitätstensors. Bei der Konstanten ϵ_d handelt es sich um das Diagonalelement des Tensors nullter Ordnung. Eine ausführliche Darstellung des Tensors zweiter Ordnung für kubische Systeme ist in [32] aufgeführt. Die in [29] gezeigten Beziehungen für $\Phi_{s/p}$ unter der Annahme, dass die Magnetisierung inplane liegt ($M_3 = 0$), wurden in [33] für tetragonale Systeme und beliebige Ausrichtung der Magnetisierung zu

$$\Phi_{s/p} = \pm B_{s/p} K_{31} M_2 - A_{s/p} K_{12} M_3$$

$$\pm A_{s/p} \left(2G_{66} + \frac{\Delta G}{2} (1 - \cos(4\alpha)) - \frac{K_{31}^2}{\epsilon_d} \right) M_1 M_2$$

$$\mp A_{s/p} \frac{\Delta G}{4} \sin(4\alpha) (M_2^2 - M_1^2) + B_{s/p} G_{44} M_3 M_1$$
(2.44)

verallgemeinert. Dabei wird der Winkel α vom angelegten Magnetfeld H und einer magnetisch leichten Achse des kubischen bzw. tetragonalen Kristalls eingeschlossen. $\Delta G = G_{11} - G_{12} - 2G_{44}$ stellt den magnetooptischen Anisotropieparameter dar. Die Konstanten K und G entsprechen den Termen 1. und 2. Ordnung des Dielektrizitätstensors. Nach [32] gilt für kubische Kristallsysteme $K_{12} = K_{31}$, $G_{12} = G_{13} = G_{31}$ sowie $G_{44} = G_{66}$. Die linearen Terme proportional zu M_2 und M_3 verursachen den LMOKE bzw. PMOKE, sodass die in Gleichung (2.40) gezeigte Proportionalität zwischen dem KERR-Winkel und der Magnetisierung nur bedingt gilt.

Die Symmetrie des Ummagnetisierungsprozesses kann mit $\vec{M}_{anst}(\vec{H}) = -\vec{M}_{abf}(-\vec{H})$ beschrieben werden. Dabei sind $\vec{M}_{anst}(\vec{H})$ und $\vec{M}_{abf}(\vec{H})$ die Magnetisierungsvektoren für ein ansteigendes bzw. abfallendes Magnetfeld. Eine Symmetrisierung bzw. Antisymmetrisierung der gemessenen Kurve für den KERR-Winkel in Abhängigkeit des externen Magnetfeldes kann somit über

$$\Phi^{Lin/Quad} = \frac{\Phi_{anst}(\vec{H}) \mp \Phi_{abf}(-\vec{H})}{2}$$
(2.45)

erfolgen. Damit ergibt sich aus Gleichung (2.44) für den LinMOKE

$$\Phi_{s/p}^{Lin}(H) = \pm B_{s/p} K_{31} M_2 - A_{s/p} K_{12} M_3$$
(2.46)

und den QMOKE

$$\Phi_{s/p}^{Quad}(H) = \pm A_{s/p} \left(2G_{66} + \frac{\Delta G}{2} (1 - \cos(4\alpha)) - \frac{K_{31}^2}{\epsilon_d} \right) M_1 M_2$$

$$\mp A_{s/p} \frac{\Delta G}{4} \sin(4\alpha) (M_2^2 - M_1^2) + B_{s/p} G_{44} M_3 M_1.$$
(2.47)

3. Materialsystem

In diesem Kapitel wird das verwendete Materialsystem vorgestellt. Einige Eigenschaften des als Substrat verwendeten Magnesiumoxids (MgO) werden in Kapitel 3.1 beschrieben. Eine Einführung der Adsorbate Eisen und Magnetit erfolgt in Kapitel 3.2 bzw. 3.3.

3.1. Magnesiumoxid - MgO(001)

Das in dieser Arbeit verwendete Substrat ist Magnesiumoxid, das eine (001)-Oberflächenorientierung aufweist. Das Salz besteht aus Magnesiumionen Mg²⁺ und Sauerstoffionen O²⁻ im stöchiometrischen Verhältnis 1:1. Diese sind in einer Natriumchloridstruktur angeordnet, die als zwei um eine halbe Gitterkonstante verschobene kubisch flächenzentrierte Gitter (fcc = face-centered-cubic) aus je nur Magnesium- bzw. Sauerstoffionen betrachtet werden kann. Die Gitterkonstante beträgt $a_{MgO} = 4.21$ Å. Die Oberflächeneinheitszelle ist eine einfach quadratische Einheitszelle mit der Gitterkonstanten $a_S = a_{MgO}/\sqrt{2}$ und ist im Vergleich zur Volumeneinheitszelle um 45° gedreht (Abbildung 3.1). Da Magnesiumoxid diamagnetisch ist, kann kein MOKE beobachtet werden.



Abbildung 3.1.: Darstellung des MgO-Kristallgitters mit eingezeichneter Oberflächeneinheitszelle der (001)-Oberfläche, die im Vergleich zur Volumeneinheitszelle um 45° gedreht ist.

3.2. Eisen - Fe

Das Übergangsmetall Eisen, Ordnungszahl 26, findet sich in der 8. Nebengruppe und besitzt die Elektronenkonfiguration [Ar]3d⁶4s². Die bis zu einer Temperatur von $T_{\alpha} = 1184$ K stabilste Modifikation des Eisens ist das sogenannte α -Eisen, auch Ferrit genannt. Das ferromagnetische Ferrit ist ab einer CURIE-Temperatur von ca. $T_C = 1041$ K paramagnetisch. Es kristallisiert in einer kubisch raumzentrierten Struktur (bcc = body-centeredcubic) mit einer Gitterkonstanten von $a_{Fe} = 2.87$ Å.

Das Wachstum von Eisen auf MgO(001) erfolgt inselartig (VOLMER-WEBER-Wachstum), da die Oberflächenspannung von Eisen höher ist als die von Magnesiumoxid [34]. Im Bezug auf die Volumeneinheitszelle des MgO-Substrats wächst Eisen um 45° verdreht auf (Abbildung 3.2(a)) und die Gitterfehlanpassung zur Oberflächeneinheitszelle von MgO beträgt etwa 3,5%. Die magnetisch leichten Achsen liegen in [100]- und [010]-Richtung, die magnetisch schweren Achsen dagegen in [110]- und [110]-Richtung wie in Abbildung 3.2(b) dargestellt [35].



Abbildung 3.2.: (a) Schematische Darstellung des um 45° zur Volumeneinheitszelle von Magnesiumoxid verdrehten Wachstums von Eisen auf MgO(001). (b) Lagen der magnetisch leichten (rot) und schweren (blau) Richtungen von Eisen auf MgO(001).

3.3. Magnetit - Fe_3O_4

Magnetit, Summenformel $Fe^{2+}(Fe^{3+})_2O_4$, bildet das thermodynamisch stabilste Eisenoxid. Es kristallisiert in der inversen Spinell-Struktur, d.h. die Tetraeder- bzw. Oktaederlücken eines aus O^{2-} -Ionen aufgebauten fcc-Gitters werden teilweise mit Eisenionen besetzt. Dabei sind in einem Viertel der Oktaederlücken und einem Achtel der Tetraederlücken Fe³⁺- Ionen zu finden. Die Fe²⁺-Ionen besetzen ein weiteres Viertel der Oktaederplätze [36]. Die Gitterkonstante von $a_{Fe_3O_4} = 8,3936$ Å ermöglicht mit einer Gitterfehlanpassung von ca. 0,3% zur Volumeneinheitszelle des MgO ein kristallines Aufwachsen von Magnetit auf Magnesiumoxid. Dies geschieht Schicht für Schicht durch Nukleation von Inseln, die lateral wachsen und sich zu einer geschlossenen Schicht zusammenschließen können. Dabei wird das Sauerstoffuntergitter beim Übergang vom MgO-Substrat zur Magnetitschicht weitergeführt (Abbildung 3.3) [36]. Die Eisenuntergitter der Inseln können gegeneinander verdreht orientiert sein, was auf die Gitterfehlanpassung zwischen MgO und Fe₃O₄ und die unterschiedlichen Gittersymmetrien zurückgeführt werden kann. Schließen sich zwei solcher Inseln zusammen, entstehen zwischen ihnen Antiphasengrenzen [37].

Magnetit ist bis zu einer CURIE-Temperatur von $T_C = 858$ K ferrimagnetisch. Die magnetisch leichten Achsen des Magnetits liegen in [110]- bzw. [110]- Richtung, die magnetisch schweren dagegen in [100]- und [010]-Richtung wie Abbildung 3.5 zeigt [38]. Den Abbildungen 3.2(b) und 3.5 kann entnommen werden, dass die magnetisch leichten und schweren Achsen in Bezug auf das MgO-Substrat sowohl für Eisen als auch Magnetit in den gleichen Richtungen liegen.



Abbildung 3.3.: Schematische Darstellung des Wachstums von Magnetit auf MgO. Das Sauerstoffgitter (rot) wird beim Übergang der Kristallstrukturen weitergeführt. Es treten sowohl oktaedrisch (grün) als auch tetraedrisch (blau) koordinierte Eisen-Ionen auf. Zur besseren Übersichtlichkeit sind nicht alle Ionen der Einheitszelle dargestellt. Die Stapelfolge ist anhand der tetraedrisch koordinierten Eisen-Ionen in Abbildung 3.4 eingehender veranschaulicht.



Abbildung 3.4.: Schematische Darstellung der Stapelfolge der inversen Spinellstruktur des Magnetits am Bsp. tetraedrisch koordinierter Eisen-Ionen.



Abbildung 3.5.: Schematische Darstellung der Lagen magnetisch leichter und schwerer Richtungen von Magnetit auf MgO(001). Die [100]- und [010]-Richtungen von Magnetit liegen parallel zu den [100]- und [010]-Richtungen des MgO(001)-Substrats. Die Ionen des Sauerstoffgitters sind mit roten Kreisflächen angedeutet. Beim Wachstum von Magnetit auf MgO(001) wird das Sauerstoffgitter weitergeführt. Zur besseren Übersichtlichkeit sind keine Eisenionen eingezeichnet.

4. Experimentelle Grundlagen

In diesem Kapitel werden die für diese Arbeit notwendigen experimentellen Grundlagen vorgestellt. Kapitel 4.1 befasst sich mit den verwendeten Versuchsaufbauten. Die XRR-Messungen wurden mit einem Labordefraktometer an der Universität Bielefeld durchgeführt. Die Messsysteme der in-situ vorgenommenen LEED- und XPS-Messungen und der ex-situ durchgeführten MOKE-Untersuchungen werden näher beschrieben. Eine Vorstellung der Substratpräparation sowie der beiden Herstellungsverfahren der Doppelschichten schließen das Kapitel.

4.1. Versuchsaufbauten

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Methoden zur Herstellung und in-situ Charakterisierung dünner Schichten erfordern eine möglichst gut evakuierte Umgebung. An Luft präparierte Substrate würden durch Adsorption unerwünschter Fremdatome an der Oberfläche verunreinigt, die nach dem Aufbringen des Adsorbats im Material eingeschlossen wären. Selbst bei Drücken im Bereich von 10^{-6} mbar ist die zuvor reine Oberfläche nach wenigen Sekunden mit adsorbierten Gasteilchen bedeckt. Weiterhin sind Methoden zur Bestimmung von Materialeigenschaften wie die verwendeten XPS- sowie LEED-Messungen an Luft gar nicht durchführbar. Damit die mittlere freie Weglänge der zu detektierenden Elektronen größer als $10 \,\mathrm{cm}$ ist, sind Drücke $< 10^{-3} \,\mathrm{mbar}$ erforderlich. Ebenfalls können im Ultrahochvakuum (UHV) Wechselwirkungen zwischen Restgasatomen und den Elektronen, deren Energie bestimmt werden soll, minimiert werden. Aus diesen Gründen findet eine Ultrahochvakuumkammer Verwendung. Sie ist in mehrere Kammern unterteilt, die je über autarke Pumpsysteme verfügen und mit Ventilen voneinander abgeschlossen werden können (Abbildung 4.1). Durch den Einsatz von Turbomolekular- und Ionen-Getterpumpen sowie Titansublimatoren sind Drücke im Bereich von 10^{-8} - 10^{-10} mbar erreichbar.



Abbildung 4.1.: Aufbau der Ultrahochvakuumkammer mit den vier durch Ventile voneinander getrennten Rezipienten. Ein Transfersystem ermöglicht das Überführen der Proben von einer Kammer in eine andere.

4.1.1. Das XPS-Messsystem

Die XPS-Messungen werden mit Apparaturen der Firma SPECS vorgenommen (Abbildung 4.2). Dabei kommt die nicht monochromatische Röntgenquelle SPECS XR 50 zum Einsatz, mit deren Aluminium-Anode Photonen der Energie 1486.6 eV erzeugt werden. Dies entspricht dem K_{α}-Übergang von Aluminium.

Die Photoelektronen, die aus dem Probenmaterial herausgelöst werden, passieren ein Linsensystem durch das sie auf die Öffnung eines Halbkugelanalysator PHOIBOS 150 fokussiert werden. Dieser besteht aus zwei konzentrischen Halbkugelschalen, die eine Potentialdifferenz aufweisen. Im elektrischen Feld im Inneren des Analysators werden die Elektronen auf Kreisbahnen gezwungen, deren Radien von den kinetischen Energien abhängig sind. Stimmt die Energie nicht mit der sogenannten Passenergie E_{pass} überein, so können die Elektronen den Analysator nicht durchlaufen. Es wird eine energieabhängige Selektion der Photoelektronen ermöglicht, sodass mit Hilfe von Channeltrons eine energieaufgelöste Zählrate der Elektronen detektiert werden kann. Konkret wird das Potential zwischen den Halbkugelschalen, und damit auch E_{pass} , konstant gehalten. Im bereits angesprochenen Linsensystem am Eingang des Analysators ist ein veränderbares elektrisches Feld angelegt, mit dem die Photoelektronen abgebremst werden können. Durch Variation des Abbremsfaktors erhält man die Zählraten (CPS = counts per second) als Funktion der Elektronenenergien.



Abbildung 4.2.: Schematischer Aufbau der XPS-Messanlage. Die von der Röntgenquelle emittierten Photonen lösen Photoelektronen aus dem Probenmaterial heraus. Ein Linsensystem fokussiert diese auf die Öffnung eines Halbkugelanalysators, der nur passiert werden kann, wenn die kinetische Energie der Elektronen mit der Passenergie übereinstimmt. Entnommen aus [12].

4.1.2. Das LEED-Messsystem

Das LEED-Messsystem stammt von der Firma SPECS und ist vom Typ ErLEED 150. Die Steuerung erfolgt über die analoge Kontrolleinheit ErLEED 1000A, mit der Elektronenenergien im Bereich von 0 bis 1000 eV eingestellt werden können. Die an der Oberfläche gebeugten Elektronen werden mit einer 3-Gitter-LEED-Optik auf dem Leuchtschirm abgebildet. An das mittlere Gitter wird eine negative Spannung angelegt, sodass inelastisch gestreute Elektronen abgeführt werden können. Dazu wird aus dem möglichen Bereich (0-7,5 kV) eine Spannung von 6 kV gewählt. Die anderen beiden Gitter werden dagegen auf Erdpotential gelegt, damit der Raum zwischen Probe und Gitter möglichst feldfrei bleibt bzw. das Potential des Leuchtschirmes nicht gestört wird. Die Elektronenkanone wird mit einem Strom von 2,25 A betrieben. Die unter diesen Umständen erzeugten Beugungsbilder werden mit einer Webcam der Firma Logitech (Quick Cam Pro 9000) schrittweise für jede Energie in einem vorher festgelegten Bereich aufgenommen und gespeichert.

4.1.3. Das MOKE-Messsystem

Zur Messung des MOKE wird ein Aufbau wie in Abbildung 4.3 verwendet. Das Licht eines He-Ne-Lasers der Wellenlänge 632,8 nm wird unter einem Winkel von 45° auf eine Probe gerichtet. Da das Licht des Lasers vorpolarisiert ist, kann die Intensität mit einer Kombination aus $\lambda/2$ -Plättchen und Polarisator verändert werden. Der Polarisator ermöglicht es zudem, das Licht parallel oder senkrecht polarisiert auf die Probe treffen zu lassen. Die Orientierung des Probenhalters im Raum kann über Stellschrauben variiert werden. Zusätzlich ist dieser drehbar an einem Motor und einem Winkelmesser befestigt. Beide sind zur Steuerung mit einem Computer verbunden. Parallel zur Probenoberfläche und senkrecht bzw. parallel zur Einfallsebene des Lichtes sind um den Probenhalter die Polschuhe zweier Elektromagneten angebracht. Dies entspricht den Geometrien des LMOKE und TMOKE. Zur Bestimmung der magnetischen Feldstärke ist vor die Probe eine HALL-Sonde angebracht. Das eingestrahlte Licht wird an der Probenoberfläche reflektiert und durchläuft einen photoelastischen Modulator (PEM) und einen Analysator, bevor es auf die Photodiode trifft. Der PEM besteht aus einem Piezokristall, dessen Brechungsindex sich durch Anlegen einer Wechselspannung mit der Frequenz Ω modulieren lässt. So wird eine zeitabhängige Phasenverschiebung des Lichtanteils parallel zur Modulationsachse verursacht. Beschrieben wird dies durch die Modulation $\Delta = \Delta_0 \sin(\Omega t)$. Die als Retardierung bezeichnete Amplitude Δ_0 wird in allen Versuchen auf 184° eingestellt, da so ein optimales Signal/Rausch-Verhältnis erreicht wird [39]. Der Analysator ist um 45° zur Modulationsachse des PEM gedreht. Dadurch kann die modulierte Polarisation in eine Intensitätsmodulation umgewandelt und von der Photodiode detektiert werden.



Abbildung 4.3.: Schematischer Aufbau des MOKE-Messsystems in der Draufsicht. Die Intensität des vorpolarisierten Laserlichts kann mit Hilfe der Kombination aus $\lambda/2$ -Plättchen und Polarisator verändert werden. Der Polarisator polarisiert das Licht zudem in eine gewünschte Richtung. Nach der Reflexion an der mit Hilfe eines Motors drehbaren Probe gelangt das Licht durch den PEM und einen Analysator, wodurch eine Modulation der Polarisation erzeugt und in eine Intensitätsmodulation umgewandelt wird. Diese kann von einer Photodiode detektiert werden. Mittels Winkelmesser wird der Drehwinkel der Probe ausgelesen. Die Stärke des magnetischen Feldes wird mit einer HALL-Sonde bestimmt.
4.2. Probenpräparation

In diesem Kapitel soll kurz die Präparation der hergestellten Proben vorgestellt werden. Nach einer Darstellung der Substratpräparation folgt eine Beschreibung der zur Herstellung von Doppelschichtsystemen aus Eisen und Eisenoxid durchgeführten Verfahren.

Substratpräparation

Die verwendeten MgO(001)-Substrate werden als $1 \times 1 \text{ cm}^2$ große Plättchen von der Firma CrysTec bezogen. Um Verunreinigungen zu vermeiden, sind die Substrate unter Argonatmosphäre eingeschweißt. Zusätzlich wurde die Seite der Plättchen, auf der später Adsorbate aufgebracht werden sollen, poliert. Die im Probenhalter fixierten Substrate werden in die Präparationskammer eingeschleust und dort zur Reinigung unter einem Sauerstoffdruck von $1 \cdot 10^{-4}$ mbar auf ca. 673 K etwa 60 Minuten lang erhitzt. Nach dem Abkühlen erfolgen sowohl eine XPS- als auch eine LEED-Messung, die zeigen, ob der Reinigungsvorgang erfolgreich war. Ist dies der Fall, so kann mit dem Aufdampfen begonnen werden.

Aufdampfen von Eisen/Eisenoxid

Die Eisen- und Eisenoxidschichten werden mittels der sogenannten Molekularstrahlepitaxie (MBE) auf das MgO-Substrat aufgebracht. Das Filament einer Effusionszelle (Abbildung 4.4) wird mit einem Strom von ~ 3 A zum Glühen gebracht, sodass Elektronen herausgelöst werden. Durch Anlegen einer Hochspannung von 1300 V zwischen Filament und Projektil resultiert ein Emissionsstrom, der das Eisen-Projektil so weit erhitzt, dass Eisenatome sublimieren. Um die Aufdampfrate konstant zu halten, wurde immer ein Emissionsstrom von 32 mA verwendet.

Ein an einer kleinen Öffnung angebrachter Schwingquarz dient zur Abschätzung der auf das Substrat aufgedampften Menge Eisen. Ist die gewünschte Schichtdicke erreicht, so kann der Strahl mit einer Blende abgeschirmt werden. Durchführen des beschriebenen Vorgangs in einer Sauerstoffatmosphäre ermöglicht ein reaktives Aufdampfen von Eisenoxid auf das Substrat. Die Temperatur und der Sauerstoffpartialdruck entscheiden wie weit die Oxidation der Eisenschicht voranschreitet.

Die Zweischichtsysteme werden auf zwei unterschiedliche Arten präpariert. In Herstellungsverfahren "A" wird zunächst eine Eisenschicht auf das MgO-Substrat aufgebracht und anschließend reaktiv eine Eisenoxidschicht darüber aufgewachsen. Alle nach diesem Verfahren präparierten Proben werden bei einem Sauerstoffpartialdruck von $1\cdot 10^{-4}\,\mathrm{mbar}$ und einer Temperatur von 523 K hergestellt.

Als alternative Herstellungsmethode wird zuerst eine Eisenschicht aufgebracht und danach bei einem Sauerstoffpartialdruck von $1 \cdot 10^{-6}$ mbar oxidiert (Verfahren "B"). Erneut wird sowohl bei der Abscheidung des Eisens als auch bei der Oxidation das Substrat auf eine Temperatur von 523 K erwärmt.



Abbildung 4.4.: Schematische Darstellung der für die Molekularstrahlepitaxie verwendeten Effusionszelle. Entnommen aus [40].

5. Ergebnisse

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der durchgeführten Messungen vorgestellt. Um die Zweischichtsysteme aus Eisen und Magnetit auf MgO(001) zu untersuchen, wurden in-situ sowohl XPS- als auch LEED-Messungen vorgenommen. Es ist so möglich, nachzuvollziehen, ob tatsächlich Magnetit entstanden ist und es kann die kristalline Ordnung der Oberflächen beobachtet werden. Mit Hilfe von XRR-Messungen werden die Schichtdicken abgeschätzt. Die so vorcharakterisierten Proben wurden anschließend mit Hilfe des MOKE auf ihre magnetischen Eigenschaften untersucht. Die Darstellung der Ergebnisse jeder Messmethode erfolgt getrennt nach den beiden Herstellungsverfahren A und B. Entgegen der chronologischen Reihenfolge werden dabei zunächst die Ergebnisse der ex-situ durchgeführten XRR-Messungen vorgestellt, da die Schichtdicke eine einfachere Benennung der Proben ermöglicht als die verwendeten Präparationsparameter.

5.1. XRR

Die Messdaten der Reflektometrie-Versuche werden mit Hilfe der in der AG Wollschläger konzipierten Software iXRR ausgewertet. Komplexer Brechungsindex, Schichtdicke und Rauheit einer Schicht sind dabei die Fitparameter und werden zunächst geschätzt, sowie ein physikalisch sinnvolles Intervall angegeben, in dem sich die tatsächlichen Werte befinden können. Über numerische Methoden wird dann eine Kurve an die Messdaten gefittet [41]. Die Software erlaubt die Annahme von Modellen, die eine beliebige Anzahl an Schichten enthalten. Zur Klärung, ob unterhalb der präparierten Eisenoxidschichten kristallines Eisen vorhanden ist, wurden XRD-Messungen durchgeführt. Diese lieferten für das Herstellungsverfahren A keine Hinweise auf eine kristalline Eisenschicht unter dem Eisenoxid. Da die LEED-Bilder der Eisenschichten (Kapitel 5.3) zeigen, dass vor der reaktiven Deposition des Eisenoxids eine kristalline Eisenoberfläche vorhanden war, wird vermutet, dass während des Herstellungsprozesses die Eisenschicht oxidiert wurde. Aus diesem Grund erfolgt das Anfitten der XRR-Daten mit Modellen, die nur Eisenoxidschichten auf MgO berücksichtigen.

Im Gegensatz dazu war bei XRD-Messungen für Verfahren B ein geringes Signal einer kristallinen Eisenschicht auszumachen. Die Modelle für diese Proben berücksichtigen daher eine Eisenschicht unter den Eisenoxidschichten. In weiteren Modellen wurden mögliche Verunreinigungen an der Oberfläche bzw. Interfaces zwischen der Eisen- und einer Oxidschicht angenommen. Diese Schichten unterscheiden sich geringfügig im Brechungsindex, ergeben jedoch addiert erneut die gleiche Gesamtschichtdicke der Eisenoxidschicht.

Die Messergebnisse der Proben des Herstellungsverfahrens A sind bis auf die dickste Probe mit einem Modell aus einer homogenen Eisenoxidschicht auf MgO beschreibbar, wie die Abbildungen 5.1(a)-(d) zeigen. Obwohl zum Anfitten der Periode der Oszillationen auch bei der dicksten Schicht ein Modell aus einer Eisenoxidschicht auf MgO ausreicht (Abbildung 5.1(d)), wurde ein weiteres Modell mit einer zweiten Eisenoxidschicht angenommen, um die Amplitude der Oszillationen besser reproduzieren zu können (Abbildung 5.1(e)). Die Gesamtschichtdicke der Oxidschichten ist in beiden Modellen gleich. Wird nur eine Eisenoxidschicht angenommen, so ergibt sich als Schichtdicke 87 nm und als Dispersion $1, 53 \cdot 10^{-5}$. Das Zweischichtmodell auf MgO enthält dagegen eine 85,5 nm bzw. 2,5 nm dicke Eisenoxidschicht deren Dispersionen bei $1, 59 \cdot 10^{-5}$ bzw. $1, 41 \cdot 10^{-5}$ liegen (Tabelle A.1). Abbildung 5.2 zeigt die Abnahme der Dispersion δ der Eisenoxidschichten mit steigender Schichtdicke. Liegt der Wert für die dünnste Schicht noch bei $1, 79 \cdot 10^{-5}$, nähert er sich mit steigender Dicke dem für Cu K_{α}-Strahlung (Wellenlänge $\lambda = 1.54$ Å) berechneten Wert für Magnetit von $1, 53 \cdot 10^{-5}$ an. Die ermittelten Schichtdicken von 10, 20, 28 und 87 nm dienen im Folgenden zur Unterscheidung der Proben.



Abbildung 5.1.: XRR-Messdaten und angefittete Kurven eines MgO-Substrats, auf das mit Herstellungsverfahren A (a) 10 nm, (b) 20 nm, (c) 28 nm sowie (d) 87 nm Eisenoxid aufgebracht wurden. Angenommen ist ein Modell aus einer Eisenoxidschicht MgO. Eine angefitauf tete Kurve für die 87 nm dicke Eisenoxidschicht, bei der ein Modell aus zwei Oxidschichten auf MgO verwendet wird, ist in (e) dargestellt.



Abbildung 5.2.: Abnahme der Dispersion δ des Eisenoxids mit steigender Schichtdicke D. Mit zunehmender Dicke nähert sich die Dispersion dem für Cu K_{α}-Strahlung (Wellenlänge $\lambda = 1.54$ Å) berechneten Wert für Magnetit von $1, 53 \cdot 10^{-5}$ an.

Abgesehen von dem Vorhandensein einer kristallinen Eisenschicht unter dem Eisenoxid, lässt ebenfalls der eigentliche Herstellungsprozess B die Notwendigkeit eines komplexeren Modells zum Anfitten der Messdaten erwarten. Da die Oxidation der Deposition des Eisens nachfolgte, wird keine homogene Oxidschicht bis zum Eisen erwartet. Aus diesem Grund wurden vier Modelle, mit einer, zwei oder drei Eisenoxidschichten mit verschiedenem Brechungsindex und damit unterschiedlicher Elektronendichte angenommen. Vermutlich sollte der Oxidationsgrad von der Oberfläche zum kristallinen Eisen abnehmen, was einen Anstieg des Brechungsindexes zur Folge hat. Dies wurde bei den Modellen als Nebenbedingung berücksichtigt. Abbildung 5.3 zeigt, dass bereits mit einem simplen Modell aus einer Eisen- und einer Eisenoxidschicht auf MgO die Periode der Oszillation und damit die Schichtdicke gut angenähert werden kann. Ein genaueres Anfitten der Amplituden dagegen erfordert die Annahme weiterer Schichten, die lediglich eine Einteilung der Oxidschicht des simplen Modells bedeutet und die Gesamtdicke des Eisenoxidfilms unverändert lässt (Abbildung A.1, Tabelle A.2). Dementsprechend können die ermittelten Schichtdicken erneut zur Benennung der Proben dienen, unabhängig davon, welches Modell letztlich als physikalisch sinnvoll übernommen wird. Dabei handelt es sich um Proben bestehend aus 8 nm Eisen und 11 nm Eisenoxid, 11 nm Eisen und 12 nm Eisenoxid sowie 16 nm Eisen und 33 nm Eisenoxid (Tabelle A.2).



Abbildung XRR-5.3.: Messdaten und angefittete Kurven eines MgO-Substrats, auf das mit Herstellungsverfahren В (a) 8 nm Eisen und 11 nm Eisenoxid, (b) 12 nm Eisen und 11 nm Eisenoxid sowie (c) 16 nm Eisen und 33 nm Eisenoxid aufgebracht wurden. Angenommen ist je ein Modell aus einer Eisen- und einer Eisenoxidschicht auf MgO.

5.2. XPS

Spektroskopische Untersuchungen mit Photoelektronen ermöglichen eine Abschätzung der chemischen Zusammensetzungen von Oberflächen. Obwohl nach jedem Präparationsschritt eine Messung vorgenommen wurde, sollen hier nur die Spektren der Oxidschichten aufgeführt werden. Alle anderen Messungen dienen lediglich zur Einschätzung eventueller Verunreinigungen während des Herstellungsprozesses.

Eine Beurteilung, welches Eisenoxid als Adsorbat aufgebracht wurde, kann anhand des Fe 2p Peaks vorgenommen werden. Die möglichen Valenzen 2+ und 3+ des Eisens schlagen sich in Satelliten zwischen dem Fe $2p_{1/2}$ und dem Fe $2p_{3/2}$ Peak nieder. Für FeO kann typischerweise ein Satellit im Bereich höherer und für Fe₂O₃ im Bereich geringerer Bindungsenergien beobachtet werden [42]. Im Falle von Magnetit wird dagegen kein Satellit festgestellt.

Die Aufnahme der Intensitätskurven erfolgt mit der Messsoftware "SpecsLab2". Da Aufladungseffekte auftreten können, die die Bindungsenergien verschieben, werden alle aufgenommenen Spektren mit Hilfe des Programms "CasaXPS" auf den Literaturwert des Sauerstoff 1s Peaks kalibriert [43]. Wie in Abbildung 5.4 erkennbar, treten zwischen den Dublett-Peaks keine Satelliten auf. Dies gilt für alle hergestellten Proben ungeachtet des Herstellungsprozesses. Eine Ausnahme bildet die Probe mit einer 20 nm dicken Eisenoxidschicht (Kurve (b) in Abbildung 5.4), für die nahe des Fe $2p_{3/2}$ Peaks ein schwacher Satellit festgestellt werden kann.



Abbildung 5.4.: Fe 2p Peaks der durch reaktive Deposition und Oxidation von Eisenschichten aufgebrachten Eisenoxidschichten. Aufgetragen ist die Intensität in willkürlichen Einheiten gegen die Bindungsenergie in eV für die Proben mit einer (a) 10 nm, (b) 20 nm, (c) 28 nm und (d) 87 nm dicken Eisenoxidschicht bzw. mit (e) 8 nm Eisen und 11 nm Eisenoxid, (f) 12 nm Eisen und 11 nm Eisenoxid sowie (g) 16 nm Eisen und 33 nm Eisenoxid. Die gestrichelten Linien deuten die Literaturwerte des Fe $2p_{1/2}$ bzw. Fe $2p_{3/2}$ Peaks von Magnetit an [42]. Bei der Schichtpräparation auf MgO-Substraten wird häufig beobachtet, dass bei höheren Temperaturen Magnesium an der Oberfläche segregiert. [45]. Die Kenntnis darüber ist wichtig für die Interpretation aufgenommener LEED-Bilder. Aus diesem Grund soll an dieser Stelle eine Darstellung der Fe 3p Peaks aufgeführt werden, in deren Nähe sich der Mg 2p Peak befindet. Abbildung 5.5 zeigt die Fe 3p Peaks aller hergestellten Proben. Die gestrichelte Linie deutet die Bindungsenergie von Mg 2p Elektronen an [43]. Ein vom Untergrund abweichendes Signal ist bei dieser Bindungsenergie für keine der präparierten Schichten messbar.



Abbildung 5.5.: Fe 3p Peaks der durch reaktive Deposition und Oxidation von Eisenschichten aufgebrachten Eisenoxidschichten. Aufgetragen ist die Intensität in willkürlichen Einheiten gegen die Bindungsenergie in eV für die Proben mit einer (a) 10 nm, (b) 20 nm, (c) 28 nm und (d) 87 nm dicken Eisenoxidschicht bzw. mit (e) 8 nm Eisen und 11 nm Eisenoxid, (f) 12 nm Eisen und 11 nm Eisenoxid sowie (g) 16 nm Eisen und 33 nm Eisenoxid. Die gestrichelte Linie deutet den Literaturwert des Mg 2p Peaks an [43].

5.3. LEED

Die LEED-Messungen, die zur Charakterisierung der kristallographischen Eigenschaften der hergestellten Oberflächen dienen, erfolgen je am MgO-Substrat, den Eisen- sowie den Eisenoxidschichten. Da das Substrat immer das gleiche LEED-Bild zeigt, wird hier nur eines, aufgenommen bei 170 eV, exemplarisch für alle Proben aufgeführt (Abbildung 5.6). Zu erkennen ist eine (1x1)-Struktur, die durch die quadratische Oberflächeneinheitszelle des MgO bedingt ist.

Nach dem Aufdampfen von Eisen konnte für alle Proben erneut eine (1x1)-Struktur beobachtete werden, deren Reflexe im Vergleich zum LEED-Bild des Substrats eine wesentlich geringere Halbwertsbreite besitzen (Abbildung 5.7(a)). Typischerweise wird für Eisenfilme, die epitaktisch auf MgO(001) wachsen, eine solche Struktur festgestellt. Der Grund liegt in dem in Kapitel 3.3 beschriebenen Wachstum der Eisenfilme entlang der Oberflächeneinheitszelle des MgO(001)-Substrats.

Dagegen wird für die Eisenschichten, aus denen die Probe mit einer Eisenoxidschichtdicke von 87 nm und das Zweischichtsystem aus 16 nm Eisen und 33 nm Eisenoxid resultieren, eine zentrierte (2x2)-Struktur beobachtet, wie in Abbildung 5.7(b) dargestellt. Alle LEED-Bilder wurden ebenfalls bei 170 eV aufgenommen.

Innerhalb eines Herstellungsverfahrens zeigen die Beugungsbilder der Eisenoxidschichten stets identische Strukturen. Für Proben, die zunächst mit einer Eisenschicht und dann einer reaktiv aufgebrachten Eisenoxidschicht bedampft wurden, ist je eine (1x1)-Struktur mit $(\sqrt{2}x\sqrt{2})R45^{\circ}$ -Überstruktur festzustellen (Abbildung 5.8(a)). Diese Struktur ist ein wesentlicher Hinweis auf die Existenz von Magnetit an der Oberfläche [44]. Wurde die aufgebrachte Eisenschicht dagegen unter einer Sauerstoffatmosphäre oxidiert, ist lediglich eine (1x1)-Struktur erkennbar (Abbildung 5.8(b)).

Anzumerken ist, dass die LEED-Bilder der Oxidschichten bei Energien von 130 eV entstanden sind, da bei höheren Energien die Überstruktur nicht mehr zu erkennen war. Aufladungseffekte verhinderten LEED-Aufnahmen der Eisenschichten bei Energien kleiner als 170 eV. Zudem war es nicht möglich, die Proben immer exakt gleich in der Halterung zu fixieren, sodass die Orientierung der Kristallachsen des MgO-Substrats in den verschiedenen LEED-Bilder variiert.



Abbildung 5.6.: Exemplarisches LEED-Bild eines der verwendeten MgO(001)-Substrate, aufgenommen bei 170 eV. Zu erkennen ist eine (1x1)-Struktur und somit die quadratische Symmetrie der Oberflächeneinheitszelle.



Abbildung 5.7.: Exemplarische LEED-Bilder der aufgebrachten Eisenschichten. (a) Zu erwartende (1x1)-Struktur des Eisens auf MgO. (b) Zentrierte (2x2)-Struktur (rot) eines Eisenfilms, die bei der 87 nm dicken, reaktiv hergestellten Probe und der oxidierten Probe bestehend aus 16 nm Eisen und 33 nm Eisenoxid beobachtet werden konnte. Beide Aufnahmen entstanden bei Energien von 170 eV.



Abbildung 5.8.: Exemplarische LEED-Bilder der hergestellten Eisenoxidschichten. (a) LEED-Bild einer reaktiv aufgebrachten Eisenoxidschichten. Die für Magnetit auf MgO(001) typische (1x1)-Struktur (rot) mit $(\sqrt{2}x\sqrt{2})R45^{\circ}$ -Überstruktur (blau) ist deutlich zu erkennen. (b) Beugungsbild einer nachträglich oxidierten Eisenschicht. Ebenfalls ist eine (1x1)-Struktur (rot) nachweisbar, jedoch nicht die für Magnetit zu erwartende Überstruktur. Beide Aufnahmen entstanden bei Energien von 130 eV.

5.4. MOKE

Bei der Aufführung der Ergebnisse wird sich bis auf eine Ausnahme darauf beschränkt, das Koerzitivfeld in Abhängigkeit des Drehwinkels der Probe darzustellen. Für die Probe mit einer 16 nm Eisen- und 33 nm Eisenoxidschicht wird zusätzlich die Remanenz des KERR-Effekts in Abhängigkeit des Drehwinkels gezeigt. Darüber hinaus sollen für Winkel magnetisch leichter und schwerer Richtungen die Magnetisierungskurven in Einheiten des KERR-Winkels abhängig vom angelegten Magnetfeld dargestellt werden.

Die Auftragung des Koerzitivfeldes gegen den Drehwinkel α zeigt für die 10 nm dicke Magnetitschicht aus Herstellungsverfahren A eine vierzählige Anisotropie mit deutlich ausgeprägten magnetisch leichten und schweren Achsen, deren Koerzitivfelder sich etwa um den Faktor 1,5 unterscheiden (21 bzw. 13 mT). Auffällig ist, dass die magnetisch leichten Achsen nicht genau senkrecht zueinander stehen, sondern eine Abweichung von ca. 3° festgestellt werden kann, die aufgrund der Schrittweite der gemessenen Winkel (ebenfalls 3°) im Bereich der Messungenauigkeit liegt. In magnetisch schwerer Richtung, der [110]- bzw. [110]-Richtung, sind zudem lokale Maxima beobachtbar (Abbildung 5.9). Für die Magnetisierungskurven in magnetisch leichter und schwerer Richtung, dargestellt in den Abbildungen 5.10(a) und (b), lässt sich ein für Magnetit typisch geringer remanenter KERR-Effekt feststellen. Er liegt im Bereich von 7 – 10 mdeg. Eine Sättigung des KERR-Effekts ist nicht beobachtbar und alle Magnetisierungskurven weisen ein Schaltfeld auf. Verglichen mit einer direkt auf MgO(001) aufgedampften Magnetitschicht sind die Koerzitivfelder etwa um den Faktor drei größer [16].



Abbildung 5.9.: Koerzitivfeldstärke aufgetragen gegen den Drehwinkel der Probe α für die 10 nm dicke Magnetitschicht. Es ist deutlich eine vierzählige Anisotropie zu erkennen. Die magnetisch leichten Achsen sind mit gestrichelten Linien angedeutet. Für die rot markierten Messwert sind die Magnetisierungskurven in Abbildung 5.10 dargestellt.

Die Schicht mit einer Dicke von 20 nm zeigt eine deutliche Verbreiterung der Maxima des Koerzitivfeldes sowie der lokalen Maxima in den magnetisch schweren Richtungen (Abbildung 5.11). Der Unterschied zwischen den Koerzitivfeldern der magnetisch schweren und leichten Richtungen nimmt im Vergleich zur dünneren Probe ab. Das Koerzitivfeld in magnetisch leichter Richtung ist mit 30 mT etwas höher als bei der dünneren Probe, in schwerer Richtung mit 20 mT sogar deutlich größer. Der KERR-Effekt in Remanenz unterscheidet sich mit je 7,5 mdeg nicht. Erneut wird bis zu einem externen Magnetfeld von 120 mT keine Sättigung des KERR-Winkels beobachtet wie Abbildung 5.12 zeigt.



Abbildung 5.10.: KERR-Winkel aufgetragen gegen das äußere Magnetfeld H für eine magnetisch (a) leichte und (b) schwere Richtung für die 10 nm dicke Magnetitschicht.



Abbildung 5.12.: KERR-Winkel aufgetragen gegen das äußere Magnetfeld H für eine magnetisch (a) leichte und (b) schwere Richtung für die 20 nm dicke Magnetitschicht.

Bei einer Erhöhung der Schichtdicke auf 28 nm ändert sich der Polarplot des Koerzitivfeldes in seiner Form nur unmerklich. Ebenfalls zu beobachten sind sehr breite Maxima des Koerzitivfeldes sowie breite lokale Maxima in den magnetisch schweren Richtungen. Erneut liegen die Koerzitivfelder zwischen 20 und 30 mT (magnetisch schwere und leichte Richtungen, Abbildung 5.13) und der remanente KERR-Winkel zwischen 7 und 10 mdeg. Die in Abbildung 5.14(a) dargestellte Magnetisierungskurve zeigt keine Sättigung des KERR-Effekts.



Abbildung 5.14.: KERR-Winkel aufgetragen gegen das äußere Magnetfeld H für eine magnetisch (a) leichte und(b) schwere Richtung für die 28 nm dicke Magnetitschicht.

Wird das Koerzitivfeld gegen den Drehwinkel α für die 87 nm dicke Magnetitschicht aufgetragen, so ist erneut eine vierzählige Anisotropie beobachtbar. Jedoch hat die Ausprägung enorm abgenommen. Magnetisch leichte und schwere Richtungen sind kaum noch voneinander zu unterscheiden. In beiden Fällen liegt das Koerzitivfeld bei 25-27 mT. Lokale Maxima treten in den magnetisch schweren Richtungen nicht mehr auf (Abbildung 5.15). Der KERR-Effekt in Remanenz stimmt mit dem Sättigungswert überein und beträgt ca. 6 mdeg, wie die Magnetisierungskurven in Abbildung 5.16 zeigen.



Abbildung 5.16.: KERR-Winkel aufgetragen gegen das äußere Magnetfeld H für eine magnetisch (a) leichte und (b) schwere Richtung für die 87 nm dicke Magnetitschicht.

Die nach Verfahren A präparierten Proben weisen für die Auftragung des Koerzitivfeldes gegen den Drehwinkel α alle eine vierzählige Anisotropie auf, deren Ausprägung mit steigender Schichtdicke abnimmt (Abbildung 5.17). Die in magnetisch schwerer Richtung auftretenden lokalen Maxima verbreitern mit steigender Schichtdicke so weit, bis bei 87 nm kaum noch ein Unterschied zwischen magnetisch leichter und schwerer Richtung im Koerzitivfeld feststellbar ist. Die magnetisch leichten Achsen liegen in [100]- bzw. [010]-Richtung, also im Vergleich zu einer direkt auf MgO aufgebrachten Magnetitschicht um 45° gedreht. Diese Orientierung wird unabhängig von der Schichtdicke der Magnetitschichten beobachtet. Die Form der Magnetisierungskurven sind vergleichbar mit Messungen von Magnetitschichten, die direkt auf MgO aufgebracht wurden, jedoch ist das Koerzitivfeld um den Faktor 3 – 4 größer [16]. Der KERR-Effekt in Remanenz zeigt Werte, wie sie für Magnetit erwartet werden. Allein für die 87 nm dicke Magnetitschicht wird eine Sättigung des KERR-Effekts beobachtet.



Abbildung 5.17.: Verhältnis der Koerzitivfelder magnetisch leichter und schwerer Richtungen $(H_{c,l}/H_{c,s})$ in Abhängigkeit der Schichtdicke D.

Die Probe mit einer 8 nm dicken Eisen- und 11 nm dicken Eisenoxidschicht aus Herstellungsverfahren B weist für die Auftragung des Koerzitivfeldes gegen den Drehwinkel α eine vierzählige Anisotropie auf (Abbildung 5.18). Die magnetisch leichten Achsen liegen in [110]- bzw. [110]-Richtung und unterscheiden sich aufgrund einer uniaxialen Anisotropie gering in ihren Koerzitivfeldstärken, die mit 4 – 6 mT in der Größenordnung direkt auf MgO aufgebrachter Magnetitschichten liegen. Mit Ausnahme des hohen Koerzitivfeldes sind die Formen der Magnetisierungskurven mit Messungen von Eisenschichten auf MgO vergleichbar. Der KERR-Effekt in Sättigung ist mit 83 mdeg sehr groß und entspricht in magnetisch leichter Richtung der Remanenz (Abbildung 5.19(a)). Im Gegensatz dazu sind die magnetisch schweren Richtungen durch einen Abfall des KERR-Effekts in Remanenz und das Auftreten eines zweiten Schaltfeldes geprägt (Abbildung 5.19(b)). Direkt in magnetisch schwerer Richtung sind lokale Maxima zu finden, von denen eine Magnetisierungskurve in Abbildung 5.19(c) dargestellt ist. Erneut ist nur ein Schaltfeld zu beobachten und die Abnahme des KERR-Effekts in Remanenz ist besonders stark ausgeprägt.



Abbildung 5.18.: Koerzitivfeldstärke aufgetragen gegen den Drehwinkel α für die Probe mit 8 nm Eisen sowie 11 nm Eisenoxid. Es ist deutlich eine vierzählige mit einer überlagerten uniaxialen Anisotropie zu erkennen. Die magnetisch leichten Achsen sind mit gestrichelten Linien angedeutet. Für die rot markierten Messwert sind die Magnetisierungskurven in Abbildung 5.19 dargestellt.



Abbildung 5.19.: KERR-Winkel aufgetragen gegen das äußere Magnetfeld H für eine magnetisch (a) leichte, (b) schwere Richtung und (c) eines lokalen Maximums des Koerzitivfeldes in magnetisch schwerer Richtung für die Probe mit 8 nm Eisen mit 11 nm Eisenoxid.

Trägt man für die Probe mit einer 12 nm dicken Eisenschicht unter einer 11 nm dicken Eisenoxidschicht das Koerzitivfeldes gegen den Drehwinkel α auf, kann neben einer vierzähligen Anisotropie keine zusätzliche uniaxiale Anisotropie festgestellt werden, wie Abbildung 5.20 zeigt. Die Koerzitivfeldstärken für magnetisch leichte und schwere Richtungen ähneln mit 3-4 mT denen der vorangegangen Probe. Die in Abbildung 5.21 dargestellten Formen der Magnetisierungskurve sind ebenfalls vergleichbar, jedoch ist der KERR-Effekt in Sättigung mit 88 mdeg größer.



Abbildung 5.21.: KERR-Winkel aufgetragen gegen das äußere Magnetfeld H für eine magnetisch (a) leichte,(b) schwere Richtung und (c) eines lokalen Maximums des Koerzitivfeldes in magnetisch schwerer Richtung für die Probe mit 12 nm Eisen mit 11 nm Eisenoxid.

Wird für die Probe mit einer 16 nm dicken Eisen- und einer 33 nm dicken Eisenoxidschicht die Remanenz gegen den Drehwinkel α aufgetragen, so ist eine vierzählige Anisotropie feststellbar (Abbildung 5.22(a)). Die magnetisch leichten Achsen liegen in [110]- bzw. [110]-Richtung.

Die Anisotropie in der Auftragung des Koerzitivfeldes gegen den Drehwinkel α fällt deutlich komplexer aus als bei den anderen Proben des Herstellungsverfahrens. Es sind scheinbar vier magnetisch leichte sowie zwei magnetisch schwere Achsen, die doppelte lokale Maxima zeigen, zu erkennen (Abbildung 5.22(b)). Diese liegen in [100]- bzw. [010]-Richtung und fallen so mit den schweren Richtungen der Remanenz zusammen. Sowohl KERR-Effekt in Sättigung (94 mdeg) als auch die Koerzitivfeldstärke (10 – 15 mT) sind größer als bei den anderen Proben des gleichen Herstellungsverfahrens.

Auffällig ist, dass die Minima des Koerzitivfeldes, die sich in [110]- bzw. [1 $\overline{1}0$]-Richtung befinden, keine lokalen Maxima aufweisen. Die Magnetisierungskurven sind eckig und ähneln in ihrer Form stark denen bei Winkeln maximaler Koerzitivfeldstärke (Abbildung 5.23(a) bzw. (b)). In den schweren Richtungen, in denen lokale Maxima zu finden sind, können erneut Magnetisierungskurven beobachten werden, bei denen Remanenz und Sättigungswert unterschiedlich sind und zwei Schaltfelder auftreten (Abbildung 5.23(c)). Eine direkt an einem lokalen Maximum in magnetisch schwerer Richtung aufgenommene Magnetisierungskurve weist ebenfalls zwei Schaltfelder auf und die Abnahme des KERR-Effekts in Remanenz ist besonders stark ausgeprägt (Abbildung 5.23(d)).



Abbildung 5.22.: Darstellungen der magnetischen Anisotropie der Probe mit 16 nm Eisen und 33 nm Eisenoxid. (a) Remanenz des KERR-Effekts aufgetragen gegen den Drehwinkel α . Es ist deutlich eine vierzählige Anisotropie zu erkennen. Die magnetisch leichten Achsen sind mit gestrichelten Linien angedeutet. Sie liegen in [110]- bzw. [110]-Richtung. (b) Koerzitivfeldstärke aufgetragen gegen den Drehwinkel α . Ebenfalls kann eine Vierzähligkeit beobachtet werden. Entlang der für Magnetit erwartbaren magnetisch leichten Achsen (gestrichelt eingezeichnet) sind lokale Minima des Koerzitivfeldes feststellbar. Für die rot markierten Messwert sind die Magnetisierungskurven in Abbildung 5.23 dargestellt.



Abbildung 5.23.: KERR-Winkel aufgetragen gegen das äußere Magnetfeld H für ein (a) Maximum,(b) Minimum ohne lokale Maxima, (c) Minimum mit lokalen Maxima und (d) eines lokalen Maximums des Koerzitivfeldes für die Probe mit 16 nm Eisen mit 33 nm Eisenoxid.

Die Koerzitivfeldstärken der Proben des Herstellungsverfahrens B sind unabhängig von der Dicke der Eisenschicht, wie es bereits von [46] für Raumtemperatur beobachtet wurde. Ebenfalls stimmt das Ansteigen des Koerzitivfeldes mit zunehmender Schichtdicke des Eisenoxidfilms mit den Beobachtungen anderer Untersuchungen überein [10]. Die Form der Magnetisierungskurven aller Proben des Herstellungsverfahrens B sind vergleichbar mit denen reiner Eisenschichten. Demzufolge hat die Zwischenschicht einen dominanten Anteil, wie bereits von [10] und [47] beobachtet. Abbildung 5.24 zeigt den Anstieg des Wertes für den KERR-Winkel in Sättigung mit zunehmender Schichtdicke des Eisenfilms.



Abbildung 5.24.: Sättigungswert des KERR-Winkels in Abhängigkeit der Schichtdicke D_{Fe} des Eisenfilms.

5.5. STONER-WOHLFARTH-Modell

Ausgehend vom STONER-WOHLFARTH-Modell werden die Koerzitivfelder von einer bekannten und einer modifizierten vierzähligen Anisotropie berechnet. Diese entsprechen denen der Probe mit 10 nm Magnetit und des Zweischichtsystems aus 16 nm Eisen und 33 nm Eisenoxid.

Eine numerische Methode zur Bestimmung einer vierzähligen Anisotropie des Koerzitivfeldes wurde in Kapitel 2.4.5 vorgestellt. Die physikalisch sinnvolle Lösung ist in Abbildung 5.25(a) rot markiert. Da die Koordinatenachsen als magnetisch leichte Richtungen durch die Definition der Winkel festgelegt wurden, muss dort das Koerzitivfeld maximal und genau zwischen den Koordinatenachsen minimal sein. In Abbildung 5.25(b) ist eine Überlagerung der berechneten Anisotropie mit dem gemessenen Koerzitivfeld der 10 nm dicken Magnetitschicht dargestellt. Die magnetisch leichten Achsen liegen in [100]- bzw. [010]-Richtung, also im Vergleich zu einer direkt auf MgO(001) aufgebrachten Magnetitschicht um 45° gedreht [16]. Für einen qualitativen Vergleich wurde die berechnete Kurve passend zu den Messwerten skaliert. Die Abweichungen zwischen dem theoretisch und experimentell bestimmten Verlauf der Anisotropie nimmt in magnetisch schwerer Richtung zu. Die auftretenden lokalen Maxima in den magnetisch schweren Richtungen können mit dem kohärenten Modell nicht simuliert werden, da sich das System dort fast durchgängig in einem Multi-Domänen-Zustand befindet [48].



Abbildung 5.25.: (a) Physikalisch sinnvoller Verlauf der Anisotropie des Koerzitivfeldes (rot markiert). Die Koordinatenachsen sind per Definition der verwendeten Winkel die magnetisch leichten Richtungen, sodass dort das Koerzitivfeld maximal sein muss. Zwischen den magnetisch leichten Richtungen liegen die schweren Richtungen, sodass dort Minima des Koerzitivfeldes vorliegen müssen. (b) Überlagerung der berechneten Anisotropie mit den Messwerten der 10 nm dicken Magnetitschicht.

Die Proben, die nach Herstellungsverfahren A präpariert wurden, zeigen, dass nach dem reaktiven Wachstum einer Eisenoxidschicht auf Eisen die magnetisch leichten Achsen der aufgebrachten Magnetitschicht entlang der [100]- bzw. [010]-Richtungen liegen, also im Vergleich zu einer Eisenschicht auf MgO(001) um 45° gedreht. Aus diesem Grund wird

zur Beschreibung der modifizierten vierzähligen magnetischen Anisotropie der Probe mit 16 nm Eisen und 33 nm Eisenoxid ein Modell aus einer Eisen- und einer um 45° dazu gedrehten Eisenoxidschicht angenommen. Eine Rekonstruktion der Messwerte erfordert jedoch zusätzlich die Hinzunahme eines weiteren Terms zur magnetokristallinen Anisotropie. In Gleichung (2.22) sind nur Beiträge der Ordnung vier und sechs aufgeführt, die häufig zur Beschreibung der beobachteten Anisotropien ausreichen. Der benötigte Term der Ordnung acht kann über Symmetrieüberlegungen bestimmt werden. Die Beiträge α_i der magnetokristallinen Anisotropie eines kubischen Kristallsystems müssen gerade Exponenten besitzen und invariant unter Vertauschung zweier Indizes sein [19]. Damit lässt sich Gleichung (2.22) zu

$$F_{Kristall} = K_1(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 + K_3(\alpha_1^4 \alpha_2^4 + \alpha_2^4 \alpha_3^4 + \alpha_3^4 \alpha_1^4) + \dots$$
(5.1)

erweitern. Im Falle einer vollständigen in-plane Magnetisierung gilt $\alpha_3 = 0$, sodass mit den aus Abbildung (2.8) entnommenen Relationen $\alpha_1 = \cos(\theta)$ und $\alpha_2 = \sin(\theta)$

$$F_{Kristall} = \frac{K_1}{4} \sin^2(2\theta) + \frac{K_3}{16} \sin^4(2\theta) + \dots$$
(5.2)

folgt. Für die freie Energiedichte F^* zweier um 45° zu
einander gedrehter magnetokristalliner Anisotropien ergibt sich daher

$$F^* = -HM_s \cos(\alpha - \theta) + \frac{K_{1,1}}{4} \sin^2(2\theta) + \frac{K_{1,3}}{16} \sin^4(2\theta) + \frac{K_{2,1}}{4} \sin^2(2(\theta + \frac{\pi}{4}) + \frac{K_{2,3}}{16} \sin^4(2(\theta + \frac{\pi}{4}))).$$
(5.3)

Die Anisotropiekonstanten $K_{i,j}$ (i = 1, 2; j = 1, 3) werden mit den Indizes *i* und *j* gemäß der Zugehörigkeit einer Schicht (i) bzw. ihrem Auftreten in der Reihenentwicklung (j)indiziert. Somit sind die Terme mit i = 1 die Beiträge der reinen Eisenschicht und i = 2der Eisenoxidschicht. Werden alle Anisotropiekonstanten in Einheiten der magnetokristallinen Anisotropiekonstanten der Eisenoxidschicht $K_{2,1} := K$ angegeben und erfolgt eine Gewichtung der Terme mit und ohne Phasenverschiebung im Verhältnis der gemessenen Schichtdicken mit $\frac{2}{3}$ bzw. $\frac{1}{3}$, so bestimmt sich die freie Energiedichte F^* über

$$F^* = -HM_s \cos(\alpha - \theta) + \frac{1}{3} \left[x_{1,1} \frac{K}{4} \sin^2(2\theta) + x_{1,3} \frac{K}{16} \sin^4(2\theta) \right] \\ + \frac{2}{3} \left[x_{2,1} \frac{K}{4} \sin^2(2(\theta + \frac{\pi}{4}) + x_{2,3} \frac{K}{16} \sin^4(2(\theta + \frac{\pi}{4}))) \right].$$
(5.4)

Die Faktoren $x_{i,j}$ (i = 1, 2; j = 1, 3) sind über das Verhältnis $x_{i,j} = \frac{K_{i,j}}{K_{2,1}}$ definiert und stellen die Freiheitsgrade zur Modellierung der Energielandschaft dar. Die Verwendung von $K_{2,1}$ als Bezugsgröße legt direkt $x_{2,1} = 1$ fest. Durch Variation der restlichen Faktoren $x_{i,j}$ kann eine Energielandschaft gefunden werden, die in der Lage ist, die beobachtete

Anisotropie zu beschreiben. Sie ist in Abbildung 5.26 dargestellt und entsteht durch die Wahl von $x_{1,1} = \frac{3}{2}$, $x_{1,3} = \frac{16}{3}$ und $x_{2,3} = 2$. Es sei erwähnt, dass eine Vielzahl möglicher Kombinationen Energielandschaften erzeugen, die die beobachtete Anisotropie in ähnlicher Weise qualitativ reproduzieren.



Abbildung 5.26.: Kartesisch aufgetragene Energielandschaft einer kombinierten vierzähligen Anisotropie inklusive höherer Ordnung. Die Energielandschaft ergibt sich durch zwei um 45° zueinander gedrehte magnetokristalline Anisotropien, wenn Terme bis zur Ordnung acht betrachtet werden (Gleichung (5.4)). Dabei wurden die freien Faktoren $x_{i,j}$ zu $x_{1,1} = \frac{3}{2}$, $x_{1,3} = \frac{16}{3}$ und $x_{2,3} = 2$ gewählt.

Analog zur Vorgehensweise in Kapitel 2.4.5. wird zunächst die Beziehung $H_k = \frac{K}{2M_s}$ verwendet, sowie die reduzierte Variable $h = \frac{H}{H_k}$ bzw. h_x und h_y eingeführt und in die erste und zweite Ableitung der Gleichung 5.4 eingesetzt. Zur Bestimmung der Übergänge von Minima zu Maxima werden sowohl die erste als auch die zweite Ableitung gleich null gesetzt

$$\frac{\partial F^*}{\partial \theta} = -h_y \cos(\theta) + h_x \sin(\theta) + \frac{1}{18} (-\sin(4\theta) - 7\sin(8\theta)) = 0$$

$$\frac{\partial^2 F^*}{\partial \theta^2} = h_x \cos(\theta) + h_y \sin(\theta) - \frac{2}{9} (\cos(4\theta) + 14\cos(8\theta)) = 0.$$
(5.5)

Lösen dieses Gleichungssystems führt auf

$$h_x = \frac{1}{36} (5\cos(3\theta) + 3\cos(5\theta) + 63\cos(7\theta) + 49\cos(9\theta))$$

$$h_y = -\frac{2}{9} (58 + 108\cos(2\theta) + 84\cos(4\theta) + 49\cos(6\theta))\sin^3(\theta).$$
(5.6)

Die Elimination von θ aus dem Gleichungssystem erfolgt erneut durch die Wahl einer GRÖBNERbasis. Die Lösungen $\frac{H_k}{H}(\alpha)$ werden durch Nullsetzen des resultierenden Polynoms erhalten, numerisch bestimmt und in Abbildung 5.27 dargestellt. Ein möglicher Verlauf des Koerzitivfeldes und eine Überlagerung mit den Messwerten ist in Abbildung 5.28 gezeigt. Es findet sich eine gute Übereinstimmung des qualitativen Verlaufs der berechneten und gemessenen Anisotropie. Die in den magnetisch schweren Richtungen auftretenden lokalen Maxima können mit einem kohärenten Modell nicht erfasst werden.



Abbildung 5.27.: Über die Energiefunktion aus Gleichung (5.4) bestimmte numerische Lösungen $\frac{H_k}{H}(\alpha)$ aufgetragen in kartesischen Koordinaten.



Abbildung 5.28.: (a) Aus den Lösungen $\frac{H_k}{H}(\alpha)$ konstruierter Verlauf der Anisotropie des Koerzitivfeldes (rot markiert). (b) Überlagerung dieser Kurve mit den Messwerten des Zweischichtsystems aus 16 nm Eisen und 33 nm Eisenoxid. Die Kurve wurde dazu skaliert und um 51° gedreht, da die experimentell bestimmten, magnetisch leichten Achsen bei 45° bzw. 135° liegen und ein Aufbau bedingter Offset von 6° vorhanden ist.

Zur Berechnung des qualitativen Verlaufs der Remanenz in Abhängigkeit des Drehwinkels α wird anders als beim Koerzitivfeld zuerst eine Substitution von Variablen durchgeführt und dann die Gleichgewichtsbedingung betrachtet. Die Energiedichtefunktion $F^*(\alpha, \theta)$ wird durch Einführen der reduzierten Variablen $m := \frac{M}{M_s}$ bzw. $\cos(\alpha - \theta) = m$ und $\sin(\alpha - \theta) = \sqrt{1 - m^2}$ in eine Energiedichtefunktion $F^*(\alpha, m)$ transformiert und die Gleichgewichtsbedingung $\frac{\partial F^*}{\partial m} = 0$ betrachtet. Es resultiert eine Funktion H(m), deren Nullstellen die Remanenz in Abhängigkeit des Drehwinkels α angeben. Die konkrete Berechnung findet sich aus Gründen der Übersichtlichkeit im Anhang A.2. Eine Darstellung der Lösungen $m(\alpha)$ ist in Abbildung 5.29(a) gegeben. Blau markiert ist der physikalisch sinnvolle Verlauf der Anisotropie. Per Definition der verwendeten Winkel liegen die magnetisch leichten Richtungen entlang der Koordinatenachsen. Die Remanenz muss demnach dort maximal sein und bis zu einem Winkel von 45° , einer magnetisch schweren Richtung, sinken. Eine Überlagerung mit der experimentell bestimmten Remanenz ist in

Abbildung 5.29(b) gegeben. In der Nähe der magnetisch leichten Richtungen stimmen die berechnete und die gemessene Kurve gut überein, wohingegen nahe der magnetisch schweren Achsen die Abweichung zunimmt.



Abbildung 5.29.: (a) Numerisch bestimmte Lösungen $\frac{M}{M_s}(\alpha)$. Blau markiert ist der physikalisch sinnvolle Verlauf der Anisotropie. Entlang der Koordinatenachsen (magnetisch leichte Richtungen) muss die Remanenz maximal sein. Bis zu einem Winkel von 45° (magnetisch schwere Richtung) sinkt sie bis auf einen minimalen Wert ab. (b) Überlagerung dieser Kurve mit den Messwerten des Doppelschichtsystems aus 16 nm Eisen und 33 nm Eisenoxid. Die Kurve wurde dazu skaliert und um 51° gedreht, da die experimentell bestimmten, magnetisch leichten Achsen bei 45° bzw. 135° liegen und ein Aufbau bedingter Offset von 6° vorhanden ist.

Ergebnisse

6. Diskussion

XRD-Messungen konnten für die Proben, die nach Herstellungsverfahren A präpariert wurden, keinen Hinweis auf kristallines Eisen unter der Eisenoxidschicht geben. Dies schließt zwar nicht die Existenz nicht-kristallinen Eisens aus, jedoch wird vermutet, dass die aufgebrachte Eisenschicht während der reaktiven Deposition der zweiten Schicht oxidiert wurde. Die Tatsache, dass sich die XRR-Messungen sehr gut mit einem Modell aus einer bzw. zwei Eisenoxidschichten auf MgO rekonstruieren lassen, ist ebenfalls ein Hinweis auf die Richtigkeit dieser Vermutung.

Des Weiteren zeigen die LEED-Bilder der Eisenschichten deutlich einen kristallinen Charakter der Oberflächen. Zusammen mit dem kristallinen Aufwachsen der Eisenoxidschicht, das ebenfalls durch die aufgenommenen Beugungsbilder bestätigt wird, ist die Existenz einer unter der Oxidschicht verbleibenden nicht-kristallinen Eisenschicht schwer vorstellbar. Die beobachtete Abnahme der Dispersion mit steigender Schichtdicke ist jedoch möglicherweise ein Hinweis auf einen sinkenden Eisengehalt in der Schicht. Ein höherer relativer Anteil an Eisen könnte für die dünneren Schichten den Wert der Dispersion in Richtung des für Cu K_{α}-Strahlung (Wellenlänge $\lambda = 1.54$ Å) berechneten Wertes von Eisen $(2, 23 \cdot 10^{-5})$ verschieben. Vermutlich könnte es sich bei den entstandenen Schichten um nicht-stöchiometrisches Magnetit handeln, das bereits von Voogt et. al. erfolgreich auf MgO(001) präpariert werden konnte [49].

Die LEED-Aufnahmen der Eisenoxidschichten zeigen für alle Proben des Verfahrens A eine (1x1)-Struktur mit einer ($\sqrt{2}x\sqrt{2}$)R45°-Überstruktur, die typischerweise für Magnetit beobachtet wird [44]. Die mit der Photoelektronenspektroskopie gemessenen Fe 2p Spektren weisen keine ausgeprägten Satelliten auf, die für die Ausbildung von FeO oder Fe₂O₃ sprechen würden [42]. Demnach deuten alle zur Vorcharakterisierung durchgeführten Messungen auf eine Magnetitschicht auf MgO hin.

Diese unterscheiden sich im Hinblick auf ihre magnetischen Eigenschaften in einigen Punkten von direkt auf MgO reaktiv aufgebrachten Magnetitschichten. Die Form der Magnetisierungskurven und die Stärke des KERR-Effekts zeigen typisches Verhalten dünner Magnetitschichten, jedoch ist das Koerzitivfeld deutlich erhöht. In der Literatur werden für dünne Magnetitfilme verschiedene, teilweise voneinander abweichende, magnetische Eigenschaften beobachtet. Diese werden seit den Untersuchungen von MARGULIES et al. der Ausbildung von Antiphasengrenzen zugeschrieben [8,9].

Die Kopplung zwischen den magnetischen Momenten zweier Antiphasendomänen kann sowohl ferromagnetisch als auch antiferromagnetisch erfolgen [50]. Da wie in Kapitel 3.3 angedeutet das Wachstum dieser APBs auch durch die geringe Gitterfehlanpassung von Magnetit und MgO hervorgerufen wird, ist anzunehmen, dass die Dichte der APBs durch die Eisenzwischenschicht beeinflusst wird. Auch wenn die vorliegenden Proben keine kristalline Eisenschicht mehr aufweisen, so war sie während der reaktiven Deposition des Magnetits noch vorhanden und könnte die Ausbildung von APBs gestört haben. Da Antiphasengrenzen Kristalldefekte darstellen und an ihnen die magnetischen Momente antiferromagnetisch gepinnt werden, ist davon auszugehen, dass die Dichte der Antiphasendomänen Auswirkungen auf die Höhe des Koerzitivfeldes hat. Eine Untersuchung mittels Transmissionselektronenmikroskopie (en.: transmission electron microscopy, TEM), wie sie vielfach in der Literatur vorgenommen wird, könnte Aufschluss über die Struktur der Antiphasendomänen geben und möglicherweise einen Zusammenhang zu den steigenden Koerzitivfeldern herstellen.

Die ausbleibende Sättigung des KERR-Effekts bei den untersuchten Magnetitschichten könnte ebenfalls mit diesem Phänomen zusammenhängen. Vielfach wurde bereits beobachtet, dass sich die Magnetisierung dünner Magnetitschichten nicht sättigen lässt und dies mit einer hohen Dichte an Antiphasendomänen erklärt werden kann [9,36,51]. Eine Zunahme der Dömänengröße mit steigender Schichtdicke des Films und damit ein Abnehmen des Effekts kann auf eine diffusive Bewegung von Kationen entlang unbesetzter Gitterplätze des Sauerstoffuntergitters zurückgeführt werden [52]. Dies könnte eine mögliche Erklärung für die beobachtete Sättigung des KERR-Effekts bei der 87 nm dicken Magnetitschicht sein.

In der Literatur lassen sich keine Hinweise auf einen Zusammenhang zwischen der Anisotropie des Koerzitivfeldes und der Struktur von Antiphasengrenzen finden. Ein Grund dafür könnte zum einen sein, dass meist keine oder eine schwach ausgeprägte in-plane Anisotropie beobachtet wird [51, 53, 54]. Zum anderen wurde gezeigt, dass die Antiphasengrenzen auf kleiner Skala ungeordnet vorliegen [36]. Die Auswirkungen der Kopplung der magnetischen Momente über Antiphasengrenzen auf das Koerzitivfeld könnte demnach für alle Drehwinkel der Probe gleich sein. Antiphasengrenzen sollten somit nicht als Ursache für die beobachtete Drehung der magnetisch leichten Richtungen um 45° in Frage kommen. Da diese systematisch für alle Proben des Herstellungsverfahrens beobachtet wird und die Dichte der Antiphasendomänen mit zunehmender Schichtdicke abnimmt, würden die APBs als Ursache eine Änderung der Drehung mit sich bringen.

Nichtsdestotrotz könnte sie durch das Wachstum des Magnetits auf Eisen verursacht werden, bspw. aufgrund mechanischer Spannungen, die durch die Gitterfehlanpassung zwischen Eisen und Magnetit hervorgerufen werden könnte. Dieser Effekt könnte mit zunehmender Schichtdicke abnehmen, sodass die oberen Lagen bspw. der 87 nm dicken Magnetitschicht unverspannt aufwachsen. Diese hätten dann ihre magnetisch leichten Achsen entlang der [110]- bzw. [110]-Richtungen in Bezug auf MgO. Es würde so mit steigender Schichtdicke eine Überlagerung zweier vierzähliger Anisotropien zu erwarten sein, die um 45° zueinander gedreht sind. Möglicherweise verursachen ähnliche Effekte das Angleichen der magnetisch leichten und schweren Richtungen bei steigender Schichtdicke der Proben des Herstellungsverfahrens A.

Mit Hilfe des STONER-WOHLFARTH-Modells lässt sich die magnetische Anisotropie der 10 nm dicken Magnetitschicht qualitativ überprüfen. Eine gute Übereinstimmung der Simulation mit den experimentell bestimmten Werten ist nur in magnetisch leichter Richtung gegeben. Auffällig ist, dass beim Übergang einer magnetisch schweren zu einer leichten Richtung das nach dem kohärenten Modell vorausgesagte Koerzitivfeld stärker abnimmt als die experimentell bestimmten Daten. Möglicherweise treten bei diesen Winkeln zusätzlich zur Drehung des Magnetisierungsvektors Domänenzerfälle auf, sodass das anzulegende Magnetfeld, bei dem keine Magnetisierung mehr gemessen wird, kleiner ist. Die in den Messwerten auftretenden lokalen Maxima in magnetisch schwerer Richtung sind ebenfalls auf Domänenzerfälle zurückführbar [48]. Für die Proben, die nach Herstellungsverfahren B präpariert wurden, lässt sich mit XRD-Messungen kristallines Eisen unter der Eisenoxidschicht feststellen. Die Perioden der Oszillationen der XRR-Messungen lassen sich mit einem einfachen Modell aus einer Eisenschicht und einer Magnetitschicht auf MgO rekonstruieren. Jedoch scheint es, dass die Oxidschichten nicht homogen sind, sondern durch eine Vielzahl übereinanderliegender Schichten angenähert werden können. Die Abbildung A.1 zeigt, dass bereits ein Modell aus einer Eisen- und drei Eisenoxidschichten ausreicht, um die Qualität der Fits signifikant zu verbessern. Da Deposition des Eisens und Oxidation nacheinander durchgeführt wurden, wird vermutet, dass der Oxidationsgrad der Schicht von der Oberfläche bis zur Eisenschicht kontinuierlich abnimmt. Nichtsdestotrotz eignet sich ein einfaches Modell ebenfalls zur Bestimmung der Schichtdicke, da die Gesamtschichtdicke der Oxidschicht in allen Fällen gleich bleibt (Tabelle A.2). Die Dispersionen der Oxidschichten liegen mit 1,46 · 10⁻⁵ (33 nm dicke Schicht) und 1,68 · 10⁻⁵ (je die 11 nm dicken Schichten) bei den für Cu K_α-Strahlung (Wellenlänge $\lambda = 1.54$ Å) berechneten Werten der Dispersionen von γ -Fe₂O₃ bzw. FeO.

Die LEED-Bilder aller Oxidschichten zeigen nicht die zu erwartende Überstruktur, sondern eine (1x1)-Struktur, wie sie typischerweise für reaktiv aufgebrachtes γ -Fe₂O₃ beobachtet werden kann [44]. Diese Struktur ist jedoch für oxidierte Eisenschichten nicht ungewöhnlich und es wird vermutet, dass es sich trotzdem um Magnetit handeln könnte [55]. Erneut können in den Fe 2p Spektren der XPS-Untersuchungen keine Satelliten ausgemacht werden, die eine Ausbildung von FeO oder Fe₂O₃ vermuten lassen. Die Messungen zur Vorcharakterisierung zeigen demzufolge zwar die erfolgreiche Präparation eines Eisen-Eisenoxid-Zweischichtsystems, jedoch kann nicht zweifelsfrei festgestellt werden, dass es sich bei dem Oxid um Magnetit handelt.

Die Formen der Magnetisierungskurven, die mit Hilfe des MOKE aufgenommen wurden, erinnern stark an Messungen von Eisenschichten auf MgO(001). Die Zwischenschichten scheinen demnach einen dominanten Anteil am KERR-Effekt zu haben, wie bereits in anderen Untersuchungen vermutet wird [10,47]. Möglicherweise liegt daher für jede Probe eine Sättigung des KERR-Effekts vor. Der Sättigungswert steigt mit zunehmender Schichtdicke des Eisenfilms an. Es liegt nahe, dass die Sättigung nicht durch Wechselwirkungen zwischen den Schichten hervorgerufen wird, da ein solcher Effekt mit steigender Gesamtschichtdicke abnehmen müsste. KIDA et al. haben gezeigt, dass die Kopplung zwischen Eisen- und Magnetitschichten antiferromagnetisch erfolgt und dass nahe des Interfaces die magnetischen Momente der Eisenatome in der Eisenschicht erhöht und in der Magnetitschicht verringert sind [56]. Demnach steht die Wechselwirkung der beiden Schichten einem wachsenden Sättigungswert eher entgegen. Der relative Anteil, der durch diese Kopplung gepinnten magnetischen Momente nimmt jedoch mit steigender Schichtdicke des Eisenfilms ab, sodass sie eine Erhöhung des Sättigungswertes nicht kompensieren kann. Fraglich ist, ob die antiferromagnetische Kopplung auch in diesem Fall realisiert wird. Im Gegensatz zu Untersuchungen in der Literatur wurden die Oxidschichten durch nachträgliches Oxidieren eines Eisenfilmes hergestellt. Alle magnetischen Momente waren demnach vor der Oxidation ferromagnetisch gekoppelt und die magnetische Kopplung an der Oberfläche müsste während der Oxidation geändert werden. Dementsprechend könnte auch eine ferromagnetische Kopplung der beiden Schichten in Frage kommen, wie sie für durch MBE präparierte Zweischichtsysteme aus Eisen und Magnetit bereits vorgeschlagen wurde [47].

Das Koerzitivfeld ist deutlich größer als bei reinen Eisenschichten, was ebenfalls in Übereinstimmung mit anderen Messungen steht [47]. Es wird eine Unabhängigkeit des Koerzitivfeldes von der Schichtdicke des Eisenfilms beobachtet, wie bereits von [46] für Raumtemperatur beschrieben. Auch die Zunahme der Koerzitivfeldstärke mit steigender Schichtdicke des Oxidfilms, die von MAGEN et al. untersucht wurde, kann durch Messungen an den mittels Verfahren B hergestellten Proben festgestellt werden [10].

Die magnetische Anisotropie der Probe mit einer 12 nm Eisen- und 11 nm Eisenoxidschicht erinnert an direkt auf MgO aufgebrachte Magnetitschichten. Es ist die erwartete Vierzähligkeit mit magnetisch leichten Achsen in [110]- bzw. [1 $\overline{10}$]-Richtung beobachtbar. Für die Probe mit einer dünneren Eisenschicht (8 nm) wird zudem eine möglicherweise wachstumsinduzierte, uniaxiale Anisotropie in [1 $\overline{10}$]-Richtung festgestellt.

Bemerkenswert sind die scheinbar vier magnetisch leichten Achsen der Probe mit einer 16 nm Eisen- und 33 nm Eisenoxidschicht. Wird statt des Koerzitivfeldes die Remanenz betrachtet, so fällt auf, dass diese eine mit Eisen vergleichbare vierzählige Anisotropie aufweist. Es könnte daher angenommen werden, dass auch das Koerzitivfeld eine modifizierte vierzählige Anisotropie besitzt, deren magnetisch leichte Achsen in [110]- bzw. $[1\bar{1}0]$ -Richtung abgeschwächt werden. Über einen möglichen Beitrag zur freien Energiedichte, der dies bewirkt, wird in der Literatur nicht berichtet. Daher wurde innerhalb dieser Arbeit eine Energielandschaft konstruiert, die in der Lage ist, die beobachtete Modifikation zu beschreiben.

Die Proben des Herstellungsverfahrens A haben gezeigt, dass die magnetisch leichten Achsen dünner Magnetitschichten, die reaktiv auf einer Eisenschicht auf MgO(001) aufgebracht wurden, entlang der [100]- bzw. [010]-Richtungen liegen. Im Vergleich zu den magnetisch leichten Richtungen von Eisenschichten erscheinen sie somit um 45° gedreht. Aus diesem Grund wird zur Beschreibung der beobachteten magnetischen Anisotropie der Probe mit 16 nm Eisen und 33 nm Eisenoxid ein Modell aus einer Eisen- und einer Eisenoxidschicht, die um 45° zueinander gedreht sind, verwendet. Jedoch ist es notwendig, Terme höherer Ordnung einzuführen, die sich aus Symmetrieüberlegungen ergeben. Gemäß der bestimmten Schichtdickenverhältnisse werden die entsprechenden Beiträge mit $\frac{1}{3}$ und $\frac{2}{3}$ gewichtet und die vier zur Modellierung der verwendeten Energielandschaft zur Verfügung stehenden Freiheitsgrade $x_{i,j}$ zu $x_{1,1} = \frac{3}{2}$, $x_{1,3} = \frac{16}{3}$, $x_{2,1} = 1$ und $x_{2,3} = 2$ gewählt. Eine Untersuchung des qualitativen Verlaufs unterschiedlicher Energielandschaften zeigt, dass scheinbar nur das Amplitudenverhältnis der Maxima entscheidend für die resultierende Anisotropie des Koerzitivfeldes ist, was darauf zurückgeführt werden kann, dass diese durch den Schnitt der ersten beiden Ableitungen der Energiedichte berechnet wird. Die Anzahl der Freiheitsgrade ermöglicht es, eine passende Energielandschaft durch verschiedene Kombinationen der Parameter $x_{i,j}$ zu konstruieren. Da nur ein qualitativer Vergleich der simulierten und experimentell bestimmten Verläufe der magnetischen Anisotropie erfolgen kann, ist eine eindeutige Festlegung der Parameter prinzipiell nicht möglich.

Zudem scheint die Konstruktion des Verlaufs der Anisotropie aus den Lösungen $\frac{H_k}{H}(\alpha)$ ebenfalls nicht eindeutig. Es sind bspw. aus Abbildung (5.27) auch vierzählige Anisotropien konstruierbar, die in ihren Formen mit der aus Abbildung 5.25(a) vergleichbar sind. Eine systematische Untersuchung, welche Gesetzmäßigkeiten bei der Konstruktion zu beachten sind, sollte im Anschluss an diese Arbeit folgen.

Darüber hinaus könnte die Herstellung weiterer Zweischichtsysteme ein möglicherwei-

se systematisches Auftreten der Modifikation der vierzähligen magnetischen Anisotropie aufklären. Trotz der erfolgreichen Berechnung eines passenden Koerzitivfeldes sind eine Vielzahl an Parametern zu überprüfen, die für die Modifikation verantwortlich sein können. Die einfachste Möglichkeit ist eine leichte Variation der Schichtdicken. Da die anderen Proben des Herstellungsverfahrens bereits bekannte Anisotropien zeigen, ist zu überprüfen, ob die Modifikation ab einer gewissen Schichtdicke der Eisen- oder Magnetitschicht entsteht oder das bestehende Verhältnis der Schichtdicken von 1:2 erforderlich ist. Es müssen sowohl Strukturanalysen, wie bspw. TEM, als auch weitere Untersuchungen der magnetischen Eigenschaften folgen. Dazu sollten sowohl SQUID (en.: superconducting quantum interference device) als auch Vektor-MOKE-Untersuchungen durchgeführt werden, die prinzipiell Hinweise darauf geben können, in welchem Ausmaß kohärente Modelle zur Beschreibung der Anisotropie überhaupt anwendbar sind. Diskussion

7. Zusammenfassung und Ausblick

Gegenstand dieser Arbeit ist die Untersuchung magnetischer Eigenschaften von Zweischichtsystemen aus Eisen und Magnetit auf MgO(001) mit Hilfe des magnetooptischen KERR-Effekts. Zur Präparation der Proben werden zwei verschiedene Verfahren durchgeführt. In Herstellungsverfahren A erfolgt zunächst das Aufbringen einer Eisenschicht auf das MgO-Substrat und anschließend das reaktive Wachstum einer Eisenoxidschicht darüber. Dazu wird je das Verfahren der Molekularstrahlepitaxie bei einer Substrattemperatur von 523 K verwendet. Während der reaktiven Deposition des Oxids herrscht ein Sauerstoffpartialdruck von $1 \cdot 10^{-4}$ mbar. Alternativ dazu wird eine aufgebrachte Eisenschicht unter Sauerstoffatmosphäre ($p_{O_2} = 1 \cdot 10^{-6}$ mbar) ebenfalls bei Temperaturen von 523 K oxidiert (Herstellungsverfahren B).

Die gemessenen XPS-Spektren aller hergestellten Proben weisen keine für die Ausbildung von FeO oder Fe₂O₃ typischen Satelliten auf. Zudem scheint keine Segregation von Magnesium statt zu finden. Die Beugungsmuster der Proben des Herstellungsverfahrens A zeigen die für Magnetit erwartbare (1x1)-Struktur mit $(\sqrt{2}x\sqrt{2})R45^{\circ}$ -Überstruktur. Da mit Hilfe der XRD-Messungen kein kristallines Eisen unter dem Eisenoxid nachgewiesen werden konnte und es möglich ist, die XRR-Messdaten ohne die Annahme einer Eisenschicht anzufitten, kann zwar die erfolgreiche Präparation einer Magnetitschicht bestätigt werden, jedoch nicht die eines Zweischichtsystems. Im Gegensatz dazu wird bei den Proben, die durch Oxidation einer Eisenschicht hergestellt wurden (Verfahren B), keine Überstruktur in den LEED-Bilder beobachtet. Sowohl die XRD-Messungen als auch die zum Anfitten der XRR-Daten notwendigen Modelle bestätigen, dass Zweischichtsysteme aus einer Eisen- und einer Eisenoxidschicht hergestellt wurden, jedoch ist fraglich, ob es sich bei dem Oxid tatsächlich um Magnetit handelt.

Für die Proben des Herstellungsverfahrens A lässt sich im Vergleich zu direkt auf MgO aufgebrachten Magnetitschichten eine Drehung der magnetisch leichten Achsen um 45° feststellen. Dies geschieht systematisch und ist nicht von der Schichtdicke abhängig, sondern scheint allein auf der Anwesenheit einer Eisenschicht auf MgO während der reaktiven Deposition zu beruhen. Vermutlich ist die Drehung durch eine mechanische Spannung beim Wachstum begründet. Bemerkenswert ist die Abnahme des Verhältnisses der Koerzitivfelder in magnetisch leichter und schwerer Richtung, bis bei einer Schichtdicke von 87 nm kaum noch eine Anisotropie feststellbar ist. Für direkt auf MgO(001) aufgebrachte Magnetitschichten wird häufig von einem gegenteiligen Verhalten berichtet.

MOKE-Untersuchungen an den Proben des Herstellungsverfahrens B zeigen Magnetisierungskurven, die vergleichbar mit Messungen an Eisenschichten auf MgO sind. Es findet sich ein sehr großer KERR-Effekt, der mit steigender Dicke der Eisenschicht zunimmt. Die Stärke der Koerzitivfelder scheint dagegen nur von der Dicke der Eisenoxidschichten abzuhängen. Die Auftragungen der Koerzitivfelder gegen den Drehwinkel der Probe zeigt nur für die Probe mit einer 16 nm Eisen- und einer 33 nm Eisenoxidschicht einen unerwarteten Verlauf der Anisotropie. In den Richtungen, in denen gewöhnlich die magnetisch leichten Achsen liegen, sind lokale Minima zu finden. Mit Hilfe des STONER-WOHLFARTH-Modells wurde eine Energielandschaft konstruiert, die in der Lage ist, diese modifizierte vierzählige Anisotropie qualitativ zu beschreiben. Eine über diese Arbeit hinausgehende kritische Untersuchung der verwendeten Modelle und deren Anwendbarkeit ist zwingend erforderlich. Die Menge der Freiheitsgrade und die daraus resultierende Vielfalt an Möglichkeiten, eine passende Energielandschaft zu konstruieren, zeigt deutlich, dass das verwendete Modell zwar eine Deutung der Beobachtung zulässt, jedoch nur eine von vielen möglichen Lösungen darstellt.

Ebenfalls bleibt die physikalische Ursache der magnetischen Anisotropie zu klären. Da die Magnetisierung von einer großen Anzahl verschiedener Beiträge beeinflusst wird, ist eine Aussage darüber ohne weitergehende Untersuchungen nicht möglich. Die Reproduktion der beobachteten Anisotropie bei identischen Präparationsparametern ist bereits erfolgt, sodass in einem nächsten Schritt die Auswirkungen der Schichtdicken, der Substrattemperatur und des Sauerstoffpartialdrucks untersucht werden müssen. Möglicherweise kann so der Übergang von der "herkömmlichen" zur modifizierten vierzähligen Anisotropie beobachtet werden.

Darüber hinaus sollten weitere Messungen der magnetischen und kristallographischen Eigenschaften der Probe wie bspw. SQUID, Vektor-MOKE und TEM durchgeführt werden, um abschätzen zu können, in welchem Ausmaß ein kohärentes Modell zur Beschreibung der Anisotropie angewendet werden kann und einen möglichen Zusammenhang zur Struktur feststellen zu können.

8. Summary and Outlook

In this thesis the magnetic properties of iron-magnetite-bilayers on MgO(001) are investigated using the magnetooptical KERR-effect. Two different preparation methods are performed. In procedure A an iron film is deposited on a MgO substrate at first and an oxide film is grown reactively on top afterwards. Both layers are prepared using molecular beam epitaxy (MBE) at a temperature of 523 K. The oxygen partial pressure during the reactive deposition is $1 \cdot 10^{-4}$ mbar. On the contrary, procedure B implies the deposition of an iron layer on a MgO substrate, as well using MBE, followed by a treatment in low oxygen atmosphere ($p_{O_2} = 1 \cdot 10^{-6}$ mbar) at 523 K.

The stoichiometric composition of the oxide films and their surface morphologies are investigated by x-ray photoelectron spectroscopy (XPS) and low energy electron diffraction (LEED). For the samples prepared by procedure A as well as procedure B no satellites indicating the appearance of FeO or Fe_2O_3 are observed in the XPS spectra. Additionally, there seems to be no segregation of Mg²⁺-ions from the substrate to the surface either.

For the samples prepared by procedure A the LEED measurements show diffraction pattern forming a (1x1)-structure and $(\sqrt{2}x\sqrt{2})R45^{\circ}$ -superstructure which can be assigned to magnetite. For the other samples the typical superstructure is missing. Hence, the successful preparation of magnetite films can not be surely confirmed for procedure B.

X-ray diffraction (XRD) and x-ray reflectivity measurements (XRR) are performed to prove a crystalline iron layer remaining beneath the oxide film and to estimate the thicknesses of the films. The XRR data of the samples prepared by procedure A can be fitted by a model using a magnetit film on MgO solely. Moreover, no crystalline iron can be observed using XRD. In contrast to that, for the other samples (procedure B) crystalline iron beneath the oxide can be proved for which reason an iron layer is considered fitting the XRR data. Thus, the pre-characterization shows on the one hand the successful preparation of a magnetite film without an iron buffer layer (procedure A). On the other hand, the realization of a bilayer consisting of an iron and an oxide film can be asserted, yet it is not clear whether the oxide is magnetite or not (procedure B).

Compared to magnetite films deposited directly on MgO substrates, the samples prepared by procedure A show a rotation of the magnetic easy axes by 45°. It is shown that this effect occurs independently of the film thicknesses and might be attributed to the existence of an iron layer on MgO during reactive deposition only. Stress could be a reasonable explanation. The observed decrease of the coercivity ratio between magnetic easy and hard axes with increasing film thickness is remarkable, since magnetite films deposited directly on MgO often show a contrarian behaviour.

The magnetization curves of the samples prepared by procedure B are comparable to the measurements of iron films deposited on MgO. A very large KERR effect is observed which increases with the film thickness of the iron layer while the coercivity seems to be dependent on the oxide film thickness only.

The polar plot of the coercivity against the rotation angle shows for the sample with

16 nm iron and 33 nm iron oxide an extraordinary anisotropy. The coercive field seems to be reduced in the expected magnetic easy directions. Using the STONER-WOHLFARTH model an energy landscape has been designed which is able to simulate the modified four-fold symmetry qualitatively. Further theoretical investigations of the used model and its applicability are essential. Since three degrees of freedom can be varied, there are diverse options to create a proper energy landscape. Thus, the used model represents only one of many possibilities.

Hence the physical effect being responsible for the modification is yet unknown as well, continuative investigations concerning magnetic and crystallographic properties such as SQUID, vectorial magnetometry and TEM has to be performed. As the observed anisotropy has already been reproduced under similar preparation conditions, the influences of the preparation parameters should be studied in order to reveal a possible thickness, temperature or oxygen partial pressure dependence next.
Literaturverzeichnis

- G. Binasch, P. Grünberg, F. Saurenbach, and W. Zinn. Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer exchange. *Phys. Rev. B*, 39(7):4828, 1989.
- [2] M.N. Baibich, J.M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Eitenne, G. Creuzet, A. Friederich, and J. Chazelas. Giant magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr magnetic superlattices. *Phys. Rev. Lett.*, 61(21):2472, 1988.
- [3] M. Julliere. Tunneling between ferromagnetic films. *Phys. Lett. A*, 54(3):225, 1975.
- [4] S.A. Wolf, D.D. Awschalom, R.A. Buhrman, J.M. Daughton, S. von Molna, M.L. Roukes, A.J. Chtchelkanova, and D.M. Treger. Spintronics: A spin-based electronics vision for the future. *Science*, 294:1488, 2001.
- [5] S. Yuasa, T. Nagahama, A. Fukushima, J. Suzuki, and K. Ando. Giant roomtemperature magnetoresistance in single-crystal Fe/MgO/Fe magnetic tunnel junctions. *Nature Materials*, 3:868, 2004.
- [6] P.J. van der Zaag, P.J.H. Bloemen, J.M. Gaines, R.M. Wolf, P.A.A van der Heijden, R.J.M. van der Veerdonk, and W.J.M. de Jonge. On the construction of an Fe₃O₄based all-oxide spin valve. J. Magn. Magn. Mater., 211:301, 2000.
- [7] X.W. Li, A. Gupta, G. Xiao, W. Qian, and V.P. Dravid. Fabrication and properties of heteroepitaxial magnetite (Fe₃O₄) tunnel junctions. *Appl. Phys. Lett.*, 73:3282, 1998.
- [8] D.T. Margulies, F.T. Parker, F.E. Spada, R.S. Goldman, J. Li, R. Sinclair, and A.E. Berkowitz. Anomalous moment and anisotropy behavior in Fe₃O₄ films. *Phys. Rev. B*, 53:9175, 1996.
- [9] D.T. Margulies, F.T. Parker, M.L. Rudee, F.E. Spada, J.N. Chapman, P.R. Aitchison, and A.E. Berkowitz. Origin of the Anomalous Magnetic Behavior in Single Crystal Fe₃O₄ Films. *Phys. Rev. Lett.*, 79:5162, 1997.
- [10] C. Magen, E. Snoeck, U. Lüders, and J.F. Bobo. Effect of metallic buffer layers on the antiphase boundary density of epitaxial Fe₃O₄. J. Appl. Phys., 104:013913, 2008.
- [11] D. Bruns. Structure and morphology of ultrathin iron and iron oxide films on Ag(001). Doktorarbeit, Universität Osnabrück, 2012.
- [12] B. Zimmermann. Epitaktisches Wachstum und Charakterisierung ultradünner Eisenoxidschichten auf Magnesiumoxid(001). Doktorarbeit, Universität Osnabrück, 2010.
- [13] F. Bertram. The structure of ultrathin iron oxide films studied by x-ray diffraction. Doktorarbeit, Universität Osnabrück, 2012.

- [14] T. Schemme. Oxidation von Eisenschichten auf MgO(001)-Substraten. Masterarbeit, Universität Osnabrück, 2011.
- [15] T. Kuschel. Magnetic anisotropy of transition metal based thin films investigated by magnetooptic Kerr effect. Doktorarbeit, Universität Osnabrück, 2011.
- [16] N. Pathé. MOKE-Untersuchungen ultradünner Eisenoxidschichten auf MgO(001). Bachelor-Arbeit, Universität Osnabrück, 2012.
- [17] T. Kuschel. Aufbau einer Apparatur zur Messung des magnetooptischen KERR-Effekts, Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2007.
- [18] L.G. Parratt. Surface studies of solids by total reflection of x-rays. Phys. Rev., 95(2):359, 1954.
- [19] C. Kittel. Physical theory of ferromagnetic domains. Rev. Mod. Phys., 21(4):541, 1949.
- [20] E.C. Stoner, and E.P. Wohlfarth. A mechanism of magnetic hysteresis in heterogeneous alloys. *Philos. Trans. R. Soc. London*, 240(826):599, 1948.
- [21] A. Thiaville. Extensions of the geometric solution of the two dimensional magnetization rotation model. J. Magn. Magn. Mater., 182:5, 1998.
- [22] A. Yelon, O. Voegeli, and E. W. Pugh. Switching Properties of Single-Crystal Ni-Fe Films. J. Appl. Phys., 36:101, 1965.
- [23] T. Becker, and W. Weispfennig. Gröbner Bases: A Computational Approach to Commutative Algebra. Springer, 1993.
- [24] D. Cox, J. Little, and D. O'Shea. Ideals, Varieties, and Algorithms : An Introduction to Computational Algebraic Geometry and Commutative Algebra. Springer, 3. Auflage, 2007.
- [25] J. Kerr. On rotation of the plane of polarization by reflection from the pole of a magnet. *Phil. Mag.*, 3:321, 1877.
- [26] C.C. Robinson. Longitudinal Kerr magneto-optic effect in thin films of iron, nickel, and permalloy. J. OPT. Soc. A., 53(6):681, 1963.
- [27] W. Reim, and J. Schoenes. Ferromagnetic materials: magneto-optical spectroscopy of f-electron systems, North-Holland, 5. Auflage, 1990.
- [28] R.C. Jones. A new calculus for the treatment of optical systems. J. Opt. Soc. A., 31:488, 1941.
- [29] J. Hamrle, S. Blomeier, O. Gaier, B. Hillebrands, H. Schneider, G. Jakob, K. Postava, and C. Felser. Huge quadratic magneto-optical Kerr effect and magnetization reversal in the Co2FeSi Heusler compound. J. Phys. D: Appl. Phys., 40:1563, 2007.
- [30] G. Metzger, P. Pluvinage, and R. Torguet. Termes linéaires et quadratiques dans l'effet magnéto-optique de Kerr. Ann. Phys. (Paris), 10(5):5, 1965.
- [31] Q.-M. Zhong, A.S. Arrott, B. Heinrich, and Z. Celinski. Surface magneto-optical Kerr effect for ultrathin Ni-Fe bilayers. J. Appl. Phys., 67(9):4448, 1990.

- [32] S. Višňovský. Magneto-optical permittivity tensor in crystals. Czech. J. Phys., 36:1424, 1986.
- [33] T. Kuschel, H. Bardenhagen, H. Wilkens, R. Schubert, J. Hamrle, J. Pištora, and J. Wollschläger. Vectorial magnetometry using magnetooptic Kerr effect including first and second-order contributions for thin ferromagnetic films. J. Phys. D: Appl. Phys., 44:265003, 2011.
- [34] J.F. Lawler, R. Schad, S. Jordan, and H. van Kempen. Structure of epitaxial Fe films on MgO(100). J. Magn. Magn. Mater., 165:224, 1997.
- [35] J.L. Costa-Krämer, J.L. Menéndez, A. Cebollada, F. Briones, D. García, and A. Hernando. Magnetization reversal asymmetry in Fe/MgO(001) thin films. J. Magn. Magn. Mater., 210:341, 2000.
- [36] T. Hibma, F.C. Voogt, L. Niesen, P.A.A. van der Heijden, W.J.M. de Jonge, J.J.T.M. Donkers, and P.J. van der Zaag. Anti-phase domains and magnetism in epitaxial magnetite layers. J. Appl. Phys., 85:5291, 1999.
- [37] J.M. Gaines, P.J.H. Bloemen, J.T. Kohlhepp, C.W.T. Bulle-Lieuwma, R.M. Wolf, A. Reinders, R.M. Jungblut, P.A.A. van der Heijden, J.T.W.M. van Eemeren, J. aan de Stegge, and W.J.M. de Jonge. An STM study of Fe₃0₄(100) grown by molecular beam epitaxy. *Surf. Sci.*, 373:85, 1997.
- [38] R.M. Cornell, and U. Schwertmann. The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurences ans Uses. Weinheim: Wiley-VCH, 2. Auflage, 2003.
- [39] H. Wilkens. Röntgen- und Vektor-MOKE-Untersuchung ferromagnetischer Fe-Schichten. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2010.
- [40] H. Torbergte. Photoelektronenspektroskopie an Praseodymiumoxidschichten auf Si(111). Masterarbeit, Universität Osnabrück, 2007.
- [41] F. Bertram. Röntgenreflektometrie an ultradünnen Schichten. Bachelorarbeit, Universität Osnabrück, 2007.
- [42] T. Yamashita. Analysis of xps spectra of Fe2+ and Fe3+ ions in oxide materials. *Appl. Surf. Sci.*, 254:2441, 2008.
- [43] J.F. Moulder, W.F. Stickle, P.E. Sobol, and K.D. Bomben. Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy. Physical Electronics, Inc., 1992.
- [44] S.A. Chambers, and S.A. Joyce. Surface termination, composition and reconstruction of Fe₃O₄(001) and γ-Fe₂O₃(001). Surf. Sci., 420:111, 1999.
- [45] J.F. Anderson, M. Kuhn, U. Diebold, K. Shaw, P. Stoyanov, and D. Lind. Surface structure and morphology of Mg-segregated epitaxial Fe₃O₄(001) thin films on MgO(001). *Phys. Rev. B*, 56(15):9902, 1997.
- [46] X. Liu, T. Nagai, and F. Itoh. Magnetic and magneto-optical properties of Fe/Fe₃O₄ multilayers prepared by pulsed laser deposition. J. Magn. Magn. Mater., 240:30, 2002.

- [47] M. Zajac, D. Aernout, K. Freindl, K. Matlak, N. Spiridis, M. Ślezak, T. Ślezak, and J. Korecki. Magnetic Properties of Fe₃O₄ Films on Fe(001). Acta Physica Polonica A, 112:1319, 2007.
- [48] T. Kuschel, J. Hamrle, J. Pištora, K. Saito, S. Bosu, Y. Sakuraba, K. Takanashi, and J. Wollschläger. Magnetization reversal analysis of a thin B2-type ordered Co₅0Fe₅0 film by magnetooptic Kerr effect. J. Phys. D: Appl. Phys., 45:205001, 2012.
- [49] F.C. Voogt, T. Hibma, G.L. Zhang, M. Hoefman, and L. Niesen. Growth and characterization of non-stoichiometric magnetite $Fe_{3-\delta}O_4$ thin films. *Surf. Sci.*, 331-333:1508, 1995.
- [50] S. Celotto, W. Eerenstein, and T. Hibma. Characterization of anti-phase boundaries in epitaxial magnetite films. *Eur. Phys. J. B*, 36:271, 2003.
- [51] J.F. Bobo, D. Basso, E. Snoeck, C. Gatel, D. Hrabovsky, J.L. Gauffier, L. Ressier, R. Mamy, S. Visnovsky, J. Hamrle, J. Teillet, and A.R. Fert. Magnetic behavior and role of the antiphase boundaries in Fe₃O₄ epitaxial flms sputtered on MgO (001). *Eur. Phys. J. B*, 24:43, 2001.
- [52] W. Eerenstein, T.T.M. Palstra, T. Hibma, and S. Celotto. Diffusive motion of antiphase domain boundaries in Fe₃O₄ films. *Phys. Rev. B*, 68:014428, 2003.
- [53] S. Kale, S.M. Bhagat, S.E. Lofland, T. Scabarozi, S.B. Ogale, A. Orozco, S.R. Shinde, T. Venkatesan, B. Hannoyer, B. Mercey, and W. Prellier. Film thickness and temperature dependence of the magnetic properties of pulsed-laser-deposited Fe₃O₄ films on different substrates. *Phys. Rev. B*, 64:205413, 2001.
- [54] J.-B. Moussy, S. Gota, A. Bataille, M.-J. Guittet, M. Gautier-Soyer, F. Delille, B. Dieny, F. Ott, T.D. Doan, P. Warin, P. Bayle-Guillemaud, C. Gatel, and E. Snoeck. Thickness dependence of anomalous magnetic behavior in epitaxial Fe₃O₄(111) thin films: Effect of density of antiphase boundaries. *Phys. Rev. B*, 70:174448, 2004.
- [55] J. Korecki, B. Handke, N. Spiridis, T. Ślezak, I. Flis-Kabulska, and J. Haber. Size effects in epitaxial films of magnetite. *Thin Solid Films*, 412:14, 2002.
- [56] T. Kida, S. Honda, H. Itoh, J. Inoue, H. Yanagihara, E. Kita, and K. Mibu. Electronic and magnetic structure at the Fe/Fe3O4 interface. *Phys. Rev. B*, 84:104407, 2011.

A. Anhang

A.1. XRR-Auswertung

A.1.1. Fit-Parameter der XRR-Auswertung

Herstellungsverfahren A

		A1	A2	A3	A4	A4
Fe ₃ O ₄	$\delta [10^{-5}]$					1,41
	D [nm]					2,4
	σ [nm]					0,8
Fe ₃ O ₄	$\delta \ [10^{-5}]$	1,79	1,60	$1,\!59$	$1,\!53$	$1,\!59$
	D [nm]	10,3	19,8	$27,\!6$	87,0	85,5
	σ [nm]	0,4	0,9	0,5	0,7	0
MgO	$\delta \ [10^{-5}]$	$1,\!15$	1,03	0,90	1,25	0,90
	σ [nm]	$0,\!3$	1,1	$1,\!1$	$1,\!0$	1,6

Tabelle A.1.: Fitparameter der XRR-Messdaten der Proben A1-A4, die nach Herstellungsverfahren A präpariert wurden. Die Parameter δ , σ und D stellen die Dispersion, die Rauheit und die Dicke der Schicht dar. Für alle Proben werden Modelle aus einer Magnetitschicht auf MgO verwendet. Zusätzlich ist für Probe A4 ein Modell mit zwei Magnetitschichten auf MgO angegeben.

Herstellungsverfahren B

		B1	B2	B3
Fe ₃ O ₄	$\delta [10^{-5}]$	1,67	1,68	1,46
	D [nm]	11,3	10,4	33,2
	σ [nm]	0	0	0
Fe	$\delta \ [10^{-5}]$	2,04	2,04	2,34
	D [nm]	7,9	12,4	16,4
	σ [nm]	$0,\!5$	0,6	1,9
MgO	$\delta \ [10^{-5}]$	1,18	1,15	1,00
	σ [nm]	$1,\!0$	$1,\!6$	2,0

		B1	B2	B3
Fe ₃ O ₄	$\delta [10^{-5}]$	1,31	1,43	1,86
	D [nm]	2,2	6,3	0,9
	σ [nm]	0	0	0,4
Fe ₃ O ₄	$\delta [10^{-5}]$	1,44	1,54	1,30
	D [nm]	5,2	3,6	2,9
	σ [nm]	0	1,0	0,1
Fe ₃ O ₄	$\delta \ [10^{-5}]$	1,74	1,93	1,46
	D [nm]	3,9	1,0	29,1
	σ [nm]	0,8	0,9	0,1
Fe	$\delta [10^{-5}]$	2,27	2,23	2,32
	D [nm]	8,1	11,5	16,2
	σ [nm]	0,8	2,0	2,0
MgO	$\delta [10^{-5}]$	1,00	1,00	0,90
	σ [nm]	1,6	2,0	2,1

Tabelle A.2.: Fitparameter der XRR-Messdaten der Proben B1-B3, die nach Herstellungsverfahren B präpariert wurden. Die Parameter δ , σ und D stellen die Dispersion, die Rauheit und die Dicke der Schicht dar. Für alle Proben wird ein Modell aus einer Magnetit- und einer Eisenschicht (links) bzw. drei Magnetitschichten und einer Eisenschicht auf MgO (rechts) verwendet.



A.1.2. XRR-Kurven weiterer Fit-Modelle

Abbildung A.1.: XRR-Messdaten und angefittete Kurven eines MgOauf das mit Substrats, Herstellungsverfahren В (a) 8 nm Eisen und 11 nm Eisenoxid, (b) 12 nm Eisen und 11 nm Eisenoxid sowie (c) 16 nm Eisen und 33 nm Eisenoxid aufgebracht wurden. Angenommen ist je ein Modell aus einer Eisenund drei Eisenoxidschichten auf MgO. Die Fitparameter sind in Tabelle A.2 aufgeführt.

A.2. Berechnung der Remanenz mit Hilfe des Stoner-Wohlfarth-Modells

Zu Grunde liegt die in Kapitel Kapitel 5.5 eingeführte Energiedichtefunktion F^*

$$F^{*}(\alpha,\theta) = -HM_{s}\cos(\alpha-\theta) + \frac{1}{3} \left[x_{1,1}\frac{K}{4}\sin^{2}(2\theta) + x_{1,3}\frac{K}{16}\sin^{4}(2\theta) \right] \\ + \frac{2}{3} \left[x_{2,1}\frac{K}{4}\sin^{2}(2(\theta+\frac{\pi}{4}) + x_{2,3}\frac{K}{16}\sin^{4}(2(\theta+\frac{\pi}{4}))) \right],$$
(A.1)

die durch Verwenden von $x_{1,1} = \frac{3}{2}$, $x_{1,3} = \frac{16}{3}$, $x_{2,1} = 1$ und $x_{2,3} = 2$ auf die Energielandschaft in Abbildung 5.26 führt. Mit Hilfe der reduzierten Variablen $m := \frac{M}{M_s}$ bzw. $\cos(\alpha - \theta) = m$ und $\sin(\alpha - \theta) = \sqrt{1 - m^2}$ wird die Energiedichtefunktion $F^*(\alpha, \theta)$ in die Funktion

$$F^{*}(\alpha, m) = \frac{1}{288} [9(7K - 32HmM_{s}) + 2K(1 - 8m^{2} + 8m^{4})\cos(4\alpha) + 7K(1 + 32m^{2}(1 - 2m^{2})^{2}(-1 + m^{2}))\cos(8\alpha) + 8Km\sqrt{1 - m^{2}}(-1 + 2m^{2})(\sin(4\alpha)) + 7(1 - 8m^{2} + 8m^{4})\sin(8\alpha))]$$
(A.2)

überführt. Aus der Betrachtung der Gleichgewichtsbedingung

$$\frac{\partial F^*}{\partial m} = \frac{\frac{1}{9}Km(-1+2m^2)\cos(4\alpha) + \frac{14}{9}Km(-1+2m^2)(1-8m^2+8m^4)\cos(8\alpha)}{K(-1+8m^2-8m^4)\sin(4\alpha)} + \frac{K(-1+8m^2-8m^4)\sin(4\alpha)}{36\sqrt{1-m^2}} - \frac{7K(1+32m^2(1-2m^2)^2(-1+m^2))\sin(8\alpha)}{(36\sqrt{1-m^2}} - HMs = 0$$
(A.3)

ergibt sich der Zusammenhang

$$H(m) = - \frac{K(4m - 8m^3)\cos(4\alpha)}{36Ms} - \frac{14Km(1 - 10m^2 + 24m^4 - 16m^6)\cos(8\alpha)}{9Ms} - \frac{K\sin(4\alpha)}{36\sqrt{1 - m^2}Ms} - \frac{2Km^2(-1 + m^2)\sin(4\alpha)}{9\sqrt{1 - m^2}Ms} - \frac{7K\sin(8\alpha)}{36\sqrt{1 - m^2}Ms} - \frac{56Km^2(1 - 2m^2)^2(-1 + m^2)\sin(8\alpha)}{9\sqrt{1 - m^2}Ms}.$$
(A.4)

Die Nullstellen dieser Funktion entsprechen der Remanenz m in Abhängigkeit des Drehwinkels α und sind in Abbildung 5.29(a) dargestellt.

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich all denjenigen danken, die mir beim Erstellen dieser Arbeit eine große Hilfe waren.

Zuerst gilt mein Dank Herrn Prof. Dr. Wollschläger für die Möglichkeit, in seiner Arbeitsgruppe diese Bachelor-Arbeit anfertigen zu können.

Besonders möchte ich mich bei meinem Betreuer Tobias Schemme für seine unermüdliche Geduld und die freie Hand, die er mir bei der Erstellung dieser Arbeit gelassen hat, bedanken.

Mein Dank gilt in besonderem Maße auch Dr. Timo Kuschel, der immer zur richtigen Zeit den richtigen Tipp parat hatte. Vor allem seine Begeisterung, die Messergebnisse theoretisch zu beleuchten, hat mich schnell angesteckt.

Henrik Wilkens, Kamil Balinski und Olga Schuckmann möchte ich für die Hilfsbereitschaft im Labor und die Korrektur dieser Arbeit danken.

Weiterhin danke ich auch dem Rest der AG "Dünne Schichten und Grenzflächen" für das entspannte Arbeitsklima und den vielen interessanten sowie amüsanten Gesprächen.

Meinen Kommilitonen Simon, Wanja, Stefan, Kira und Viki danke ich für die lustigen Tage und Abende in und außerhalb der Uni, durch die die letzten drei Jahre wie im Flug vergangen sind.

Herzlich möchte ich mich schließlich bei meinen Eltern bedanken, deren Unterstützung ich mir in jeder Lebenslage sicher sein kann.

Anhang

Ich versichere, dass ich die eingereichte Bachelor-Arbeit selbstständig und ohne unerlaubter Hilfe verfasst habe. Anderer als der von mir angegebenen Hilfsmittel und Schriften habe ich mich nicht bedient. Alle wörtlich oder sinngemäß den Schriften anderer Autoren entnommenen Stellen habe ich kenntlich gemacht.

Osnabrück, 10. Oktober 2013

Andreas Krampf