

Fachbereich Physik

$\begin{array}{l} \mbox{Präparation und Charakterisierung von} \\ \mbox{Fe}_{3}\mbox{O}_{4}/\mbox{NiO-Schichten auf MgO(001)} \end{array}$

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

> Verfasser: Matthäus Witziok Matrikel-Nummer: 936891 Osnabrück, 4. November 2013

Erstprüfender: Prof. Dr. Joachim Wollschläger Zweitprüfender: Dr. Karsten Küpper

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1				
2	Theoretische Grundlagen2.1Beugung niederenergetischer Elektronen2.2Röntgenphotoelektronenspektroskopie2.3Röntgenreflektometrie2.4Magnetooptischer KERR Effekt2.5Magnetismus	3 3 5 7 9 10				
3	Materialsystem3.1Magnesiumoxid3.2Nickeloxid3.3Magnetit	15 15 16 16				
4	Experimentelle Grundlagen4.1Ultrahochvakuumanlage	19 19 20 21 23 23 24				
5	Ergebnisse 5.1 XRR-Messungen	27 27 29 29 31 32 35				
6	Diskussion					
7	7 Zusammenfassung und Ausblick					
Lit	eraturverzeichnis	51				
An	Anhang					

1 Einleitung

Schon seit Jahrzehnten widmen sich zahlreiche Wissenschaftler in der Forschung und Entwicklung den Eigenschaften von Magnetit. Dieses vielversprechende Material könnte eine Schlüsselrolle in modernen Geräten spielen. Aufgrund fortwährender Entwicklung kommt es zu einem Anstieg an Speicherbedarf, zur Miniaturisierung und zur Steigerung der Leistung sowie der Energieeffizienz von Bauteilen, insbesondere von Prozessoren für Computer oder mobile Geräte. Die bisher gängige Halbleiterelektronik basiert auf dem Ladungstransport von Elektronen. Dem sind jedoch physikalische Grenzen gesetzt. Daher ist es wichtig sich mit Alternativen zu beschäftigen. Eine von diesen Möglichkeiten ist den Elektronenspin auszunutzen. Man spricht hier von der Spintronik, einem Forschungsgebiet der Nanoelektronik, bei dem die Manipulation des Elektronenspins durch magnetische und elektrische Felder untersucht wird.

Ursprung der Spintronik ist die Entdeckung des Riesenmagnetowiderstandes (engl.: giant magneto resistance, GMR) im Jahre 1988 durch ALBERT FERT und PETER GRÜNBERG [1, 2], deren Arbeit mit dem Nobelpreis für Physik im Jahre 2007 geehrt wurde. Sie stellten fest, dass an Strukturen bestehend aus abwechselnd ferromagnetischen und nicht magnetischen, aber elektrisch leitfähigen Metallschichten in Anwesenheit eines Magnetfeldes, somit der parallelen Ausrichtung der Magnetisierung in den benachbarten ferromagnetischen Schichten, eine signifikante Abnahme des elektrischen Widerstandes stattfindet.

Ersetzt man die nicht magnetische, aber elektrisch leitfähige Schicht durch einen Isolator, so kann ein Tunnelstrom gemessen werden. Dieser wird ebenfalls von der Richtung der Magnetisierung beeinflusst und als Tunnelmagnetwiderstand (engl.: tunneling magnetoresistance, TMR) bezeichnet [3]. Anwendung findet dieser Effekt bereits in MRAM-Speicherchips (engl.: magnetoresistive random access memory) [4].

Besondere Aufmerksamkeit wird dem in magnetischen Tunnelelementen auftretenden Effekt des Exchange Bias geschenkt [5]. Dabei wird durch Kopplung einer ferromagnetischen Schicht mit einer antiferromagnetischen Schicht eine Verschiebung des Koerzitivfeldes herbeigeführt. Die Größe des Exchange Bias kann durch wiederholte Änderung des Magnetfeldes reduziert werden oder nicht mehr vorhanden sein. Man spricht hier vom Trainingseffekt [6].

Das ferrimagnetische Material Magnetit ist deshalb von großer Bedeutung, da es eine hohe Spinpolarisation an der FERMI-Kante aufweist und eine hohe CURIE-Temperatur besitzt [7], weshalb es auch für Anwendungen bei Raumtemperatur genutzt werden kann. Zahlreiche Studien haben sich bereits mit Magnetit auf Magnesiumoxid beschäftigt [8–11]. Da Magnesiumoxid eine geringe Gitterfehlanpassung zu Magnetit hat, wird es auch in dieser Arbeit als Substrat verwendet. Als antiferromagnetische Schicht wird Nickeloxid, aufgrund seiner geringen Gitterfehlanpassung sowohl zu Magnetit als auch Magnesiumoxid, benutzt.

In dieser Arbeit werden Magnetit/Nickeloxid-Schichten auf Magnesiumoxid(001) hergestellt und charakterisiert. Im Gegensatz zu anderen Arbeiten wird nicht die Magnetit-, sondern die Nickeloxidschichtdicke variiert. Die Untersuchung der kristallographischen Eigenschaften sowie der stöchiometrischen Zusammensetzung erfolgt mit Elektronenbeugung, Röntgenphotoelektronenspektroskopie und Röntgenreflektometrie. Die magnetischen Eigenschaften, insbesondere das Koerzitivfeld in Abhängigkeit von der Schichtdicke der verwendeten Materialien, werden mit dem magnetooptischen KERR Effekt untersucht. Die so charakterisierten Proben stehen für weitere Untersuchungen, wie zum Beispiel dem Trainingseffekt oder Messungen an magnetischen Tunnelkontakten, zur Verfügung [12, 13].

Im folgenden Kapitel 2 werden die theoretischen Grundlagen erläutert. Die verschiedenen Materialsysteme, die eingesetzt werden, folgen in Kapitel 3. Anschließend in Kapitel 4 werden die experimentellen Grundlagen beschrieben. Die Ergebnisse werden in Kapitel 5 vorgestellt und in Kapitel 6 diskutiert. Am Schluss folgt in Kapitel 7 eine Zusammenfassung und der Ausblick.

2 Theoretische Grundlagen

In Kapitel 2.1 werden zuerst die Grundlagen der Elektronenbeugung und die Konstruktion des Beugungsbildes mit Hilfe der EWALD-Kugel behandelt. Anschließend folgt in Kapitel 2.2 die Theorie zur Röntgenphotoelektronenspektroskopie, die auf dem photoelektrischen Effekt beruht. Kapitel 2.3 beschreibt die Röntgenreflektometrie. Der magnetooptische KERR Effekt wird in Kapitel 2.4 erläutert. Zuletzt werden in Kapitel 2.5 die unterschiedlichen Arten des Magnetismus, der Verlauf der Magnetisierungskurven sowie die magnetischen Anisotropien betrachtet.

2.1 Beugung niederenergetischer Elektronen

Die Beugung niederenergetischer Elektronen (engl.: low energy electron diffraction, LEED) dient der Untersuchung der periodischen Strukturen der Oberfläche von Festkörpern oder dünnen Filmen.

Hierbei wird die Probe mit Elektronen einer bestimmten möglichst monochromatischen Energie bestrahlt. Die gebeugten Elektronenwellen interferieren und bilden ein Beugungsmuster auf einem Schirm. Aufgrund ihrer geringen Energie haben die Elektronen eine geringe Eindringtiefe in die Probe, sodass es sich bei LEED um eine oberflächensensitive Messmethode handelt.

Damit die Elektronen gebeugt werden, muss ihre DE-BROGLIE-Wellenlänge λ in der gleichen Größenordnung liegen wie die Gitterkonstante des Kristalls. Für die DE-BROGLIE-Wellenlänge gilt

$$\lambda = \frac{h}{p} = \frac{h}{\sqrt{2mE}} \quad , \tag{2.1}$$

dabei ist h das PLANCK'sche Wirkungsquantum, m die Masse und E die Energie der Elektronen. Somit sind Elektronenenergien von $E \approx 100$ eV notwendig, um Wellenlängen im Bereich von wenigen Ångström zu erhalten.

Das Beugungsmuster auf dem Schirm ist ein lineares Abbild eines Schnittes durch den reziproken Raum der Oberfläche. Die reziproken Gittervektoren \vec{a}^* und \vec{b}^* können durch die Formeln

$$\vec{a}^* = \frac{2\pi}{V} (\vec{b} \times \vec{n}) , \ \vec{b}^* = \frac{2\pi}{V} (\vec{n} \times \vec{a})$$
 (2.2)

aus den realen zweidimensionalen Gittervektoren \vec{a} , \vec{b} und der Ebenennormalen \vec{n} sowie dem Volumen V berechnet werden. Konstruktive Interferenz entsteht genau dann, wenn die LAUE-Bedingung

$$\Delta \vec{k} = \vec{k}' - \vec{k} = \vec{G} \tag{2.3}$$

erfüllt wird. Hierbei ist \vec{k} der Wellenvektor der einfallenden Strahlung, \vec{k}' der Wellenvektor der gestreuten Strahlung, $\Delta \vec{k}$ der Differenz- oder Streuvektor und \vec{G} der reziproke

Gittervektor. Mit anderen Worten erhält man genau dann konstruktive Interferenz, wenn der Streuvektor, also die Änderung des Wellenvektors beim Streuprozess, einem reziproken Gittervektor entspricht.

Zur Konstruktion des Beugungsbildes wird, aufgrund der geringen Eindringtiefe der Strahlung in die Probe, nur die Oberfläche und nicht der komplette Kristall betrachtet. Da in Richtung des Vakuums die nächsten Gitterpunkte unendlich weit weg liegen, rücken im reziproken Raum die Beugungsreflexe unendlich nah zusammen. Es ergeben sich sogenannte Beugungsstangen, die senkrecht auf der Oberfläche stehen. Mit Hilfe der EWALD-Konstruktion lässt sich die LAUE-Bedingung veranschaulichen (siehe Abb. 2.1). Die EWALD-Kugel ist eine Kugel mit dem Radius $|\vec{k'}|$ beziehungsweise $|\vec{k}|$, da bei elastischer Streuung $|\vec{k'}| = |\vec{k}|$ gilt, um den Anfangspunkt des Vektors \vec{k} , so dass alle möglichen Wellenvektoren $\vec{k'}$ des gestreuten Strahls auf der Kugeloberfläche liegen. Beugungsmaxima tauchen dort auf, wo die Oberfläche der EWALD-Kugel eine Beugungsstange schneidet. Mit steigender Elektronenenergie wird der Radius der EWALD-Kugel größer und es entstehen mehr Schnittpunkte mit den Beugungsstangen. Somit werden mehr Beugungsreflexe (Reflexe höherer Ordnung) auf dem Schirm sichtbar.

Durch das Beugungsmuster erhält man Erkenntnis über die Kristallstruktur und eine eventuelle Überstruktur.



Abbildung 2.1: Zweidimensionale EWALD-Konstruktion einer Oberfläche. Da in Richtung Vakuum die nächsten Gitterpunkte unendlich weit weg liegen, ergeben sich im reziproken Raum Beugungsreflexe, die unendlich nah beieinander liegen. Es entstehen Beugungsstangen, die senkrecht auf der Oberfläche stehen. Die EWALD-Kugel hat einen Radius von $|\vec{k}'| = |\vec{k}|$ um den Anfangspunkt des Vektors \vec{k} herum. Beugungsreflexe entstehen da, wo die Oberfläche der EWALD-Kugel die Beugungsstangen schneidet. Entnommen aus [14].

2.2 Röntgenphotoelektronenspektroskopie

Die Röntgenphotoelektronenspektroskopie, oder XPS (engl.: X-ray photoelectron spectroscopy), wird zur zerstörungsfreien Bestimmung der chemischen Zusammensetzung sowie zur Aufklärung der elektronischen Struktur vor allem von Festkörpern beziehungsweise deren Oberfläche eingesetzt.

Bei dieser Methode treffen Röntgenstrahlen auf die Probe, wodurch Photoelektronen aus dem Festkörper gelöst werden. Diese durchlaufen einen Energieanalysator und treffen dann auf einen Detektor. Das Ergebnis ist ein Energiespektrum, also die Anzahl der gemessenen Elektronen in Abhängigkeit von ihrer Energie.

Als Grundlage von XPS dient der äußere photoelektrische Effekt. Die Elektronen der Probe absorbieren die Energie $h\nu$ der einfallenden Röntgenstrahlung. Genügt die aufgenommene Energie, um die charakteristische und materialspezifische Austrittsarbeit Φ_s zu überwinden, so können die Elektronen den Festkörper verlassen. Liegt ein Überschuss an Energie vor, so besitzen die Elektronen nach dem Verlassen des Festkörpers eine kinetische Energie

$$E_{kin} = h\nu - \Phi_s \quad . \tag{2.4}$$

Hierbei ist h das PLANCK'sche Wirkungsquantum und ν die Frequenz der eingestrahlten Röntgenstrahlung.

Diese Gleichung gilt lediglich für Elektronen auf dem FERMI-Level. Befinden sich die Elektronen auf tieferen Energieniveaus, so muss die Gleichung 2.4 um die Bindungsenergie E_B (siehe Abb. 2.2) erweitert werden. Dies ist die Energie, die benötigt wird, um das kernnahe Teilchen auf das FERMI-Level zu bringen.

Berücksichtigt man das KOOPMAN'sche Theorem, so ergibt sich E_B als Differenz der FERMI-Energie und der Energie des jeweiligen Orbitals. Das KOOPMAN'sche Theorem folgt aus der Annahme, dass sich die Lage der Energieniveaus eines Atoms oder Moleküls bei seiner Ionisierung nicht ändert. Für die kinetische Energie dieser Elektronen folgt

$$E_{kin} = h\nu - E_B - \Phi_s \quad , \tag{2.5}$$

wobei am FERMI-Level $E_B = 0$ gilt.

Handelt es sich um leitende Materialien, so existiert eine elektrische Verbindung zwischen Probe und Spektrometer, so dass das ganze System sich während einer Messung auf einem konstanten Potential befindet. Das FERMI-Niveau E_F des Spektrometers stimmt daher mit dem der Probe überein, somit dient das Spektrometer als Elektronenquelle. Aufgrund unterschiedlicher Austrittsarbeiten von Probe (Φ_s) und Spektrometer (Φ_{Spek}) wird die kinetische Energie des emittierten Elektrons durch das resultierende elektrische Feld modifiziert (siehe Abb. 2.2). Es folgt für die gemessene kinetische Energie

$$E'_{kin} = E_{kin} + \left(\Phi_s - \Phi_{Spek}\right) \ . \tag{2.6}$$

Kombiniert man Gleichung 2.5 mit Gleichung 2.6, ergibt sich die gemessene kinetische Energie der Photoelektronen relativ zum FERMI-Niveau als

$$E'_{kin} = h\nu - E_B - \Phi_{Spek} \quad . \tag{2.7}$$

Die Austrittsarbeit Φ_{Spek} des Spektrometers ist im Gegensatz zur Austrittsarbeit Φ_s des Festkörpers bekannt. Damit ist es möglich die Bindungsenergie des Elektrons zu bestimmen. Diese ist abhängig vom elektrischen Potential eines Atoms. Daher ist es also möglich zu berechnen aus welchem Orbital das Elektron stammt.

Die Eindringtiefe der Röntgenstrahlung in eine Probe liegt in der Größenordnung von 1 - 10 μ m. Trotzdem handelt es sich hierbei um eine oberflächensensitive Methode, denn die Ausdringtiefe der Elektronen aus der Probe beträgt etwa 10 Å.

Da die mittlere freie Weglänge der Elektronen sehr gering ist, müssen XPS-Messungen im Ultrahochvakuum (UHV) durchgeführt werden. Die Wahrscheinlichkeit für Energieund Impulsänderungen sinkt mit kleiner werdender Teilchendichte. Findet die Messung nicht im UHV statt, können die Elektronen ihre gesamte kinetische Energie verlieren und somit den Analysator nicht erreichen. Des Weiteren wird die Probe im UHV nicht so schnell verschmutzt und die XPS-Messung nicht durch Absorbate aus der Luft verfälscht.



Abbildung 2.2: Energieniveaudiagramm für ein XPS-Experiment an Aluminium. Ein Röntgenphoton mit der Energie $h\nu$ wird eingestrahlt und gibt seine Energie an ein Elektron im 1s Orbital des Aluminiums ab. Ist die absorbierte Energie ausreichend groß, kann das Elektron die Bindungsenergie E_B überwinden und die Austrittsarbeit Φ_s leisten, um den Festkörper zu verlassen. Im Vakuum besitzen die Elektronen die restliche Energie als kinetische Energie E_{kin} . Das Spektrometer hat die Austrittsarbeit Φ_{Spek} . Entnommen aus [9].

2.3 Röntgenreflektometrie

Die Röntgenreflektometrie (engl.: X-ray reflectivity, XRR) wird zur Bestimmung der Schichtdicken von dünnen Schichten und Mehrschichtsystemen sowie der Rauigkeit von Oberflächen und Grenzflächen verwendet. Hierbei wird die Probe von Röntgenstrahlen unter einem flachen Einfallswinkel bestrahlt und die Intensität der Reflexion gemessen. Da die Strahlen sowohl an der Oberfläche als auch an Schichtgrenzen mit unterschiedlicher Elektronendichte reflektiert werden, führt die Wegdifferenz zur Interferenz der reflektierten Strahlen.

Der komplexe Brechungsindex wird beschrieben durch

$$n = 1 - \delta + i\beta \quad (2.8)$$

wobei δ die Dispersion und β die Absorption ist. Diese beiden Größen sind abhängig von der Elektronendichte σ des Materials.

Es wird monochromatisches Röntgenlicht der Wellenlänge λ verwendet und unter einem Winkel Θ eingestrahlt. Die reflektierte Intensität wird unter einem Winkel 2Θ zur Einfallsrichtung gemessen und gegen den Reflexionswinkel aufgetragen. Es gilt Einfallswinkel gleich Ausfallswinkel.

Der typische Messbereich liegt zwischen $\Theta = 0^{\circ}$ und $\Theta = 5^{\circ}$.

Für sehr flache Winkel bis hin zum kritischen Winkel ($\Theta < \Theta_c \approx 0, 2^\circ$) herrscht Totalreflexion. Es gilt

$$\Theta_c \approx \sqrt{2\delta}$$
 . (2.9)

Für Winkel, die größer sind als der kritische Winkel, ergeben sich winkelabhängige Interferenzen. Aus deren Periode und Abfall lassen sich Schichtdicke und Rauigkeit bestimmen.

Für eine wellenlängenunabhängige Darstellung der XRR-Kurve verwendet man den reziproken Streuvektor

$$\vec{q} = \vec{k}_{ref} - \vec{k}_{in} \quad , \tag{2.10}$$

 mit

$$q = 2k\sin\left(\Theta_{in}\right) = \frac{4\pi}{\lambda}\sin\left(\Theta_{in}\right) , \qquad (2.11)$$

wobei $k = |\vec{k}_{in}| = |\vec{k}_{ref}| = 2\pi/\lambda$ der Wellenzahl der einfallenden Welle entspricht. Der reziproke Streuvektor ist die Differenz zwischen reflektiertem Wellenvektor \vec{k}_{ref} und einfallendem Wellenvektor \vec{k}_{in} (siehe Abb. 2.3). Er steht senkrecht zur Oberfläche der Schicht, da die Reflexionsbedingung $\Theta_{in} = \Theta_{ref}$ gilt. Die Beziehung $|\vec{k}_{in}| = |\vec{k}_{ref}|$ folgt aus der Energieerhaltung, da näherungsweise keine Strahlung von Materie absorbiert wird. Aus dem Abstand der Oszillationen Δq lässt sich die Schichtdicke

$$d = \frac{2\pi}{\Delta q} \tag{2.12}$$

bestimmen (siehe Abb. 2.4). Diese Formel ist lediglich für Einfachschichten anwendbar. Bei Systemen mit mehreren Schichten wird der PARRATT-Algorithmus mit der rekursiven Formel

$$R_{j-1,j} = \frac{r_{j-1,j} + R_{j,j+1}exp(id_jq_j)}{1 + r_{j-1,j}R_{j,j+1}exp(id_jq_j)}$$
(2.13)

verwendet [15]. Hier entspricht d_j der Dicke der j-ten Schicht, q_j dem j-ten Streuvektor und $r_{j-1,j}$ dem FRESNEL-Reflexionskoeffizienten der Grenzfläche zwischen (j-1)-ter und j-ter Schicht.



Abbildung 2.3: Bei der Röntgenreflektometrie treffen Röntgenstrahlen unter dem Winkel Θ_{in} auf Schichtgrenzen mit unterschiedlichen Brechungsindizes (n₁ und n₂). Ein Teil der Strahlung wird unter dem Winkel Θ_{trans} transmittiert. Der Rest wird unter dem Winkel Θ_{ref} reflektiert. Die Differenz von \vec{k}_{ref} und \vec{k}_{in} ergibt den Streuvektor \vec{q} . Entnommen aus [8].



Abbildung 2.4: Durch Interferenz der an den Grenzflächen reflektierten Strahlung kommen die Oszillationen zustande. Aus dem Abstand zweier Oszillationen Δq lässt sich die Schichtdicke d bestimmen. Es gilt $d = 2\pi/\Delta q$. Entnommen aus [8].

2.4 Magnetooptischer KERR Effekt



Abbildung 2.5: Anderung der Polarisation beim magnetooptischen KERR Effekt. Entnommen aus [16].

Der Magnetooptische KERR Effekt (MOKE) wird benutzt, um die magnetischen Eigenschaften von Festkörpern zu Untersuchen. Hierbei trifft linear polarisiertes Licht auf eine Probe, die durch ein äußeres Magnetfeld magnetisiert wird. Bei der Reflexion an der Probe ändert sich proportional zur Magnetisierung die Polarisation des Lichtes.

Wie man Abbildung 2.5 entnehmen kann, wird linear polarisiertes zu elliptisch polarisiertem Licht und die Polarisationsrichtung dreht sich. Die beiden relevanten Größen werden KERR-Winkel Θ_K und KERR-Elliptizität η_K genannt (siehe Abb. 2.6).

Beim MOKE differenziert man zwischen drei Aufbauarten. Sie unterscheiden sich in der Orientierung des äußeren magnetischen Feldes relativ zur Probenoberfläche und der Einfallsebene des Lichtes. Beim polaren Aufbau ist das äußere magnetische Feld senkrecht zur Oberfläche der Probe und parallel zur Einfallsebene des Lichtes. Beim transversalen Aufbau liegt das äußere magnetische Feld parallel zur Probenoberfläche und senkrecht zur Einfallsebene des Lichtes. Bei paralleler Orientierung des äußeren magnetischen Feldes zur Probenoberfläche und zur Einfallsebene handelt es sich um den longitudinalen Aufbau.

Des Weiteren werden drei MOKE-Arten unterschieden. Dabei differenziert man zwischen der Richtung



Abbildung 2.6: Darstellung des resultierenden KERR-Winkels Θ_K und der KERR-Elliptizität $\eta_K = \arctan(b/a)$. Entnommen aus [17].

der Magnetisierung relativ zur Oberfläche der Probe und der Einfallsebene des Lichtes (siehe Abb. 2.7).

Beim polaren MOKE (PMOKE) ist die Magnetisierung senkrecht zur Probenoberfläche und parallel zur Einfallsebene des Lichtes. Die Polarisation des reflektierten Lichtes erfährt bei der Reflexion an der Oberfläche der Probe eine Drehung und wird zudem elliptisch. Wie stark dieser Effekt ausgeprägt ist, hängt vom Einfallswinkel des Lichtes ab. Umso flacher der Einfallswinkel ist, desto schwächer ist der Effekt. Liegt die Magnetisierung parallel zur Probenoberfläche und senkrecht zur Einfallsebene des Lichtes, so handelt es sich um den transversalen MOKE (TMOKE). Hierbei ändert sich nicht die Polarisation, sondern lediglich die Intensität des reflektierten Lichtes. Die dritte MOKE-Art ist der longitudinale MOKE (LMOKE). Hier ist die Magnetisierung parallel zur Oberfläche der Probe und zur Einfallsebene des Lichtes orientiert. Ebenso wie beim PMOKE findet eine Änderung der Polarisation statt, allerdings nimmt der Effekt mit flacherem Einfallswinkel zu.



Abbildung 2.7: Lage der Magnetisierung M zur Oberfläche und zur Einfallsebene des Lichtes beim a) polaren, b) longitudinalen und c) transversalen MOKE. Entnommen aus [16].

Auf den MOKE hat nicht nur ein Term erster Ordnung in der Magnetisierung Einfluss, sondern auch zweiter Ordnung. Daher ist eine Trennung von linearen (LinMOKE) und quadratischen (QMOKE) Anteilen erforderlich. Die Rechnung kann in der Arbeit von J. Hamrle et al. [18] nachvollzogen werden. Das eingesetzte Messprogramm führt die Trennung automatisch durch [19].

2.5 Magnetismus

Der magnetooptische KERR Effekt existiert nur für magnetische Stoffe. Deshalb werden einige unterschiedliche Arten des Magentismus näher betrachtet.

Bei einem Ferromagneten sind die magnetischen Dipolmomente parallel ausgerichtet (siehe Abb. 2.8a)). Das heißt, es liegt eine Magnetisierung vor, auch ohne ein äußeres Magnetfeld. Beim Antiferromagneten liegen die magnetischen Dipole antiparallel zueinander (siehe Abb. 2.8b)), sodass sich die magnetischen Momente insgesamt kompensieren. Der Ferrimagnet ist dem Antiferromagneten ähnlich, jedoch sind die magnetischen Eigenschaften der einen Richtung deutlich schwächer als die in der anderen Richtung (siehe Abb. 2.8c)). Das magnetische Moment wird daher nicht vollständig kompensiert, weshalb sich der Ferrimagnet wie ein schwächerer Ferromagnet verhält.



Abbildung 2.8: Schematische Darstellung der Orientierung der magnetischen Dipolmomente für a) Ferro-, b) Antiferro- und c) Ferrimagnetismus. Entnommen aus [16].

Die Reaktion dieser magnetischen Stoffe auf ein äußeres Magnetfeld wird in einer Magnetisierungskurve dargestellt. Aufgetragen wird der KERR-Winkel gegen die magnetische Feldstärke. Eine solche Kurve ist in Abbildung 2.9 zu sehen. Die Form entspricht einer Hysterese. Wird eine Probe zum ersten Mal in ein Magnetfeld gebracht, so startet die Kurve im Ursprung. Bei Erhöhung der magnetischen Feldstärke steigt der KERR-Winkel und erreicht einen Sättigungswert $\Theta_{K,Sat}$. Hier sind die magnetischen Dipolmomente der Probe entlang des äußeren Magnetfeldes ausgerichtet und somit ist die maximal mögliche Magnetisierung erreicht. Beim Zurückfahren des Magnetfeldes auf Null bleibt eine Restmagnetisierung übrig. Es handelt sich um die Remanenz $\Theta_{K,Rem}$. Wenn das Magnetfeld umgepolt und die magnetische Feldstärke erhöht wird, erreicht die Magnetisierung wieder ihren Null-Wert. Das dazu benötigte Feld wird Koerzitivfeld H_C genannt. Bei weiterer Erhöhung der magnetischen Feldstärke wird der Sättigungsbereich der entgegengesetzten Richtung erreicht.

Eine solche Magnetisierungskurve kann jedoch unterschiedlich sein für unterschiedliche Richtungen im Kristall. In solchen Fällen spricht man von magnetischer Anisotropie. Bei magnetischen Kristallen sind oft anisotrope, also richtungsabhängige Eigenschaften vorzufinden. Das Material lässt sich dann in einigen Richtungen leichter magnetisieren als in anderen. Diese Eigenschaft spiegelt sich in der Form der Magnetisierungskurve wider (siehe Abb. 2.10). In magnetisch leichter Richtung wird eine Probe schnell in Sättigung gebracht. Daher sind Remanenz und Koerzitivfeld groß. Bei Änderung der Magnetfeldstärke springt die Magnetisierung häufig von einer Sättigung in die andere. In magnetisch schwerer Richtung wird die Sättigung erst bei einer größeren Magnetfeldstärke erreicht. Die Remanenz und das Koerzitivfeld fallen klein aus. Der Übergang bei Änderung der Magnetfeldstärke ist nicht so sprunghaft wie in magnetisch leichter Richtung.

Die magnetische Vorzugsrichtung für isotrope Materialien wird bestimmt durch

$$E = -\vec{H} \cdot \vec{M} \quad , \tag{2.14}$$

wobei E die Energiedichte, \vec{H} das äußere Magnetfeld und \vec{M} die Magnetisierung darstellen. Diese Energie wird ZEEMANN-Energie bezeichnet. Die Energie wäre daher am kleinsten, wenn sich die Magnetisierung parallel zum Magnetfeld ausrichtet. Für magnetisch anisotrope Materialien muss die Gleichung durch die Beiträge der Anisotropie E_i erweitert werden zu

$$E = -\vec{H} \cdot \vec{M} + \sum_{i} E_i \quad . \tag{2.15}$$

Dabei ist die Richtung lokaler minimaler Energie eine magnetisch leichte Richtung, umgekehrt ist die Richtung lokaler maximaler Energie eine schwere Richtung. Je nach Ausrichtung des Materials zum Magnetfeld variieren die Beiträge der Anisotropie. Es können daher andere Richtungen als die des äußeren Magnetfeldes für die Magnetisierung bevorzugt werden.



Abbildung 2.9: Schematische Darstellung einer Magnetisierungskurve. Aufgetragen ist der KERR-Winkel gegen die magnetische Feldstärke. Die gestrichelte Linie zeigt die Neukurve, die bei der ersten Magnetisierung der Probe zu sehen ist. Bei Verkleinerung und Umpolung des Magnetfeldes ergibt sich der blaue Verlauf. Eine erneute Änderung des Magnetfeldes hat den roten Verlauf zur Folge. Die Sättigung $\Theta_{K,Sat}$ zeigt den maximal erreichbaren KERR-Winkel an. Die Remanenz $\Theta_{K,Rem}$ entspricht dem KERR-Winkel, der nach dem Abschalten des Magnetfeldes vorhanden ist. Die Koerzitivfeldstärke H_C gibt an, bei welcher magnetischen Feldstärke die Magnetisierung Null erreicht. Entnommen aus [8].



Abbildung 2.10: Schematische Darstellung einer Magnetisierungskurve für magnetisch schwere Richtung in blau und leichte Richtung in rot. In magnetisch leichter Richtung sind Remanenz $\Theta_{K,Rem}$ und Koerzitivfeld H_C wesentlich größer als in magnetisch schwerer Richtung. Die Sättigung wird in magnetisch schwerer Richtung erst bei deutlich höherer magnetischer Feldstärke erreicht. Entnommen aus [8].

3 Materialsystem

In dem folgenden Abschnitt werden die verwendeten Materialien vorgestellt und ein Überblick über ihre Eigenschaften gegeben. Dazu zählen Magnesiumoxid, welches als Substrat verwendet wird, sowie Nickeloxid und Magnetit, die als dünne Schichten auf das Substrat aufgedampft werden.

3.1 Magnesiumoxid

Magnesiumoxid hat die Formel MgO und besteht zu gleichen Teilen aus zweifach positiv geladenen Magnesiumionen Mg²⁺ und zweifach negativ geladenen Sauerstoffionen O²⁻. Magnesiumoxid ist diamagnetisch und kristallisiert in der Natriumchloridstruktur mit einer Gitterkonstanten von $a_{MgO} = 4,21$ Å. Die jeweiligen Untergitter der beiden Ionen sind kubisch flächenzentrierte Kristallgitter, die um eine halbe Gitterkonstante gegeneinander verschoben sind. Betrachtet man also die Gitterachsen der Elementarzelle, so liegen abwechselnd Magnesium- und Sauerstoffionen vor. Oder anders gesehen: Jedes Magnesiumion ist oktaedrisch von sechs Sauerstoffionen umgeben und umgekehrt (siehe Abb. 3.2).

Die Einheitszelle der Oberfläche kann als einfache kubische Einheitszelle in zwei Gitterrichtungen angesehen werden, die um 45° gedreht wurde. Die Gitterkonstante ist also $a_S = a_{MgO}/\sqrt{2}$ (siehe Abb. 3.1).



Abbildung 3.1: Magnesiumoxid hat die Gitterkonstante $a_{MgO} = 4,21$ Å. Die Oberflächeneinheitszelle der (001)-Oberfläche hat die Gitterkonstante $a_S = a_{MgO}/\sqrt{2}$. Entnommen aus [9].

3.2 Nickeloxid

Nickeloxid hat die Formel NiO und besteht ebenfalls zu gleichen Teilen aus zweifach positiv geladenen Nickelionen Ni²⁺ und zweifach negativ geladenen Sauerstoffionen O²⁻. Es kristallisiert in der Natriumchloridstruktur (siehe Abb. 3.2) mit einer Gitterkonstanten von $a_{NiO} = 4,17$ Å. Der Aufbau der Elementarzelle entspricht der von Magnesiumoxid (vgl. Kap. 3.1).

Nickeloxid ist antiferromagnetisch. Die NÉEL-Temperatur liegt bei $T_N = 525$ K. Bei Temperaturen über 525 K wird das Material paramagnetisch, da die thermische Energie groß genug wird, um die magnetische Ordnung im Material zu zerstören. Die Gitterfehlanpassung von Nickeloxid auf Magnesiumoxid beläuft sich auf 0,7 % [20].



Abbildung 3.2: Schematische Darstellung eines Kristallgitters in der Natriumchloridstruktur. Jedes Ion ist oktaedrisch von sechs Ionen des anderen Typs umgeben. Entnommen aus [21].

3.3 Magnetit

Magnetit ist ein Eisenoxid und hat die stöchiometrische Formel Fe_3O_4 . Es kristallisiert in der so genannten inversen Spinellstruktur (siehe Abb. 3.3). Für diese gilt die allgemeine Formel AB_2O_4 , daher kann Magnetit auch in der allgemeinen Form als $Fe^{3+}[Fe^{2+}Fe^{3+}]O_4$ geschrieben werden. Die Spinellstruktur besteht aus einem kubisch flächenzentrierten Gitter der Sauerstoffionen, wobei die Hälfte der Oktaeder- und ein Achtel der Tetraederlücken mit den Kationen gefüllt sind. Bei der inversen Spinellstruktur wird ein Achtel der Tetraederplätze von Fe^{3+} -Ionen besetzt und jeweils ein Viertel der Oktaederplätze von Fe^{2+} -Ionen und von Fe^{3+} -Ionen [9]. Der Eisenanteil von Magnetit besteht somit zu einem Drittel aus Fe^{2+} -Ionen und zu zwei Drittel aus Fe^{3+} -Ionen.

Die Gitterkonstante von Magnetit liegt bei $a_{Fe_3O_4} = 8,39$ Å. Magnetit ist ferrimagnetisch und die CURIE-Temperatur liegt bei $T_C = 858$ K. Die Gitterfehlanpassung von Magnetit auf Nickeloxid beträgt ca. 0,4 % [20].

Das XPS-Spektrum vom Fe 2p-Peak zeigt für Magnetit keinen Satelliten zwischen dem Fe $2p_{1/2}$ - und dem Fe $2p_{3/2}$ -Peak (siehe Abb. 5.7). Bei anderen Eisenoxiden wie FeO und Fe₂O₃ findet man hingegen an dieser Stelle einen Satelliten.



Abbildung 3.3: Inverse Spinellstruktur der Magnetit-Einheitszelle. Entnommen aus [9].

4 Experimentelle Grundlagen

Dieses Kapitel befasst sich mit dem experimentellen Aufbau der Ultrahochvakuumanlage und der Messapparaturen sowie deren Funktionsweise. Außerdem wird die Präparation der Substrate und die Herstellung der Schichten beschrieben.

4.1 Ultrahochvakuumanlage

Die Präparation der Proben und Schichten sowie ein Teil der Untersuchungsmethoden werden im Ultrahochvakuum (UHV) durchgeführt. Der Druckbereich liegt zwischen 10^{-7} mbar und 10^{-10} mbar. Dieser Druckbereich ist notwendig, da sonst einerseits die Oberfläche der Probe nach kurzer Zeit wieder mit anderen Teilchen verschmutzt wäre und andererseits die mittlere freie Weglänge zu klein wäre, als dass Elektronen den Detektor erreichen würden. Es käme also zu unerwünschten Wechselwirkungen mit anderen Teilchen.

Die Ultrahochvakuumanlage in Abbildung 4.1 besteht aus drei Kammern: Schleuse (I), Präparationskammer (II) und Messkammer (III). Die Kammern sind untereinander durch Schieberventile getrennt. Über einen Transferstab kann eine Probe zwischen Schleuse und Präparationskammer bewegt werden und über einen weiteren Transferstab zwischen Präparationskammer und Messkammer.



Abbildung 4.1: Schematische Darstellung der UHV-Kammer. Entnommen aus [9].

Jede Kammer hat ein eigenes Pumpensystem. Schleuse und Präparationskammer werden mit einer Reihenschaltung aus einer Drehschieberpumpe und einer Turbomolekularpumpe betrieben. Die Drehschieberpumpe dient als Vorpumpe und stellt einen Druck von $p \approx 10^{-3}$ mbar her. Durch Hinzuschalten einer Turbomolekularpumpe kann ein Druck von $p \approx 10^{-9}$ mbar erreicht werden. An der Messkammer befindet sich zusätzlich eine Ionengetterpumpe, sodass ein Enddruck von $p \approx 10^{-10}$ mbar erreicht wird.

Die erste Kammer dient zum Einschleusen der Substrate und Ausschleusen der fertigen Proben. In der zweiten Kammer werden die Substrate gereinigt und die Schichten aus Magnetit und Nickeloxid aufgedampft. Dazu befindet sich in der Mitte der Kammer ein Halter (Manipulator) der sich um 360° drehen lässt und über ein Filament verfügt, mit dem die Probe mittels Elektronenstoß geheizt werden kann und Schichten bei unterschiedlichen Temperaturen hergestellt werden können. Für die Schichtherstellung enthält die Kammer einen Eisenverdampfer und einen Nickelverdampfer sowie ein Feindosierventil für die Sauerstoffzufuhr.

Der Aufbau eines Verdampfers ist in Abbildung 4.2 illustriert. In der dritten Kammer befinden sich die Apparaturen für LEED- und XPS-Messungen.



Abbildung 4.2: Der Verdampfer arbeitet nach dem Verfahren der Molekularstrahlepitaxie. An das Filament wird ein Strom angeschlossen, sodass Elektronen emittiert werden. Diese werden aufgrund des Potentialunterschiedes auf das unter Hochspannung stehende Projektil geschossen. Die von dem Projektil ausgelösten Teile treffen als Materialdampf auf das Substrat. Durch die Blenden wird der Materialstrahl fokussiert. Mit dem Shutter lässt sich der Materialdampfstrahl unterbrechen und mit dem Schwingquarz kann die Verdampfungsrate kontrolliert werden. Entnommen aus [9].

4.1.1 LEED-Apparatur

Abbildung 4.3 zeigt die LEED-Apparatur, die aus einer Elektronenkanone, einem Leuchtschirm und einem Gittersystem besteht. Die Elektronenkanone erzeugt einen Elektronenstrahl mit konstanter Energie, der senkrecht auf die Probe geschossen wird. Die Elektronen werden an der Oberfläche der Probe elastisch gestreut und interferieren miteinander. Diese werden anschließend in dem Gittersystem nachbeschleunigt und auf dem Leuchtschirm sichtbar gemacht.

Die LEED-Apparatur ist von der Firma SPECS und trägt den Modellnamen ErLEED 150. Sie wird gesteuert von der analogen Kontrolleinheit ErLEED 1000A. Die Elektronenenergie kann im Bereich von 0 - 1000 eV variiert werden. Die 3-Gitter-LEED-Optik kann mit einer Hochspannung von 0 - 7,5 kV betrieben werden. Bei den folgenden Messungen wird mit 6 kV gearbeitet. Das Filament der Elektronenkanone wird mit einer Stromstärke von 2,25 A betrieben. Das Beugungsmuster auf dem Leuchtschirm wird mit einer Webcam der Firma Logitech vom Typ Quick Cam Pro 9000 aufgezeichnet. Der einzustellende Bereich der Elektronenenergie wird in 1 eV-Schritten durchfahren und je ein Bild des Beugungsmusters aufgenommen.



Abbildung 4.3: Schematischer Aufbau der LEED-Apparatur, bestehend aus einer Elektronenkanone, einem Leuchtschirm und einem Gittersystem. Elektronen werden aus der Kanone auf die Probe geschossen und dort gestreut. Sie interferieren miteinander und werden durch das Gitter auf den Leuchtschirm beschleunigt, auf dem dann ein Beugungsmuster zu sehen ist. Entnommen aus [22].

4.1.2 XPS-Apparatur

Abbildung 4.4 zeigt schematisch den Aufbau der XPS-Apparatur. Aus einer Röntgenquelle werden Röntgenstrahlen auf eine Probe geschossen. Durch den äußeren photoelektrischen Effekt werden Elektronen aus der Probe herausgelöst. Abhängig vom Orbital das die Elektronen verlassen haben, besitzen sie eine bestimmte kinetische Energie. Durch ein Linsensystem werden sie auf die Öffnung des Halbkugelanalysator fokussiert, der die Elektronen energiespezifisch auflösen kann, und dann auf das Channeltron gelenkt, der die Elektronen zählt.

Die XPS-Anlage stammt ebenfalls von SPECS. Sie besteht aus einer Röntgenkanone vom Typ SPECS XR 50 und einem Elektronenanalysator PHOIBOS 150. Die Röntgenkanone enthält eine Aluminiumanode und eine Magnesiumanode. Da als Substrat Magnesiumoxid verwendet wird, ist es sinnvoll die Aluminiumanode zu verwenden. Somit ist sichergestellt, dass Elektronen aus allen Orbitalen des Substrates angeregt werden können. Die Röntgenkanone besitzt keinen Monochromator, sodass die Photoemission der Probe durch die intensitätsstärkste Linie im Röntgenspektrum dominiert wird. Bei Aluminium ist es die $K_{\alpha 1/\alpha 2}$ -Strahlung mit einer Energie von $K_{\alpha 1/\alpha 2} = 1486, 6$ eV. Der Zugang zum Analysator befindet sich direkt über dem Probenhalter. Die angeregten Photoelektronen aus einem bestimmten Raumwinkelbereich werden durch das Linsensystem fokussiert und zum Halbkugelanalysator geleitet. Dieser besteht aus zwei Halbkugeln, zwischen denen ein elektrisches Feld anliegt. Die ankommenden Elektronen werden abhängig von ihrer kinetischen Energie auf eine Kreisbahn mit unterschiedlichem Radius gelenkt. Ist die Energie der Elektronen gleich der sogenannten Passenergie, können die Elektronen den Analysator durchlaufen und werden von den Channeltrons detektiert. Ein Abbremsfaktor im Linsensystem wird dabei variiert, um das komplette Spektrum der Elektronenenergien zu durchfahren. Als Ergebnis erhält man die Anzahl der Elektronen pro Sekunde (engl.: counts per seconds, CPS) in Abhängigkeit zu ihrer kinetischen Energie.



Abbildung 4.4: Röntgenstrahlung aus der Röntgenquelle trifft auf die Probe. Elektronen werden durch den äußeren photoelektrischen Effekt herausgelöst und besitzen eine kinetische Energie. Durch ein Linsensystem werden die Elektronen auf den Analysatorschlitz fokussiert und von dort zum Detektor gelenkt. Entnommen aus [23].

4.2 XRR-Apparatur

Die von einer Röntgenkan
one ausgesendete Röntgenstrahlung trifft unter einem flachen Winkel auf die Probe. An den Schichtgrenzen wird die Strahlung reflektiert. Ein Detektor misst die Intensität der reflektierten Strahlung unter dem Winkel 2 Θ (siehe Abb. 4.5). Die gemessene Intensität kann in Abhängigkeit vom Einfallswinkel oder von dem Betrag des reziproken Streuvektors $|\vec{q}|$ aufgetragen werden.

Die verwendete Anlage steht an der Universität Bielefeld. Es handelt sich um ein Röntgendiffraktometer X'Pert PRO MPD der Firma Philips. Die Röntgenröhre emittiert Strahlung vom Typ $Cu - K_{\alpha 1}$ mit einer Wellenlänge von $\lambda = 1,54056$ Å. Zur Bestimmung der Schichtdicke und der Rauhigkeit wird in der $\Theta/2\Theta$ -Geometrie gemessen.



Abbildung 4.5: Die Probe wird unter einem flachen Winkel Θ mit Röntgenstrahlen bestrahlt. Vom Detektor werden die unter dem Winkel 2Θ zur Einfallsrichtung reflektierten Strahlen gemessen.

4.3 MOKE-Apparatur

Die MOKE-Apparatur wurde in der AG Dünne Schichten und Grenzflächen im Rahmen der Diplomarbeit von T. Kuschel im Jahr 2007 konstruiert [16]. Der aktuelle Aufbau ist in Abbildung 4.6 zu sehen. Als Lichtquelle dient ein Helium-Neon-Laser mit einer Wellenlänge von $\lambda = 632, 8$ nm. Die Ausgangsleistung beträgt 5 mW und der Strahldurchmesser 1 mm. Das $\lambda/2$ -Plättchen vor dem Laser kann im Zusammenspiel mit dem Polarisator und dem vorpolarisiertem Licht, das aus dem Laser kommt, die Intensität ändern. Der Einfallswinkel des Lichtes beträgt 45°.

Die Probe befindet sich zwischen den Polschuhen eines Elektromagneten. Die Halterung ist mittels Motor drehbar. Der Winkel wird mit einem Winkelmesser aufgezeichnet. Des Weiteren lässt sie sich verkippen, um die Probenoberfläche senkrecht zur Drehachse des Probenhalters einzustellen. Die magnetische Feldstärke ist über die Stromstärke des Elektromagneten einstellbar und wird von einer Hallsonde gemessen.

Das reflektierte Licht der Probe wird von Modulator und Analysator in eine detektierbare Intensitätsmodulation umgewandelt, welches von der Diode detektiert werden kann. Der Filter vor der Fotodiode ist auf die Wellenlänge des Laser abgestimmt und filtert das Rauschen, dass durch das Umgebungslicht entstehen kann.



Abbildung 4.6: Experimenteller Aufbau der MOKE-Apparatur. Entnommen aus [10].

4.4 Probenpräparation

Die verwendeten Magnesiumoxidsubstrate werden von der Firma CrysTec geliefert. Sie sind 0,5 mm dick, $10 \times 10 \text{ mm}^2$ groß und weisen eine (001)-Oberflächenorientierung auf. Die Oberfläche ist einseitig poliert. Die Substrate sind einzeln unter Schutzgas verpackt.

Nach dem Herausnehmen aus der Verpackung muss das Substrat gereinigt werden, da sich unerwünschte Teilchen aus der Luft, insbesondere Kohlenstoff, vor dem Einschleusen absetzen. Das Substrat wird daher in die Präparationskammer eingeschleust und für 60 min bei einer Temperatur von 400 °C und einem Sauerstoffpartialdruck von $1 \cdot 10^{-4}$ mbar geheizt. Nach dem Abkühlen auf unter 100 °C wird das Substrat in die Messkammer überführt. Hier wird der Reinigungsprozess mittels einer LEED- und XPS-Messung überprüft.

Befinden sich keine unerwünschten Absorbate auf der Oberfläche kann mit der Herstellung der Schicht begonnen werden. Das Substrat wird auf dem Manipulator platziert und auf 250 °C geheizt. An das Projektil des Verdampfers wird eine Hochspannung von 1300 V

angelegt. An das Filament des Verdampfers wird ein Strom von 3 - 4 A angelegt. Der Sauerstoffpartialdruck beträgt beim Aufdampfen von Nickeloxid $1 \cdot 10^{-5}$ mbar, beziehungsweise $5 \cdot 10^{-6}$ mbar bei Magnetit. Bei einer in etwa konstanten Verdampfungsrate, die von einer Quarzwaage überprüft wird, kann der Shutter geöffnet werden, sodass die senkrecht zur Öffnung liegende Oberfläche des Substrates bedampft wird.

In dieser Arbeit werden Proben hergestellt mit Magnetit/Nickeloxid-Doppelschichten auf Magnesiumoxid(001) als Substrat. Die Schicht aus Magnetit soll dabei möglichst einheitlich dick werden. Die Schichtdicke von Nickeloxid wird zwischen 7 nm und 45 nm variiert.

Nach jedem Präparationsschritt wird nach dem Abkühlen in-situ eine LEED- und eine XPS-Messung durchgeführt, um die Struktur und die Stöchiometrie zu untersuchen.

Die XRR-Charakterisierung der Schichten erfolgt ex-situ und wird jeweils an den kompletten und nach dem Spalten der Proben in drei Teile $(2 \times 1/4$ Probe und $1 \times 1/2$ Probe) durchgeführt. Ein Viertel wird zur Untersuchung des Trainingseffektes mit Hilfe des Magnetwiderstandes im Rahmen der Bachelorarbeit von Alexander Mizuk [12] verwendet. Die Hälfte der reinen Magnetitprobe findet Einsatz bei den Untersuchungen des Tunnelmagnetwiderstandes von magnetischen Tunnelelementen mit nur einer Magnetitelektrode im Rahmen der Bachelorarbeit von Luca Marnitz [13]. Das zweite Viertel wird für magnetische Studien mittels MOKE benutzt.

5 Ergebnisse

Im folgenden Kapitel werden die Ergebnisse präsentiert. Hergestellt werden unterschiedlich dicke Nickeloxidschichten auf Magnesiumoxid mit einer (001)-Oberflächenorientierung, die von einer Magnetitschicht bedeckt werden. Die genauen Parameter der Herstellung sind in Kapitel 4.4 zusammengefasst. Die einzelnen Präparationsschritte werden mittels LEED- und XPS-Messungen untersucht. LEED wird dabei zur Untersuchung der Oberflächenstruktur eingesetzt. Die XPS-Ergebnisse mit den detaillierten Messungen der charakteristischen Fe 2p-Peaks dienen zur Identifikation der Oxidationsstufe des Eisenoxides sowie Nickeloxides. Zur Bestimmung der Schichtdicke und Rauigkeit findet eine Auswertung der XRR-Messungen statt. Die MOKE-Daten liefern Aufschluss über die magnetischen Eigenschaften der Schichtsysteme.

Es werden insgesamt acht Proben hergestellt und untersucht. Drei mit einer einfachen Schicht aus Magnetit oder Nickeloxid. Die übrigen entstehen in einer Reihe mit unterschiedlich dicker Nickeloxidschicht und darüberliegender Magnetitschicht.

Im Gegensatz zur chronologischen Reihenfolge der durchgeführten Messungen werden hier zunächst die XRR-Ergebnisse präsentiert, da die daraus ermittelte Schichtdicke zur Benennung der Proben benutzt wird. Die Bezeichnung enthält einen Buchstaben für das Material der Schicht (F für Fe₃O₄, N für NiO) kombiniert mit der Schichtdicke der jeweiligen Schicht in nm.

5.1 XRR-Messungen

Die Auswertung der XRR-Messkurven erfolgt mit der Software iXRR [24]. Hierbei wird ein simples Modell mit einer Säule verwendet. Je nach Probe werden zwei oder drei Schichten benutzt. Die erste Schicht ist das Magnesiumoxidsubstrat. Darüber folgt eine Schicht aus Magnetit oder Nickeloxid, falls es sich um eine einfache Probe handelt, oder Nickeloxid und darüber als dritte Schicht Magnetit, falls es sich um eine Probe mit einer Doppelschicht handelt.

Das Programm verwendet Startwerte für die verschiedenen Materialparameter, um das Anpassen zu beschleunigen. Dazu zählen die Dispersion δ und Absorption β des Materials (siehe Tabelle 5.1), die den Brechungsindex $n = 1 - \delta + i \beta$ beschreiben. Außerdem die Schichtdicke d sowie die Rauigkeit σ an der oberen Grenzfläche der Schicht. Des

	Dichte $\rho [g/cm^3]$	Dispersion δ [10 ⁻⁵]	Absorption β [10 ⁻⁷]
Fe ₃ O ₄	5,20	1,54	14,1
NiO	6,72	1,91	$3,\!22$
MgO	3,58	1,15	1,23

Tabelle 5.1: Materialparameter bei einer Wellenlänge von $\lambda_{Cu K_{\alpha}} = 1.54$ Å. Entnommen aus [25].

Weiteren lässt sich neben den berechneten Werten jeweils eine obere und untere Grenze angeben, innerhalb welcher sich der Parameter ändern darf. In dieser Arbeit wird für



Abbildung 5.1: XRR-Messergebnisse und simulierte Kurven der ganzen Proben.

die Dispersion δ eine Abweichung von 10% zugelassen. Der Einfluss der Absorption β auf die reflektierte Intensität ist sehr gering und erst bei einer großen Veränderung (teilweise um 50 - 100%) sichtbar. Die Absorption ist typischerweise um ein bis zwei Größenordnungen kleiner als die Dispersion und somit wird der Brechungsindex, der sich aus diesen beiden Größen zusammensetzt, nur unwesentlich beeinflusst. Innerhalb von physikalisch sinnvollen Grenzen ist der Einfluss eher gering, daher wird dieser Parameter nicht verändert, sondern es werden die berechneten Werte für β angenommen. Im ersten Schritt der Anpassung bleibt zunächst auch δ fest, sodass nur die Schichtdicke dund die Rauigkeit σ angenähert werden. Erst im zweiten Schritt werden die Grenzen für die Dispersion um 10% variiert und ein weiterer Anpassungsdurchlauf gestartet. Die experimentellen und simulierten Daten sind in Abbildung 5.1 und Abbildung 5.2 zu sehen. Die Ergebnisse der Fitparameter für die Dispersion, die Schichtdicke und die Rauigkeit

5.1.1 Ganze Proben

sind in Tabelle A.1 und Tabelle A.2 dargestellt.

Abbildung 5.1 zeigt die experimentellen und simulierten Daten der XRR-Kurven. Die experimentellen Daten wurden soweit zurechtgeschnitten, dass verrauschte Daten weitestgehend nicht auftauchen. Aufgetragen ist die Intensität gegen den Streuvektor. Die Messdaten lassen sich mit den verwendeten Modellen gut beschreiben. Die aus den Kurven gewonnenen Daten zur Schichtdicke und Rauigkeit sowie die verwendete Dispersion sind in Tabelle A.1 zu finden. Die Probe N25 hat eine 25,5 nm dicke NiO-Schicht. Die Proben F36 und F117 haben eine Fe_3O_4 -Schicht, die 36,8 nm beziehungsweise 117,0 nm dick ist. Für die Probe F23N07 ist eine Schichtdicke von 23,7 nm Fe₃O₄ und 7,0 nm NiO gemessen worden. Bei der Probe F37N14 sind es 37,9 nm Fe₃O₄ und 14,2 nm NiO. Die Schichtdicken der Probe F29N19 betragen 29,8 nm Fe_3O_4 und 19,4 nm NiO. Probe F26N45 hat eine 26,9 nm dicke Fe₃O₄-Schicht und 45,3 nm NiO. Und für die Probe F81N26 sind die Schichtdicken auf 81,1 nm Fe₃O₄ und 26,2 nm NiO bestimmt worden. Lediglich die Ergebnisse der Probe F117 lassen sich nicht genau ermitteln, da keine Oszillationen zu sehen sind, was mit dem Auflösungsvermögen des Diffraktometers zusammenhängt. Die Messdaten werden durch eine 117 nm dicke Magnetitschicht angenähert. Die Werte in der Tabelle zeigen, dass die Magnetitschichtdicke der Doppelschichten in einem Bereich von 24 nm bis 38 nm variiert. Die Werte für die Dispersion und die Rauigkeit zeigen keine Tendenzen bei zunehmender Schichtdicke. Die Messdaten der ganzen Proben zeigen an der NiO/MgO-Grenzfläche eine mittlere Rauigkeit von 1,5 nm mit einer durchschnittlichen Abweichung von ± 0.6 nm, an der Fe₃O₄/NiO-Grenzfläche (0.7 ± 0.3) nm und $(0,2\pm0,2)$ nm auf der Oberfläche der Fe₃O₄-Schicht.

5.1.2 Geviertelte Proben

Nach dem Brechen der Proben wurde an den verbliebenen Viertel erneut eine XRR-Messung durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 5.2 und Tabelle A.2 dargestellt. Im Vergleich zu den ganzen Proben ist optisch kaum ein Unterschied zu sehen. Die



Abbildung 5.2: XRR-Messergebnisse und simulierte Kurven der geviertelten Proben.

daraus gewonnenen Werte in den Tabellen zeigen, dass es doch zu Differenzen kommt. In der Schichtdicke finden sich Änderungen von bis zu 10%. Ausgenommen aus dieser Betrachtung ist die Probe F117, da keine Oszillationen festgestellt werden können und die Schichtdicke nur angenähert werden kann. Die Werte für die Dispersion und die Rauigkeit zeigen keine systematischen Tendenzen bei zunehmender Schichtdicke. Die Messdaten der Viertelproben zeigen an der NiO/MgO-Grenzfläche eine mittlere Rauigkeit von $(1,2\pm0,4)$ nm, an der Fe₃O₄/NiO-Grenzfläche $(0,7\pm0,2)$ nm und $(0,1\pm0,1)$ nm auf der Oberfläche der Fe₃O₄-Schicht.

5.2 LEED-Messungen

Die LEED-Messungen des Magnesiumoxid, Nickeloxid sowie Magnetit zeigen für alle hergestellten Proben jeweils die gleichen Beugungsbilder, sodass hier nur ein Bild der jeweiligen Oberfläche gezeigt wird. Abbildung 5.3a) zeigt das nach dem Heizprozess aufgenommene LEED-Bild des MgO(001)-Substrates. Es liegt eine (1×1) -Struktur mit breiten, runden Reflexen und einem geringen Untergrundrauschen vor. Die Oberflächeneinheitszelle ist wie erwartet um 45° gegen die Volumenachse verdreht. Es kann auf eine saubere kristalline Oberfläche geschlossen werden.

Das Beugungsmuster nach dem Aufdampfen von Nickeloxid ist in Abbildung 5.3b) zu sehen. Wie zuvor ist eine (1×1) -Struktur zu beobachten. Im Vergleich zum Substrat liegt bei der selben Elektronenenergie eine andere Streuphase sowie eine geringere Halbwertsbreite der Reflexe vor.

Nach dem Abscheiden von Eisenoxid konnte immer eine (1×1) -Struktur mit scharfen Reflexen sowie eine $(\sqrt{2} \times \sqrt{2})$ R45°-Überstruktur festgestellt werden (siehe Abb. 5.3c)). Dieses Beugungsbild ist ein wesentlicher Hinweis, dass es sich bei den Eisenoxidschichten um Magnetit handelt [26].



Abbildung 5.3: Beugungsmuster der Probe mit 7,0 nm NiO und 23,7 nm Fe₃O₄ aufgenommen nach jedem Präparationsschritt bei einer Elektronenenergie von 155 eV. a) Gereinigtes Magnesiumoxidsubstrat. Nach dem Aufdampfen von b) Nickeloxid und c) Magnetit. Schematisch eingezeichnet in grün die (1×1) -, in rot die (2×2) - und in blau die $(\sqrt{2} \times \sqrt{2})$ R45°-Struktur bezüglich der Magnesiumoxideinheitszelle.

5.3 XPS-Messungen



Abbildung 5.4: Ni 2p-Peak der Probe F37N14 mit 37,9 nm Fe₃O₄ und 14,2 nm NiO. Die Hauptpeaks von Ni $2p_{3/2}$ und Ni $2p_{1/2}$ liegen bei 854,5 eV und 872,3 eV. Die zugehörigen Satelliten befinden sich im Abstand von 7,1 eV und 7,4 eV.



Abbildung 5.5: Ni 2p XPS Spektrum. Entnommen aus [27].

Obwohl nach jedem Präparationsschritt XPS-Messungen durchgeführt werden, werden hier nur die Spektren der aufgedampften Oxidschichten gezeigt. Die Messungen der Magnesiumsubstrate werden lediglich zur Kontrolle eventueller Verunreinigungen verwendet. Die aufgezeichneten Spektren, die bei der Röntgenphotoelektronenspektroskopie aufgenommen werden, zeigen den Verlauf der Zählrate in Abhängigkeit von der Bindungsenergie.

Abbildung 5.4 zeigt das nach dem Aufdampfen von Nickeloxid aufgenommenen Ni 2p Spektrum der Schicht. Das Signal besteht aus vier Peaks. Neben den Ni $2p_{3/2}$ und Ni $2p_{1/2}$ Hauptpeaks bei 854,5 eV und 872,3 eV, befinden sich die Satellitenlinien im Abstand von 7,1 eV und 7,4 eV. Dies ist charakteristisch für Nickeloxid und entsteht durch einen sogenannten Chargetransfer im Endzustand [28, 29]. Der Vergleich mit Referenzspektren von NiO (siehe Abb. 5.5) zeigt eine gute Übereinstimmung, so dass man bei den hergestellten Schichten von Nickeloxid ausgehen kann.

Die Abbildung 5.6 zeigt exemplarisch die experimentellen Daten der Probe F23N7, also mit 7,0 nm Nickeloxid und 23,7 nm Magnetit. Diese Daten wurden mithilfe von einem MATLAB-Programm rekonstruiert. Das Programm nimmt an, dass der gemessene Peak eine Linearkombination aus den Fe 2p-Peaks von Fe⁰, Fe²⁺ und Fe³⁺ ist. Als Referenz dienen Spektren des Fe 2p-Peaks von FeO, Fe₂O₃ und Fe, die jeweils nur Fe⁰, Fe²⁺ oder Fe³⁺ enthalten. Aus allen Möglichen Kombinationen wird diejenige berechnet, dessen Intensität die kleinste Differenz zur gemessenen Intensität aufweist. Zudem werden die Anteile angegeben, zu welchen die jeweiligen Referenzspektren in das berechnete Spektrum einfließen.

Die XPS-Spektren des Fe 2p-Peaks zeigen für alle Proben in etwa den gleichen Verlauf der



Abbildung 5.6: Fe 2p-Peak der Probe F23N7 mit 7,0 nm NiO und 23,7 nm Fe₃O₄.



Abbildung 5.7: Identifikation des Eisenoxid anhand vom Fe 2p-Peak nach Yamashita. a) Fe_2O_3 b) Fe_3O_4 c) $Fe_{0.96}O$. Entnommen aus [30]

Intensität, daher wird hier nur eine Probe gezeigt. Der Fe 2p-Peak besteht aus den beiden lokalen Maxima für Fe $2p_{1/2}$ und Fe $2p_{3/2}$. Bei einer Bindungsenergie von ca. 723 eV befindet sich der Fe $2p_{1/2}$ -Peak. Fe $2p_{3/2}$ liegt bei ca. 710 eV. Zwischen den beiden Peaks ist kein Satellit zu erkennen. Nach den Ergebnissen von YAMASHITA [30] (siehe Abb. 5.7) ist dies neben den Bindungsenergien ein weiterer Hinweis darauf, dass es sich bei dem Eisenoxid um Magnetit handelt. Die anderen Eisenoxide zeigen deutlich einen Satelliten zwischen dem Fe $2p_{1/2}$ - und Fe $2p_{3/2}$ -Peak. Dieser Charge-Transfer-Satellit liegt im Falle von Fe₂O₃ näher am Fe $2p_{1/2}$ -Peak und im Falle von FeO näher am Fe $2p_{3/2}$ -Peak, wodurch diese beiden voneinander unterschieden werden können.

Die von dem Programm simulierten Messkurven zeigen lediglich kleine Abweichungen von den experimentellen Daten. Der Anteil an Fe liegt im Mittel über alle Proben bei ca. 0.7% mit einer durchschnittlichen Abweichung vom Mittelwert von $\pm 0.4\%$. Fe²⁺ liegt im Schnitt bei etwa $(36.2 \pm 2.5)\%$ und Fe³⁺ bei $(63.1 \pm 2.6)\%$.

5.4 MOKE

Die geviertelten Proben wurden in der MOKE-Apparatur mit Hilfe von einer Ansteuerungssoftware [31] vermessen. Beim Durchfahren des Magnetfeldes wurde der KERR-Winkel aufgezeichnet. Aus der daraus folgenden Magnetisierungskurve wurde die Koerzitivfeldstärke bestimmt. Durch Drehen der Probe um kleine Winkel von 3° wurde das Koerzitivfeld für alle Richtungen in der Ebene der Probenoberfläche gemessen und in Polarkoordinaten aufgetragen.

Die Probe F36 mit 36,8 nm Fe₃O₄ zeigt eine vierzählige Anisotropie des Koerzitivfeldes (siehe Abb. 5.8). Die magnetisch leichten Richtungen liegen im Winkel von 45° zu den Kristallachsen von Magnesiumoxid, die schweren Richtungen liegen entlang der Achsen. Die Magnetisierungskurven zeigen keine vollständige Sättigung. Die Remanenz und die Koerzitivfeldstärke sind in magnetisch schwerer Richtung geringer als in leichter Richtung $(H_{C,min} = 6,2 \text{ mT}, H_{C,max} = 10,2 \text{ mT})$. Die Magnetisierungskurven in magnetisch schwerer und leichter Richtung sind in Abbildung 5.9 dargestellt. Der KERR-Winkel steigt bis etwa 10 mdeg bei einer äußeren Magnetfeldstärke von 120 mT.

Die Probe F117 mit 117,0 nm Fe₃O₄ zeigt keine Anisotropie im Koerzitivfeld (siehe Abb. 5.10), das heißt, dass die Koerzitivfeldstärke für alle Richtungen in der Ebene in etwa konstant ist und bei $H_C \approx 13$ mT liegt. Die Magnetisierungskurve (siehe Abb. 5.11) zeigt keine vollständige Sättigung. Im Vergleich zur vorherigen Probe liegt das Maximum der Magnetisierung allerdings im Bereich der Remanenz. Der KERR-Winkel liegt hier bei etwa 5 mdeg. Im Bereich von größeren Magnetfeldstärken, also in Sättigung nimmt der KERR-Winkel wieder ab. Er sinkt auf etwa 4 mdeg bei einer äußeren Magnetfeldstärke von 120 mT.

Das Koerzitivfeld der Probe F23N7 mit 7,0 nm NiO und 23,7 nm Fe_3O_4 zeigt keine eindeutige Abhängigkeit vom Winkel. Die Koerzitivfeldstärke schwankt um einen Wert von 14 mT (siehe Abb. 5.12). Eine magnetisch schwere oder leichte Richtung ist nicht zu erkennen. Die Magnetisierungskurven zeigen keine vollständige Sättigung (siehe Abb. 5.13). Die Remanenz liegt bei einem KERR-Winkel von etwa 5 mdeg. In Sättigung steigt dieser auf 8 mdeg bei einer äußeren Magnetfeldstärke von 120 mT.

Die Probe F37N14 mit 14,2 nm NiO und 37,9 nm Fe₃O₄ zeigt eine Vierzähligkeit im Koerzitivfeld (siehe Abb. 5.14), allerdings mit den magnetisch leichten Richtungen entlang der Achsen des Kristallgitters von Magnesiumoxid. Die Koerzitivfeldstärke liegt bei $H_{C,max} = 34,4$ mT in magnetisch leichter Richtung und bei $H_{C,min} = 21,6$ mT in magnetisch schwerer Richtung. Diese Werte sind mehr als drei mal so groß wie für die Magnetitprobe F36 mit 36,8 nm Fe₃O₄. Die Magnetisierungskurven sind nicht vollständig gesättigt. Die Messkurven in magnetisch schwerer und leichter Richtung sind in der Abbildung 5.15 zu sehen. Der KERR-Winkel steigt bis etwa 8 mdeg bei einer äußeren Magnetfeldstärke von 120 mT. Die Remanenz liegt in magnetisch schwerer Richtung bei 4 mdeg und in magnetisch leichter Richtung bei 6 mdeg.

Das Koerzitivfeld der Probe F29N19 mit 19,4 nm NiO und 29,8 nm Fe_3O_4 zeigt keine Anisotropie (siehe Abb. 5.16). Die Werte schwanken um eine Koerzitivfeldstärke von 16 mT, auch wenn einzelne Messwerte recht deutlich abweichen. Die Magnetisierungskurve zeigt keine vollständige Sättigung (siehe Abb. 5.17). Die Remanenz liegt bei einem KERR-Winkel von etwa 5 mdeg. In Sättigung steigt dieser auf 9 mdeg bei einer äußeren Magnetfeldstärke von 120 mT.

Die Probe F26N45 mit 45,3 nm NiO und 26,9 nm Fe₃O₄ zeigt, wie die Probe F37N14 auch, eine Vierzähligkeit im Koerzitivfeld mit den magnetisch leichten Richtungen entlang der Kristallachsen von Magnesiumoxid (siehe Abb. 5.18). In magnetisch leichter Richtung beträgt das Koerzitivfeld $H_{C,max} = 33,1$ mT. In magnetisch schwerer Richtung sinkt es auf $H_{C,min} = 22,4$ mT. Die Magnetisierungskurven zeigen keine vollständige Sättigung. In Abbildung 5.19 sind die Magnetisierungskurven in magnetisch schwerer und leichter Richtung zu sehen. Die Remanenz leigt bei einem KERR-Winkel von etwa 8 mdeg und steigt in Sättigung bis etwa 12 mdeg bei einer äußeren Magnetfeldstärke von 120 mT.

Für die Probe F81N26 mit 26,2 nm NiO und 81,1 nm Fe₃O₄ zeigt sich im Koerzitivfeld eine vierzählige und uniaxiale Anisotropie (siehe Abb. 5.20). Die magnetisch leichten Richtungen liegen bei dieser Probe wieder im Winkel von 45° zu den Kristallachsen von Magnesiumoxid, die magnetisch schweren Richtungen entlang den Achsen, wobei das Koerzitivfeld in [100]-Richtung ($H_{C,min} = 10,5 \text{ mT}$) geringer ist, als in [010]-Richtung ($H_C = 11,4 \text{ mT}$). Die maximale Koerzitivfeldstärke in magnetisch leichter Richtung liegt bei $H_{C,max} = 13,0 \text{ mT}$. Diese Werte sind drei mal kleiner wie die Werte für die Koerzitivfeldstärke der zuletzt genannten Probe und liegen somit eher im Bereich der reinen Magnetitprobe F36 mit 36,8 nm Fe₃O₄. Die Magnetisierungskurven in magnetisch schwerer und leichter Richtung sind in Abbildung 5.21 gezeigt. Der Verlauf der Messkurven für diese Probe zeigt im Gegensatz zu den anderen Proben mit Doppelschicht immer wieder dieselbe Auffälligkeit: Das Maximum der Magnetisierung liegt im Bereich der Remanenz. Der KERR-Winkel liegt hier bei etwa 7 mdeg. Im Bereich von größeren Magnetfeldstärken, also in Sättigung nimmt der KERR-Winkel wieder ab und sinkt auf bis zu 3 mdeg.



Abbildung 5.8: Koerzitivfeld der Probe F36 mit 36,8 nm Fe_3O_4 in Polarkoordinaten aufgetragen über den Drehwinkel. Die magnetisch leichte Richtung ist in gelb verdeutlicht.



Abbildung 5.9: KERR-Winkel in Abhängigkeit vom äußeren Magnetfeld a) nahe der magnetisch schweren Richtung bei 84° und b) in magnetisch leichter Richtung bei 42° gemessen an der Probe F36 mit 36,8 nm Fe₃O₄.



Abbildung 5.10: Koerzitivfeld der Probe F117 mit 117,0 nm Fe_3O_4 in Polarkoordinaten aufgetragen über den Drehwinkel. Eine magnetisch leichte Richtung ist nicht zu sehen.



Abbildung 5.11: KERR-Winkel in Abhängigkeit vom äußeren Magnetfeld bei 3° gemessen an der Probe F117 mit 117,0 nm Fe₃O₄.



Abbildung 5.12: Koerzitivfeld der Probe F23N07 mit 23,7 nm Fe_3O_4 und 7,0 nm NiO in Polarkoordinaten aufgetragen über den Drehwinkel. Eine magnetisch leichte Richtung ist nicht zu sehen.



Abbildung 5.13: KERR-Winkel in Abhängigkeit vom äußeren Magnetfeld bei 0° gemessen an der Probe F23N07 mit 23,7 nm Fe₃O₄ und 7,0 nm NiO.



Abbildung 5.14: Koerzitivfeld der Probe F37N14 mit 14,2 nm NiO und 37,9 nm Fe_3O_4 in Polarkoordinaten aufgetragen über den Drehwinkel. Die magnetisch leichte Richtung ist in gelb verdeutlicht.



Abbildung 5.15: KERR-Winkel in Abhängigkeit vom äußeren Magnetfeld a) nahe der magnetisch schweren Richtung bei 39° und b) in magnetisch leichter Richtung bei 270° gemessen an der Probe F37N14 mit 14,2 nm NiO und 37,9 nm Fe_3O_4 .



Abbildung 5.16: Koerzitivfeld der Probe F29N19 mit 29,8 nm Fe_3O_4 und 19,4 nm NiO in Polarkoordinaten aufgetragen über den Drehwinkel. Eine magnetisch leichte Richtung ist nicht zu sehen.



Abbildung 5.17: KERR-Winkel in Abhängigkeit vom äußeren Magnetfeld bei 6° gemessen an der Probe F29N19 mit 29,8 nm Fe₃O₄ und 19,4 nm NiO.



Abbildung 5.18: Koerzitivfeld der Probe F26N45 mit 45,3 nm NiO und 26,9 nm Fe_3O_4 in Polarkoordinaten aufgetragen über den Drehwinkel. Die magnetisch leichte Richtung ist in gelb verdeutlicht.



Abbildung 5.19: KERR-Winkel in Abhängigkeit vom äußeren Magnetfeld a) nahe der magnetisch schweren Richtung bei 48° und b) in magnetisch leichter Richtung bei 90° gemessen an der Probe F26N45 mit 45,3 nm NiO und 26,9 nm Fe₃O₄.



Abbildung 5.20: Koerzitivfeld der Probe F81N26 mit 26,2 nm NiO und 81,1 nm Fe_3O_4 in Polarkoordinaten aufgetragen über den Drehwinkel. Die magnetisch leichte Richtung ist in gelb verdeutlicht.



Abbildung 5.21: KERR-Winkel in Abhängigkeit vom äußeren Magnetfeld a) in magnetisch schwerer Richtung bei 360° und b) in magnetisch leichter Richtung bei 42° gemessen an der Probe F81N26 mit 26,2 nm NiO und 81,1 nm Fe₃O₄.

6 Diskussion

Die XRR-Messungen lassen sich mit den verwendeten Schichtmodellen und den zugelassenen Grenzen gut erfassen. Lediglich die Probe F117 lässt keine genauen Schlussfolgerungen zur Schichtdicke und Rauigkeit zu, da im Kurvenverlauf keine Oszillationen zu sehen sind. Hier stößt das verwendete Diffraktometer an die Grenzen seines Auflösungsvermögens, welches bei einer Schichtdicke von etwa 90 - 100 nm liegt. Die simulierte Kurve mit einer Schichtdicke von 117 nm deckt die experimentellen Daten zwar gut ab, jedoch lässt sich dieses Ergebnis auch mit größeren Werten für die Schichtdicke erreichen.

Die Doppelschichten sollten mit einer aufsteigenden Nickeloxidschichtdicke und gleich bleibender Magnetitschichtdicke hergestellt werden. Wie die Ergebnisse jedoch zeigen, variiert die Magnetitschichtdicke. Dafür verantwortlich ist vor allem die Funktion des Eisenverdampfers. Dieser zeigte während der Herstellung der Proben immer wieder Probleme und musste ausgebaut und repariert werden. In Folge dessen sind die Magnetitschichten nicht gleich dick geworden.

Die Rauigkeit der einzelnen Schichten zeigt keine Abhängigkeit von der Schichtdicke. Die berechneten Mittelwerte der Rauigkeit stimmen im Rahmen der Grenzen weitestgehend mit den Werten von 1,1 nm für die NiO/MgO-Grenzfläche, 0,7 nm an der Fe₃O₄/NiO-Grenzfläche und 0,6 nm auf der Oberfläche der Fe₃O₄-Schicht mit den Daten von GATEL et al. überein [20]. Lediglich die Werte für die Fe₃O₄-Oberfläche werden unterschritten, was bedeutet, dass die Oberflächen der hergestellten Proben glatter sind.

Zieht man die Messergebnisse für die geviertelten Proben in die Betrachtung mit hinein, so kommt es bei den analysierten Schichtdicken zu Unterschieden von bis zu 10%. Ausgenommen ist die Probe F117, da die Schichtdicke nicht genau bestimmt werden kann. Für diese Inhomogenität könnte die Position der Probe vor dem Ausgang des Verdampfers verantwortlich sein. Befindet sich die Probe nicht genau Mittig vor der Öffnung, so ist anzunehmen, dass die Seite, die näher zur Mitte liegt mit mehr Material bedampft wird.

Die aufgenommenen LEED-Bilder zeigen, dass das Magnesiumoxidsubstrat nach dem Heizen sauber und kristallin ist. Ebenfalls kristallin sind die aufgedampften Schichten aus Nickeloxid, was durch die (1×1)-Struktur bestätigt wird. Die (2×2)- und $(\sqrt{2} \times \sqrt{2})$ R45°-Struktur bezüglich Magnesiumoxid, die auf den aufgenommenen Beugungsbildern der Fe₃O₄-Schicht zu sehen ist, deutet auf Magnetit hin, was in der Literatur [26] bereits beobachtet wurde. Aufgrund der geringen Gitterfehlanpassung zwischen Nickeloxid und Magnesiumoxid kann der Kristall ohne Verdrehungen aufwachsen.

Das aufgenommene Ni 2p-Spektrum zeigt die vier erwarteten Peaks, bestehend aus Ni $2p_{3/2}$ und Ni $2p_{1/2}$ sowie deren Satelliten. Im Vergleich zum NiO-Referenzspektrum [27] zeigt sich eine gute Übereinstimmung. Man kann daher davon ausgehen, dass es sich bei der hergestellten Schicht um Nickeloxid handelt. Der Verlauf der Fe 2p-Spektren zeigt im Vergleich mit der Literatur [30], dass es sich um Magnetit handelt. Denn es ist kein Satellit zwischen dem Fe $2p_{1/2}$ - und dem Fe $2p_{3/2}$ -Peak zu sehen, welcher typisch für andere Eisenoxide ist. Außerdem liegen die Bindungsenergien bei den Werten von Fe₃O₄. Der aus der XPS-Messung rekonstruierte Fe 2p-Peak mit einem durchschnittlichen Anteil

an Fe²⁺-Ionen von 36 % und Fe³⁺-Ionen von 63 % kommt dem Ionenverhältnis von 1:2 für Fe²⁺/Fe³⁺ sehr nahe [32].

Die mittels MOKE aufgenommenen Magnetisierungskurven der Probe F36 zeigen einen typischen Hystereseverlauf für das Material. Wie in der Literatur [33, 34] schon erwähnt, zeigt der Verlauf für Magnetit keine vollständige Sättigung. Das Koerzitivfeld zeigt ebenfalls ein typisches Bild für dünne Schichten. Zu sehen ist eine vierzählige magnetische Anisotropie. Die leichte Achse liegt in [110]-Richtung und die schwere Achse in [100]-Richtung, was auch schon in der Literatur [35] beobachtet wurde. Die in schwerer Richtung auftretenden lokalen Maxima haben ihren Ursprung in der Domänenaufspaltung [36].

Die Probe F117 mit 117 nm Fe_3O_4 zeigt keine magnetische Anisotropie. In der Literatur [33] wurde bereits festgestellt, dass dicke Magnetitschichten andere Eigenschaften aufweisen als dünne Magnetitschichten. In diesem Fall nimmt die Anisotropie bei steigender Magnetitschichtdicke ab.

Die Magnetisierungskurve der Probe F81N26 lässt einen diamagnetischen oder paramagnetischen Anteil vermuten, da der KERR-Winkel in Sättigung, also für große Magnetfeldstärken, wieder fällt. Jedoch sind Dia- und Paramagnetismus im MOKE nicht sichtbar. Daher ist anzunehmen, dass die zusätzliche Polarisationsdrehung durch einen FARADAY-Effekt in den optischen Komponenten herbeigeführt wird.

Bei Betrachtung der MOKE-Ergebnisse in einer Reihe mit zunehmender Magnetitschichtdicke (siehe Abb. 6.1a)), fällt einem auf, dass die Koerzitivfeldstärke bis zu einer bestimmten Schichtdicke zuzunehmen scheint und für große Schichtdicken wieder abnimmt. Allerdings fällt die Probe F29N19 aus dieser Reihe heraus, da das Koerzitivfeld nur noch halb so groß ist wie das der Proben F26N45 und F37N14.

Nimmt man die Nickeloxidschichtdicke als Anhaltspunkte und stellt die Koerzitivfeldstärke in Abhängigkeit der NiO-Schichtdicke dar (siehe Abb. 6.1b)), so ist ebenfalls keine klare Entwicklung in den Magnetisierungskurven zu sehen. Je nachdem welche Probe man in der Reihe außer Acht lässt, scheint die Koerzitivfeldstärke entweder bis zu einem bestimmten Wert zuzunehmen (in der Reihe ohne die Proben mit einer Nickeloxidschichtdicke um die 20 nm) oder erst zuzunehmen und dann bei größeren Schichtdicken wieder abzunehmen (in der Reihe ohne die Probe F26N45).

Einzig die Remanenz scheint in dieser Reihe anzusteigen. Bis zu einer Nickeloxidschichtdicke von etwa 20 nm liegt die Remanenz bei einem KERR-Winkel von etwa 5 mdeg. Bei einer Schichtdicke von 45 nm liegt die Remanenz bei einem KERR-Winkel von etwa 8 mdeg.

Da bei diesen Betrachtungen die Schichtdicke des einen Materials variiert, die des anderen Materials jedoch nicht konstant bleibt, werden die Schichtdicken ins Verhältnis zueinander gesetzt und in aufsteigender Reihenfolge betrachtet, für Fe₃O₄ zu NiO von etwa 1:2 bei der Probe F26N45 bis etwa 3:1 bei der Probe F23N07 beziehungsweise ∞ :1 bei der Probe F36 (siehe Abb. 6.2). Leider sind auch in dieser Reihe keine eindeutigen Entwicklungen zu sehen. Man könnte sagen dass das Koerzitivfeld kleiner wird mit steigendem Verhältnis von Fe₃O₄ zu NiO. Jedoch passen die Ergebnisse der Probe F29N19 nicht zu dieser Vermutung. Mit Ausnahme dieser Probe lässt sich über die Reihe sagen, dass die beiden



Abbildung 6.1: Betrachtung des Koerzitivfeldes in Abhängigkeit zur a) Fe₃O₄- und b) NiO-Schichtdicke.

Proben mit einem Verhältnis von Fe_3O_4 zu NiO von unter 3:1 ein um das doppelte bis dreifach größere Koerzitivfeld besitzen als die anderen Proben. Außerdem liegen die magnetisch leichten Richtungen entlang den Achsen des Magnesiumoxidkristalls, also in [100]-Richtung. Die Probe mit dem kleinsten Verhältnis von Fe_3O_4 zu NiO besitzt die größte Remanenz.

Die beiden Proben F23N07 und F81N26 mit fast dem gleichen Verhältnis von Fe₃O₄ zu NiO von 3,3:1 und 3,1:1 unterscheiden sich vor allem in der Schichtdicke vom Magnetit. Die Probe F81N26 hat eine dicke Magnetitschicht von 81 nm und ist daher der reinen Magnetitprobe F36 recht ähnlich. Diese beiden Proben bilden das Paar mit einem großen Verhältnis von Fe₃O₄ zu NiO von über 3:1. Das Koerzitivfeld ist klein, weist jedoch eine vierzählige Anisotropie auf, mit den leichten Achsen in [110]-Richtung.

Abbildung 6.2: Betrachtung des Koerzitivfeldes in Abhängigkeit zum Schichtdickenverhältnis von Fe $_3O_4$ zu NiO.

7 Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurden Magnetit/Nickeloxid-Schichten auf Magnesiumoxid hergestellt und charakterisiert. Die einzelnen Schichten wurden mit Elektronenbeugung und Röntgenphotoelektronenspektroskopie untersucht, um Kristallinität und Stöchiometrie festzustellen. Schichtdicke und Rauhigkeit wurden mit Röntgenreflektometrie ermittelt und mit dem magnetooptischen KERR Effekt die magnetischen Eigenschaften untersucht.

Alle hergestellten Schichten weisen eine kristalline Ordnung auf. Die Beugungsbilder zeigen für Magnesiumoxid und Nickeloxid die erwartete (1×1) -Struktur. Für die Eisenoxidschicht zeigt sich die (1×1) -Struktur mit scharfen Reflexen sowie die $(\sqrt{2} \times \sqrt{2})$ R45°-Überstruktur, was ein deutlicher Hinweis auf Magnetit ist.

Das für die XRR-Messungen verwendete Modell aus einer Säule und ohne Zwischenschichten erweist sich als gut geeignet, um die Messdaten zu erfassen. Einzig die Schichtdicke einer Probe mit dicker Magnetitschicht konnte nicht genau bestimmt werden, da die Grenzen des Auflösungsvermögens des Röntgendiffraktometers erreicht wurden. Zur genauen Bestimmung der Schichtdicke für diese Probe ist daher eine andere Messapparatur notwendig. Die Übrigen Ergebnisse für Magnetit zeigen, dass die Schichtdicke variiert. In Zukunft sollte daher ein genaueres Verfahren entwickelt werden, um die Aufdampfparameter konstant zu halten. Auch zeigt der Vergleich mit den geteilten Probenstücken, dass die Schichten nicht ganz homogen sind. Daher ist darauf zu Achten, dass die Proben bei der Präparation genau mittig vor dem Verdampfer stehen. Zur Sicherheit sollte jedes Teilstück der Probe vor weiteren Behandlungen untersucht werden, da die Schichtdicke sonst nur mit einer Genauigkeit von etwa 10 % angenommen werden kann.

Die XPS-Ergebnisse zeigen ein für Nickeloxid typisches Ni 2p-Spektrum. Die gemessenen Daten des Fe 2p-Peaks zeigen keine Satelliten, die für FeO oder Fe₂O₃ typisch sind. Außerdem ergab die Rekonstruktion des Fe 2p-Peaks ein Ionenverhältnis von 1:2 für Fe²⁺ zu Fe³⁺, welches dem von Magnetit entspricht.

Die Messungen des KERR Effektes zeigen nicht für alle Proben eine vierzählige Anisotropie im Koerzitivfeld. Für einfache Magnetitschichten nimmt die Anisotropie mit zunehmender Schichtdicke ab. Die Doppelschichten aus Magnetit und Nickeloxid weisen magnetisch leichte Achsen sowohl in [110]-, als auch in [100]-Richtung auf. Ein eindeutiger Zusammenhang mit der Schichtdicke von Magnetit oder Nickeloxid und der Ausrichtung der leichten Achsen wurde nicht gefunden. Da die Schichtdicken der Magnetitschicht variieren, musste auf das Verhältnis der Schichtdicken zueinander eingegangen werden, was jedoch in Bezug auf den untersuchten Parameter ebenfalls keinen eindeutigen Zusammenhang liefert. Es ist also darauf zu achten, dass die Magnetitschichtdicke tatsächlich konstant bleibt und nur die Nickeloxidschichtdicke variiert, um den Einfluss der Magnetitschicht auszuschließen und konkrete Aussagen treffen zu können.

Die an den Proben durchgeführten Untersuchungen zum Exchange Bias und Trainingseffekt sind in der Arbeit von A. Mizuk nachzulesen [12]. Die Arbeit von L. Marnitz behandelt die Untersuchungen an magnetischen Tunnelkontakten mit einer Magnetitelektrode [13].

Literatur

- BAIBICH, M. N.; BROTO, J. M.; FERT, A.; NGUYEN VAN DAU, F.; PETROFF, F.; ETIENNE, P.; CREUZET, G.; FRIEDERICH, A.; CHAZELAS, J.: Giant Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices. Physical Review Letters, Volume 61 (21): 2472–2475, 1988.
- [2] BINASCH, G.; GRÜNBERG, P.; SAURENBACH, F.; ZINN, W.: Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer exchange. Physical Review B, Volume 39 (7): 4828–4830, 1989.
- [3] JULLIERE, M.: Tunneling between ferromagnetic films. Physics Letters A, Volume 54 (3): 225–226, 1975.
- [4] DAUGHTON, J.M.: Magnetoresistive memory technology. Thin Solid Films, Volume 216 (1): 162–168, 1992.
- [5] MEIKLEJOHN, W.H.; BEAN, C.P.: New Magnetic Anisotropy. Physical Review, Volume 105 (3): 904–913, 1957.
- [6] ZHANG, K.; ZHAO, T.; FUJIWARA, H.: Training effect of exchange biased iron-oxide/ferromagnet systems. Journal of Applied Physics, Volume 89 (11): 6910– 6912, 2001.
- [7] CHEN, Y.Z.; SUN, J.R.; HAN, Y.N.; XIE, X.Y.; SHEN, J.; RONG, C.B.; HE, S.L.; SHEN, B.G.: Microstructure and magnetic properties of strained Fe₃O₄ films. Journal of Applied Physics, Volume 103 (7): 07D703, 2008.
- [8] WILKENS, HENRIK: Röntgen- und Vektor-MOKE-Untersuchungen ferromagnetischer Fe-Schichten. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2013.
- [9] SCHEMME, TOBIAS: Oxidation von Eisenschichten auf MgO(001)-Substraten. Masterarbeit, Universität Osnabrück, 2011.
- [10] PATHÉ, NICO: MOKE-Untersuchungen ultradünner Eisenoxidschichten auf MgO(001). Bachelorarbeit, Universität Osnabrück, 2012.
- [11] KRAMPF, ANDREAS: MOKE-Untersuchungen ultradünner Fe₃O₄/Fe-Schichten auf MgO(001). Bachelorarbeit, Universität Osnabrück, 2013.
- [12] MIZUK, ALEXANDER: Temperatur- und Schichtdickenabhängige Untersuchung des Trainingseffekts an dünnen Fe₃O₄/NiO-Schichtsystemen. Bachelorarbeit, Universität Osnabrück, 2013.
- [13] MARNITZ, LUCA: Magnetic Tunnel Junctions With One Magnetite Electrode. Bachelorarbeit, Universität Bielefeld, 2013.
- [14] SCHUCKMANN, OLGA: Plasmamodifizierung von Praseodym- und Ceroxidschichten. Masterarbeit, Universität Osnabrück, 2012.

- [15] PARRATT, L. G.: Surface Studies of Solids by Total Reflection of X-Rays. Physical Review, Volume 95 (2): 359–369, 1954.
- [16] KUSCHEL, TIMO: Aufbau einer Apparatur zur Messung des magnetooptischen KERR-Effekts. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2007.
- [17] MURMANN, FRANK: Kerrwinkel, 2011. http://upload.wikimedia.org/ wikipedia/commons/thumb/1/1e/Kerrwinkel.svg/2000px-Kerrwinkel.svg. png. [Eingesehen am 01.11.2013].
- [18] HAMRLE, J.; BLOMEIER, S.; GAIER, O.; HILLEBRANDS, B.; SCHNEIDER, H.; JAKOB, G.; POSTAVA, K.; FELSER, C.: Huge quadratic magneto-optical Kerr effect and magnetization reversal in the Co₂FeSt Heusler compound. Journal of Physics D: Applied Physics, Volume 40 (6): 1563–1569, 2007.
- [19] SCHUBERT, ROBIN: Entwicklung einer Software zur Analyse von magnetooptischen Daten. Bachelorarbeit, Universität Osnabrück, 2009.
- [20] GATEL, C.; SNOECK, E.; SERIN, V.; FERT, A.R.: Epitaxial growth and magnetic exchange anisotropy in Fe₃O₄/NiO bilayers grown on MgO(001) and Al₂O₃(0001). The European Physical Journal B, Volume 45: 157–168, 2005.
- [21] Crystal structure of nacl with coordination polyhedra, 2008. http://upload. wikimedia.org/wikipedia/commons/c/c0/NaCl_polyhedra.png. [Eingesehen am 01.11.2013].
- [22] Low-energy electron diffraction. http://www.soft-matter.uni-tuebingen.de/ index.html?LEED.html. [Eingesehen am 01.11.2013].
- [23] Photoelektronenspektroskopie. http://upload.wikimedia.org/wikipedia/ commons/8/8d/Scienta3.jpg. [Eingesehen am 01.11.2013].
- [24] BERTRAM, FLORIAN: *Röntgenreflektometrie an ultradünnen Schichten*. Bachelorarbeit, Universität Osnabrück, 2007.
- [25] Index of refraction. http://henke.lbl.gov/optical_constants/getdb2.html. [Eingesehen am 01.11.2013].
- [26] ANDERSON, J.F.; KUHN, M.; DIEBOLD, U.; SHAW, K.; STOYANOV, P.; LIND,
 D.: Surface structure and morphology of Mg-segregated epitaxial Fe₃O₄(001) thin films on MgO(001). Physical Review B, Volume 56 (15): 9902–9909, 1997.
- [27] ALDERS, D.; VOOGT, F.C.; HIBMA, T.; SAWATZKY, G.A.: Nonlocal screening effects in 2p x-ray photoemission spectroscopy of NiO(100). Physical Review B, Volume 54 (11): 7716–7719, 1996.
- [28] LENGLET, M.; D'HUYSSER, A.; BONELLE, J.P.; DÜRR, J.; JØRGENSEN, C.K.: Analysis of x-ray Ni Kβ emission, xanes, xps, Ni 2p, and optical spectra of nickel(II) spinels and structure inference. Chemical Physics Letters, Volume 136 (5): 478–482, 1987.

- [29] NESBITT, H.W.; LEGRAND, D.; BANCROFT, G.M.: Interpretation of Ni2p XPS spectra of Ni conductors and Ni insulators. Physics and Chemistry of Minerals, Volume 27: 357–366, 2000.
- [30] YAMASHITA, T.; HAYES, P.: Analysis of XPS spectra of Fe²⁺ and Fe³⁺ ions in oxide materials. Applied Surface Science, Volume 254: 2441–2449, 2008.
- [31] BALINSKI, KAMIL: Entwicklung einer Ansteuerungssoftware für eine magnetooptische Messapparatur. Bachelorarbeit, Universität Osnabrück, 2010.
- [32] CHAMBERS, S.A.; JOYCE, S.A.: Surface termination, composition and reconstruction of $Fe_3O_4(001)$ and $c-Fe_2O_3(001)$. Surface Science, Volume 420: 111–122, 1999.
- [33] MARGULIES, D.T.; PARKER, F.T.; SPADA, F.E.; GOLDMAN, R.S.; LI, J.; SINCLAIR, R.; BERKOWITZ, A.E.: Anomalous moment and anisotropy behavior in Fe₃O₄ films. Physical Review B, Volume 53 (14): 9175–9187, 1996.
- [34] MARGULIES, D.T.; PARKER, F.T.; RUDEE, M.L.; SPADA, F.E.; CHAPMAN, J.N.; AITCHISON, P.R.; BERKOWITZ, A.E.: Origin of Anomalous Magnetic Behavior in Single Crystal Fe₃O₄ Films. Physical Review Letters, Volume 79 (25): 5162–5165, 1997.
- [35] CORNELL, R.M.; SCHWERTMANN, U.: The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurences and Uses. Wiley-VCH, 2003.
- [36] KUSCHEL, T.; HAMRLE, J.; PIŠTORA, J.; SAITO, K.; BOSU, S.; SAKURABA, Y.; TAKANASHI, K.; WOLLSCHLÄGER, J.: Magnetic characterization of thin Co₅₀Fe₅₀ films by magnetooptic Kerr effect. Journal of Physics D: Applied Physics, Volume 45 (49), 2012.
- [37] KRUMREY, M.; HOFFMANN, M.; KOLBE, M.: Schichtdickenbestimmung mit Röntgenreflektometrie. Sonderdruck aus PTB-Mitteilungen 115, 2005.

Anhang

Nr.	Laborbezeichnung		$\delta \ [10^{-5}]$	d [nm]	σ [nm]	Abkürzung
		Fe_3O_4	-	-	-	
1	NiOMgO130417	NiO	1,94	$25,\!5$	0,2	N25
		MgO	1,05	-	0,2	
		Fe_3O_4	1,54	36,8	0,3	
2	FeOMgO130419	NiO	-	-	-	F36
		MgO	1,15	-	0,9	
		Fe_3O_4	1,52	117,0	0,5	
3	FeOMgO130422	NiO	-	-	-	F117
		MgO	1,27	-	2,0	
		Fe_3O_4	1,57	23,7	0,0	
4	FeONiOMgO130429	NiO	1,79	7,0	0,9	F23N07
		MgO	1,27	-	1,0	
		Fe_3O_4	1,56	$37,\!9$	0,0	
5	FeONiOMgO130514	NiO	1,74	14,2	0,9	F37N14
		MgO	1,45	-	2,0	
		Fe_3O_4	1,55	29,8	$0,\!3$	
6	FeONiOMgO130515	NiO	1,88	19,4	0,9	F29N19
		MgO	1,25	-	2,0	
		Fe_3O_4	1,57	26,9	$_{0,0}$	
7	FeONiOMgO130521	NiO	1,82	45,3	0,4	F26N45
		MgO	1,26	-	2,0	
		Fe_3O_4	1,56	81,1	0,0	
8	FeONiOMgO130603	NiO	1,72	26,2	1,0	F81N26
		MgO	1,26	-	1,7	

Tabelle A.1: Fitparameter der XRR-Messdaten für die ganzen Proben.

Nr.	Laborbezeichnung		$\delta \ [10^{-5}]$	d [nm]	σ [nm]	Abkürzung
		Fe ₃ O ₄	-	-	-	
1	NiOMgO130417	NiO	1,96	22,9	0,2	N25
		MgO	1,26	-	$1,\!0$	
		Fe_3O_4	1,62	38,2	0,0	
2	FeOMgO130419	NiO	-	-	-	F36
		MgO	1,09	-	$_{0,3}$	
		Fe_3O_4	1,69	137,7	$0,\!3$	
3	FeOMgO130422	NiO	-	-	-	F117
		MgO	1,26	-	2,0	
		Fe_3O_4	1,56	24,7	$_{0,0}$	
4	FeONiOMgO130429	NiO	1,90	6,9	0,8	F23N07
		MgO	1,26	-	0,7	
		$\mathrm{Fe}_3\mathrm{O}_4$	1,49	38,0	$_{0,0}$	
5	FeONiOMgO130514	NiO	1,94	$15,\!5$	0,6	F37N14
		MgO	1,26	-	$1,\!0$	
		Fe_3O_4	1,57	29,8	0,1	
6	FeONiOMgO130515	NiO	1,89	20,3	0,7	F29N19
		MgO	1,26	-	1,1	
		Fe_3O_4	1,58	27,2	0,4	
7	FeONiOMgO130521	NiO	1,89	44,0	$1,\!0$	F26N45
		MgO	1,26	-	2,0	
		$\overline{\text{Fe}_3\text{O}_4}$	1,54	87,0	0,0	
8	FeONiOMgO130603	NiO	1,75	28,1	$1,\!0$	F81N26
		MgO	1,26	-	$1,\!4$	

Tabelle A.2: Fitparameter der XRR-Messdaten für die Viertelproben.

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich denjenigen danken, die mich bei der Erstellung dieser Bachelorarbeit unterstützt und mir geholfen haben.

Als Erstes danke ich Prof. Dr. Joachim Wollschläger für die Möglichkeit in dieser Arbeitsgruppe und an diesem Thema arbeiten zu dürfen. Außerdem bedanke ich mich bei Dr. Karsten Küpper für die Bereitschaft, die Position des Zweitprüfers zu übernehmen.

Ein besonderer Dank gilt Tobias Schemme und Olga Schuckmann für die Betreuung dieser Arbeit, die Hilfsbereitschaft im Labor, das Korrekturlesen und die Unterstützung zu jeder Zeit.

Des Weiteren möchte ich mich bei Dr. Timo Kuschel bedanken, der insbesondere die Messungen in Bielefeld begleitet hat, aber auch sonst für weitere Fragen ein offenes Ohr hatte und bei der Korrektur dieser Arbeit geholfen hat.

Nicht zu vergessen sind die Menschen im Prüfungsamt und der Verwaltung, die in verschiedenen Angelegenheiten schnell und unkompliziert weitergeholfen haben. Danke. Ein großes Dankeschön geht an die gesamte Arbeitsgruppe, für die sehr angenehme Atmosphäre, die gemeinsamen Mahlzeiten, die gesellige Zeit nach Feierabend und sonstigen Aktivitäten abseits der Universität.

Meiner Familie danke ich für die Zeit, die man mir gelassen, und die Unterstützung, die man mir gegeben hat, um dieses Studium absolvieren zu können.

Schließlich möchte ich mich bei meinen Freunden bedanken, die mich auf diesem Weg geduldig begleitet und für Abwechslung in meiner Freizeitgestaltung gesorgt haben.

VIELEN DANK!

Erklärung

Ich versichere, dass ich die eingereichte Bachelor-Arbeit selbstständig und ohne unerlaubte 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, 4. November 2013

(Matthäus Witziok)