

---

# Herstellung und Charakterisierung magnetischer Co-Schichten

---

**Bachelorarbeit**

**Hans Hermann Pieper**  
**Fachbereich Physik**



**1. Oktober 2007**



# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>5</b>
<b>2</b>	<b>Messverfahren</b>	<b>7</b>
2.1	Transmissionsmessungen . . . . .	7
2.1.1	LAMBERT–BEER’sches Gesetz . . . . .	7
2.1.2	Einfluss von Rauigkeiten . . . . .	7
2.1.3	Experimenteller Aufbau . . . . .	9
2.2	Röntgenreflektometrie – XRR . . . . .	9
2.2.1	Theoretische Grundlagen . . . . .	9
2.2.2	Experimenteller Aufbau . . . . .	12
2.3	Rasterkraftmikroskopie . . . . .	12
2.3.1	Theoretische Grundlagen . . . . .	12
2.3.2	Experimenteller Aufbau . . . . .	14
2.4	Magnetische Charakterisierung . . . . .	14
2.4.1	Magnetismus . . . . .	14
2.4.2	Magnetische Anisotropie . . . . .	15
2.4.3	Magnetooptischer KERR–Effekt . . . . .	16
2.4.4	Magnetisierung der Probe in einem externen magnetischen Feld . . . . .	17
2.4.5	Experimenteller Aufbau . . . . .	19
<b>3</b>	<b>Experimentelles</b>	<b>21</b>
3.1	Probenherstellung . . . . .	21
3.1.1	Methoden zur Erzeugung dünner Schichten . . . . .	21
3.1.2	Vakuumtechnik . . . . .	22
3.1.3	Experimenteller Aufbau . . . . .	25
3.1.4	Wachstum dünner Schichten . . . . .	26
3.1.5	Probenpräparation . . . . .	28
3.1.6	Messung der Verdampferate . . . . .	28

3.2	Transmissionsmessungen . . . . .	29
3.3	Röntgenreflektometrie . . . . .	30
3.4	Rasterkraftmikroskopie . . . . .	31
3.4.1	Bestimmung der Rauigkeit . . . . .	31
3.4.2	Schichtdickenbestimmung mittels AFM . . . . .	33
3.5	Magnetische Charakterisierung . . . . .	35
3.5.1	Durchführung . . . . .	35
3.5.2	Einflüsse auf die Magnetisierungskurve . . . . .	35
3.5.3	Magnetooptischer KERR-Effekt der Proben . . . . .	35
<b>4</b>	<b>Diskussion der Ergebnisse</b>	<b>39</b>
<b>5</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>43</b>
<b>6</b>	<b>Ausblick</b>	<b>45</b>
	<b>Literatur . . . . .</b>	<b>47</b>

# Kapitel 1

## Einleitung

Im Zuge der rasanten technologischen Entwicklung in der Computerindustrie werden Festplatten immer leistungsfähiger. Dabei verwenden die Leseköpfe in heute üblichen Festplatten das Prinzip des 1988 entdeckten Riesenmagnetowiderstandes (*Giant Magneto Resistance: GMR*). Dieser Effekt beschreibt die Änderung des Widerstandes eines magnetischen Schichtsystems in Abhängigkeit von den Magnetisierungen der einzelnen Schichten.

Der Riesenmagnetowiderstand tritt an Schichtsystemen auf, die aus zwei ferromagnetische Schichten bestehen, welche von einer nicht-ferromagnetischen leitenden Schicht getrennt werden. Sind die Magnetisierungen der Schichten parallel ausgerichtet, so können Elektronen von der einen magnetischen Schicht in die andere gelangen. Sind die Magnetisierungen hingegen antiparallel, so steigt der Widerstand stark an. Die in der Magnetisierung gespeicherten Information lässt sich daher über einen Strom auslesen.

Eine dem GMR ähnliche Technik ist der Tunnelmagnetowiderstand (*Tunneling Magneto Resistance: TMR*), der zuerst 1975 von Jullière beschrieben wurde [1]. Bei diesem sind die ferromagnetischen Schichten nicht durch einen Leiter, sondern durch einen Halbleiter oder Isolator getrennt, durch den die Elektronen tunneln. Dieser Effekt findet in MRAMs (*Magnetoresistive Random Access Memory*) Anwendung und ermöglicht eine nicht flüchtige Speicherung von Daten.

Für die Datenspeicherung sind magnetische Schichten von großer Bedeutung. Hierzu müssen maßgeschneiderte magnetische Schichtsysteme gezielt hergestellt sowie charakterisiert werden.

Im Rahmen dieser Arbeit werden magnetische Cobaltschichten auf Glas hergestellt. Die magnetische Charakterisierung erfolgt dabei über den magnetooptischen KERR-Effekt.

Die theoretischen Grundlagen zu den verwendeten Messverfahren finden sich in Kapitel 2. Anschließend wird die Probenherstellung sowie deren Charakterisierung (Kapitel 3) erläutert. Es folgt die Interpretation der Messergebnisse (Kapitel 4), die Zusammenfassung (Kapitel 5) sowie ein Ausblick auf mögliche weiterführende Untersuchungen (Kapitel 6).



# Kapitel 2

## Messverfahren

Die in dieser Arbeit verwendeten Messverfahren werden zunächst vorgestellt. Die relative Schichtdicke der Cobaltproben, die mittels Molekularstrahlepitaxie hergestellt werden, wird zunächst durch Transmissionsmessungen bestimmt (Abschnitt 2.1). Mit Hilfe der Röntgenreflektometrie (Abschnitt 2.2) wird die absolute Schichtdicke ermittelt. Die Topographie wird mit einem Rasterkraftmikroskop (Abschnitt 2.3) untersucht und das magnetische Verhalten (Abschnitt 2.4) mit dem magnetooptischen KERR-Effekt bestimmt.

### 2.1 Transmissionsmessungen

#### 2.1.1 LAMBERT-BEER'sches Gesetz

Die Absorption von Licht, welches eine Probe durchläuft, folgt dem LAMBERT-BEER'schen Gesetz

$$I_T = I_0 e^{-c\alpha d_0} \quad . \quad (2.1)$$

Die Intensität  $I_T$  des transmittierten Lichtes hängt dabei exponentiell von der Teilchendichte  $c$  und der Dicke  $d_0$  der Probe ab. Der Absorptionskoeffizient  $\alpha$  ist material- und wellenlängenspezifisch.

#### 2.1.2 Einfluss von Rauigkeiten

Es soll der Einfluss von Rauigkeiten auf die Transmittivität untersucht werden. Dabei wird angenommen, dass die Verteilung der Schichtdicke  $d$  eine GAUSS-Funktion beschreibt. Die Schichtdicke  $d$  weist dabei eine Standardabweichung  $\sigma$  vom Erwartungswert  $d_0$  auf (siehe Abbildung 2.1). Dabei kann die Standardabweichung als Maß für die Rauigkeit der Probe aufgefasst werden. Die Dickenverteilung  $f(d)$  ist dabei gegeben durch

$$f(d) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{d-d_0}{\sigma}\right)^2} \quad . \quad (2.2)$$

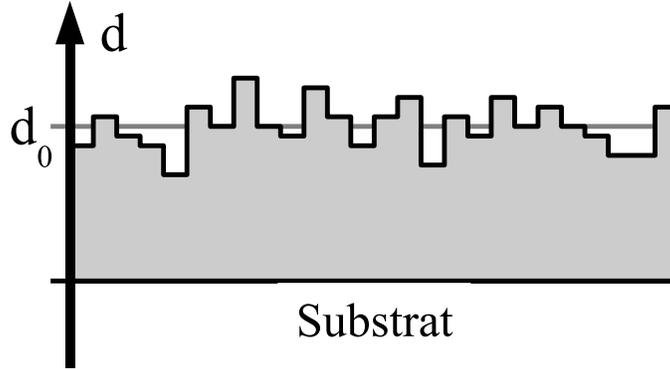


Abbildung 2.1: Modell einer rauhen Schicht.

Für die Intensität des transmittierten Lichts muss das Produkt aus der Häufigkeit der Schichtdicke  $d$  (Gleichung 2.2) und der zugehörigen Intensität (Gleichung 2.1) über die Schichtdicke  $d$  integriert werden. Dabei erzeugt das Integral über die GAUSS-Verteilung eine Fehlerfunktion  $\text{erf}(d)$

$$\text{erf}(d) \equiv \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^d e^{-d'^2} dd' \quad . \quad (2.3)$$

Somit ergibt sich für die Intensität des transmittierten Lichts:

$$I_T^{\text{rau}}(d_0, \sigma) = \int_{-\infty}^{\infty} I_T(d) \cdot f(d) dd \quad (2.4)$$

$$= I_0 \cdot \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} \int_{-\infty}^{\infty} e^{-\alpha c \cdot d} \cdot e^{-\frac{1}{2} \left( \frac{d-d_0}{\sigma} \right)^2} dd \quad (2.5)$$

$$= -\frac{1}{2} I_0 e^{-\alpha c \cdot d_0 + \frac{1}{2} (\alpha c \cdot \sigma)^2} \cdot \text{erf} \left( \frac{1}{\sqrt{2}} \frac{d_0 - \alpha c \cdot \sigma^2 - d}{\sigma} \right) \Big|_{-\infty}^{\infty} \quad (2.6)$$

$$= I_0 e^{-\alpha c \cdot d_0} \cdot e^{\frac{1}{2} (\alpha c \cdot \sigma)^2} \quad (2.7)$$

$$I_T^{\text{rau}}(d_0, \sigma) = I_T^{\text{glatt}}(d_0) \cdot e^{\frac{1}{2} (\alpha c \cdot \sigma)^2} \quad (2.8)$$

Die Transmittivität nimmt also bei rauhen Proben zu. Jedoch gilt diese Näherung nur bei kleinen Rauigkeiten ( $\sigma \ll d_0$ ) und unter der Annahme, dass das Licht nicht diffus gestreut wird.

Im Hinblick darauf, dass der Laser kohärentes Licht liefert, ist eine Summation über die Intensitäten eigentlich nicht korrekt. Stattdessen müssten die Amplituden betrachtet, sowie Interferenzerscheinungen berücksichtigt werden. Da die optische Weglänge im Material aber nur wenige Nanometer beträgt und somit sehr klein im Vergleich zur Wellenlänge des Lichtes ( $\lambda = 632,8 \text{ nm}$ ) ist, können diese Effekte vernachlässigt werden.

### 2.1.3 Experimenteller Aufbau

Ein HeNe-Laser liefert monochromatisches Licht der Wellenlänge 632,8 nm (Abbildung 2.2). Hinter der Probe befindet sich im Strahlengang ein Silizium-Detektor (*LM-2 vis* der Firma *Coherent*). Dieser arbeitet in einem Wellenlängenbereich von 400 bis 1060 nm und erlaubt eine Bestimmung der Intensität bis 50 mW. Der Detektor wird mit einem Multimeter (*Fieldmaster GS*), in dem die Wellenlänge des Lasers eingestellt wird, ausgelesen.

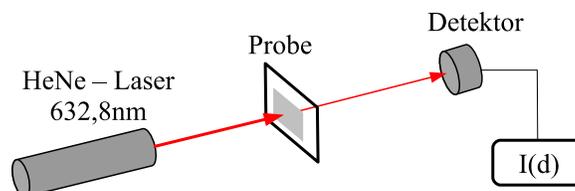


Abbildung 2.2: Aufbau zur Transmissionsmessung

## 2.2 Röntgenreflektometrie – XRR

Röntgenreflektometrie ist eine Methode um Schichtsysteme in Bezug auf Schichtdicke und Rauigkeit zu charakterisieren. Das breite Spektrum an möglichen Materialien, die untersucht werden können, zeichnet dieses Messprinzip aus. Dabei beträgt der Messbereich für die Schichtdicken einige Å bis  $\mu\text{m}$  und die Struktur von Schichtsystemen kann mit einer Genauigkeit von wenigen Å bestimmt werden.

### 2.2.1 Theoretische Grundlagen

#### Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit Materie

Röntgenlicht (mit einer Photonenenergie von 1 keV bis 250 keV) tritt mit den Elektronen der einzelnen Atome in Wechselwirkung. Da die Resonanzfrequenz der Elektronen wesentlich kleiner als die Frequenz des Röntgenlichtes ist, besteht nur eine geringe Wechselwirkung zwischen Röntgenstrahlung und Materie, sodass der komplexe Brechungsindex  $n$  nur geringfügig von eins abweicht

$$n(\vec{r}) = 1 - \delta(\vec{r}) + i\beta(\vec{r}) \quad . \quad (2.9)$$

Dabei sind  $\delta(\vec{r})$  und  $\beta(\vec{r})$  die Dispersions- und Absorptionsanteile, die unter der Annahme eines kontinuierlichen Mediums

$$\delta = \frac{\lambda^2}{2\pi} r_e \rho \quad \text{und} \quad (2.10)$$

$$\beta = \frac{\lambda}{4\pi} \mu \quad . \quad (2.11)$$

betragen [2]. Hierbei ist  $\lambda$  die Wellenlänge des Röntgenlichtes,  $r_e$  der Streuradius eines Elektrons,  $\mu$  ist der Absorptionskoeffizient und  $\rho$  die Elektronendichte. Die Werte für  $\delta$  liegen

in der Größenordnung  $10^{-6}$ , die für  $\beta$  sind bis zu zwei Größenordnungen kleiner. Genauere Werte lassen sich [3] entnehmen.

Betrachtet man die Grenzfläche zwischen Vakuum ( $n_0 = 1$ ) und Materie ( $n \approx 1 - \delta$ ), so erfolgt gemäß dem SNELLIUS'schen Brechungsgesetz für kleine Winkel Totalreflexion. Dabei beträgt der kritische Winkel  $\theta_c$ , bei dem noch Totalreflexion auftritt, nur Bruchteile eines Grades.

$$\frac{n}{n_0} = \cos \theta_c \quad (2.12)$$

$$\Rightarrow 1 - \delta \approx 1 - \frac{\theta_c^2}{2} \quad (2.13)$$

$$\Rightarrow \theta_c \approx \sqrt{2\delta} \quad (2.14)$$

Bei Winkeln größer  $\theta_c$  wird die Strahlung von der Grenzfläche zu einem Teil transmittiert und zum anderen reflektiert. Reflexion und Transmission lassen sich durch die FRESNEL'schen Formeln darstellen. Dabei ist der Unterschied zwischen einer Polarisation senkrecht zur Einfallsebene, beziehungsweise parallel hierzu, zu vernachlässigen [2]. Für kleine Winkel ( $\sin \theta \approx \theta$ ) lauten sie

$$R_F = \left| \frac{\theta - n \cdot \theta_t}{\theta + n \cdot \theta_t} \right|^2 \quad \text{und} \quad (2.15)$$

$$T_F = \left| \frac{2\theta}{\theta + n \cdot \theta_t} \right|^2 . \quad (2.16)$$

Dabei entspricht  $\theta$  dem Winkel zwischen dem einfallenden Strahl und der Probenoberfläche, sowie  $\theta_t$  dem Winkel des transmittierten Strahls zur Probenoberfläche [4].

### Messprinzip

Bei der Röntgenreflektometrie befindet sich die Probe in einem Diffraktometer (Abbildung 2.3), bei dem sich die Winkel zwischen einfallendem Strahl und Probe ( $\theta$ ) sowie einfallendem Strahl und Detektor ( $\theta_f$ ) frei wählen lassen. Üblicherweise werden  $\theta$ - $\theta_f$ -Scans durchgeführt, bei dem der Winkel  $\theta_f$  doppelt so groß wie der Winkel der Probenoberfläche zum einfallenden Strahl ( $\theta$ ) ist. Bei den Reflexionsmessungen dieser Arbeit beträgt der Winkelbereich  $0 < \theta < 6^\circ$ , da größere Winkel bei kristallinen Proben zu Beugungseffekten führen.

### Reflexion an Schichtsystemen – Bestimmung der Schichtdicke

Liegt ein Mehrschichtsystem vor, so tritt an jeder Grenzfläche Reflexion und Transmission auf. Dabei können Mehrfachreflexionen aufgrund der geringen Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit Materie für große Winkel ( $\theta > \theta_c$ ) vernachlässigt werden.

Die an den einzelnen Schichten reflektierten Teilstrahlen interferieren beim Verlassen der Probe miteinander. Da der Gangunterschied vom Einfallswinkel abhängig ist, erhält man für verschiedene Winkel Minima und Maxima der Intensität.

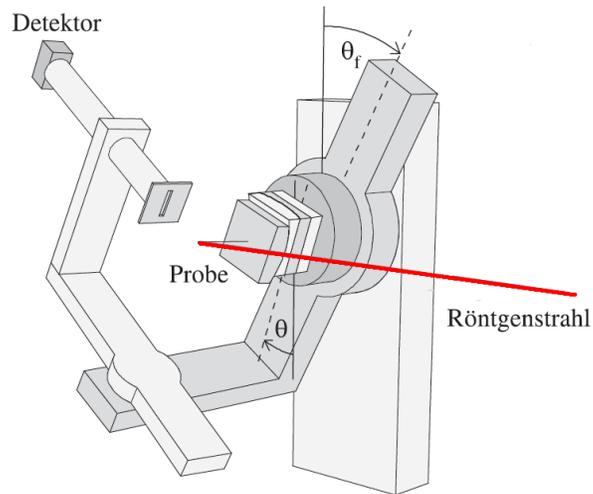


Abbildung 2.3: Aufbau eines Diffraktometers [5]: Eingezeichnete sind die Winkel zwischen einfallendem Strahl und der Probenoberfläche  $\theta$  sowie zwischen einfallendem Strahl und Detektor  $\theta_f$ .

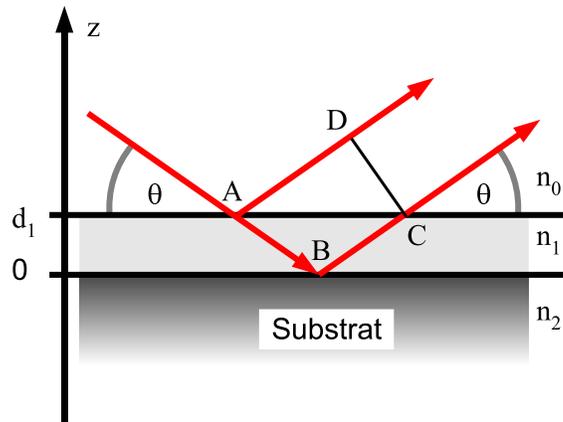


Abbildung 2.4: Reflexion an einer Schicht der Dicke  $d_1$  sowie am Substrat.

Betrachtet man ein System aus einer Schicht (Dicke  $d_1$ ; Brechungsindex  $n_1$ ) auf einem Substrat, so beträgt der Gangunterschied (vergleiche Abbildung 2.4)

$$\Delta = n_1 \cdot (\overline{AB} + \overline{BC}) - \overline{AD} \quad (2.17)$$

$$= 2d_1 \cdot n_1 \sin \theta \quad (2.18)$$

Dabei kann die Schichtdicke des Substrats als unendlich angenommen werden, da sie wesentlich größer als die Eindringtiefe von Röntgenstrahlung ist.

Beträgt der Gangunterschied ein Vielfaches der Wellenlänge  $\lambda$  so interferieren die Teilstrahlen konstruktiv, und die Intensität weist ein Maximum auf. Der Abstand zweier Maxima ergibt sich dann unter der Näherung  $\sin \theta \approx \theta$  zu

$$\Delta\theta = \frac{\lambda}{2n_1 \cdot d_1} \quad . \quad (2.19)$$

## 2.2.2 Experimenteller Aufbau

Die Reflexionsmessungen werden am Messplatz *RöWi* (Beamline W1) am *HASYLAB* durchgeführt. Hochenergetische Positronen im Speichering *DORIS* werden mit Hilfe von *Wiggeln* zum Strahlen angeregt. Die Teilchen durchlaufen hierbei ein magnetisches Wechselfeld und beschreiben dabei eine sinusförmige Bahn. Hier geben sie weißes Röntgenlicht ab, aus dem die gewünschte Wellenlänge mit einem Doppelkristallmonochromator selektiert wird. Nun steht monochromatisches Röntgenlicht hoher Intensität und geringer Divergenz zur Verfügung. Die Messungen dieser Arbeit werden mit einer Wellenlänge von  $1,18 \text{ \AA}$  (entspricht einer Energie der Photonen von  $10,5 \text{ keV}$ ) durchgeführt. Sie ist eine Größenordnung kleiner als die zu untersuchenden Schichtsysteme, wodurch eine genaue Auswertung gewährleistet werden kann.

## 2.3 Rasterkraftmikroskopie

### 2.3.1 Theoretische Grundlagen

Die *Rasterkraftmikroskopie* (englisch: *Atomic Force Microscope: AFM*) stellt ein Teilgebiet der *Rastersondenmikroskopie* dar. Bei der durch BINNING und ROHRER begründeten Rastersondenmikroskopie wird die Probenoberfläche mit Hilfe einer Sonde, die durch Piezokristalle im Nanometerbereich bewegt wird, Punkt für Punkt abgerastert. Aus den Wechselwirkungen der Sonde mit der Oberfläche sowie deren Position ergibt sich ein mikroskopisches Abbild der Probe. Je nach verwendetem Verfahren lassen sich Aussagen über die Topographie (AFM, Rastertunnelmikroskopie), die Reibungskräfte (AFM) oder auch die magnetische Struktur (Magnetkraftmikroskopie) gewinnen.

Ein Rasterkraftmikroskop [6] besteht aus einer Blattfeder (*Cantilever*) mit einer geätzten Spitze, die mit Piezokristallen geführt wird. Mit einem Laserstrahl, der an der Oberseite des Cantilevers reflektiert wird, sowie einer 4-Quadrantendiode lässt sich die Biegung und die Torsion der Blattfeder detektieren. Alternativ ließe sich die Auslenkung auch über Kapazitäten oder interferometrisch bestimmen, wodurch jedoch die Informationen über die Torsion verloren gehen würden.

Bei der Rasterkraftmikroskopie wirken langreichweitige attraktive (zum Beispiel VAN-DEER-WAALS-Kräfte), sowie kurzreichweitige repulsive Kräfte zwischen Spitze und Probe. VAN-DEER-WAALS-Kräfte beruhen auf induzierten Dipolen, die folgendes Potential unter Annahme punktförmiger Dipole erzeugen

$$E_{VDW}(z) = -\frac{A}{z^6} \quad . \quad (2.20)$$

Ist der Abstand zwischen Spitze und Probe stark verkleinert, so stoßen sich die Elektronen aufgrund des PAULI-Verbotes ab. Auch nimmt die effektive Abschirmung der Atomkerne ab, so dass die COULOMB-Abstoßung hinzukommt. Das repulsive Potential beträgt

$$E_{rep}(z) = +\frac{B}{z^{12}} \quad . \quad (2.21)$$

Unter der Annahme einer punktförmigen Probe und Spitze lässt sich das Potential der Spitze zur Oberfläche durch das LENNARD-JONES-Potential beschreiben

$$E(z) = \frac{A}{z^{12}} - \frac{B}{z^6} \quad . \quad (2.22)$$

Für Messungen unter Umgebungsbedingungen kommen weitere Terme hinzu. Da jede Metallbeziehungsweise Glasoberfläche mit einem Wasserfilm überzogen ist, wirken zusätzliche attraktive Kapillarkräfte zwischen Spitze und Probe.

AFM-Messungen können in zwei verschiedenen Modi vorgenommen werden: dem *Kontaktmodus* (*contact mode*), sowie dem *dynamischen Modus* (*non contact mode*). Beim *Kontaktmodus* berührt die Spitze die Probe, wobei der Cantilever gebogen wird. Beim Rastern folgt die Spitze der Probenoberfläche, wodurch sie sich absenkt beziehungsweise anhebt. Auch wirken laterale Kräfte auf die Spitze, die eine Torsion des Cantilevers bewirken. Die Biegung und Torsion des Cantilevers wird mittels eines reflektierten Laserstrahls und einer 4-Quadrantendiode detektiert (Abbildung 2.5). Nun wird der Cantilever mit Piezokristallen der Oberfläche nachgeführt, wodurch die ursprüngliche Biegung wieder hergestellt wird. Unter der Voraussetzung, dass die an den Piezokristallen angelegte Spannung proportional zur Längenänderung der Kristalle ist, ergibt sich daraus das Höhenprofil der Probe.

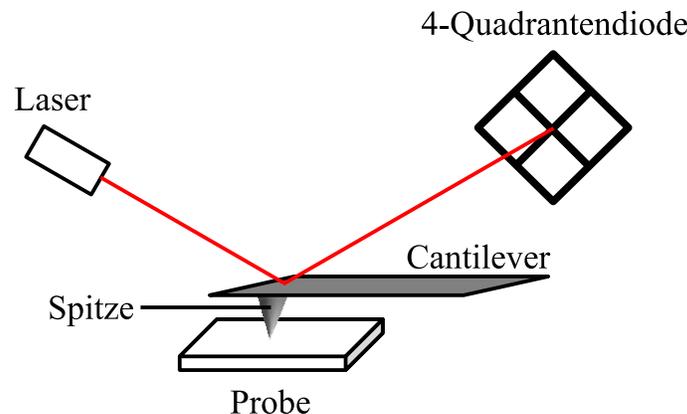


Abbildung 2.5: AFM - Abrastern einer Probe im Kontaktmodus. Die Biegung des Cantilevers wird mit einem Laser und einer 4-Quadrantendiode detektiert.

Die zweite Messmethode ist der *Dynamische Modus*. Dabei wird der Cantilever über einen weiteren Piezokristall zu Schwingungen nahe der Resonanzfrequenz angeregt. Wird der Cantilever der Probe angenähert, so wirkt auf ihn das LENNARD-JONES-Potential (Gleichung 2.22) und seine Resonanzfrequenz ändert sich. Ebenso verändert sich die Amplitude der Cantileverschwingung, sowie die Phase zwischen Anregungs- und Antwortschwingung. Ähnlich

wie beim Kontaktmodus wird beim dynamischen Modus der Cantilever der Probenoberfläche nachgeführt, nur dass hier nicht die Biegung der Blattfeder betrachtet wird, sondern die oben genannten Parameter.

Der dynamische Modus findet vorwiegend im Vakuum Verwendung. Unter Umgebungsbedingungen hat sich der *Tapping Mode* bewährt, der dem dynamischen Modus ähnlich ist. Hierbei wird die Blattfeder in Schwingungen versetzt, jedoch berührt die Spitze im unteren Umkehrpunkt die Probe kurz. Beim Rastern der Probe erfolgt die Höhenführung des Cantilevers über die Schwingungsamplitude.

### 2.3.2 Experimenteller Aufbau

Für die Untersuchungen an Luft steht ein „*Quesant Q-Scope 250 - Wide-Scan*“ zur Verfügung. Es zeichnet sich durch seinen großen Scanbereich von  $200 \times 200 \mu\text{m}$  aus und erlaubt Messungen sowohl im dynamischen Modus, als auch im Kontaktmodus. Um das Gerät von Gebäudeschwingungen zu entkoppeln, befindet es sich auf einem schwingungsgedämpften Tisch.

Des Weiteren werden Messungen mit einem „*easyScan E-AFM*“ der Firma Nanosurf unternommen. Mit ihm lassen sich im Kontaktmodus Bereiche von  $78 \times 78 \mu\text{m}$  abrastern. Dieses Gerät ist ebenfalls gedämpft aufgebaut und lässt sich zudem noch mit einem Schallschutzkasten abdecken.

## 2.4 Magnetische Charakterisierung

Grundvoraussetzung für die magnetische Charakterisierung ist das Verständnis des Ferromagnetismus (Abschnitt 2.4.1) sowie welche Einflüsse auf die Magnetisierung einer Probe einwirken (Abschnitt 2.4.2). Des Weiteren wird die Magnetisierung mit dem magnetooptischen KERR-Effekt bestimmt (Abschnitt 2.4.3).

### 2.4.1 Magnetismus

Ferromagnetismus beruht bei den 3d-Übergangsmetallen auf den magnetischen Momenten der Elektronen der 3d-Bänder. Die Gesamtwellenfunktion dieser Elektronen setzt sich aus einem Orts- und einem Spinanteil zusammen und ist aufgrund der Tatsache, dass Elektronen Fermionen sind, antisymmetrisch. Das bedeutet, dass entweder der Ortsanteil antisymmetrisch und der Spinanteil symmetrisch ist, oder umgekehrt. Die Elemente Scandium bis Mangan beispielsweise genügen dem PAULI-Prinzip, indem die Spins antiparallel ausgerichtet sind und der Ortsanteil der Gesamtwellenfunktion symmetrisch ist. Bei den Elementen Eisen, Cobalt und Nickel ist der Ortsanteil antisymmetrisch. Dadurch sind die Elektronen weiter voneinander entfernt, sodass deren COULOMB-Abstoßung geringer ist. Der Energiegewinn aus der potentiellen Energie ist dabei größer als die Energie, die für die magnetischen Momente aufgrund der Parallelstellung der Spins aufgebracht werden muss.

### 2.4.2 Magnetische Anisotropie

Die Ausrichtung des magnetischen Moments einer Probe ist nicht isotrop. Spin–Bahn–Kopplung sowie dipolare Wechselwirkungen der Elektronen führen zu Vorzugsrichtungen der Magnetisierung [7]. Richtungen, in denen die freie Energie gering ist, werden von der Magnetisierung bevorzugt und *magnetisch leichte Richtungen* genannt. Orientierungen, in denen die freie Energie besonders hoch ist, heißen *magnetisch schwere Richtungen*. Im Folgenden sind nun einige Anisotropien näher erläutert.

#### Formanisotropie

Der Anisotropiebeitrag aufgrund der Probenform beruht auf langreichweitigen Dipol–Dipol–Wechselwirkungen. Das dipolare Feld basiert dabei auf lokalisierten Dipolen an den Grenzflächen der Probe. Während es für eine kugelförmige Probe keine Anisotropie aufgrund der Form gibt, favorisiert die Formanisotropie bei sehr dünnen Schichten eine Magnetisierung parallel zur Oberfläche (*in-plane*).

Die Formanisotropie lässt sich in zwei Terme aufspalten, einem Volumen– und einem Grenzflächenanteil. Jedoch ist die dipolare Grenzflächenanisotropie sehr gering im Vergleich zu anderen Beiträgen und kann daher vernachlässigt werden [7].

#### Kristallanisotropie

Die Kristallanisotropie ist in der Spin–Bahn–Kopplung der Elektronen begründet. Für verschiedene Kristallachsen weist sie unterschiedlich hohe Beiträge zur freien Energie auf.

Im Volumen ist aufgrund der Kristallanisotropie bei kristallinem Cobalt die c-Achse die bevorzugte Richtung der Magnetisierung, allerdings können weitere Beiträge zur freien Energie eine andere Magnetisierung veranlassen.

An Grenzflächen ist die Kristallsymmetrie geringer als im Volumen, was zu weiteren Anteilen der Kristallanisotropie führt. Dieser Spin–Bahn–bedingte Anteil der Grenzflächenanisotropie begünstigt bei dünnen Proben eine Magnetisierung senkrecht zur Oberfläche (*out-of-plane*) und parallel zur c-Achse.

#### Volumenanisotropie gegen Grenzflächenanisotropie

Die Volumenanisotropie, welche hauptsächlich durch die Formanisotropie bedingt ist, bevorzugt eine Magnetisierung parallel zur Oberfläche. Hingegen favorisiert die kristalline Grenzflächenanisotropie die senkrechte Richtung hierzu (bei Cobalt parallel zur c-Achse). Bei dickeren Schichten überwiegt der Volumenanteil die Grenzflächenanisotropie, sodass eine *in-plane* Magnetisierung vorliegt. Mit abnehmender Schichtdicke wächst jedoch der Einfluss der Grenzflächen, sodass ab einer Schichtdicke von etwa 1 nm die Magnetisierung *out-of-plane* liegt [7].

### 2.4.3 Magnetooptischer KERR-Effekt

Der magnetooptische KERR-Effekt (MOKE) wurde 1876 von John KERR entdeckt und beschreibt eine Änderung der Polarisation von Licht, welches an einer magnetisierten Probe reflektiert wird. Hierbei kann linear polarisiertes Licht elliptisch polarisiert werden, sowie die Polarisationssebene um den KERR-Winkel  $\theta_K$  gedreht werden.

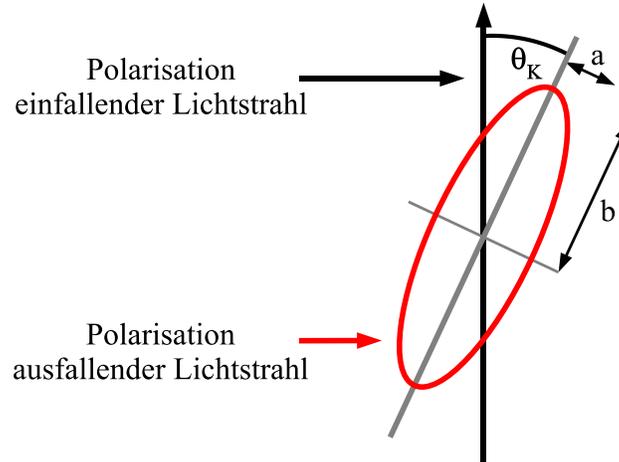


Abbildung 2.6: LMOKE: Linear polarisiertes Licht wird elliptisch polarisiert sowie die Polarisationssebene um den KERR-Winkel  $\theta_K$  gedreht. Dabei sind  $a$  und  $b$  die Halbachsen der Ellipse.

Die Auswirkungen des magnetooptischen KERR-Effekts hängen dabei von der Ausrichtung des Lichtstrahls, sowie der Magnetisierung der Probe ab. Dabei lassen sich drei Fälle unterscheiden (Abbildung 2.7): polarer MOKE (PMOKE), longitudinaler MOKE (LMOKE) und transversaler MOKE (TMOKE).

- Beim **polaren MOKE** ist die Magnetisierung senkrecht zur Probenoberfläche und parallel zur Einfallsebene des Lichtes. Hierdurch wird linear polarisiertes Licht in elliptisch polarisiertes umgewandelt und eine Drehung der Polarisationssebene ist nachweisbar.
- Ist die Magnetisierung parallel zur Probenoberfläche und zur Einfallsebene des Lichtstrahls, so liegt der **longitudinale MOKE** vor. Hierdurch wird wie beim PMOKE linear polarisiertes Licht in elliptisch polarisiertes umgewandelt sowie die Polarisationssebene gedreht (Abbildung 2.6).
- Beim **transversalen MOKE** liegt die Magnetisierung wie beim LMOKE parallel zur Probenoberfläche. Allerdings ist sie senkrecht zur Einfallsebene des Lichts ausgerichtet. Bei diesem Effekt tritt keine Drehung der Polarisationssebene auf, sondern nur eine Änderung der Intensität des reflektierten Strahls.

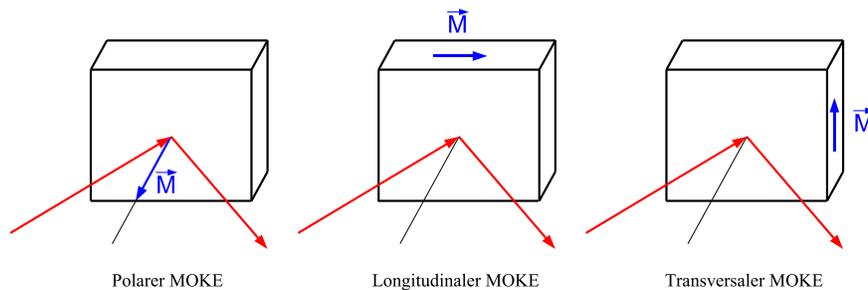


Abbildung 2.7: Geometrien des magnetooptischen KERR-Effekts.

Aus der klassischen und der quantenmechanischen Herleitung des MOKE ergibt sich die Proportionalität zwischen der Drehung der Polarisationssebene sowie der Elliptizität und der Magnetisierung der Probe

$$\theta_K \propto M \quad \text{und} \quad (2.23)$$

$$e_K \propto M \quad . \quad (2.24)$$

Dies ist in [8] für den polaren MOKE gezeigt. Dabei beschreibt  $\theta_K$  den KERR-Winkel, also die Drehung der Polarisationssebene, und  $e_K$  die Form der elliptischen Polarisation. Die Elliptizität  $e_K$  ist dabei gegeben durch das Verhältnis der beiden Halbachsen

$$e_K = \frac{a}{b} \quad . \quad (2.25)$$

#### 2.4.4 Magnetisierung der Probe in einem externen magnetischen Feld

Die Magnetisierung einer Probe, die sich in einem äußeren Magnetfeld befindet, wird in dieser Arbeit mit dem longitudinalen magnetooptischen KERR-Effekt untersucht. Dabei aufgenommene Magnetisierungskurven beschreiben die Form einer Hysterese (Abbildung 2.8).

Zunächst befindet sich die Probe in einem starken magnetischen Feld und ihre Magnetisierung ist gesättigt ( $M_{Sat}$ ). Dies bedeutet, dass alle magnetischen Momente der Probe ausgerichtet sind und ein weiteres Erhöhen des externen Magnetfeldes zu keiner weiteren Erhöhung der Magnetisierung führt. Reduziert man nun die Magnetfeldstärke, so bilden sich Domänen aus, und die Gesamtmagnetisierung verringert sich oder dreht sich in eine leichtere Richtung. Die Restmagnetisierung bei abgeschaltetem Magnetfeld nennt man dabei Remanenz ( $M_R$ ). Ein Anlegen eines entgegengesetzten magnetischen Feldes bewirkt eine weitere Verminderung der Magnetisierung parallel zur Einfallsebene des Lichts. Die Feldstärke, bei der die Magnetisierung null ist, heißt Koerzitivfeld ( $H_C$ ). Ein weiteres Erhöhen des externen Feldes bewirkt dann, dass die Magnetisierung wieder gesättigt wird.

Die Form der Magnetisierungskurve hängt dabei entscheidend von den Vorzugsrichtungen der Magnetisierung ab. Wird die Probe in eine leichte Richtung magnetisiert, so bleibt die Magnetisierung weitestgehend auch bei abgeschaltetem externen Feld erhalten und es liegt eine große Remanenz vor. Eine leichte Magnetisierungsrichtung bewirkt einen relativ kantigen Verlauf der Magnetisierungskurve. Befindet sich die Magnetisierung stattdessen in einer schweren Richtung, so ist die Remanenz klein. Der Verlauf der Magnetisierungskurve ist hierbei abgerundeter (Abbildung 2.9).

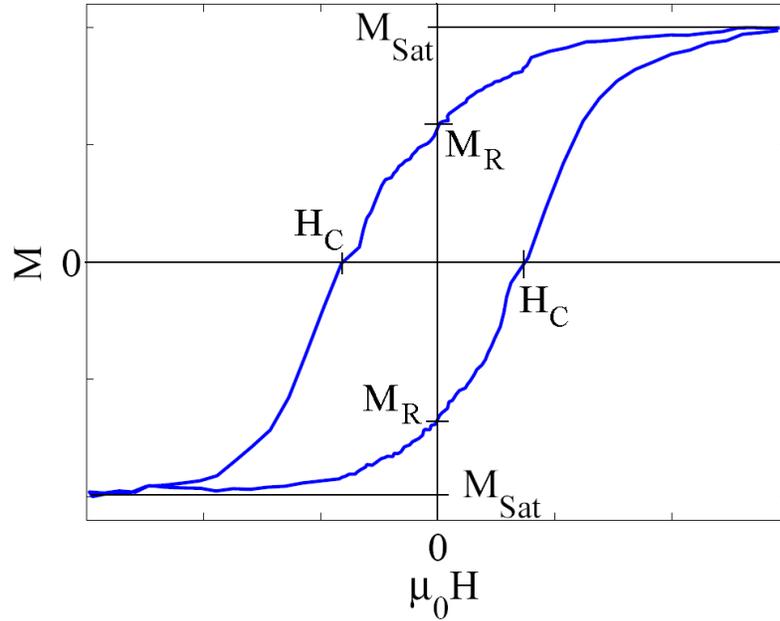


Abbildung 2.8: Magnetisierungskurve einer Probe im äußeren magnetischen Feld: Eingezeichnet sind die Sättigungsmagnetisierung  $M_{Sat}$ , die Remanenz  $M_R$  sowie das Koerzitivfeld  $H_C$ .

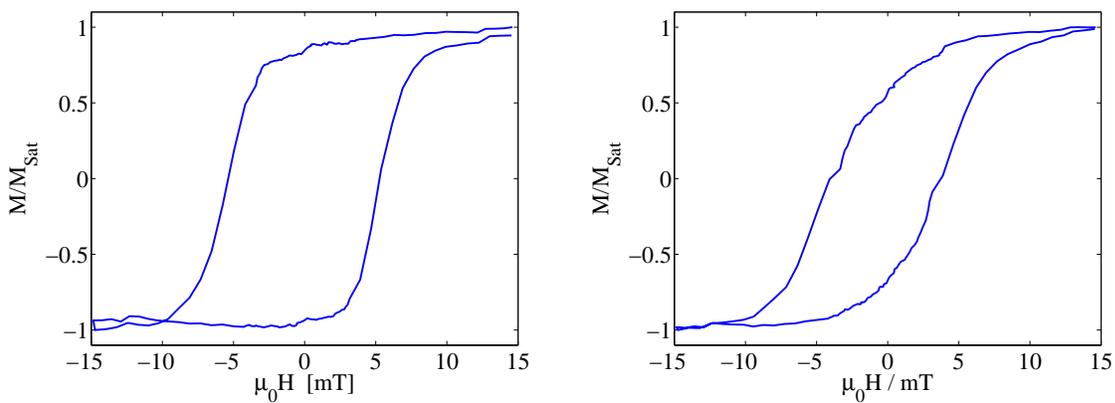


Abbildung 2.9: Darstellung einer Magnetisierungskurve für eine leichte Richtung (links), sowie für eine schwere Richtung (rechts).

### 2.4.5 Experimenteller Aufbau

Als Lichtquelle wird ein HeNe-Laser verwendet, der vorpolarisiertes Licht der Wellenlänge 632,8 nm abgibt (Abbildung 2.10). Mit einem  $\lambda/2$ -Plättchen sowie einem Polarisator lässt sich die Polarisation und die Intensität des Lichtstrahles einstellen. Bei den Versuchen dieser Arbeit wird linear polarisiertes Licht verwendet, dessen Polarisationsebene senkrecht zur Einfallsebene liegt.

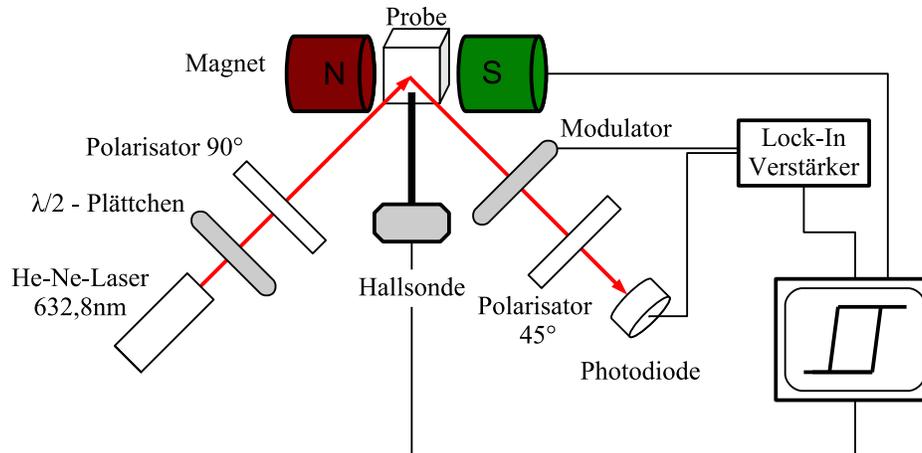


Abbildung 2.10: Experimenteller Aufbau zur Messung des longitudinalen MOKE.

Der Lichtstrahl trifft in einem Winkel von etwa  $50^\circ$  auf die Probe, da so ein besonders stark ausgeprägter magnetooptischer KERR-Effekt erwartet wird [9]. Die Probe befindet sich zwischen zwei Polschuhen eines Elektromagneten, dessen Spulenstrom mit einem Computer gesteuert werden kann. Das Magnetfeld verläuft parallel zur Probenoberfläche sowie zur Einfallsebene des Lichtes. Die Feldstärke wird mit einer HALL-Sonde bestimmt .

Das reflektierte Licht besitzt eine elliptische Polarisation, deren Polarisationsebene gegenüber dem einfallenden Strahl gedreht ist. Der Anteil des elektrischen Wechselfeldes, welches parallel zur Einfallsebene liegt, wird mit 50 kHz moduliert. Danach durchläuft der Lichtstrahl einen  $45^\circ$ -Polarisator und wird in einer Diode detektiert. Um störende Einflüsse wie Umgebungslicht zu reduzieren, ist die Diode mit einem Interferenzfilter versehen.

Dabei entspricht das mit 50 kHz modulierte Signal der KERR-Elliptizität  $e_K$  und das mit 100 kHz modulierte dem KERR-Winkel  $\theta_K$ . Weitere Informationen zum Aufbau lassen sich in [10] finden.



# Kapitel 3

## Experimentelles

Im Rahmen dieser Arbeit werden Proben (Cobalt auf Glas) unterschiedlicher Schichtdicke mittels Molekularstrahlepitaxie hergestellt und bezüglich ihrer Schichtdicke, Topographie und ihres magnetischen Verhaltens untersucht. Die Präparation der Proben wird in Abschnitt 3.1 beschrieben. Dabei erfolgt die Messung der Aufdampftrate, aus der sich die Schichtdicke bestimmen lässt, mit einer Quarzwaage. Das Verhältnis der Schichtdicken der unterschiedlichen Proben wird in Abschnitt 3.2 über Transmissionsmessungen ermittelt und die absolute Schichtdicke wird mit Röntgenreflektometrie (Abschnitt 3.3) verifiziert. Aus Rasterkraftmessungen (vergleiche Abschnitt 3.4) wird ein mikroskopisches Abbild der Probenoberfläche erstellt. Die magnetischen Eigenschaften werden schließlich in Abschnitt 3.5 mittels des magnetooptischen KERR-Effekts untersucht.

### 3.1 Probenherstellung

Zur Erzeugung ultradünner Schichten haben sich in der Praxis mehrere Verfahren bewährt, wovon einige exemplarisch in Abschnitt 3.1.1 erläutert werden. Die in dieser Arbeit verwendete Technik der Molekularstrahlepitaxie erfolgt im Vakuum, dessen Erzeugung in Abschnitt 3.1.2 beschrieben wird. Der Aufbau der Depositionskammer findet sich in Abschnitt 3.1.3. Des Weiteren wird das Schichtwachstum betrachtet (Abschnitt 3.1.4), sowie das System Cobalt auf Glas vorgestellt. Anschließend wird die Herstellung der Proben in Abschnitt 3.1.5 beschrieben.

#### 3.1.1 Methoden zur Erzeugung dünner Schichten

Um eine homogene Schicht eines Adsorbats auf ein Substrat aufzubringen haben sich in der Praxis – abhängig von Material, Wachstumsgeschwindigkeit und Schichtdicke – verschiedene Verfahren bewährt.

Die **Molekularstrahlepitaxie** (*molecular beam epitaxy* = MBE) wird vor allem in der Forschung angewendet, da sie einen einfachen Aufbau und eine große Materialvielfalt bietet. Die Schichtherstellung kann dabei so genau erfolgen, dass auch Legierungen hergestellt werden können.

Bei der MBE wird das Verdampfungsgut bis zur Sublimation erhitzt. Die Ausbreitung des Materials wird mittels Blenden begrenzt, wodurch ein gerichteter Teilchenstrahl entsteht. Dieser

Strahl, in dem keine Wechselwirkung zwischen den Teilchen stattfindet, ist auf die Probe gerichtet, auf der das Material kondensiert.

Ein Verfahren, das aufgrund seiner hohen Wachstumsraten bevorzugt in der Industrie Anwendung findet, ist die **Gasphasenepitaxie** (*chemical vapour deposition* = CVD). Ein erhitztes Substrat befindet sich hierbei in einer Atmosphäre aus Prozessgas, in dem das Adsorptiv chemisch gebunden vorliegt. Das Prozessgas zerfällt an der Substratoberfläche, und setzt das Adsorptiv frei. Die Überreste des Gases werden abgepumpt.

Ein weiteres Verfahren, welches hohe Wachstumsraten verspricht, ist die **Sputterdeposition**. Ein inertes Gas, wie zum Beispiel Argon, wird dabei ionisiert und auf das zu deponierende Material geschossen. Dieses zerstäubt dabei zu größeren Clustern, die sich auf dem Substrat absetzen.

In dieser Arbeit werden Proben mit einer zur Verfügung stehenden MBE–Apparatur hergestellt, da sie ein gezieltes Wachstum der nur wenige Nanometer dicken Schichten zulässt. Dabei erfolgt die Deposition im Vakuum, dessen Erzeugung im nächsten Abschnitt beschrieben wird.

### 3.1.2 Vakuumtechnik

Die Schichtherstellung mittels Molekularstrahlepitaxie erfolgt im Ultrahochvakuum (UHV:  $10^{-11}$  bis  $10^{-7}$  mbar). Folgt man [11], ist nur hierdurch eine von Fremdatomen freie Schichtherstellung gewährleistet. Dies wird offensichtlich, wenn man die Stöße von Restgasteilchen mit der Probenoberfläche betrachtet: Bei einem Druck von  $10^{-6}$  mbar treffen in einer Sekunde  $10^{15}$  Teilchen auf eine Probenoberfläche von  $1\text{ cm}^2$ . Würde jedes Teilchen haften bleiben, so wäre innerhalb einer Sekunde die gesamte Probenoberfläche mit einer atomaren Schicht Fremdatomen bedeckt. So weist Kohlenmonoxid beispielsweise einen Haftkoeffizienten von fast eins auf. Da die Schichtherstellung mittels MBE durchaus mehrere Stunden dauern kann, ist der Kammerdruck entsprechend geringer zu wählen.

#### Vakuumerzeugung

Der Druckbereich der Vakuumkammer liegt bis zu 13 Größenordnungen unter dem Normaldruck, weshalb man mit einer Pumpe allein kein Ultrahochvakuum erzeugen kann. Daher wird zunächst mit einer Drehschieberpumpe ein Vorvakuum von etwa  $10^{-3}$  mbar erzeugt und anschließend mit einer Turbopumpe, auch Turbomolekularpumpe genannt, zwischen Kammer und Drehschieberpumpe der Druck bis in den UHV–Bereich gesenkt. Ebenso können Titansublimator- und Ionengetterpumpen zur weiteren Druckminderung zum Einsatz kommen. Der Druckbereich der einzelnen Pumpen ist in Abbildung 3.1 dargestellt.

Die Funktionsweisen der in dieser Arbeit verwendeten Drehschieber- sowie Turbopumpe werden im Folgenden beschrieben. In der **Drehschieberpumpe** befindet sich eine Walze, die an einer Stelle die Innenwand berührt (Abbildung 3.2a). In dieser Walze sind Schieber eingelassen, die bei der Drehbewegung der Walze stets die Innenwand berühren, und so den Raum in mehrere Kammern unterteilen. Durch die Rotation des Zylinders wird das Gas komprimiert und der Umgebung zugeführt. Mit dieser Funktionsweise lässt sich der Druck nur auf  $10^{-3}$  mbar senken.

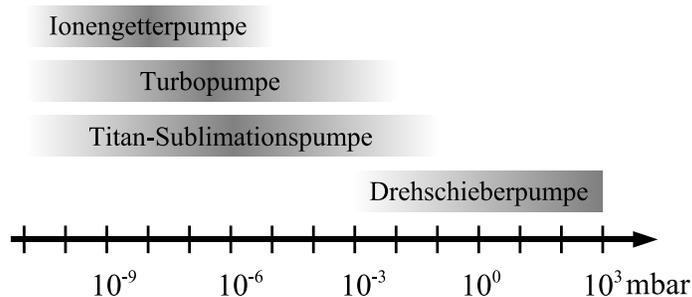


Abbildung 3.1: Arbeitsdruck verschiedener Pumpen (Druckbereiche entnommen aus [11]).

Die **Turbopumpe** arbeitet in einem Druckbereich von  $10^{-11}$  bis  $10^{-2}$  mbar und besteht aus einer Turbine, die mit 10.000 bis 100.000 Umdrehungen pro Minute rotiert (Abbildung 3.2b). Dabei liegt die Geschwindigkeit der Schaufelräder in derselben Größenordnung wie die mittlere thermische Geschwindigkeit der Restgasatome. Stoßen die Lamellen mit ihnen zusammen, so erhalten die Restgasatome einen zusätzlichen Impuls in Richtung der Vorpumpe und gelangen ins Vorvakuum. Der Umstand, dass die Schaufelräder eine ähnliche Geschwindigkeit wie die Restgasteilchen haben müssen, erklärt die schlechten Saugleistungen der Turbopumpe bei leichten Teilchen wie Wasserstoff und Helium. Diese Elemente besitzen aufgrund ihrer geringen Masse eine besonders hohe thermische Geschwindigkeit und erhalten bei Stößen mit den Lamellen nur einen kleinen Impuls, der nicht zum Verlassen der Kammer ausreicht.

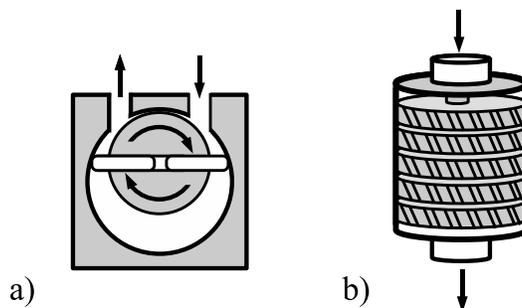


Abbildung 3.2: Funktionsweise a) einer Drehschieberpumpe, sowie b) einer Turbopumpe.

Neben leistungsstarken Pumpen ist die Beschaffenheit der Vakuunkammer von großer Bedeutung. Sie sollte keine Lecks aufweisen und besteht aus Materialien, deren Dampfdruck wesentlich kleiner als der Betriebsdruck der Kammer ist. Auf diese Weise können keine Teilchen desorbieren. Die Kammer besteht aus Edelstahl. Komponenten, die während des Betriebs geheizt werden, wie zum Beispiel Verdampfer oder Probenhalter, weisen einen noch geringeren Dampfdruck auf, oder müssen gekühlt werden. Geeignete Materialien mit besonders niedrigem Dampfdruck sind unter anderem Tantal, Wolfram sowie diverse Keramiken.

Beim Öffnen der Kammer ist darauf zu achten, dass keine niedersiedenden Verunreinigungen in sie gelangen. Insbesondere bildet sich auf Metall- und Glasoberflächen ein Wasserfilm, der beim späteren Abpumpen der Kammer sukzessiv verdampft. Deshalb wird die Kammer mit reinem Stickstoff geflutet, da der Wassergehalt der Umgebungsluft zu hoch wäre. Gelangen dennoch Verunreinigungen in sie hinein, was insbesondere bei längeren Wartungen der Fall

ist, muss die gesamte Kammer für mehrere Tage auf 130 bis 200°C erhitzt werden (*back-out*). Durch die höhere Temperatur verdampfen die Verunreinigungen schneller und können aus der Kammer entfernt werden. Wenn die Temperatur der Kammer wieder auf Raumtemperatur abgekühlt wurde, resultiert aus der nun geringeren Depositionsrates ein niedrigerer Druck.

### Druckmessung

Die Druckkontrolle der Vakuumkammer erfolgt in der Regel mit mehreren Druckmessröhren. Druckbereiche von  $10^{-3}$  bis  $10^3$  mbar werden mit einem PIRANI-Manometer abgedeckt, bei dem ein Metalldraht mit einer konstanten Leistung geheizt wird. Gasteilchen, die mit dem Draht zusammenstoßen, entziehen ihm dabei Wärmeenergie. Daraus ergibt sich ein vom Druck abhängiger, temperaturbedingter Widerstand des Drahtes, der sich in einer WHEATSTONE'schen-Brücke bestimmen lässt (Abbildung 3.3a).

Die Druckmessröhre nach BAYARD-ALPERT beruht auf der Ionisation von Restgasatomen und deckt den Druckbereich von  $10^{-10}$  bis  $10^{-4}$  mbar ab. Ein Filament setzt Elektronen frei, die auf eine käfigförmige Anode beschleunigt werden. Sie treten in den Käfig ein, ionisieren das dort befindliche Restgas und werden zurück auf die Anode gezogen. Die Restgaskationen werden von einem Kollektor angezogen und dort entladen (Abbildung 3.3b). Der dabei entstehende Strom ist ein Maß für den Druck.

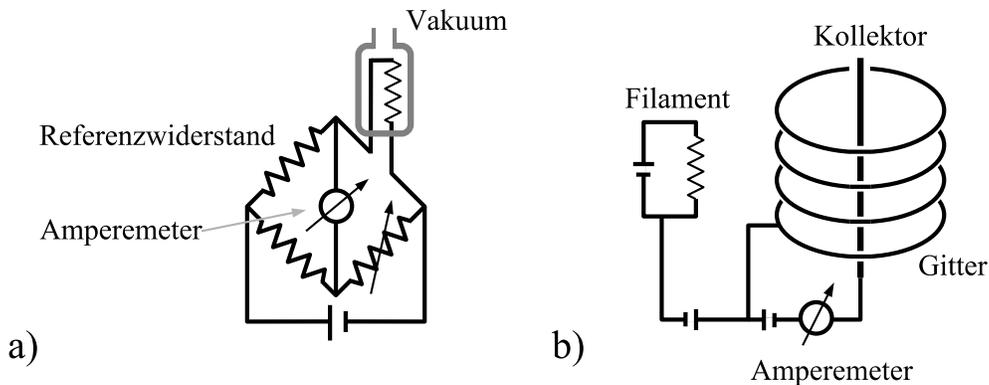


Abbildung 3.3: Funktionsweise a) einer PIRANI- und b) einer BAYARD-ALPERT-Messröhre.

Die untere Grenze des Druckbereichs der BAYARD-ALPERT-Messröhre liegt bei  $10^{-10}$  mbar, da das Heißfilament neben Elektronen auch Licht emittiert. Gelangt dieses auf den Kollektor, so können dort Photoelektronen ausgelöst werden, wodurch ein zusätzlicher Strom entsteht. Um diesen Effekt so gering wie möglich zu halten, ist der Kollektor als Draht ausgeführt. Weitere Modifikationen bestehen darin, dass keine Sichtverbindung zwischen Kollektor und Filament besteht (Extraktorröhre), oder dass ein kaltes Filament verwendet wird, aus dem die Elektronen bei angelegten hohen Feldern tunneln (Kaltkathodenionisationsröhre:  $10^{-12}$  bis  $10^{-2}$  mbar).

Eine weitere Möglichkeit den Druck zu bestimmen, ist die Massenspektroskopie. Das Restgas wird ionisiert und in einem Selektionsfeld nach Massen getrennt. Mit einem Sekundärelektronenvervielfacher (SEV) wird dann der Partialdruck zu den jeweiligen Massen bestimmt.

### 3.1.3 Experimenteller Aufbau

#### Aufbau der Vakuumkammer

Das Vakuum in der Kammer ( $p < 1 \cdot 10^{-6}$  mbar) wird über ein zweistufiges Pumpensystem aus Drehschieber- und Turbopumpe erreicht (Abbildung 3.4). Dabei erfolgt die Druckkontrolle mit einer PIRANI- sowie einer BAYARD-ALPERT-Druckmessröhre. Zur Deposition steht ein Elektronenstoßverdampfer zur Verfügung, der das Substrat im beheizbaren Probenhalter bedampft. Die Bestimmung der Depositionsrates erfolgt mit einer Quarzwaage.

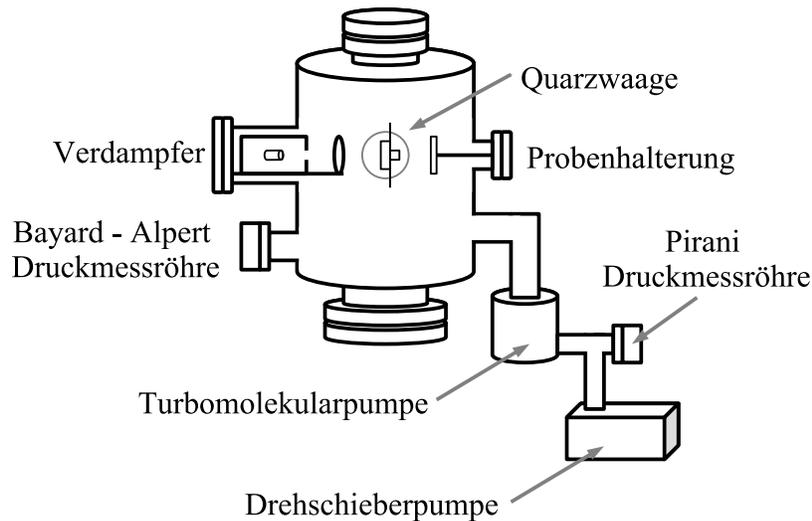


Abbildung 3.4: Aufbau der UHV-Kammer.

#### Aufbau des Verdampfers

Das Verdampfergut liegt als Block ( $5 \times 13$  mm) in einer wassergekühlten Kupferkammer vor (Abbildung 3.5). Befestigt ist der Block mit einem Wolframdraht, an dem eine Hochspannung von 1000 V liegt. Ebenfalls in der Kammer befindet sich ein stromdurchflossener (etwa 2 A) Wolframdraht mit dem Durchmesser von 0,125 mm. Dieser emittiert Elektronen, die auf den Block beschleunigt werden. Dort geben sie ihre kinetische Energie als Wärmeenergie an das Verdampfergut ab. Die Ausbreitung des sublimierenden Materials wird durch Blenden begrenzt, so dass ein Teilchenstrahl entsteht. Dieser kann mit einem beweglichem Blech (*Shutter*) unterbrochen werden.

#### Aufbau Probenhalterung

Die Probenhalterung erlaubt ein Erhitzen von elektrisch leitenden, sowie nichtleitenden Proben. Die Erwärmung erfolgt mit einem Flächenfilament, welches die Probe bei 70 W Lichtleistung auf  $170^\circ\text{C}$  erhitzen kann (Abbildung 3.6). Die Temperaturkontrolle erfolgt mit einem Thermoelement *Type K*. Hierbei handelt es sich um zwei Drähte (Nickel/Chrom und Nickel/Aluminium) die sich an der zu beheizenden Stelle berühren.

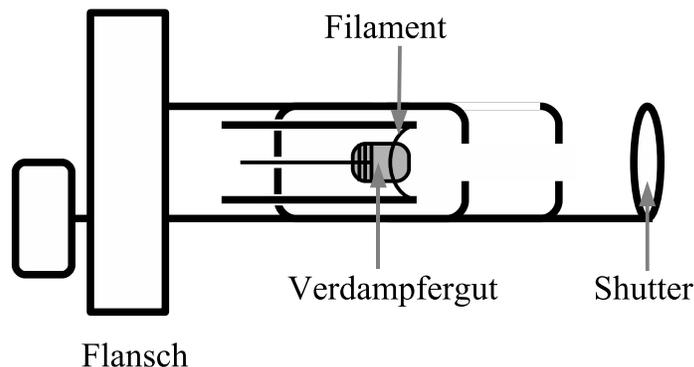


Abbildung 3.5: Aufbau des Verdampfers.

Um eine Desorption von Gasparkeln von der Oberfläche der Komponenten zu unterbinden, bestehen die Klemmen, die die Probe aufnehmen, aus Tantal. Die weiteren Bauteile sind aus Aluminium, Edelstahl oder Kupfer gefertigt.

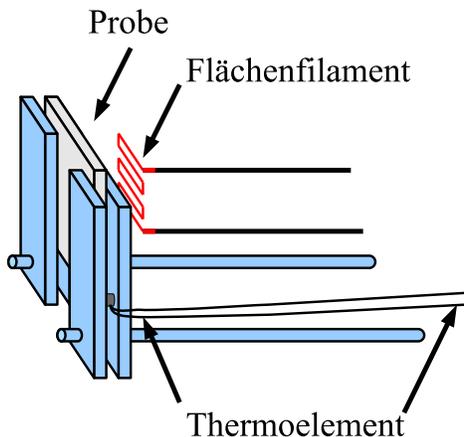


Abbildung 3.6: Aufbau der Probenhalterung.

### 3.1.4 Wachstum dünner Schichten

Die beim Wachstum entstehenden Strukturen lassen sich in einem einfachen Modell durch die Oberflächenenergien vom Substrat ( $\sigma_S$ ), Adsorbat ( $\sigma_A$ ), sowie durch die Grenzflächenenergie ( $\sigma_G$ ) zwischen Substrat und Adsorbat beschreiben. Dabei wird ein thermodynamisches Gleichgewicht vorausgesetzt, das heißt es werden keine Parameter wie beispielsweise die Depositionsrate berücksichtigt. Aus der Differenz der Oberflächenenergien  $\Delta\sigma$  kann man drei Fälle unterscheiden (Abbildung 3.7).

$$\Delta\sigma = \sigma_A + \sigma_G - \sigma_S \quad (3.1)$$

- Beim VOLMER–WEBER–Wachstum ist die Summe von der Oberflächenenergie des Adsorbats und der Grenzflächenenergie größer als die Oberflächenenergie des Substrats ( $\Delta\sigma > 0$ ). Dadurch ist es energetisch ungünstig, das Substrat zu bedecken. Die Folge ist kein lagenweises Wachstum, sondern die Bildung von Tröpfchen beziehungsweise 3D-Inseln auf dem Substrat.
- Beim FRANK–VAN DER MERVE–Wachstum ist die Oberflächenenergie des Substrats größer ( $\Delta\sigma < 0$ ). Dadurch wird Energie beim Bedecken der Substratoberfläche frei. Die Folge ist ein lagenweises Wachstum.
- Beim STRANSKI–KASTRANOV–Wachstum ist zunächst ein Lage–für–Lage–Wachstum energetisch günstig. Mit zunehmender Schichtdicke wird die Grenzflächenenergie zwischen den neu aufgetragenen Schichten aufgrund der Gitterfehlanpassung zwischen Substrat und Adsorbat größer. Ist  $\Delta\sigma$  schließlich größer als null, so bilden sich beim weiteren Schichtwachstum Inseln.

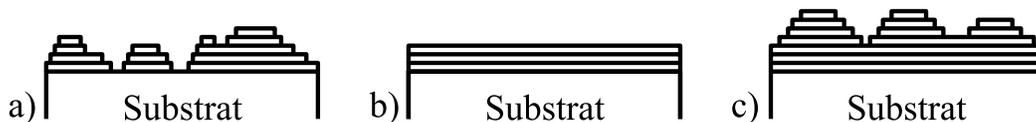


Abbildung 3.7: Schichtwachstum nach (a) VOLMER–WEBER, (b) FRANK–VAN DER MERVE und (c) STRANSKI–KASTRANOV.

### Das System Cobalt auf Glas

Nun soll das Wachstum von Cobalt auf Glas betrachtet werden. Dazu werden zunächst die beiden Komponenten näher erläutert.

Der Hauptbestandteil von **Glas** ist  $\text{SiO}_2$ , wobei das Siliziumatom tetraedisch mit vier Sauerstoffatomen koordiniert ist. Jedoch sind die Tetraeder verzerrt und eine kristalline Fernordnung liegt nicht vor, sodass Glas amorph ist. Da Sauerstoff eine höhere Elektronegativität als Silizium besitzt (O: 3,44 und Si: 1,9 PAULING Skala [12]), sind die Si–O–Bindungen polar, sodass Glasoberflächen unter Umgebungsbedingungen mit einem Wasserfilm überzogen sind.

Es gibt zwei Modifikationen von **Cobalt**: zum einen die hexagonal dichteste Packung (hcp = hexagonal closed packed) und zum anderen die kubisch dichteste Packung (fcc = face centered cubic). Die Kristallparameter (entnommen aus [12]) der hexagonalen Form betragen dabei

$$\begin{aligned} a = b &= 250.71 \text{ pm} \quad \text{und} \\ c &= 406.95 \text{ pm} \quad . \end{aligned}$$

Des Weiteren ist Cobalt durch Passivierung unter Umgebungsbedingungen beständig.

Bei der Deposition von **Cobalt auf Glas** ist ein Inselwachstum energetisch günstig, da die Oberflächenenergie von Cobalt größer ist als die von Glas. Um dennoch eine Benetzung von Glas zu erreichen, muss ein thermodynamisches Gleichgewicht ausgeschlossen sein. Daher wird das Glassubstrat während der Deposition nicht erhitzt, sodass das Adsorbat an der Oberfläche weniger diffundiert. Dabei wird ein polykristallines Wachstum von Cobalt erwartet [13].

### 3.1.5 Probenpräparation

#### Außerhalb des Vakuums

Um ein gleichmäßiges Wachstum der Schichten zu gewährleisten, ist auf eine hohe Reinheit der Probe zu achten. Nicht entfernte Verunreinigungen würden während der Deposition zu Störzentren in der Schicht führen. Daher wird die Probe zunächst mit weichen, fusselreifen Tüchern und Isopropanol abgerieben. Anschließend wird das Glassubstrat mit Isopropanol 20 min im Ultraschallbad gereinigt. Verbleibende Flüssigkeitsreste verdunsten in einem sauberen Stickstoffstrahl.

#### Im Vakuum

Da sich auf Glasoberflächen ein Wasserfilm bildet, soll die Probe vor der Deposition erhitzt werden. Dabei wird ein Flächenfilament verwendet, welches die Probe für 30 min mit 70 W Lichtleistung auf 170°C erwärmt.

Da Cobalt auf Glasoberflächen im thermodynamischen Gleichgewicht bevorzugt Inseln bildet, wird bei Raumtemperatur aufgedampft. Eine höhere Temperatur würde zur vermehrten Diffusion von Cobaltatomen auf der Oberfläche führen und damit das Inselwachstum unterstützen.

Als Depositionsquelle dient ein Elektronenstoßverdampfer. Dabei werden von einem Filament Elektronen freigesetzt, die mit Hochspannung (1000 V) auf das Verdampfergut beschleunigt werden. Sie führen dem Material eine Leistung von circa 27 W zu. Das Cobalt verdampft und kondensiert schließlich auf der Probe.

### 3.1.6 Messung der Verdampferrate

Ein wichtiger Aspekt der Schichtherstellung mittels MBE ist die Bestimmung der Schichtdicke. In-situ Messungen beim kristallinen Lage-für-Lage Wachstum lassen sich mit beugenden Verfahren durchführen. Dabei lässt sich zum Beispiel aus den Intensitätsschwankungen bei RHEED-Messungen (*reflektive high energie electron diffraction*) auf die Schichtdicke schließen. Amorphes Wachstum lässt sich mit Hilfe der Ellipsometrie verfolgen.

In dieser Arbeit erfolgt die in-situ Schichtdickenbestimmung mit einer Quarzwaage, mit der die Depositionsrate bestimmt wird. Hauptbestandteil der Quarzwaage ist ein Schwingquarz, der im elektrischen Wechselfeld zu Resonanzschwingungen angeregt wird, welche von der Quarzmasse abhängen. Wird Material auf dem Quarz deponiert, so nimmt seine Eigenfrequenz linear mit der aufgebrachtten Masse ab. Aus der Frequenzänderung kann somit die Depositionsrate bestimmt werden. Jedoch ist die Resonanzfrequenz von der Temperatur abhängig, sodass die Quarzwaage mit einer Wasserkühlung auf einer konstanten Temperatur gehalten wird.

Vor und nach dem Bedampfen der Probe wird die Quarzwaage in den Teilchenstrahl gefahren. Dabei kondensiert das Cobalt nicht auf der Probe sondern auf dem Schwingquarz und die Depositionsrate wird ermittelt. Diese wird noch durch einen Geometriefaktor (*toolingfactor*), welcher die Abstände von der Verdampferquelle zur Quarzwaage und von der Quelle zur Probe berücksichtigt, korrigiert. Die Bestimmung der Depositionsrate erfolgt mindestens

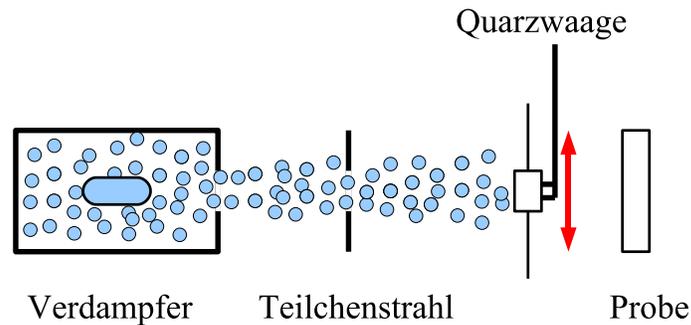


Abbildung 3.8: Bestimmung der Depositionsrates mit einer Quarzwaage, die sich zwischen Probe und Substrat bewegen lässt.

5 min, die Deposition auf die Probe 5 bis 45 min. Bei den dickeren Schichten wird eine weitere Kontrollmessung während der Schichtherstellung durchgeführt.

Die Depositionsrates beträgt 1,1 bis 2,8 Å/min, was einer Wachstumsrate von etwa einer monoatomaren Lage pro Minute entspricht. Da die Depositionsrates insbesondere zu Beginn der Schichtherstellung schwanken, ist eine Schichtdickenbestimmung über die Quarzwaage nur begrenzt möglich. Die im Rahmen dieser Arbeit hergestellten Schichten sind laut Quarzwaage 1,1 bis 12 nm dick und weisen einen relativen Fehler von 20% bezüglich ihrer Schichtdicke auf.

<b>Probe 1</b>	1.1 nm	<b>Probe 5</b>	4.5 nm
<b>Probe 2</b>	2.0 nm	<b>Probe 6</b>	7.0 nm
<b>Probe 3</b>	2.5 nm	<b>Probe 7</b>	8.1 nm
<b>Probe 4</b>	2.6 nm	<b>Probe 8</b>	12.0 nm

Tabelle 3.1: Schichtdicke bestimmt mit einer Quarzwaage.

## 3.2 Transmissionmessungen

Da die Schichtdickenbestimmung mit der Quarzwaage nur bedingt genau ist, wird die relative Schichtdicke über Transmissionmessungen verifiziert. Hierzu werden die Proben mit einem Laser durchstrahlt. Dabei beträgt die Intensität des Laserstrahls, die durch das Glassubstrat transmittiert wird, 5,77 mW und die durch die bedampften Proben 1,7 bis 5,6 mW. Intensitätsschwankungen von bis zu 0,25 mW um die mittlere Intensität treten an unterschiedlichen Messpunkten der Proben auf, was auf eine ungleichmäßig bedampfte Probe hindeutet.

Nach dem LAMBERT–BEER’schen–Gesetz ist der Anteil des transmittierten Lichts exponentiell von der Schichtdicke abhängig und nimmt bei Rauigkeiten zu (vergleiche Abschnitt 2.1). Trägt man nun den Logarithmus der Intensität gegen die Schichtdicke  $d_0$  auf, so wird eine Gerade erwartet

$$\frac{I_T}{I_0} = e^{-\alpha c \cdot d_0 + \frac{1}{2}(\alpha c \cdot \sigma)^2} , \quad (3.2)$$

$$\ln \left( \frac{I_T}{I_0} \right) = -\alpha c \cdot d_0 + \frac{1}{2} (\alpha c \cdot \sigma)^2 . \quad (3.3)$$

Legt man eine Ausgleichsgerade durch die Messwerte, so lässt sich der spezifische Absorptionskoeffizient  $\alpha c$  sowie die Rauigkeit  $\sigma$  der Schicht bestimmen. Dabei wird für jede Probe die gleiche Standardabweichung angenommen.

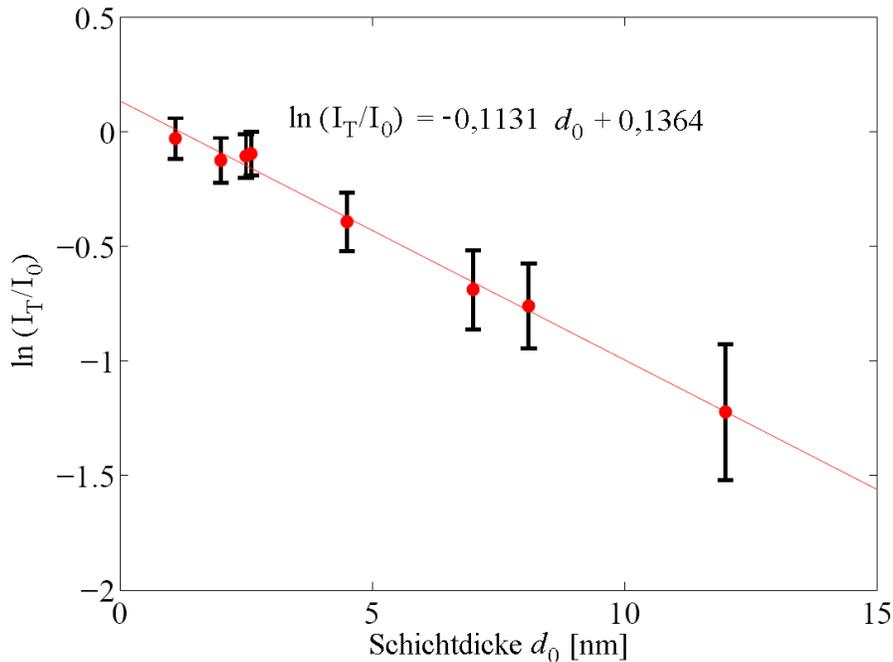


Abbildung 3.9: Transmissionsmessungen.

Die Regressionsgerade besitzt eine Steigung von  $-0,1131 \text{ nm}^{-1}$  und einen Ordinatenabschnitt von  $0,1364$ . Somit erhält man für den Absorptionskoeffizienten einen Wert von  $0,11 \text{ nm}^{-1}$  und eine Standardabweichung von  $4,6 \text{ nm}$ . Letztere ist somit größer als die Schichtdicken der dünnen Proben.

### 3.3 Röntgenreflektometrie

Um die absoluten Schichtdicken zu verifizieren werden einige Proben mittels Röntgenreflektometrie untersucht. Die Auswertung erfolgt dabei mit einem Computerprogramm, in dem man zunächst ein grobes Modell der zu untersuchenden Probe eingibt. Anpassroutinen optimieren

daraufhin die simulierten Intensitätsverläufe, bis eine möglichst große Übereinstimmung mit den gemessenen Werten eintritt. Das verwendete Programm ist in [14] näher beschrieben.

Das Programm ist in der Lage Rauigkeiten zu berücksichtigen sowie Modelle mit mehreren Schichten zu simulieren. Des Weiteren kann eine laterale Inhomogenität der Probe durch ein Säulenmodell angenommen werden. Durch die Annahme von mehreren Schichten und Säulen, lassen sich auch Verunreinigungen, Störstellen sowie Wasserfilme auf den Proben berücksichtigen.

Die Messergebnisse der **Probe 4** werden mit einem Modell aus zwei Säulen mit je zwei Schichten auf dem Substrat angepasst (siehe Tabelle 1 im Anhang). Die Gewichtung der Säulen beträgt dabei 57 zu 43. Die beiden Deckschichten auf dem Substrat weisen eine Dicke von etwa 11 nm sowie eine Dispersion des Brechungsindizes von etwa  $2 \cdot 10^{-6}$  bis  $6 \cdot 10^{-6}$  und ist somit deutlich geringer als der Literaturwert für Cobalt ( $\delta = 1,53 \cdot 10^{-5}$ ) [3]. Die Rauigkeiten der einzelnen Schichten betragen bis zu 1,5 nm.

Das optimierte Modell für **Probe 6** besteht aus zwei Säulen mit einer Gewichtung von 50 zu 50, die jeweils zwei Schichten und ein Substrat annehmen (siehe Tabelle 2). Die erste Schicht besitzt eine Dicke von 7,0 beziehungsweise 6,5 nm und ihr Dispersionsanteil des Brechungsindizes weicht vom Literaturwert für Cobalt nur um 13% beziehungsweise 25% ab. Diese Schicht wird von einer weiteren bedeckt, deren Brechungsindex die Größenordnung von Wasser ( $\delta = 2,10 \cdot 10^{-6}$ ) besitzt, beziehungsweise noch kleiner ist. Die Rauigkeiten vom Substrat und der Materialschicht betragen jeweils zwischen 0,9 und 1,2 nm.

Die Reflexionsmessung der **Probe 8** wird ebenfalls mit einem Modell aus zwei Säulen optimiert, deren Gewichtung 9,5 zu 90,5 ist (siehe Tabelle 3). Jede Säule besteht aus einem Substrat mit drei Schichten, deren unterste eine Dicke von 1,8 beziehungsweise 1,5 nm sowie einen Dispersionsanteil von  $\delta = 1,43 \cdot 10^{-5}$  beziehungsweise von  $\delta = 5,28 \cdot 10^{-6}$  aufweist. Auf dieser Schicht befindet sich eine Materialschicht, deren Dicke 11,1 bis 11,4 nm entspricht. Ihr Dispersionsanteil weicht um 29% beziehungsweise 9% von dem Literaturwert für Cobalt ab. Die oberste Schicht ist bis zu 1,1 nm dick und weist wie die Deckschicht bei **Probe 6** eine sehr geringe Dispersion auf. Die Rauigkeiten vom Substrat und der Materialschicht betragen zwischen 0,4 und 1,5 nm.

## 3.4 Rasterkraftmikroskopie

### 3.4.1 Bestimmung der Rauigkeit

Die topographischen Untersuchungen erfolgen mit dem „easyScan E-AFM“ im Kontaktmodus. Die Rasterbereiche betragen ca.  $20 \times 20 \mu\text{m}$ . Größere Bereiche werden nicht vermessen, da mit zunehmenden Ungenauigkeiten des AFMs in den Randbereichen zu rechnen ist. Für die Auflösung des Rasterbereichs werden  $256 \times 256$  bis  $512 \times 512$  Punkte und für die Zeit zum Rastern einer Zeile 0,3 bis 0,5 s gewählt. Der maximale Messbereich für die Höhe beträgt  $16 \mu\text{m}$  und wird mit einer 16 Bit Auflösung erfasst. Die z-Komponente des Cantilevers lässt sich somit auf  $2,44 \text{ \AA}$  genau bestimmen.

Zunächst wird das Glassubstrat, welches die Grundlage für eine saubere Schichtherstellung darstellt, untersucht (Abbildung 3.10). Es besitzt eine mittlere quadratische Abweichung von 4,1 nm vom quadratischen Mittel (englisch: RMS = root mean square), jedoch treten kaum größere Störzentren auf. Des Weiteren sind deutliche Kratzer im Material zu erkennen.

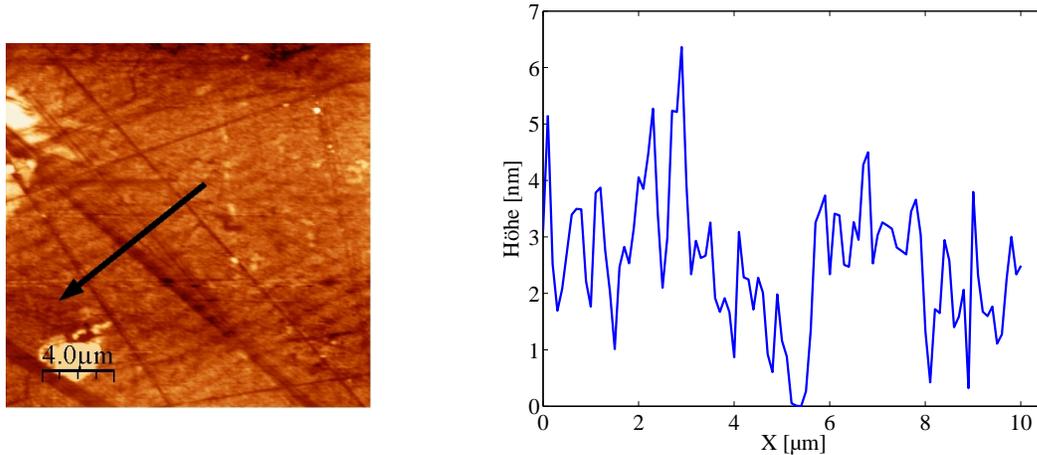


Abbildung 3.10: Abbild der Oberfläche des Glassubstrat im AFM (links) sowie Höhenprofil (rechts).

Bei den hergestellten Cobalt-Proben sind hingegen Störstellen in der Größenordnung von 100 nm nachweisbar. Die Anzahl dieser Peaks hängt dabei entscheidend von dem Messpunkt auf der Probe ab. Bereiche, die sich zentraler im Strahl befinden, weisen deutlich weniger Störstellen auf als welche, die am Rand des Molekularstrahls liegen.

Es werden nun zwei Proben exemplarisch beschrieben (Abbildungen 3.11 und 3.12). **Probe 4** mit einer Dicke von 2,6 nm weist in einer Rasterkraftmessung viele Störstellen auf. Sie besitzt eine Rauigkeit (RMS) von 1,42 nm. **Probe 8** ist 12 nm dick und weist eine Rauigkeit von 2,7 nm auf.

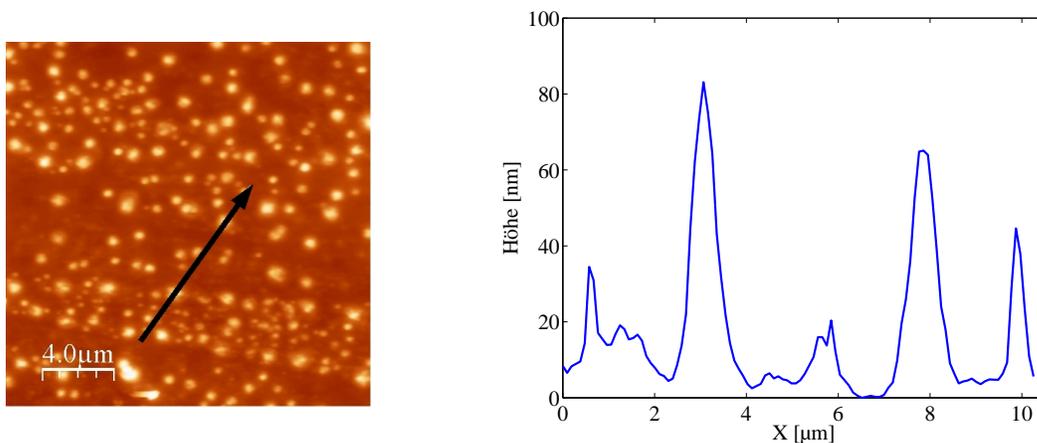


Abbildung 3.11: Abbild der Oberfläche der **Probe 4** im AFM (links) sowie Höhenprofil (rechts).

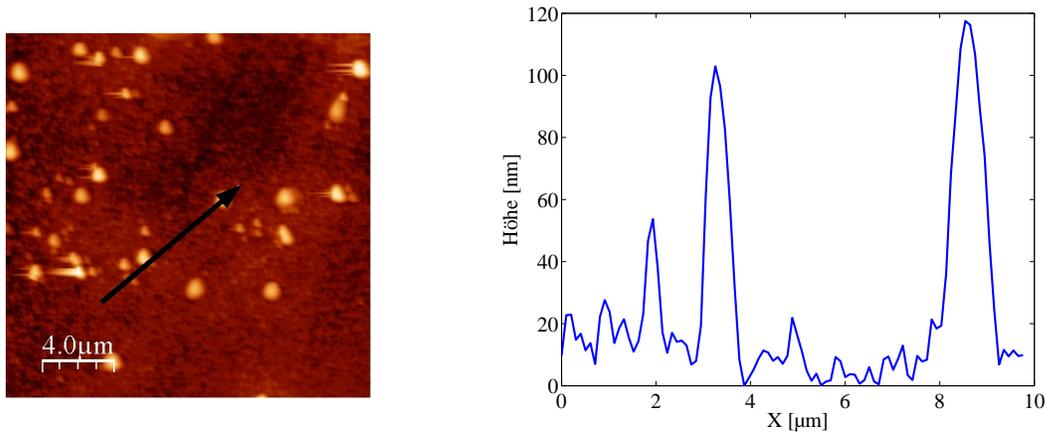


Abbildung 3.12: Abbild der Oberfläche der **Probe 8** im AFM (links) sowie Höhenprofil (rechts).

### 3.4.2 Schichtdickenbestimmung mittels AFM

Im Folgenden soll die Schichtdicke mittels Rasterkraftmikroskopie bestimmt werden. Dabei wird eine Kante zwischen einem bedampften und einem unbedampften Bereich vermessen. Um sicherzustellen, dass tatsächlich eine Kante und keine Kratzer gemessen wird, wird bei der Deposition ein kleiner Bereich der Probe mit einem Kupfergitter abgedeckt. Dieses besitzt 100 Striche pro inch und wird mit einer Halterung aus Aluminiumfolie gehalten. Diese Aluminiumfolie bedeckt die ganze Probe und besitzt ein Fenster, wodurch das Glassubstrat bedampft wird (Abbildung 3.13). Da nicht die gesamte Probe, sondern nur ein kleiner Bereich beschichtet wird, kann eine ungleichmäßige Schichtherstellung aufgrund von Dichteschwankungen des Teilchenstrahls reduziert werden.

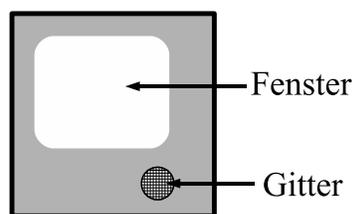


Abbildung 3.13: Die Proben sind bei der Deposition mit Aluminiumfolie abgedeckt. Die Deposition erfolgt durch ein Fenster in der Folie, sowie durch ein Kupfergitter.

**Probe 6** und **Probe 8** werden hierzu exemplarisch mit dem „*Quesant Q-Scope 250 - Wide-Scan*“ untersucht. Die Messungen werden bei einer Auflösung von  $600 \times 600$  Punkten im dynamischen Modus durchgeführt. Man erkennt sehr gut die Struktur des Gitters auf der Probe, jedoch gibt das Höhenprofil wenig Aufschluss über die Schichtdicke der Probe. Es lassen sich nur Störstellen von einer Höhe von bis mehreren hundert Nanometer erkennen (Abbildung 3.14 und 3.15).

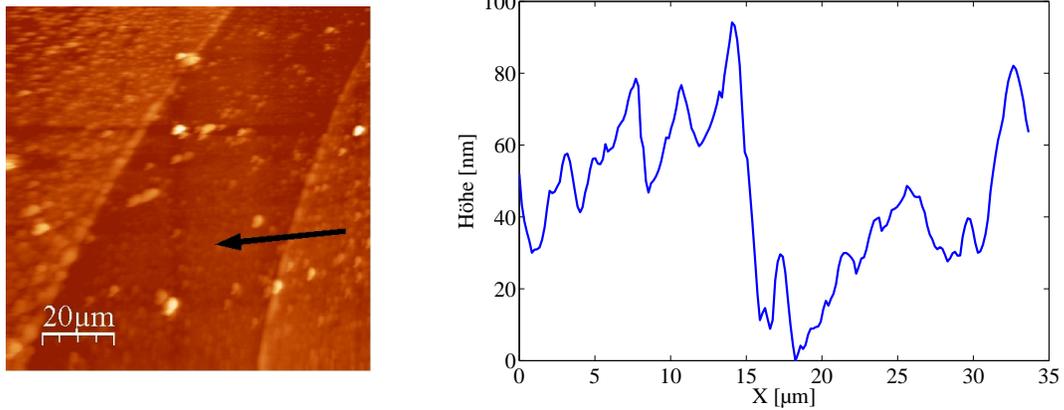


Abbildung 3.14: **Probe 6**: Ausmessen einer Kante zwischen bedampftem und unbedampftem Bereich.

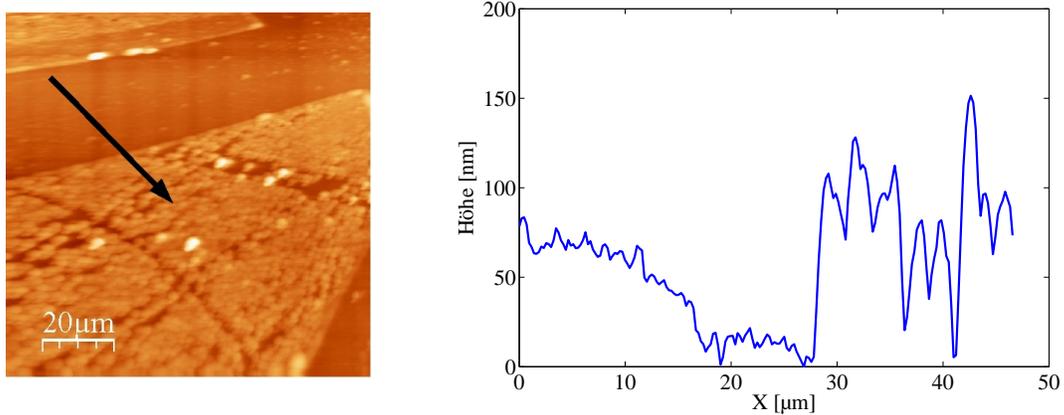


Abbildung 3.15: **Probe 8**: Ausmessen einer Kante zwischen bedampftem und unbedampftem Bereich.

## 3.5 Magnetische Charakterisierung

### 3.5.1 Durchführung

Der Aufbau zur Messung des longitudinalen MOKE bestimmt die Magnetisierung parallel zur Probenoberfläche. Dabei wird die Magnetfeldstärke variiert und die relative Magnetisierung der Probe gegen das äußere Feld aufgetragen.

Üblicherweise wird bis zu einer Feldstärke von circa 13 mT gemessen. Dazu wird das Magnetfeld von -13 mT bis +13 mT gefahren und anschließend wieder zurück. Danach wird die Magnetisierungskurve mit einer Feldstärke von +13 mT beginnend aufgenommen. Beide Messungen werden gemittelt und stellen einen Durchlauf dar. Dies wird für die meisten Messungen dieser Arbeit sechs mal wiederholt und anschließend gemittelt. Die Magnetisierungskurven werden schließlich auf die Sättigungsmagnetisierung normiert.

Der Abstand der Messpunkte beträgt im Bereich der Sättigung etwa 0,5 mT. Für kleinere Feldstärken, bei denen eine Drehung der Magnetisierung stattfindet (-5 bis 5 mT), wird mit einer höheren Auflösung gemessen (0,1 mT Intervalle).

Da einige Proben ein sehr hohes Koerzitivfeld besitzen, oder erst bei hohen Feldstärken ihre Sättigung erreichen, muss der Messbereich des Magnetfeldes erweitert werden. Auch Proben, die kaum einen magnetooptischen KERR-Effekt aufweisen werden bei höheren Feldstärken vermessen. Ebenso wird die Zahl der Durchläufe erhöht, um ein besseres Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erreichen.

### 3.5.2 Einflüsse auf die Magnetisierungskurve

Zunächst soll untersucht werden, welchen Einfluss der Ort der Messung auf die Form der Magnetisierungskurve besitzt. Dazu wird die Probe lateral verschoben, wobei alle anderen Komponenten nicht verstellt werden. Es werden an fünf verschiedenen Stellen Magnetisierungskurven aufgenommen, deren Form kaum voneinander abweichen (Abbildung 3.16).

Im weiteren Verlauf soll der Einfluss von Rotationen der Probe auf die Magnetisierungskurve betrachtet werden. Dazu wird die Probe in einem Bereich von  $0^\circ$  bis  $165^\circ$  in  $15^\circ$ -Schritten vermessen. Messungen ab  $180^\circ$  würden wieder den Messungen ab  $0^\circ$  entsprechen, jedoch wäre das Vorzeichen der Magnetfeldstärke invertiert. In Abbildung 3.17 sind die Magnetisierungskurven für verschiedene Winkel dargestellt, wobei aus Gründen der Übersicht nur jede zweite Messung dargestellt ist. Es wird deutlich, dass die Probe bei einem Winkel von  $60^\circ$  eine leichte Richtung besitzt. Der Verlauf dieser Magnetisierungskurve ist kastenförmig, und das Koerzitivfeld sowie die Remanenz sind sehr groß. Bei einem Winkel von  $150^\circ$  liegt eine schwere Richtung vor. Der Kurvenverlauf ist geschwungener und weist eine kleinere Remanenz sowie ein kleineres Koerzitivfeld auf.

### 3.5.3 Magnetooptischer KERR-Effekt der Proben

Im Folgenden werden nun die hergestellten Proben bezüglich ihrer Magnetisierung untersucht. Dabei werden an den Proben zwei Messreihen durchgeführt, die einen zeitlichen Abstand von circa acht Wochen besitzen, um den Einfluss der Lagerung unter Normalbedingungen zu bestimmen. Proben, die bei der ersten Messreihe keinen magnetooptischen KERR-Effekt auf-

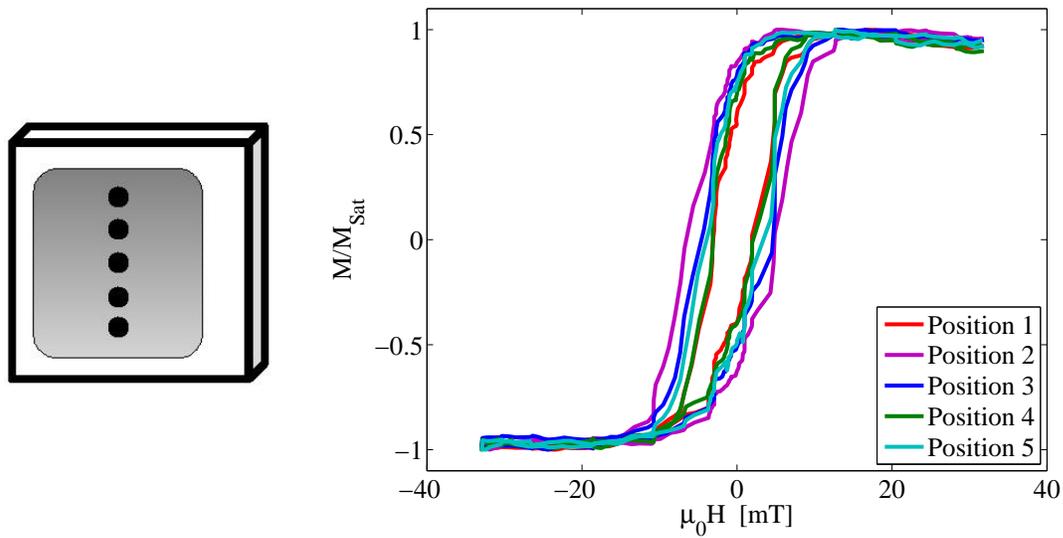


Abbildung 3.16: Verschiebt man die Probe senkrecht zum Magnetfeld (links), so zeigen die Magnetisierungskurven ein ähnliches Verhalten (rechts).

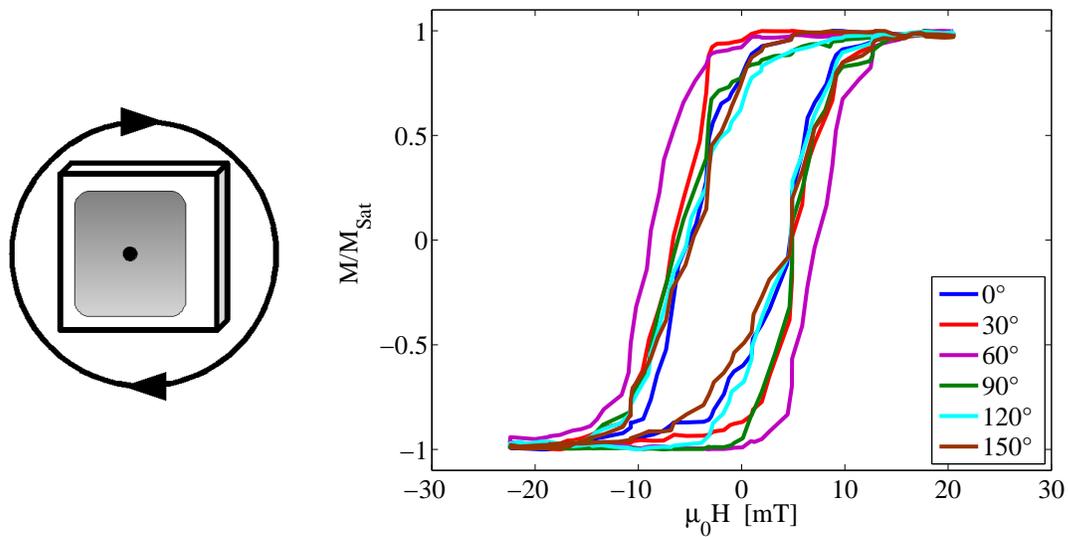


Abbildung 3.17: Dreht man die Probe in der Apparatur (links), so ändert sich der Verlauf der Magnetisierungskurven (rechts).

weisen, werden bei der zweiten Messreihe nicht weiter untersucht, da nicht davon auszugehen ist, dass die Proben aufgrund von Alterungseffekten einen Effekt zeigen werden.

Zunächst werden die beiden dünnen **Probe 1** und **2** (1,1 und 2,0 nm) vermessen. Sie weisen keinen LMOKE-Effekt auf (Abbildung 3.18). Folglich werden die Magnetisierungskurven aufgrund des nicht vorhandenen Effektes nicht auf die Sättigungsmagnetisierung normiert. Die Graphiken zeigen also das Lock-In Signal, welches bei den verschiedenen Magnetfeldstärken konstant bleibt.

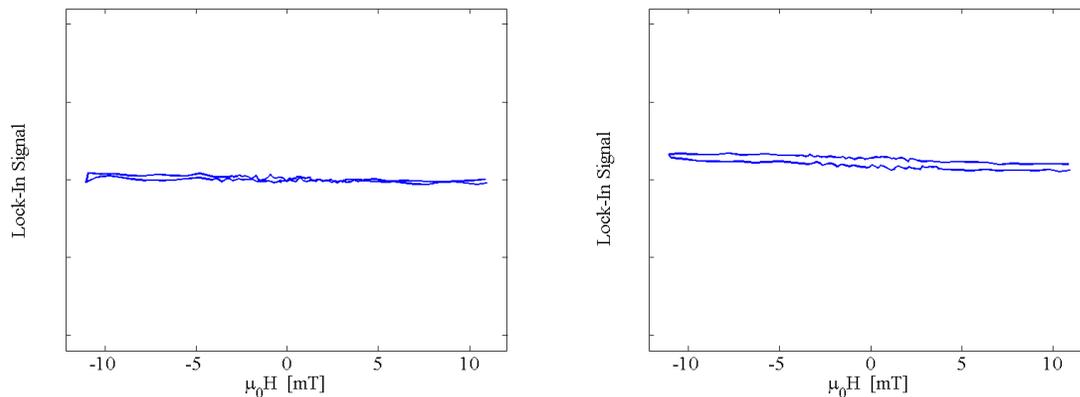


Abbildung 3.18: Magnetisierungskurven der dünnen **Probe 1** (links) sowie der **Probe 2** (rechts).

Bei den **Proben 3** und **4** tritt zunächst ein schwacher Effekt auf. Die Magnetisierungskurve besitzt nicht die Form einer Hysterese und es lässt sich keine Remanenz und kein Koerzitivfeld bestimmen. Dennoch ist eine Abhängigkeit der Magnetisierung vom äußeren Feld zu erkennen. In der zweiten Messreihe acht Wochen später tritt selbst dieser Effekt nicht mehr auf. Exemplarisch sei die **Probe 4** gezeigt (Abbildung 3.19).

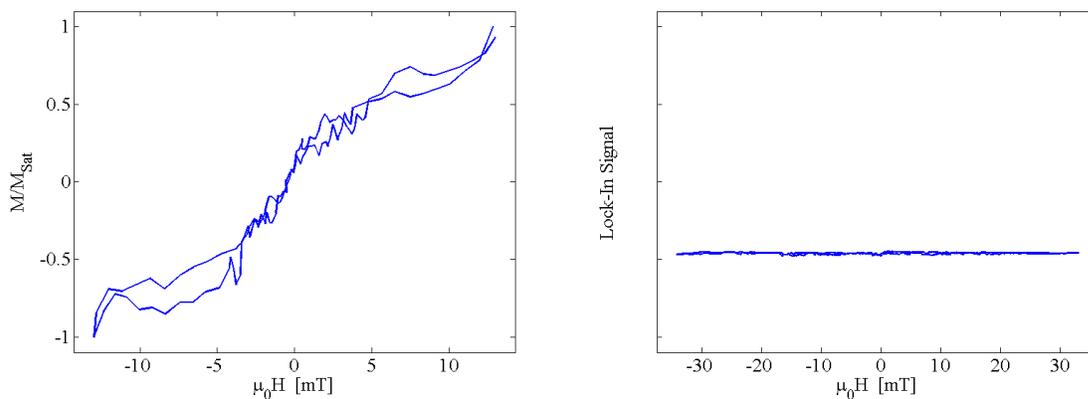


Abbildung 3.19: Magnetisierungskurven der **Probe 4**: nach der Schichtherstellung (links) sowie acht Wochen später (rechts).

Die dickeren **Proben 5 bis 8** weisen auch acht Wochen nach der Präparation einen magneto-optischen KERR-Effekt auf. Das gemessene Koerzitivfeld ist bei den späteren Messungen bei allen Proben größer als bei den Messungen, die direkt nach der Deposition erfolgten. Exemplarisch seien hier die Messungen der **Probe 6** und der **Probe 8** dargestellt. (Abbildungen 3.20 und 3.21).

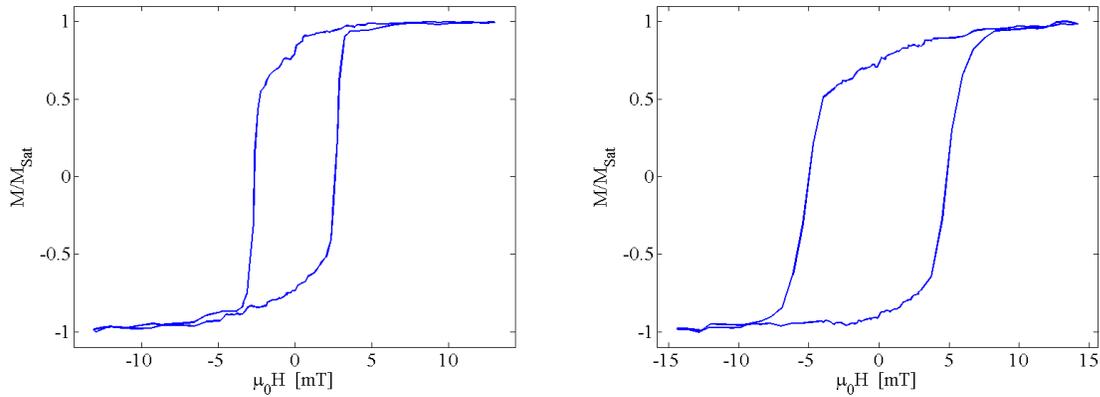


Abbildung 3.20: Magnetisierungskurven der **Probe 6**: nach der Schichtherstellung (links) sowie acht Wochen später (rechts).

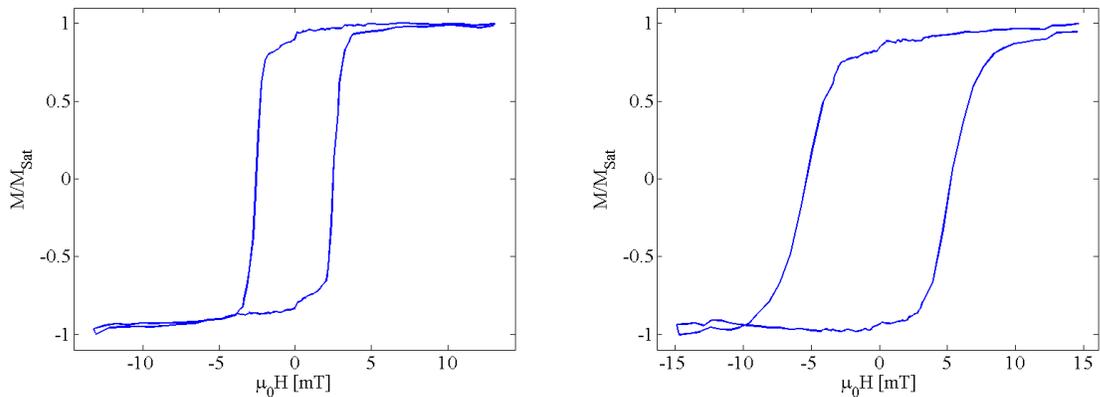


Abbildung 3.21: Magnetisierungskurven der **Probe 8**: nach der Schichtherstellung (links) sowie acht Wochen später (rechts).

## Kapitel 4

# Diskussion der Ergebnisse

Zunächst wird das Glassubstrat mit Rasterkraftmessungen betrachtet. Es weist dabei Kratzer und Rauigkeiten im Nanometer-Bereich auf. Dieses Substrat wird mit Isopropanol gereinigt, und anschließend im Vakuum erhitzt. Durch das Erwärmen der Probe sollen Verunreinigungen desorbieren. Jedoch war eine Temperaturbestimmung zu Beginn dieser Arbeit noch nicht möglich, sodass erst im weiteren Verlauf die Temperatur zu 170°C bestimmt werden konnte. Diese Temperatur entspricht der üblichen Temperatur beim *back-out*, bei dem Verunreinigungen von den Oberflächen der Kammer desorbieren. Jedoch erfolgt der *back-out* für mehrere Tage und das Erhitzen der Probe für lediglich 30 min, so dass eine nennenswerte Reinigung des Substrats nicht angenommen werden kann.

Nach dem Abkühlen des Substrates auf Raumtemperatur wird die Probe bedampft. Hierbei wird die Aufdampftrate mit einer Quarzwaage bestimmt. Dabei lässt sich feststellen, dass die Depositionsrate insbesondere nach dem Einschalten des Verdampfers zunächst stark schwankt und sich im weiteren Verlauf stabilisiert. Daher erfolgt die Deposition auf die Probe erst nach 20 bis 30 min.

Die erzeugten Proben werden wieder mit einem Rasterkraftmikroskop betrachtet. Sie weisen nun Störstellen von etwa 100 nm auf, die sich zuvor auf dem Glassubstrat nicht finden ließen. Die Anzahl dieser Peaks hängt dabei von der Position der Probe im Strahl ab. Aufbaubedingt lässt sich die Probe nicht mittig im Teilchenstrahl platzieren, sodass die Proben ungleichmäßig bedampft werden. Dabei weisen Stellen der Probe, die sich weiter am Rand des Teilchenstrahls befanden eine deutlich höhere Zahl an Störstellen auf. Eine weitere Auswirkung der verwendeten Depositionsgeometrie sind Dickenschwankungen in der hergestellten Schicht.

Um die relative Schichtdicke der Proben zu verifizieren, werden Transmissionsmessungen durchgeführt, bei denen die Proben mit einem Laser durchleuchtet werden. Dabei lassen sich Intensitätsschwankungen feststellen, wenn man die Probe an unterschiedlichen Stellen vermisst. Dies deutet auf eine ungleichmäßige Deposition hin.

Wie die Rasterkraftuntersuchungen zeigen, weisen die Proben hohe Rauigkeiten im Vergleich zu ihrer Schichtdicke auf. Um dies bei den Transmissionsmessungen zu berücksichtigen wird in dieser Arbeit ein einfaches Modell zu Rauigkeiten bei Transmissionsmessungen entwickelt. Dieses beschreibt die Messergebnisse hinreichend genau, und liefert zudem einen Eindruck über die Rauigkeiten der Proben. Laut Transmissionsmessungen liegen die Rauigkeiten

im Nanometer-Bereich. Somit stimmt die Größenordnung der Werte mit dem Ergebnis der Rasterkraftmessungen überein.

Die absoluten Schichtdicken werden mit Röntgenreflektometrie verifiziert. Dabei lassen sich aufgrund der verwendeten Anpassroutinen nur Schichtsysteme untersuchen, deren Schichtdicke wesentlich größer als ihre Rauigkeit ist.

Die betrachteten **Proben 6** und **8** weisen Schichtdicken von etwa 6,8 beziehungsweise 12,9 nm auf, deren Dispersion in etwa mit dem Literaturwert für Cobalt übereinstimmt. Die Schichtdicken stimmen mit den Werten der Quarzwaage überein (**Probe 6**: 7,0 nm; **Probe 8**: 12,0 nm). Die Rauigkeiten dieser Schichten betragen etwa 1 nm. Bedeckt wird diese Schicht von einer weiteren, die eine Dispersion von etwa  $2,5 \cdot 10^{-6}$  besitzt. Hierbei könnte es sich um einen Wasserfilm oder um Verunreinigungen auf der Probe handeln.

Die **Probe 4** deren Schichtdicke laut Quarzwaage 2,6 nm beträgt, kann mit Hilfe der Röntgenreflektometrie nicht hinreichend beschrieben werden. Die Simulation führt zu einer Schicht, die etwa 11 nm dick ist und eine Dispersion von circa  $6,35 \cdot 10^{-6}$  aufweist. Diese Dispersion ist wesentlich geringer als die von Cobalt ( $1,53 \cdot 10^{-5}$ ). Da die Rauigkeiten (1,5 nm) dieser Probe in der gleichen Größenordnung der Schichtdicke laut Quarzwaage (2,6 nm) liegen, kann die Probe nicht mehr genau beschrieben werden.

Die Intensitätsverläufe, die mit diesen Modellen simuliert werden stimmen mit den experimentellen Werten gut überein (vergleiche Abbildung 1 bis 3 im Anhang). Für bessere Übereinstimmungen könnten Modelle mit weiteren Säulen und Schichten verwendet werden, jedoch wird es schwierig sie physikalisch sinnvoll zu interpretieren.

Eine weitere Methode zur Bestimmung der absoluten Schichtdicke soll mittels Rasterkraftmikroskopie erfolgen. Jedoch lässt die Vielzahl von Störstellen auf der Probe keine sinnvolle Interpretation der Messergebnisse zu. Zudem ist eine ex-situ Bestimmung der Schichtdicke mittels AFM nicht sinnvoll, da die Höheninformation der Messungen unter Normalbedingungen nur Auflösung im Nanometer-Bereich zulassen. Sie besitzt also dieselbe Größenordnung wie die zu untersuchenden Schichtdicken.

Es werden nun die magnetischen Eigenschaften der Proben betrachtet. An den hergestellten Schichten ist der magnetooptische KERR-Effekt nachweisbar. Ab einer Dicke von 4,5 nm ist der Effekt auch acht Wochen nach der Probenpräparation noch nachweisbar. Dass das Koerzitivfeld bei späteren Messungen tendenziell zunimmt, kann auf eine Alterung der Probe oder auf Veränderungen an der MOKE-Apparatur zurückgeführt werden.

Cobaltschichten, die dünner als 4,5 nm sind, weisen zunächst noch eine Abhängigkeit der Magnetisierung vom äußeren Feld auf. Bei Messungen acht Wochen nach der Deposition ist kein Effekt mehr nachweisbar.

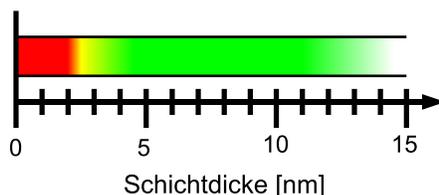


Abbildung 4.1: Nachweis des MOKE in Abhängigkeit von der Schichtdicke: rot: kein Effekt; gelb: geringer Effekt; grün: ausgeprägter Effekt.

Verringert man die Schichtdicke der Proben weiter ( $< 2$  nm), ist keine *in-plane* Magnetisierung mehr nachweisbar. Dies lässt sich eventuell damit begründen, dass die Schicht dünner ist, als die Rauigkeiten des Glassubstrates und eine Ausrichtung der magnetischen Momente dadurch unterbunden wird. Des Weiteren können sehr dünne Schichten schneller altern (beispielsweise oxidieren), sodass sie keinen Effekt mehr aufweisen. Auch eine Magnetisierung senkrecht zur Oberfläche, die mit dem LMOKE nicht nachgewiesen werden kann, ist denkbar (vergleiche Abschnitt 2.4.2).

Des Weiteren kann gezeigt werden, dass die Form der Magnetisierungskurve vom Drehwinkel der Probe in der Apparatur abhängig ist. Jedoch hat auch die Form der Probe einen Einfluss auf die magnetische Anisotropie und somit auf die Magnetisierungskurve. Da die Probenform jedoch nicht reproduzierbar war, wird bewusst auf einen Vergleich der Magnetisierungskurven von unterschiedlichen Proben verzichtet.



## Kapitel 5

# Zusammenfassung

Ziel dieser Arbeit war es ultradünne Cobaltschichten herzustellen, sowie deren magnetischen Verhaltens mit dem longitudinalen magnetooptischen KERR-Effekt zu untersuchen.

Hierzu wurde Cobalt mittels Molekularstrahlepitaxie auf Glas deponiert. Anschließend wurden die Proben bezüglich ihrer Schichtdicke und Topographie untersucht. Die Röntgenreflexionsmessungen lieferten Schichtdicken, die mit den Messungen mit der Quarzwaage übereinstimmten. Auch die relativen Schichtdicken konnten über Transmissionsmessungen verifiziert werden.

Die Rauigkeiten, die sich aus den Rasterkraftmessungen, den Transmissions sowie Röntgenreflexionsmessungen ergaben, waren in der Größenordnung von einigen Nanometern, und somit größer als die Schichtdicken der dünnen Proben. Des Weiteren konnte in Rasterkraftmessungen eine Vielzahl von Störstellen, die etwa 100 nm hoch sind, nachgewiesen werden.

Im Weiteren sollte das magnetische Verhalten der Proben untersucht werden. Dabei erwies sich die MOKE-Anlage, als geeignet, den magnetooptischen KERR-Effekt auch an ultradünnen Schichten nachzuweisen. Cobaltschichten, die aus etwa 20 monoatomaren Lagen bestanden, weisen selbst nach einer acht wöchigen Lagerung unter Umgebungsbedingungen noch einen Effekt auf. Dünnere Proben (unterhalb 4,5 nm) weisen keinen, oder nur einen geringen Effekt auf.



# Kapitel 6

## Ausblick

In dieser Arbeit erfolgte die Deposition von Cobalt auf Glas mittels Molekularstrahlepitaxie. Das Glassubstrat wies deutliche Rauigkeiten auch in Form von Kratzern im nm-Bereich auf. Bei folgenden Messungen sollte daher ein Polieren der Glasoberfläche in Betracht gezogen werden. Ebenso ist der Einsatz von Quarz ( $\text{SiO}_2$  kristallin) als Substrat denkbar.

Ebenfalls sollte die Depositionsgeometrie überarbeitet werden. Befindet sich die Probe mittiger im Teilchenstrahl, so ist eine gleichmäßigere Deposition gegeben, bei der auch weniger Störstellen in die erzeugten Schichten gelangen. Ebenso sollte die Deposition im Ultra-Hoch-Vakuum erfolgen, um eine reinere Schichtherstellung zu gewährleisten. Untersuchungen mittels Auger-Elektronen-Spektroskopie oder röntgeninduzierter Photoelektronenspektroskopie könnten Aufschluss über die Zusammensetzung der Schicht geben. Auch könnte die Struktur der erzeugten Schichten bezüglich ihrer Kristallinität mittels Elektronenbeugung bestimmt werden.

Die magnetischen Eigenschaften der Proben könnten im weiteren Verlauf auch mittels polarem MOKE untersucht werden. So könnte überprüft werden, ob bei sehr dünnen Proben eine *out-of-plane*-Magnetisierung vorliegt, oder ob andere Effekte eine *in-plane*-Magnetisierung verhindern. Denkbar ist zum Beispiel, dass die Probe durch Alterungseffekte ihre ferromagnetischen Eigenschaften verliert. Eine Oxidation der Probe könnte mittels Augerelektronenspektroskopie überprüft werden. Um äußere Einflüsse auf die Cobaltschicht zu vermeiden, müssten Proben hergestellt werden, die eine Schutzschicht (beispielsweise aus Platin) auf der Cobaltschicht besitzen.

Im Übrigen könnte der Einfluss der Probenform auf die Magnetisierung näher untersucht werden. Dabei sollte überprüft werden, ob beispielsweise eine runde Probe keine Vorzugsrichtung der Magnetisierung aufweist und welchen Einfluss ein kristallines Substrat auf die Magnetisierung hat.



# Literaturverzeichnis

- [1] M. Jullière. *Phys. Lett. A*, 54:225, 1975.
- [2] M. Tolan. *X-Ray Scattering from Soft-Matter Thin Films*. Springer, 1998.
- [3] Lawrence Berkeley National Laboratory. *Center for X-Ray Optics*. <http://www-cxro.lbl.gov/>.
- [4] C. Deiter. Röntgenstrukturanalyse von Halbleiter-Isolator-Schichtsystemen. Dissertation, Universität Bremen, 2005.
- [5] R. Fendt. Strukturuntersuchungen an dünnen Flüssigkeitsfilmen. Diplomarbeit, Universität Dortmund, 2003.
- [6] G. Binnig and C. Quante. Atomic force microscope. *Physical Review Letters*, 56:930:933, 1986.
- [7] P. Bruno. *Magnetismus von Festkörpern und Grenzflächen - Physical origins and theoretical models of magnetic anisotropie*, chapter 24, pages 24.1 – 24.28. Forschungszentrum Jülich, 1993.
- [8] P. N. Argyres. Theory of the Faraday and Kerr Effects in Ferromagnetics. *Physical Review*, 97:334–345, 1955.
- [9] T. Schmitte. Bragg-MOKE and Vector-Moke Investigations: Magnetic Reversal of Patterned Microstripes. Dissertation, Universität Bochum, 2002.
- [10] T. Kuschel. Aufbau einer Apparatur zur Messung des magnetooptischen Kerr-Effekts. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2007.
- [11] M. Henzler. *Oberflächenphysik des Festkörpers*. Teubner, 1991.
- [12] M. Winter. *Chemistry: WebElements Periodic Table*. <http://www.webelements.com/>.
- [13] J.B. Wedding, M. Li, and G.-C. Wang. Magnetization reversal of a thin polycrystalline cobalt film measured by the magneto-optic kerr effect (moke) technique and field-dependent magnetic force microscopy. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 204:79–89, 1999.
- [14] F. Bertram. Röntgenreflektometrie an ultradünnen Schichten. Bachelorarbeit, Universität Osnabrück, 2007.



# Anhang

## XRR-Messung der Probe 4

Säule	Schicht	Delta	$d$ [nm]	$\sigma$ [nm]
Säule 1	Schicht 2	$2,75 \cdot 10^{-6}$	2,8	1,48
	Schicht 1	$6,29 \cdot 10^{-6}$	10,0	1,47
	Substrat	$5,98 \cdot 10^{-6}$		0,37
Säule 2	Schicht 2	$3,312 \cdot 10^{-6}$	1,5	1,41
	Schicht 1	$6,42 \cdot 10^{-6}$	7,7	0,93
	Substrat	$5,98 \cdot 10^{-6}$		0,37

Tabelle 1: Optimiertes Modell der **Probe 4**.

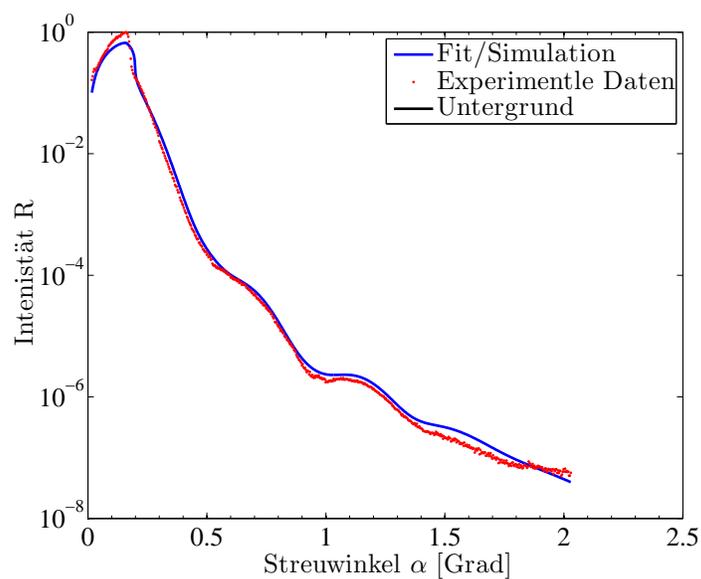


Abbildung 1: Röntgenreflektometriemessung der **Probe 4**.

## XRR-Messung der Probe 6

Säule	Schicht	Delta	$d$ [nm]	$\sigma$ [nm]
Säule 1	Schicht 2	$2,29 \cdot 10^{-6}$	3,0	0,47
	Schicht 1	$1,33 \cdot 10^{-5}$	7,0	1,17
	Substrat	$4,09 \cdot 10^{-6}$		0,90
Säule 2	Schicht 2	$6,52 \cdot 10^{-7}$	1,7	1,50
	Schicht 1	$1,16 \cdot 10^{-5}$	6,5	1,1
	Substrat	$4,09 \cdot 10^{-6}$		0,90

Tabelle 2: Optimiertes Modell der **Probe 6**.

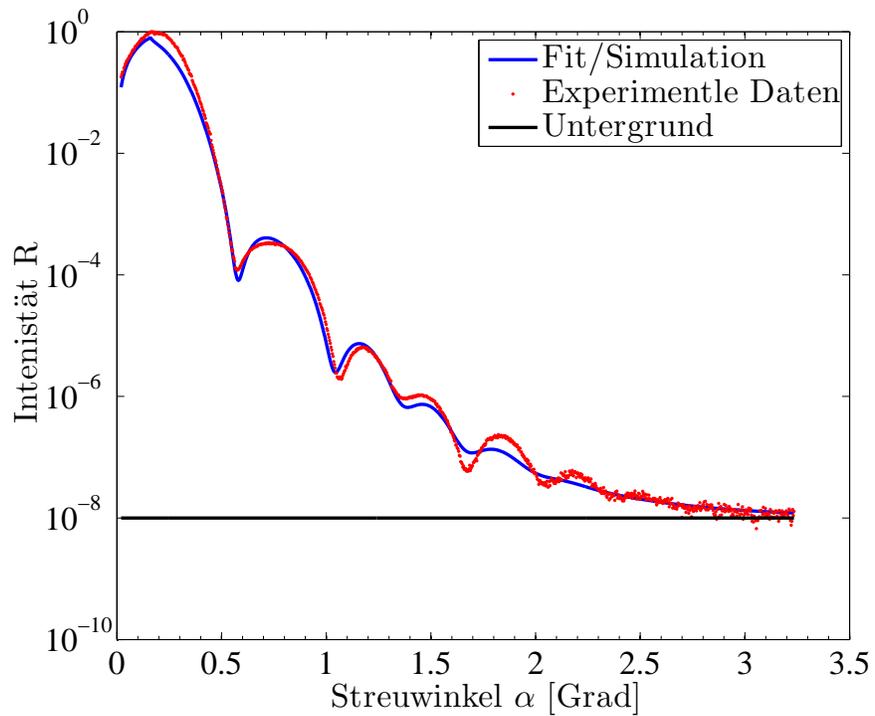


Abbildung 2: Röntgenreflektometriemessung der **Probe 6**.

## XRR-Messung der Probe 8

Säule	Schicht	Delta	$d$ [nm]	$\sigma$ [nm]
Säule 1	Schicht 3	$3,74 \cdot 10^{-6}$	1,1	0,14
	Schicht 2	$1,98 \cdot 10^{-5}$	11,1	0,61
	Schicht 1	$1,43 \cdot 10^{-5}$	1,8	0,55
	Substrat	$4,17 \cdot 10^{-6}$		0,43
Säule 2	Schicht3	$1,02 \cdot 10^{-6}$	0,0	0,19
	Schicht 2	$1,39 \cdot 10^{-5}$	11,4	1,50
	Schicht 1	$5,28 \cdot 10^{-6}$	1,5	0,75
	Substrat	$4,17 \cdot 10^{-6}$		0,43

Tabelle 3: Optimiertes Modell der **Probe 8**.

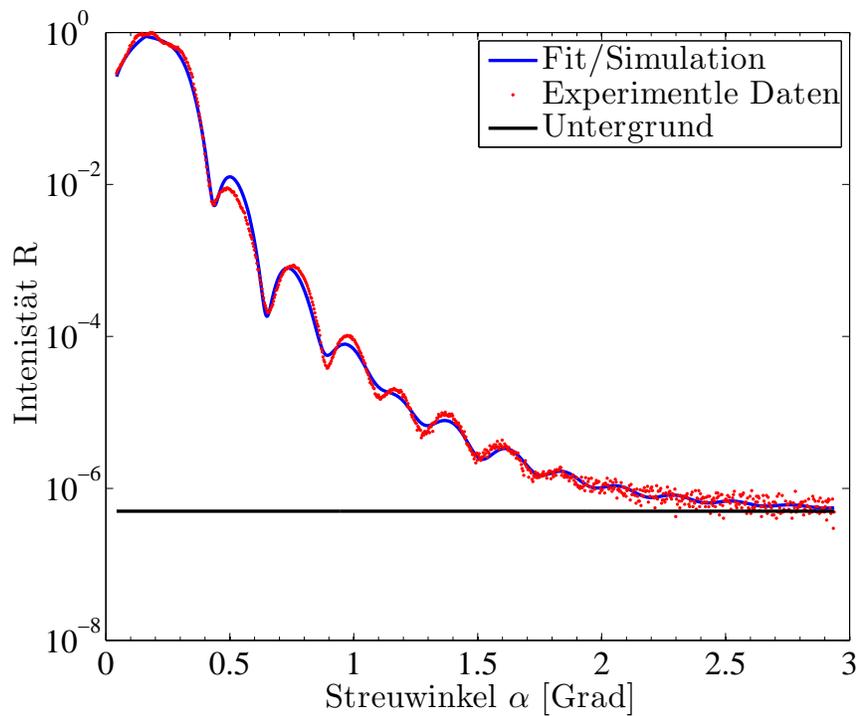


Abbildung 3: Röntgenreflektometriemessung der **Probe 8**.



# Danksagung

Zunächst möchte ich mich bei Prof. J. Wollschläger für die Aufnahme in die Arbeitsgruppe und die interessanten Einblicke in die Oberflächenphysik bedanken.

Weiterer Dank gebührt Carsten Deiter für die Betreuung dieser Arbeit, für die guten Ratschläge sowie die zahlreichen Erklärungen insbesondere zur Strukturanalyse mit Röntgenstrahlen.

Ebenso sei Timo Kuschel gedankt, für die Einführung in den magnetooptischen KERR-Effekt, den unzähligen Diskussionen sowie für die Ratschläge zum Messen der Magnetisierung.

Der Arbeitsgruppe um Dr. Kühnle möchte ich danken, dass sie mir mehrere Tage Messzeit mit dem Rasterkraftmikroskop ermöglicht hat.

Des Weiteren möchte ich mich bei Florian Bertram für das Programm zum Anfitzen der XRR-Messungen, sowie den technischen Support bedanken.

Auch der ganzen Arbeitsgruppe sei gedankt, für die zahlreichen Treffen und den unzähligen fachbezogenen und weniger fachbezogenen anregenden Gesprächen.

Ebenfalls möchte ich mich an dieser Stelle bei meinen Eltern und Freunden bedanken, die mich all die Jahre unterstützt haben.