

UNIVERSITÄT OSNABRÜCK

Fachbereich Physik

BACHELORARBEIT

MOKE-Untersuchungen ultradünner Eisenoxidschichten auf MgO(001)

Autor: Nico PATHÉ

Erstgutachter: Prof. Dr. Joachim WOLLSCHLÄGER

Zweitgutachter: Dr. Karsten KÜPPER

Ich versichere hiermit, dass ich diese Bachelorarbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe.

Osnabrück, den 12. September 2012

Nico Pathé

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Theoretische Grundlagen	3
2.1	XPS	3
2.1.1	Effekte der Röntgenphotoelektronenspektroskopie	5
2.1.2	Streuung von Photoelektronen	7
2.1.3	Stöchiometrische Analyse	8
2.2	LEED	8
2.3	MOKE	10
2.3.1	Die verschiedenen Aufbauarten des MOKE	10
2.3.2	Die verschiedenen Arten des MOKE	11
2.3.3	KERR-Winkel und KERR-Elliptizität	12
2.3.4	Trennung von linearem und quadratischem MOKE	13
2.4	Magnetismus	16
2.4.1	Ferro- und Ferrimagnetismus	16
2.4.2	Magnetische Anisotropie dünner Schichten	17
3	Materialsystem	19
3.1	MgO	19
3.2	Eisen	19
3.3	Eisenoxide	19
3.3.1	Wüstit	20
3.3.2	Magnetit	20
3.3.3	Hämatit und Maghemit	22
4	Experimentelle Grundlagen	25
4.1	Versuchsaufbauten	25
4.1.1	Ultrahochvakuumkammer	25
4.1.2	XPS-Messanlage	26
4.1.3	LEED-Messanlage	27
4.1.4	MOKE-Messanlage	27
4.1.5	Messablauf	28
4.2	Probenpräparation	29
4.2.1	Substratpräparation	29
4.2.2	Herstellung von Eisenoxidschichten	30

5	Messergebnisse und Diskussion	33
5.1	Ergebnisse der XPS-Spektren	33
5.1.1	Auswertung der XPS-Spektren	33
5.1.2	Messergebnisse	36
5.2	Ergebnisse der LEED-Messungen	42
5.3	Ergebnisse der MOKE-Untersuchungen	46
5.4	Diskussion	49
6	Zusammenfassung und Ausblick	51

1 Einleitung

Das Leben wird heutzutage stark von technischen Geräten beeinflusst, die sich immer weiter entwickeln. Eine Folge dieses Fortschritts ist der Bedarf an immer besserer Technologie. Das heißt im Speziellen immer kleinere und leistungsfähigere elektronische Bauteile. Diese Bauteile bestehen nicht selten aus dünnen oder ultradünnen Schichten und dabei können magnetische Materialien wie Eisenoxide eine Rolle spielen. Ein Beispiel ist die Speichertechnologie nichtflüchtiger Speicher, in der unter anderem an Arbeitsspeichern geforscht wird, die auf magnetischen Effekten wie dem Riesenmagnetowiderstand (GMR) und dem magnetischen Tunnelwiderstand (TMR) basieren [1–4]. Dadurch können Informationen auch nach dem Abschalten der Energieversorgung erhalten bleiben. Ein Vorteil dieser MRAM-Technologie (*Magnetoresistive Random Access Memory*) wäre ein schnelleres Hochfahren der Computer, da nicht zuvor Informationen aus dem Festplattenspeicher in den Arbeitsspeicher geladen werden müssten. Zudem gingen bei einem Stromausfall die Daten aus dem Arbeitsspeicher nicht verloren. Außerdem sind viel höhere Lese- und Schreibgeschwindigkeiten realisierbar.

Für weitere Entwicklungen in diesem Gebiet ist es wichtig, möglichst viel über die Eigenschaften von ultradünnen Schichten und deren Herstellung zu erfahren. Da das Eisenoxid Magnetit besondere magnetische Eigenschaften besitzt, ist es ein Ziel dieser Arbeit, dieses in ultradünnen Schichten herzustellen. Besondere Eigenschaften sind es deshalb, weil Magnetit eine hohe Spinpolarisation am FERMI-Level besitzt. Eine Eigenschaft, die es für die Spintronik interessant macht [5]. Vor allem in Verwendung als magnetoelektrischer Werkstoff eignet sich Magnetit durch seinen hohen Widerstand und die geringen Hystereseverluste bei der Ummagnetisierung.

Die geringe Gitterfehlanpassung auf Magnesiumoxid(001) erklärt die Wahl des Substrats in dieser Arbeit. Auf sie wird Eisenoxid mittels Molekularstrahl-Epitaxie aufgedampft. Das Ziel dabei ist es, eine ultradünne magnetische Schicht herzustellen, vorzugsweise aus Magnetit, und diese mittels magnetooptischem KERR-Effekt danach auf ihre magnetischen Eigenschaften zu untersuchen. Die Vielzahl der verschiedenen Eisenoxidphasen hängt dabei von vielen Faktoren ab. Ein weiteres Ziel dieser Arbeit ist es also, die Entstehung der Eisenoxidphasen, abhängig vom Sauerstoffdruck und von der Zeit, für die aufgedampft wird, zu untersuchen. Dies geschieht mit der Röntgenphotoelektronenspektroskopie und der niederenergetischen Beugung von Elektronen.

Die theoretischen Grundlagen der verwendeten Methoden befinden sich in Kapitel 2. Anschließend stellt Kapitel 3 die verwendeten sowie möglicherweise vorkommen-

den Materialien vor. In Kapitel 4 werden die Messanlagen näher erläutert. Alle Ergebnisse werden umfassend in Kapitel 5 vorgestellt und diskutiert. Kapitel 6 fasst die Ergebnisse abschließend zusammen und liefert einen kleinen Ausblick.

2 Theoretische Grundlagen

In diesem Kapitel werden die theoretischen Grundlagen beschrieben, die für das Verständnis der verwendeten Messmethoden notwendig sind. Dazu wird zunächst die Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) und die Beugung niederenergetischer Elektronen an Oberflächen (LEED) erklärt. In Kapitel 2.3 wird dann der magneto-optische KERR-Effekt (MOKE) beschrieben. Anschließend folgen einige grundlegende Eigenschaften des Magnetismus.

2.1 Röntgenphotoelektronenspektroskopie

Die Röntgenphotoelektronenspektroskopie (*X-ray Photoelectron Spectroscopy* = XPS) ist ein sehr wichtiges Werkzeug, um die chemische Zusammensetzung eines Festkörpers sowie seine elektronische Struktur zu bestimmen. Die Grundlage für diese Methode liefert der photoelektrische Effekt. Der Aufbau eines solchen Experiments ist in Abb. 2.1 schematisch dargestellt. Durch die Lichtquantenhypothese, die ALBERT EINSTEIN 1905 aufstellte, muss sich die kinetische Energie E_{kin} der aus dem Festkörper gelösten Elektronen aus

$$E_{kin} = h\nu - \Phi_s - E_B \quad (2.1)$$

ergeben, dabei ist h das PLANCK'sche Wirkungsquantum, ν die Frequenz des Röntgenlichts, Φ_s die Austrittsarbeit und E_B die Bindungsenergie relativ zum FERMI-Niveau.

Wie in Abb. 2.2 jedoch zu erkennen ist, misst das Spektrometer die kinetische Energie E'_{kin} , da das Spektrometer selbst eine andere Austrittsarbeit als die Probe besitzt. Aus der Grafik ist leicht zu erkennen, dass sich die gemessene kinetische Energie aus

$$E'_{kin} = E_{kin} - (\Phi_{Spek} - \Phi_s) \quad (2.2)$$

berechnet, wobei Φ_{Spek} die Austrittsarbeit des Spektrometers ist. Ergänzt man die-

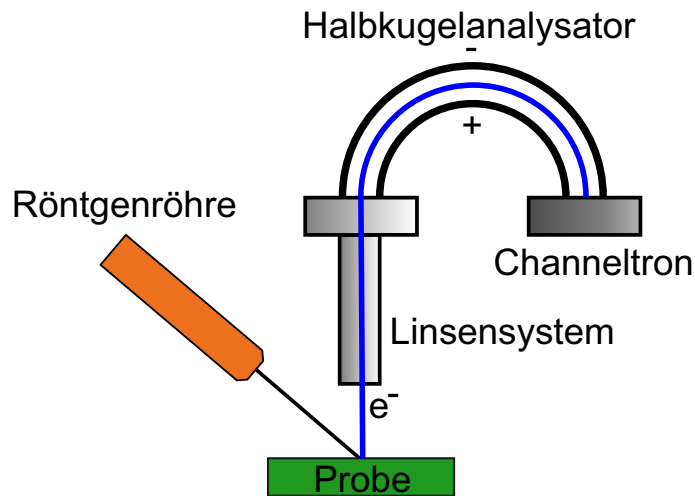


Abbildung 2.1: Schematischer Aufbau einer XPS-Anlage: Eine Röntgenröhre emittiert Photonen, die vom Probenmaterial absorbiert werden. Reicht die Energie, um die Austrittsarbeit zu überwinden, befinden sich die Photoelektronen mit ihrer restlichen Energie als kinetischer Energie im Vakuum. Durch ein Linsensystem werden sie in einen Halbkugelanalysator geleitet, der sie mit einem einstellbaren elektrischen Feld auf eine Kreisbahn zwingt. Kommen die Elektronen am Channeltron an, werden sie vom Channeltron detektiert. Bei bekanntem Feld und bekannter Geometrie der Halbkugel kann die kinetische Energie der Elektronen bestimmt werden. Entnommen aus [6].

se Gleichung durch die Werte für die theoretische kinetische Energie aus Gleichung 2.1, so erhält man

$$E'_{kin} = h\nu - E_B - \Phi_{Spek}. \quad (2.3)$$

Da die Austrittsarbeit des Spektrometers bekannt ist, kann nun durch Messen der kinetischen Energie E'_{kin} die Bindungsenergie bestimmt werden. Diese ist abhängig vom Potential des Atoms und es kann bestimmt werden, aus welchem Orbital welchen Elements das Elektron stammt. Bei einer XPS-Messung können jedoch Effekte auftreten, die im aufgenommenen Spektrum erscheinen und entsprechend berücksichtigt werden müssen, um das Spektrum korrekt auszuwerten. Einige für diese Arbeit relevante Effekte sollen im folgenden Kapitel erläutert werden.

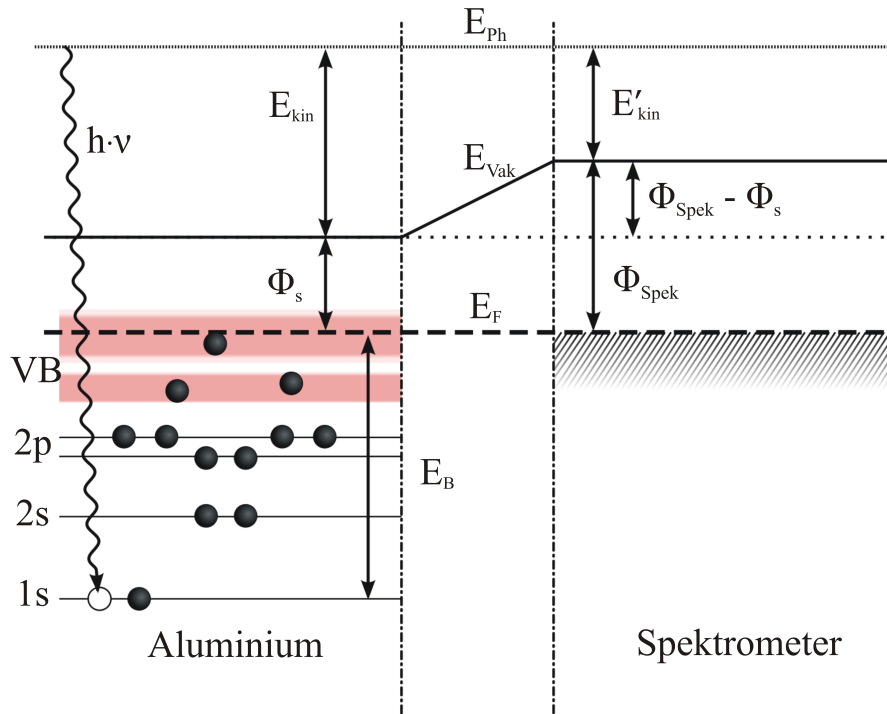


Abbildung 2.2: Energieniveauschema für Aluminium in einem XPS-Experiment. Ein Elektron im 1s-Orbital wird durch ein Röntgenphoton der Energie $h\nu$ angeregt und kann die Bindungsenergie E_B überwinden, es befindet sich im Valenzband VB an der FERMI-Kante. Ist die Energie außerdem ausreichend, um die Austrittsarbeit Φ_s zu überwinden, befindet sich das Elektron im Vakuum mit der restlichen Energie als kinetische Energie E_{kin} . Dort angekommen kann es das Spektrometer mit der Austrittsarbeit Φ_{Spek} erreichen, und es wird die kinetische Energie E'_{kin} gemessen. Entnommen aus [7].

2.1.1 Effekte der Röntgenphotoelektronenspektroskopie

Spin-Bahn-Kopplung

In der Quantenmechanik werden Elektronen durch ihre vier Quantenzahlen beschrieben. Diese sind die Hauptquantenzahl n , die Bahndrehimpulsquantenzahl l , die magnetische Quantenzahl m und die Spinquantenzahl s . Innerhalb eines Atoms müssen sich alle Elektronen mindestens durch eine Quantenzahl unterscheiden.

Bei der Spin-Bahn-Kopplung kommt es zu einer Kopplung zwischen den Bahndrehimpulsen $\vec{l}_i$ und den Eigendrehimpulsen $\vec{s}_i$. Hierbei unterscheidet man zwischen der LS-Kopplung und der JJ-Kopplung. Bei der LS-Kopplung koppeln zunächst alle Bahndrehimpulse zu einem Gesamtbahndrehimpuls $\vec{L} = \sum \vec{l}_i$ und alle Eigendrehimpulse zu einem Gesamteigendrehimpuls $\vec{S} = \sum \vec{s}_i$, bevor sie zu einem Gesamtdrehimpuls $\vec{J} = \vec{L} + \vec{S}$ koppeln. Bei der JJ-Kopplung hingegen koppeln zuerst die Bahndrehimpulse $\vec{j}_i$ mit den Eigendrehimpulsen $\vec{s}_i$ zu einem gemeinsamen

Drehimpuls $\vec{j}_i = \vec{l}_i + \vec{s}_i$. Erst danach koppeln alle Drehimpulse zu einem Gesamtdrehimpuls $\vec{J} = \sum \vec{j}_i$. Es hängt jedoch von der Masse des Atoms ab, welche Art der Kopplung vorliegt, alle leichteren Elemente bis hin zum Kohlenstoff bevorzugen die LS-Kopplung, die schwereren Elemente wie Uran eher die JJ-Kopplung.

Resultat der Spin-Bahn-Kopplung ist das Erscheinen von Dubletts im XPS-Spektrum. Durch den Vorzeichenwechsel vor der Spinquantenzahl kann j die Werte $j = l + 1/2$ oder $j = l - 1/2$ annehmen.

Satelliten

Am Anfang des Kapitels 2.1 wurde bereits der perfekte Vorgang einer Photoemission beschrieben, diese Vorgänge sorgen in den XPS-Spektren für die Hauptpeaks. Wenn durch weitere Effekte jedoch Nebenpeaks entstehen, werden diese Satelliten genannt und in *Shake-up*- oder *Shake-off*-Satelliten unterteilt. Sie werden erzeugt, wenn während des Emissionsprozesses ein weiteres Elektron definiert angeregt wird, dabei fehlt dem Photoelektron diese Energie und wird mit geringerer kinetischer Energie detektiert. Dabei unterscheiden sich *Shake-up*-Prozesse, indem bei ihnen das Elektron angeregt wird, von *Shake-off*-Prozessen, bei denen das Elektron emittiert wird.

Innerhalb dieser Arbeit wurden Eisenoxidschichten hergestellt und Übergangsmetalle wie FeO erzeugen genau solche Satelliten. Verursacht werden sie durch die Ladungsverschiebung (*Charge Transfer*), bei der am Beispiel von FeO ein Elektron vom 2p-Orbital des Sauerstoffs in das 3d-Orbital des Eisens übertragen wird. Weitere Möglichkeiten, wie Satelliten entstehen können, sind Plasmonenschwingungen. Dies sind kollektive Elektronenschwingungen, die sich durch den Festkörper ausbreiten. Verwendet man außerdem eine nicht-monochromatische Röntgenquelle, werden durch die unterschiedlichen Anregungsenergien weitere Satelliten erzeugt.

AUGER-Effekt

Beim AUGER-Effekt entsteht zusätzlich zu einem herausgelösten Elektron ein weiteres Elektron. Dieser Vorgang wird in der Arbeit nicht ausgewertet und soll deshalb nur kurz erläutert werden. Zunächst wird durch äußere Anregung ein Elektron emittiert und hinterlässt ein Loch in der Elektronenhülle des Atoms. Dies führt dazu, dass ein Elektron aus einer energetisch höheren Schale diesen Platz einnimmt. Bei diesem Relaxationsprozess wird Energie frei, die an ein weiteres Elektron abgegeben werden kann. Ist die Energie groß genug, wird dieses Elektron ebenfalls emittiert. Diese Elektronen werden AUGER-Elektronen genannt. Ihre Energie ist dabei unabhängig von der Anregungsenergie des Primärelektrons, daher lassen sich AUGER-Peaks in XPS-Spektren identifizieren, indem sich die kinetische Energie der AUGER-Elektronen bei unterschiedlichen Röntgenquellen nicht ändert.

Linienbreite

Besteht die untersuchte Probe aus mehreren Atomen gleichen Elements, aber unterschiedlichem chemischem Zustand, dann gibt es minimale Unterschiede in den Bindungsenergien der Elektronen. Um diese im Spektrum aufzulösen, also getrennt darstellen zu können, ist eine möglichst geringe Linienbreite nötig. Sie hängt von drei wesentlichen Faktoren ab.

Einer dieser Faktoren ist die natürliche Linienbreite der Röntgenquelle ΔE_p , die mit steigender Ordnungszahl Z des Anodenmaterials größer wird. Die K_α -Linien von Aluminium und Magnesium zeichnen sich hierbei durch ihre geringe natürliche Linienbreite aus und sind deshalb die bedeutendsten Röntgenquellen in der XPS. Ihre Linienbreiten betragen $\text{Al-}K_\alpha = 0,9 \text{ eV}$ und $\text{Mg-}K_\alpha = 0,8 \text{ eV}$.

Zusätzlich spielt die natürliche Linienbreite der untersuchten Energieniveaus ΔE_n eine Rolle. Sie ist abhängig von der Lebensdauer des Endzustands und lässt sich durch die HEISENBERG'sche Unschärferelation $\Delta E \Delta t \geq \hbar/2$ darstellen. Je größer die Bindungsenergie ist, desto geringer ist die Lebensdauer eines Elektronenlochs. Bei kernnahen Orbitalen wird die Lebensdauer überwiegend durch die AUGER-Übergangsrate bestimmt. Die natürliche Linienbreite ist weitgehend in einem Bereich von einigen zehntel Elektronenvolt vorzufinden, wird jedoch durch Phononanregung weiter verbreitert.

Als dritter Faktor ist das Auflösungsvermögen des Analysators ΔE_d zu nennen, denn der Analysator kann die kinetische Energie der gemessenen Elektronen nur limitiert genau bestimmen.

2.1.2 Streuung von Photoelektronen

Sobald ein Elektron aus seinem Platz herausgeschlagen wurde, besitzt es eine kinetische Energie, mit der es sich durch den Festkörper bewegt. Dabei ist es möglich, dass es an Elektronen oder deren Fehlstellen sowie an Atomkernen gestreut wird. Die mittlere freie Weglänge λ hängt hierbei davon ab, wie häufig eine Streuung vorkommt. Verliert das Elektron durch die Wechselwirkung Energie, so handelt es sich um inelastische Streuung, wird es jedoch nur von den Potentialen der Atome angezogen bzw. abgestoßen und dadurch abgelenkt, verliert es keine Energie und es handelt sich um elastische Streuung. Welche Art der Streuung auftritt, hängt von der Größe der kinetischen Energie ab. Je kleiner die kinetische Energie ist, desto unwahrscheinlicher ist es, dass die Photoelektronen mit einem Elektron oder einer Fehlstelle in Wechselwirkung geraten, also findet hauptsächlich elastische Streuung statt. Umgekehrt gilt, dass die Elektronen überwiegend inelastisch gestreut werden, wenn ihre kinetische Energie sehr hoch ist. Für die XPS-Messungen ist nur die inelastische Streuung relevant.

Wie bereits beschrieben, muss ein Elektron, sobald es herausgelöst wurde, zunächst

erstmal den Festkörper verlassen. Das liegt daran, dass die Röntgenstrahlung einige μm in den Festkörper eindringt und bis zu dieser Tiefe Elektronen heraus löst. Es ist also logisch, dass die Wahrscheinlichkeit für Elektronen, inelastische Stöße auszuüben, zunimmt, je tiefer sie im Festkörper heraus gelöst werden. Da sie durch die Streuprozesse jedoch Energie verlieren, haben sie im Vakuum nicht dieselbe kinetische Energie wie die Elektronen aus oberflächennahen Orbitalen. Wichtig sind die Elektronen, die die Oberfläche der Probe ohne Energieverlust erreichen, ihre Anzahl verhält sich proportional zu $e^{-\frac{z}{\lambda}}$ und sie bilden das Hauptspektrum. Hierbei beschreibt z die Tiefe, aus der die Elektronen stammen.

Die Elektronen, die inelastisch gestreut werden, erreichen mit geringerer kinetischer Energie das Vakuum und erscheinen im Spektrum zu höheren Bindungsenergien verschoben. Sie besitzen keine diskrete Energieverteilung und bilden den inelastischen Untergrund. Dieser wird auch Sekundärspektrum genannt und hat nichts mit dem Primärspektrum zu tun. Um das Spektrum später sinnvoll auszuwerten, muss der inelastische Untergrund vom Spektrum abgezogen werden, dadurch erhält man das Primärspektrum. Im Rahmen dieser Arbeit wird die Methode nach SHIRLEY verwendet [8].

2.1.3 Stöchiometrische Analyse

Neben der qualitativen Bestimmung der Probe ist es auch möglich, diese stöchiometrisch zu analysieren, also ihre quantitative Zusammensetzung zu bestimmen. Dafür gibt es mehrere Alternativen, unter anderem die Auswertung mit der Software *CasaXPS* [9]. Es ist aber auch möglich, die Peaks mit Hilfe von Referenzspektren auszuwerten. Diese müssen ebenfalls mit demselben Aufbau gemessen worden sein. Dabei wird davon ausgegangen, dass sich die Anteile linear aus den Referenzspektren zusammensetzen. Dieses Verfahren wurde bereits in [7] erfolgreich angewendet. In dieser Arbeit werden beide Alternativen genutzt.

2.2 Beugung niederenergetischer Elektronen an Oberflächen

Beugung niederenergetischer Elektronen (*Low Energy Electron Diffraction* = LEED) ist eine Methode, um die Struktur periodischer Kristalloberflächen zu charakterisieren. Hierfür werden Elektronen mit einer feststehenden und möglichst monochromatischen Energie auf die Probe gelenkt. Um Beugung zu erhalten, muss die DE-BROGLIE-Wellenlänge der Elektronen

$$\lambda_{\text{DE-BROGLIE}} = \frac{h}{p} = \frac{h}{\sqrt{2m_e E}} \quad (2.4)$$

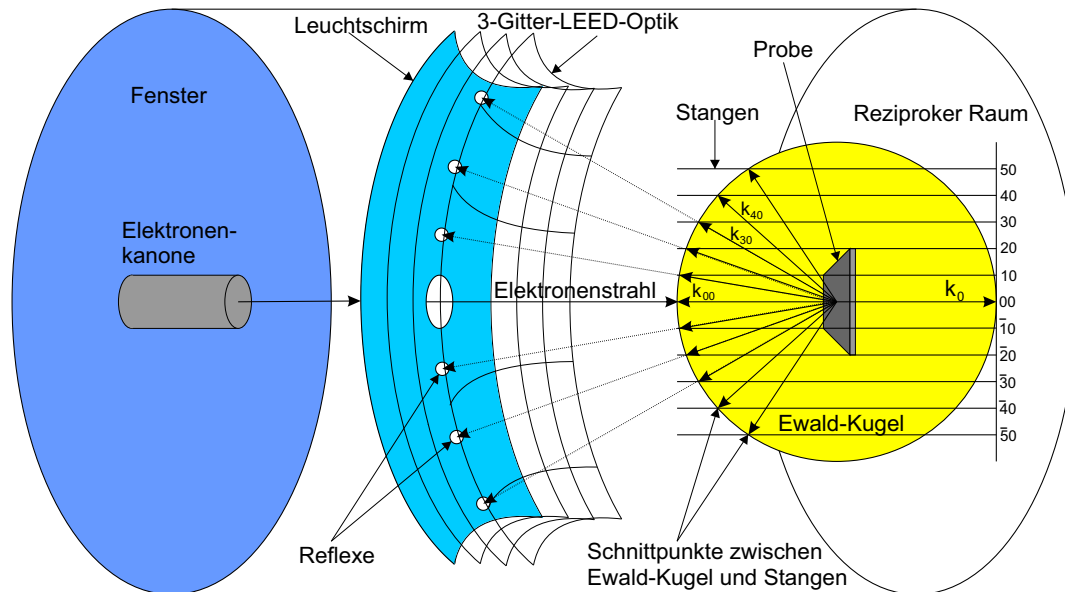


Abbildung 2.3: Aufbau einer LEED-Apparatur. Die Elektronenkanone sendet einen Elektronenstrahl aus, der senkrecht auf die Probe trifft. Dieser entspricht einer Welle mit dazugehörigem Wellenvektor k_0 . Betrachtet man eine zweidimensionale Oberfläche im reziproken Raum, gibt es keine Gitterpunkte, sondern Stangen. Zeichnet man eine EWALD-Kugel mit dem Radius k_0 ein, so interferieren die gebeugten Elektronen an den Schnittpunkten zwischen EWALD-Kugel und Stangen konstruktiv. Diese Elektronen werden durch eine Gitter-LEED-Optik nachbeschleunigt und auf einem Fluoreszenzschirm werden dann die Beugungsreflexe sichtbar gemacht. Entnommen aus [10] und angepasst.

in der gleichen Größenordnung wie die Gitterkonstante der bestrahlten Kristalloberfläche liegen. Da beispielsweise die Gitterkonstante von Magnesiumoxid bei $a_{MgO} = 4,2117 \text{ \AA}$ liegt, müssten Elektronen bei einer Wellenlänge von ca. $1 \text{ \AA}$ eine Energie von ca. 100 eV besitzen.

Durch die Beugung an der Oberfläche entsteht konstruktive Interferenz zwischen den Elektronenwellen. Nimmt man die realen zweidimensionalen Gittervektoren $\vec{a}$, $\vec{b}$ und die Ebenennormale $\vec{n}$, so kann man aus ihnen mittels der Formeln

$$\vec{a}^* = \frac{2\pi}{V} (\vec{b} \times \vec{n}) \quad \text{und} \quad \vec{b}^* = \frac{2\pi}{V} (\vec{n} \times \vec{a}) \quad (2.5)$$

die reziproken Gittervektoren $\vec{a}^*$ und $\vec{b}^*$ konstruieren. Sie spannen den reziproken Raum auf. Das auf dem Schirm entstehende Beugungsbild ist ein lineares Abbild eines Schnittes durch diesen Raum bei der untersuchten Oberfläche. Nach der LAUE-Bedingung erhält man bei elastischer Streuung von Elektronen an einem Gitter genau dann konstruktive Interferenz, wenn die Änderung des Wellenvektors beim Streuprozess einem reziproken Gittervektor $\vec{G}$ entspricht also $\vec{G} = \Delta\vec{k} = \vec{k} - \vec{k}'$ ist. Dabei ist $\vec{k}$ der Vektor der eingehenden Welle, $\vec{k}'$ derjenige der gestreuten Welle. Der Betrag eines Wellenvektors kann mit $2\pi/\lambda$ berechnet werden und ist bei elastischer Elektronenstreuung für die eingehende und gestreute Welle gleich. Da die Elektronen, bedingt durch die Gitterkonstante, eine relativ geringe Energie haben, besitzen sie auch nur eine sehr geringe Eindringtiefe in die Probenoberfläche. Deshalb kann hier zur Vereinfachung nur die Oberfläche betrachtet werden. Sie ist bei den untersuchten kristallinen Proben zweidimensional, folglich müssen die Gitterpunkte der nächsten Ebene unendlich weit weg sein. Für den reziproken Raum gilt umgekehrt, dass sie unendlich nah sind und es ergeben sich Beugungsstangen, die senkrecht auf der Oberfläche stehen. Zur Veranschaulichung, welche Streuvektoren zu Beugungsmaxima führen, ist in Abb. 2.3 eine EWALD-Kugel eingezeichnet. Beugungsmaxima sind immer dann zu finden, wenn die Kugeloberfläche eine Beugungsstange schneidet.

Die in Abb. 2.3 gezeigte LEED-Apparatur erfüllt alle zuvor beschriebenen Eigenschaften. Eine Elektronenkanone erzeugt einen Elektronenstrahl, der an der Probenoberfläche elastisch gestreut wird und durch eine Gitter-LEED-Optik beschleunigt wird, um die Beugungsmaxima auf einem Leuchtschirm sichtbar zu machen. Dies wird dann durch eine Kamera an einen PC übertragen, wo es als Bilddatei abgespeichert werden kann.

2.3 Magnetooptischer KERR-Effekt

John KERR entdeckte 1876, dass linear polarisiertes Licht, welches von einer magnetisierten Probe reflektiert wird, seine Polarisation ändert [11]. Dies wird als der magnetooptische KERR-Effekt (MOKE) bezeichnet. Dabei differenziert man zwischen drei MOKE-Arten. Sie unterscheiden sich in der Richtung der Magnetisierung relativ zur Probenoberfläche und der Einfallsebene des Lichts. Sie sollten nicht mit den drei Aufbauarten des MOKE verwechselt werden.

2.3.1 Die verschiedenen Aufbauarten des MOKE

Die drei Aufbauarten des MOKE unterscheiden sich in der Orientierung des äußeren magnetischen Felds relativ zur Einfallsebene des Lichts und der Oberfläche der Probe. Ist das äußere magnetische Feld senkrecht zur Probenoberfläche und

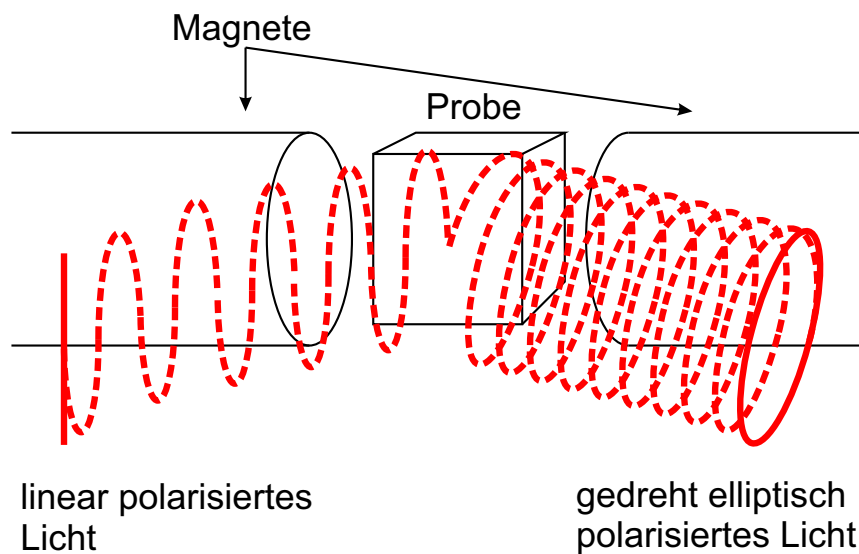


Abbildung 2.4: Vereinfachte Darstellung des longitudinalen Aufbaus. Linear polarisiertes Licht trifft auf eine Probe. Parallel zur Einfallsebene des Lichts ist das äußere magnetische Feld ausgerichtet. Das Licht wird gedreht elliptisch reflektiert. Entnommen aus [12] und angepasst.

parallel zur Einfallsebene des Lichts orientiert, handelt es sich um den polaren Aufbau. Beim transversalen Aufbau ist das äußere magnetische Feld parallel zur Probenoberfläche und senkrecht zur Einfallsebene des Lichts orientiert. Bei paralleler Orientierung des äußeren magnetischen Felds zur Probenoberfläche und zur Einfallsebene handelt es sich um den longitudinalen Aufbau. Dieser ist in Abb. 2.4 vereinfacht dargestellt.

2.3.2 Die verschiedenen Arten des MOKE

Eine Art ist der polare MOKE (PMOKE). Bei ihm steht die Magnetisierung senkrecht zur Probenoberfläche und parallel zur Einfallsebene des Lichts. Es erfolgt bei der Reflexion an der Probenoberfläche eine Drehung der Polarisation und sie ist danach elliptisch. Dabei hängt die Stärke des Effekts von dem Einfallswinkel des Lichts ab. Je flacher dieser ist, desto schwächer ist der Effekt. Eine weitere Art ist der transversale MOKE (TMOKE). Hier ist die Magnetisierung parallel zur Probenoberfläche, jedoch senkrecht zur Einfallsebene des Lichts orientiert. Dabei ändert sich die Intensität des reflektierten Lichts, jedoch nicht die Polarisation. In dieser Arbeit kann mit der verwendeten Apparatur kein TMOKE gemessen werden, da nur der longitudinale Aufbau verwendet wird. Mit diesem Aufbau lässt sich der PMOKE und der longitudinale MOKE (LMOKE) messen. Beim LMO-

KE steht das äußere magnetische Feld parallel zur Probenoberfläche und auch zur Einfallsebene des Lichts. Wie beim PMOKE dreht sich die Polarisation und ändert sich die Elliptizität, aber im Gegensatz zum PMOKE nimmt der Effekt bei flacherem Einfallswinkel zu.

2.3.3 KERR-Winkel und KERR-Elliptizität

Was in diesem Aufbau messbar ist, sind der KERR-Winkel Θ_K und der Elliptizitätswinkel ϵ_K , welcher ein Maß für die KERR-Elliptizität e_K ist. Dabei gibt der KERR-Winkel den Grad der Drehung aufgrund der Magnetisierung an und ist definiert als die Differenz zwischen den Polarisationswinkeln des einfallenden und reflektierten Lichts. Wie stark elliptisch diese gedrehte Polarisation ist, wird über die KERR-Elliptizität angegeben. Sie ist definiert als

$$e_K = \tan(\epsilon_K) = \frac{E_{refl.,min}}{E_{refl.,max}}, \quad (2.6)$$

wobei ϵ_K der Elliptizitätswinkel ist, der durch den Quotienten der beiden Achsen der Ellipse $(E_{refl.,min}, E_{refl.,max})$ bestimmt werden kann. KERR-Elliptizität und -Winkel können auch nach [13] zum komplexen KERR-Winkel

$$\Phi_K = \Theta_K + ie_K \quad (2.7)$$

zusammengefasst werden. Dieser ist proportional zur Magnetisierung der untersuchten Probe. Der Versuchsaufbau, der für diese Arbeit verwendet wurde, lässt sich durch den JONES-Formalismus charakterisieren [14]. Danach beschreibt eine Reflektionsmatrix

$$\hat{R} = \begin{pmatrix} r_{ss} & r_{sp} \\ r_{ps} & r_{pp} \end{pmatrix} \quad (2.8)$$

den Einfluss der Probe. Ihre Einträge bestehen aus den komplexen Reflektionskoeffizienten für senkrecht (s) und parallel (p) polarisiertes Licht. Die Elemente der Matrix beschreiben dabei, wie sich der Anteil der Polarisation bei der Reflexion verändert. Die Diagonalelemente verändern die Anteile senkrechter und paralleler Polarisation des eintreffenden Lichts in gleicher Polarisation. Die Nichtdiagonalelemente erzeugen bei eingehendem senkrecht polarisiertem Licht jedoch parallele Anteile und umgekehrt. Durch die Matrix kann die Änderung beschrieben werden und es resultiert eine gedreht elliptische Polarisation.

Aus diesen Werten lässt sich der komplexe KERR-Winkel für linear senkrecht und parallel polarisiertes Licht bestimmen. Nach [13] ergeben sich diese aus

$$\Phi_K^s = -\frac{r_{ps}}{r_{ss}} \quad (2.9)$$

$$\Phi_K^p = \frac{r_{sp}}{r_{pp}}. \quad (2.10)$$

Die komplexen Reflektionskoeffizienten sind abhängig vom Dielektrizitätstensor $\hat{\epsilon}$. Er ist materialspezifisch und beschreibt die Wechselwirkung zwischen Materie und elektromagnetischen Wellen. Seine Symmetrie hängt von der Symmetrie des untersuchten Kristallsystems ab. Dabei haben klassische Rechnungen gezeigt, dass nur Nichtdiagonalelemente des Tensors proportional zum magnetischen Fluss $\vec{B}$ sind [15]. Die Magnetisierung $\vec{M}$ steht in linearem Zusammenhang mit dem äußeren Feld $\vec{H}$

$$\vec{M} = \chi \vec{H}, \quad (2.11)$$

wobei χ die Suszeptibilität ist. Für die magnetische Flussdichte gilt

$$\vec{B} = \mu (\vec{H} + \vec{M}). \quad (2.12)$$

Sowohl bei ferro- als auch bei ferrimagnetischen Materialien ist $\chi \gg 1$. Daraus resultiert, dass der Einfluss des äußeren Magnetfeldes $\vec{H}$ auf die magnetische Flussdichte $\vec{B}$ vernachlässigt werden kann gegenüber dem Einfluss der Magnetisierung $\vec{M}$. Mit dieser Näherung ergibt sich folglich $\vec{B} \propto \vec{M}$ und für den komplexen KERR-Winkel gilt also

$$\Phi_K^s = -\frac{r_{ps}}{r_{ss}} \propto \epsilon_{ij} \propto B \propto M \text{ bzw. } \Phi_K^p = \frac{r_{sp}}{r_{pp}} \propto \epsilon_{ij} \propto B \propto M, \quad (2.13)$$

wobei $i \neq j$ ist. Diese Proportionalität zwischen dem KERR-Winkel und der Magnetisierung konnte durch quantenmechanische Rechnungen bestätigt werden [16]. Jedoch können aus der Proportionalität keine absoluten Werte für die Magnetisierung bestimmt werden.

2.3.4 Trennung von linearem und quadratischem MOKE

Bis zu Gleichung 2.13 wird von einer Abhängigkeit erster Ordnung ausgegangen. Im Jahre 1965 wurden jedoch theoretische Berechnungen angestellt, die vorhersagten, dass durchaus auch ein Term zweiter Ordnung der Magnetisierung Einfluss auf den MOKE haben kann [17]. In diesem Zusammenhang spricht man auch vom linearen MOKE (LinMOKE) und vom quadratischen MOKE (QMOKE). 1990 konnte dieser dann auch erstmals experimentell nachgewiesen werden. Er wurde an Ni/Fe-Doppelschichten untersucht [18]. Auch an den in dieser Arbeit untersuchten

Eisenoxidschichten können quadratische Effekte beobachtet werden. Diese müssen von der gemessenen Hysterese getrennt werden, um eine vernünftige Auswertung zu erhalten. Deshalb wird im Folgenden vorgeführt, wie der lineare Anteil vom quadratischen Anteil des MOKE getrennt werden kann.

Es ergibt sich für den komplexen KERR-Winkel bei einfallendem s- bzw. p-polarisiertem Licht

$$\Phi_K^s = -\frac{r_{ps}}{r_{ss}} = A_s \left(\epsilon_{yx} - \frac{\epsilon_{xz}\epsilon_{yz}}{\epsilon_{xx}^{(0)}} \right) + B_s \epsilon_{yz} \quad \text{bzw.} \quad (2.14)$$

$$\Phi_K^p = \frac{r_{sp}}{r_{pp}} = -A_p \left(\epsilon_{xy} - \frac{\epsilon_{zy}\epsilon_{zx}}{\epsilon_{xx}^{(0)}} \right) + B_p \epsilon_{zy}, \quad (2.15)$$

falls für die verwendete Wellenlänge λ , den Brechungsindex n und die Schichtdicke D des verwendeten Probenmaterials der Zusammenhang

$$D \ll \frac{\lambda}{4\pi n} \quad (2.16)$$

gilt [19]. Die Koeffizienten $A_{s/p}$ und $B_{s/p}$ aus den Gleichungen 2.14 und 2.15 berücksichtigen die Abhängigkeit vom Einfallswinkel und vom Brechungsindex. Die unterschiedlichen ϵ_{ij} entsprechen den Elementen des Dielektrizitätstensors. Das Diagonalelement nullter Ordnung ist konstant und wird durch den Term $\epsilon_{xx}^{(0)}$ wiedergegeben. Der Tensor zweiter Ordnung für ein kubisches System wie bei den in dieser Arbeit verwendeten Materialien kann in [20] nachgelesen werden.

Ausgehend von der Annahme, dass die Magnetisierung nur in der Probenebene liegt, erhält man für $M_z = 0$. In [21] kann man nachvollziehen, dass sich durch eine Drehung der Probe um die z-Achse, die senkrecht zur Probenoberfläche steht, für den komplexen KERR-Winkel

$$\begin{aligned} \Phi_K^{s/p} = & \pm A_{s/p} \left[2G_{44} + \frac{\Delta G}{2} (1 - \cos(4\alpha)) + \frac{K^2}{\epsilon_{xx}^{(0)}} \right] M_x M_y \\ & \mp A_{s/p} \frac{\Delta G}{4} \sin(4\alpha) (M_x^2 - M_y^2) \mp B_{s/p} K M_x \end{aligned} \quad (2.17)$$

ergibt. Dabei stellt $\Delta G = G_{11} - G_{12} - 2G_{44}$ den magnetooptischen Anisotropieparameter dar. Der Winkel α ist der Winkel zwischen der y-Achse und der [100]-Richtung des kubischen Kristalls. Es ist einfach zu erkennen, dass der letzte Term nur von M_x abhängt, und zwar linear. Dieser ist für den LMOKE verantwortlich, die beiden anderen Terme verursachen den QMOKE. Es sei jedoch gesagt, dass die anfangs gemachte Annahme für $M_z = 0$ für dickere Schichten nicht immer richtig sein muss. Es kann vorkommen, dass noch ein Anteil im PMOKE auftritt.

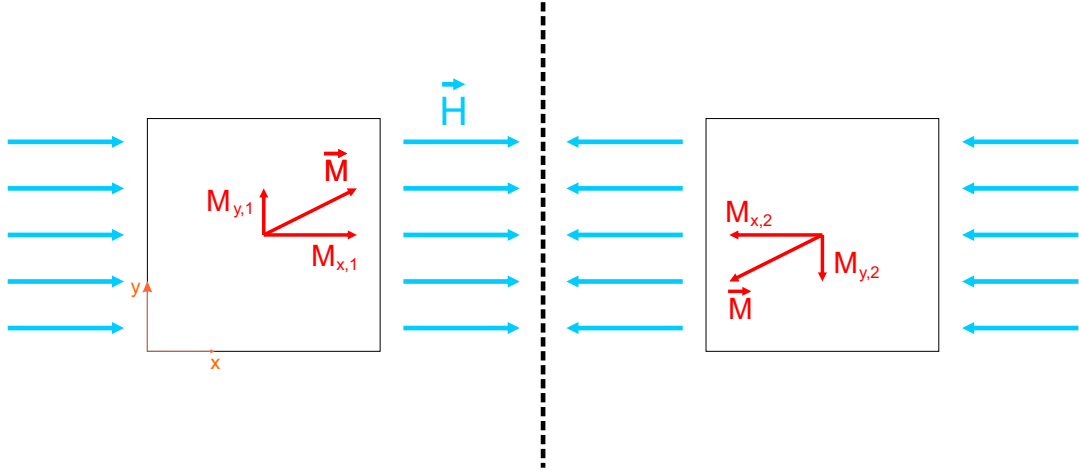


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung des Magnetisierungsvektors bei einem kubischen System für zwei entgegengesetzte äußere Magnetfelder. Das Koordinatensystem liegt in der Ebene der Probenoberfläche. Die Magnetisierung dreht sich beim Umpolen des äußeren Felds um 180° , dabei gilt für gleich starke Magnetfelder $M_{x,1} = -M_{x,2}$, $M_{x,1}M_{y,1} = M_{x,2}M_{y,2}$, $M_{x,1}^2 = M_{x,2}^2$ und $M_{y,1}^2 = M_{y,2}^2$. Entnommen aus [12] und angepasst.

Das eigentliche Ziel dieses Unterkapitels war es, den linearen MOKE vom quadratischen MOKE zu separieren. Dies erfolgt über eine Verrechnung des KERR-Winkels bei umgepoltem Magnetfeld. Wie in Abb. 2.5 bereits dargestellt, gilt für die Magnetisierungskomponenten

$$M_{x,1} = -M_{x,2}, \quad (2.18)$$

$$M_{x,1}M_{y,1} = M_{x,2}M_{y,2}, \quad (2.19)$$

$$M_{x,1}^2 = M_{x,2}^2, \quad (2.20)$$

$$M_{y,1}^2 = M_{y,2}^2, \quad (2.21)$$

wobei sich direkt erkennen lässt, dass nur der lineare Term das Vorzeichen wechselt. Dies spricht für eine Punktsymmetrie zum Ursprung. Im Gegensatz dazu sind die quadratischen Terme spiegelsymmetrisch zur y-Achse, da sie das Vorzeichen nicht ändern. Aus diesen Erkenntnissen ergibt sich für den LinMOKE

$$\begin{aligned} 2\Phi_{K,Lin}^{s/p}(H) &= \Phi_K^{s/p}(H) - \Phi_K^{s/p}(-H) \\ &= \mp 2B_{s/p}KM_x \end{aligned} \quad (2.22)$$

und für den QMOKE

$$\begin{aligned}
 2\Phi_{K,Q}^{s/p}(H) &= \Phi_K^{s/p}(H) + \Phi_K^{s/p}(-H) \\
 &= \pm 2A_{s/p} \left[2G_{44} + \frac{\Delta G}{2} (1 - \cos(4\alpha)) + \frac{K^2}{\epsilon_{xx}^{(0)}} \right] M_x M_y \\
 &\quad \mp A_{s/p} \frac{\Delta G}{4} \sin(4\alpha) (M_x^2 - M_y^2).
 \end{aligned} \tag{2.23}$$

LinMOKE und QMOKE lassen sich also durch Verrechnung der verschiedenen KERR-Winkel bei umgepoltem Magnetfeld gleicher Intensität voneinander trennen. Es können aber auch Effekte wie *Exchange Bias* auftreten, durch die dieses Verfahren nicht mehr anwendbar ist. Es gibt jedoch auch weitere Möglichkeiten, linearen und quadratischen MOKE zu trennen, siehe [22] und [21].

2.4 Magnetismus

Zu Beginn dieses Kapitels werden kurz die Grundlagen über Ferro- und Ferrimagnetismus erklärt. Diese zeigen bei einer Ummagnetisierung ein Hysterese-Verhalten, welches in Kapitel 2.4.2 näher beschrieben wird.

2.4.1 Ferro- und Ferrimagnetismus

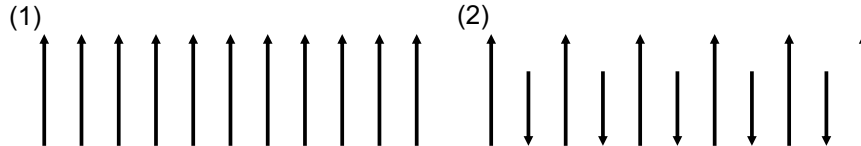


Abbildung 2.6: Schematische Darstellung benachbarter magnetischer Dipolmomente. Bei (1) sind die Dipolmomente alle parallel ausgerichtet, es handelt sich um ein ferromagnetisches Material. Bei (2) sind die Dipolmomente abwechselnd antiparallel ausgerichtet, das ist typisch für ferrimagnetische Materialien.

Sowohl ferromagnetische als auch ferrimagnetische Stoffe werden dadurch charakterisiert, dass auch dann eine Magnetisierung des Materials existieren kann, wenn kein äußeres Magnetfeld angelegt ist. Bei ferrimagnetischen Materialien kommt es im Gegensatz zum Ferromagnetismus zu einer abwechselnd antiparallelen Anordnung der magnetischen Dipolmomente. Anders jedoch als beim Antiferrimagnetismus heben sich die Momente nicht komplett gegenseitig auf, da beide Richtungen unterschiedlich starke magnetische Momente aufweisen. Über das gesamte Material

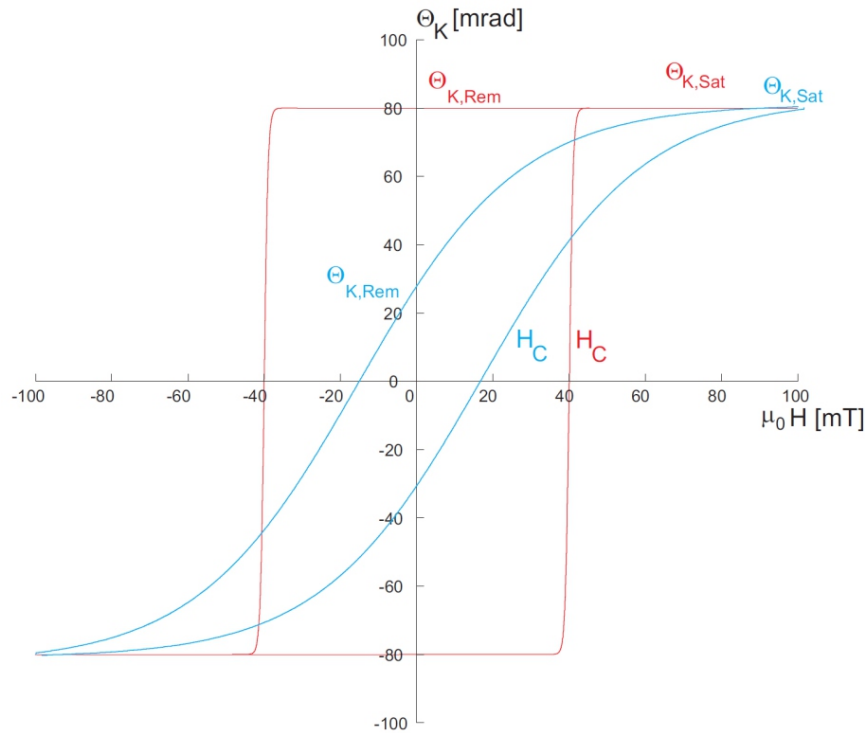


Abbildung 2.7: Beispiel einer Magnetisierungskurve für magnetisch schwere (blau) und leichte (rot) Richtung. Aufgetragen ist der KERR-Winkel über dem äußeren magnetischen Feld. Die leichte Richtung hat eine sehr hohe Remanenz $\Theta_{K,Rem}$ und auch die Koerzitivfeldstärke H_C ist wesentlich größer als in magnetisch schwerer Richtung. $\Theta_{K,Sat}$ beschreibt die Sättigung der Magnetisierung. Entnommen aus [12].

verteilt befinden sich magnetische Domänen, d. h. Bereiche, in denen sich mehrere Dipolmomente parallel ausrichten. Die Stellung der Dipolmomente in einer solchen Domäne ist in Abb. 2.6 noch einmal für beide Arten des Magnetismus dargestellt. Dies führt zu einer Gesamtmagnetisierung des Materials größer null. Bei beiden Typen des Magnetismus kommt es zu einer sehr hohen magnetischen Permeabilität μ und dadurch auch zu einer sehr hohen Suszeptibilität χ mit Werten, die wesentlich größer als eins sind.

2.4.2 Magnetische Anisotropie dünner Schichten

Bei ferro- und ferrimagnetischen Materialien kommt es während der Ummagnetisierung zu einem Hysterese-Verhalten in der Magnetisierungskurve. Diese Magnetisierungskurven können sich für verschiedene Richtungen eines Kristalls unterscheiden, man spricht von magnetischer Anisotropie. Bei magnetischen Kristallen sind oft solche richtungsabhängigen, also anisotropen Eigenschaften vorzufinden.

Dabei lassen sich die Materialien in einige Richtungen leichter magnetisieren als in andere. Man unterscheidet bei ihnen zwischen einer leichten und einer schweren Richtung. Die Magnetisierungskurven unterscheiden sich dabei in ihrer Form. Die magnetisch leichte Richtung zeichnet sich durch ihre kastenförmige Erscheinung aus. Sie besitzt eine sehr hohe Koerzitivfeldstärke und ebenfalls eine sehr hohe Remanenz, idealerweise entspricht diese sogar der Sättigungsmagnetisierung. Bei der Ummagnetisierung springt die Magnetisierung entweder von einer Sättigung in die andere oder die Magnetisierung ändert sich durch Domänenzerfall in sehr kurzem Zeitraum. Bei der schweren Richtung hingegen ändert sich die Magnetisierung eher kontinuierlich durch langsames Drehen des Magnetisierungsvektors oder durch langsamen Domänenzerfall. Die Magnetisierungskurve hat eine viel geringere Remanenz und es muss auch ein viel geringeres Koerzitivfeld angelegt werden, damit der Kristall keine Magnetisierung besitzt (vgl. Abb. 2.7).

Gründe für die Richtungsabhängigkeit der Magnetisierung dünner Schichten gibt es viele. Die verschiedenen Beiträge werden unter magnetischer Anisotropie zusammengefasst. Sie ergeben die Energiedichte E . Dabei ist die Richtung lokaler minimaler Energie eine leichte magnetische Richtung, umgekehrt ist die Richtung lokaler maximaler Energie eine schwere Richtung. Die Energie ist definiert als

$$E = -\vec{H} \cdot \vec{M} + \sum_i E_i, \quad (2.24)$$

wobei $\vec{H}$ das äußere Feld, $\vec{M}$ die Magnetisierung und E_i die unterschiedlichen Beiträge der Anisotropie darstellen. Bei isotropen Materialien und einer minimalen Energie ist die Magnetisierung parallel zum äußeren Magnetfeld. Bei anisotropen Materialien können jedoch die Anisotropiebeiträge die Energielandschaft verändern und andere Richtungen als die des äußeren Magnetfelds können für die Magnetisierung bevorzugt werden.

Die wichtigsten Beiträge der Anisotropie bei dünnen Schichten sind Formanisotropie, magnetokristalline Anisotropie, uniaxiale Anisotropie, Oberflächenanisotropie und Grenzflächenanisotropie.

3 Materialsystem

Dieses Kapitel stellt sowohl die verwendeten Materialien als auch die möglicherweise entstehenden Materialien und deren Eigenschaften vor. Verwendet wird zunächst als Substrat Magnesiumoxid, auf das dann Eisen per Molekularstrahlepitaxie aufgedampft wird. Dies geschieht in einer Sauerstoffatmosphäre, sodass während der Oxidation des abgeschiedenen Eisens verschiedene Klassen von Eisenoxid entstehen können.

3.1 Magnesiumoxid

Magnesiumoxid dient im Rahmen dieser Arbeit als Substrat für die hergestellten Proben. Es hat eine Steinsalzstruktur mit einer Gitterkonstante von $a_{MgO} = 4,2117 \text{ \AA}$. Die Magnesiumoxid-Substrate haben die Maße $1 \text{ cm} \times 1 \text{ cm} \times 0,5 \text{ mm}$ und sind so orientiert, dass die (001) Ebene bedampft wird. Betrachtet man diese Ebene, so lässt sich für diese Fläche eine quadratische Einheitszelle definieren, sie besitzt die Gitterkonstante $a_S = a_{MgO}/\sqrt{2}$. Magnesium ist für sichtbares Licht transparent, außerdem ist es diamagnetisch, folglich tritt bei ihm kein MOKE auf.

3.2 Eisen

Zunächst wird reines Eisen in der Kammer verdampft, dies ist ein Übergangsmetall und kann bei der Deposition in den Modifikationen α -, γ - und δ -Eisen auftreten. Im Rahmen dieser Arbeit wird jedoch nur α -Eisen auftreten, da die anderen Modifikationen nur bei höheren Drücken und Temperaturen auftreten. α -Eisen bildet eine kubisch raumzentrierte (*body centered cubic* = bcc) Kristallstruktur mit einer Gitterkonstante von $a_{Fe} = 2,87 \text{ \AA}$. Bis zu der CURIE-Temperatur von $T_C = 1041 \text{ K}$ ist es ferromagnetisch und damit tritt bei ihm der MOKE auf.

3.3 Eisenoxide

Unter der Sauerstoffatmosphäre bildet sich dann Eisenoxid. Dieses existiert in insgesamt drei unterschiedlichen Klassen, die sich nur in ihrer Stöchiometrie und der

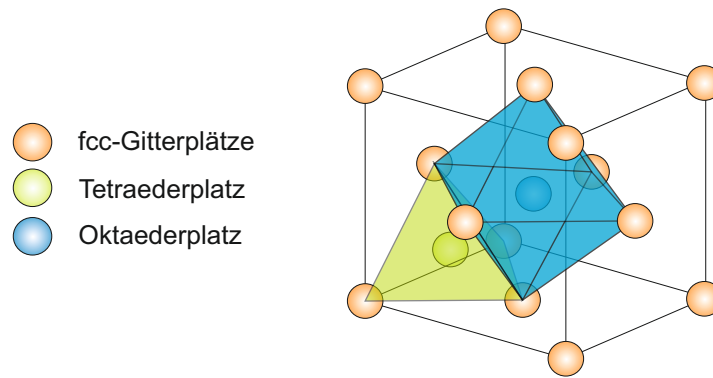


Abbildung 3.1: Kubisch flächenzentriertes Kristallgitter mit eingezeichneter Oktaeder- (blau) und Tetraederlücke (grün). Entnommen aus [23] und angepasst.

Wertigkeit der Eisenionen sowie der kristallographischen Struktur unterscheiden. Bei allen ist hingegen die Wertigkeit des Sauerstoffs gleich, sie ist zweifach negativ (O^{2-}). Die unterschiedlichen Klassen werden auch als Eisen(II)-Oxid, Eisen(II,III)-Oxid und als Eisen(III)-Oxid bezeichnet.

3.3.1 Wüstit

Wüstit ist ein Eisen(II)-Oxid und gehört zu den nichtstöchiometrischen Verbindungen. Es wird daher mit $Fe_{1-x}O$ bezeichnet. Es besitzt wie das Substrat eine Steinsalzstruktur mit der Gitterkonstante $a_{FeO} = 4,332 \text{ \AA}$ und einer quadratischen Oberflächeneinheitszelle. Für $x > 0$ sind einige Gitterplätze im Eisenionen-Gitter nicht mit Fe^{2+} -Ionen besetzt, dadurch entsteht ein Sauerstoffionenüberschuss, also ein Überschuss an negativer Ladung. Dieser wird durch Fe^{3+} -Ionen ausgeglichen. Oberhalb einer Temperatur von $T = 833 \text{ K}$ ist Wüstit stabil, darunter ist es metastabil, dann disproportioniert es zu Magnetit (Fe_3O_4) und α -Fe. Oberhalb von 210 K ist es paramagnetisch, darunter antiferromagnetisch.

3.3.2 Magnetit

Magnetit ist von allen Eisenoxiden das stabilste und besitzt die Summenformel Fe_3O_4 . Es besitzt eine inverse Spinell-Struktur. Bei normalen Spinell-Strukturen (AB_2O_4) bilden die Anionen ein fcc-Gitter (*face centered cubic* = fcc), bei dem die Tetraederlücken zu einem Achtel mit A-Kationen und die Oktaederlücken zur Hälfte mit den B-Kationen besetzt sind. Was eine Oktaederlücke ist, wird in Abb. 3.1 noch einmal optisch verdeutlicht.

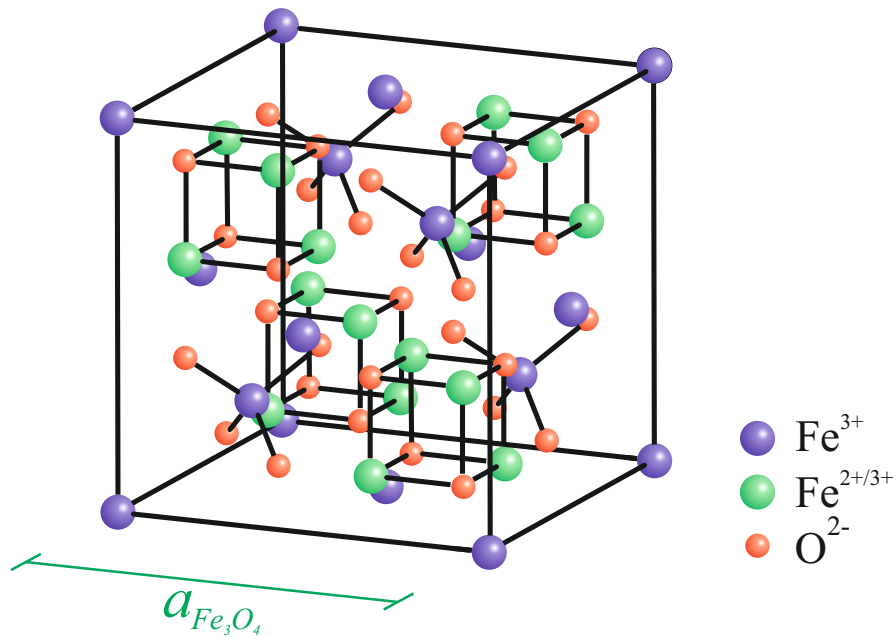


Abbildung 3.2: Schematische Darstellung der Einheitszelle von Magnetit. Entnommen aus [24].

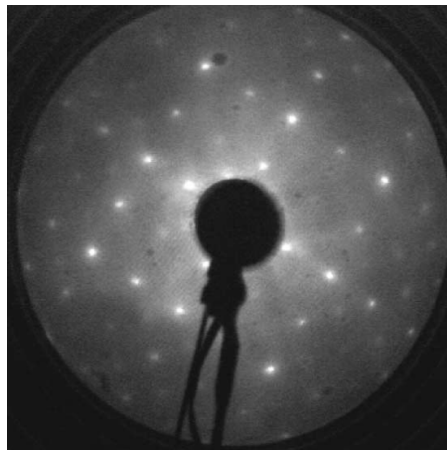


Abbildung 3.3: LEED-Bild einer Magnetitschicht, aufgenommen bei einer Elektronenenergie von 139 eV. Entnommen aus [25].

Bei der inversen Spinell-Struktur von Magnetit besetzen die B-Kationen (Fe^{3+}) nur ein Viertel der Oktaederlücken und ein Achtel der Tetraederlücken. Die Fe^{2+} -Ionen besetzen ein Viertel der Oktaederlücken. In Abb. 3.2 ist die Struktur von Magnetit mit Fe^{3+} als Grundgitter gezeigt. Bei der niederenergetischen Beugung von Elektronen ist es durch eine (1×1) Struktur mit einer $(\sqrt{2} \times \sqrt{2})\text{R}45$ Überstruktur zu erkennen. Abb. 3.3 zeigt ein LEED-Bild mit einer solchen Struktur.

Magnetit gehört zu der Klasse der Eisen(II,III)-Oxide. Die Gitterkonstante dieser Struktur beträgt $a_{Fe_3O_4} = 8,3936 \text{ \AA}$. Damit hat es auf die doppelte Einheitszelle von Magnesiumoxid eine Gitterfehlانpassung von ungefähr 0,3 %. Wie Wüstit ist Magnetit ebenfalls nichtstöchiometrisch mit Kationenfehlstellen in der Untergitter-Struktur der Fe^{3+} -Ionen. Seine CURIE-Temperatur liegt bei 858 K, unterhalb ist Magnetit ferrimagnetisch. Es kann also ein magnetooptischer KERR-Effekt gemessen werden.

3.3.3 Hämatit und Maghemit

Hämatit und Maghemit sind die beiden wichtigsten Modifikationen der verschiedenen Fe_2O_3 -Kristallstrukturen. Sowohl Hämatit (α - Fe_2O_3) als auch Maghemit (γ - Fe_2O_3) besitzen nur dreifach positiv geladene Eisenionen.

Da Hämatit in einem trigonalen Gitter kristallisiert, das die Gitterkonstanten $a = b = 5,112 \text{ \AA}$, $c = 13,82 \text{ \AA}$ und die Winkel zwischen den Einheitsvektoren $\alpha = \beta = 90^\circ$, $\gamma = 120^\circ$ besitzt, kann man davon ausgehen, dass Hämatit nicht-kristallin auf Magnesium aufwächst. Die Gitterfehlانpassung wäre hier im Gegensatz zum Magnetit durch die unterschiedliche Gitterstruktur viel zu groß. Insofern kann davon ausgegangen werden, dass es sich um Maghemit handelt, wenn man Fe_2O_3 auf dem Substrat findet.

Maghemit kristallisiert wie Magnetit in der Spinell-Struktur, jedoch füllen die Fe^{3+} -Ionen nur 41,6 % der Oktaederlücken im fcc-Gitter der O^{2-} -Ionen. Deshalb bezeichnet man die Struktur von Maghemit als Defekt-Spinell-Struktur. Der Kristall hat eine Gitterkonstante von $a_{Fe_2O_3} = 8,3515 \text{ \AA}$. Diese ist kleiner als bei Magnetit und damit ist die Gitterfehlانpassung auf Magnesiumoxid mit bis zu 1,1 % auch größer als bei Magnetit. Maghemit ist ferrimagnetisch, bei ihm kann im Gegensatz zum antiferromagnetischen Hämatit der magnetooptischer KERR-Effekt auftreten.

Abb. 3.4 zeigt den Fe 2p-Peak für Maghemit und zusätzlich noch die Peaks für Wüstit und Magnetit. Die Satelliten bei Wüstit und Maghemit sind gut zu erkennen. Aus diesen beiden Peaks im Verhältnis 1:2 setzt sich der Fe 2p-Peak für Magnetit zusammen. Dies sind Fe 2p-Peaks aus der Literatur [26], sie sind aber vergleichbar mit den Referenzspektren, die für diese Arbeit verwendet werden.

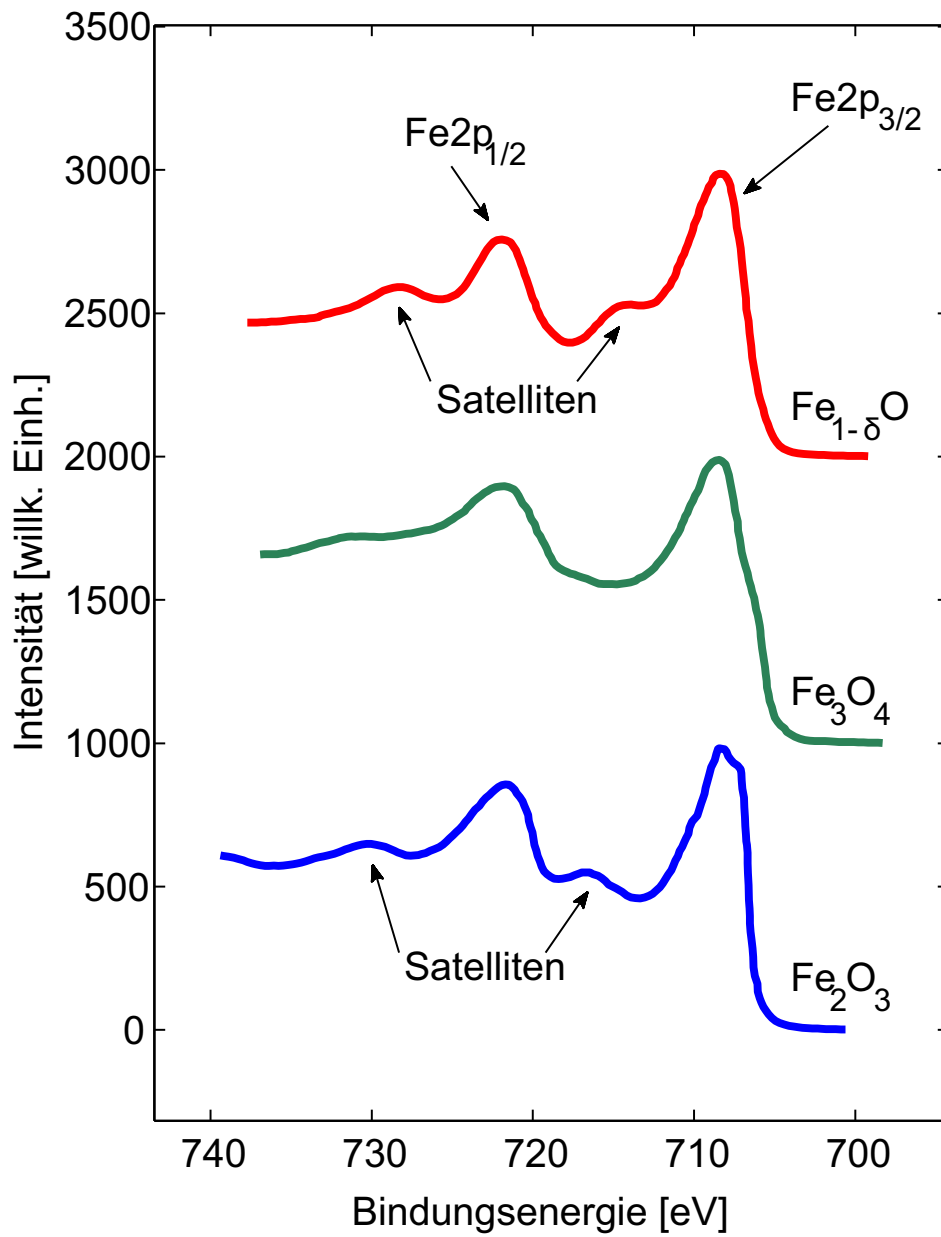


Abbildung 3.4: Fe 2p-Peak eines XPS-Spektrums von Wüstit ($\text{Fe}_{1-\delta}\text{O}$), Magnetit (Fe_3O_4) und Maghemit (Fe_2O_3). Entnommen aus [26] und angepasst.

4 Experimentelle Grundlagen

In diesem Kapitel werden kurz die experimentellen Grundlagen für die durchgeführten Messungen gezeigt.

4.1 Versuchsaufbauten

Zunächst wird der Aufbau, dann die Kalibrierung und Bedienung der verschiedenen Versuchsaufbauten vorgestellt.

4.1.1 Ultrahochvakuumkammer

Sowohl die Präparation des Substrats und die Herstellung der Schichten als auch die XPS- und LEED-Messungen müssen im Ultrahochvakuum (UHV, zwischen 10^{-7} mbar und 10^{-12} mbar) durchgeführt werden. Zum einen ist die Oberfläche einer Probe bei einem Druck von 10^{-6} mbar (Hochvakuum, zwischen 10^{-3} mbar und 10^{-7} mbar) nach wenigen Sekunden mit adsorbierten Gasteilchen bedeckt. Zum anderen können Messmethoden wie XPS nur im Ultrahochvakuum verwendet werden, da die mittlere freie Weglänge der Photonen nur dann groß genug ist, um bei der Probe anzukommen. Das Gleiche gilt für die Photoelektronen, die danach die Channeltrons erreichen sollen, um detektiert zu werden. Das Aufdampfen wird ab einem Druck von 10^{-3} mbar oder höher problematisch, da die Teilchen nur noch eine mittlere freie Weglänge von ca. 10 cm besitzen und damit nicht mehr bei der Probe ankommen würden.

Die Kammer, die für diese Arbeit verwendet wurde, besteht aus mehreren Teilkammern und ist in Abb. 4.1 zu sehen. Jede einzelne Kammer wird über ein System von verschiedenen Pumpen auf einen Druck im Bereich zwischen 10^{-8} mbar und 10^{-10} mbar gebracht. Dazu erzeugt eine Drehschieberpumpe einen Vordruck von ca. 10^{-3} mbar für die Turbomolekularpumpe, die den Druck auf ungefähr 10^{-9} mbar senkt. Dieser Druck ist ausreichend für die Schleuse, in der die Proben ein- und ausgeschleust werden, sich aber nie lange aufhalten. Ebenfalls für die Präparationskammer reicht dieser Druck aus, damit die Substrate bedampft werden können und nicht sehr schnell unerwünschte Monomere adsorbieren. In der XPS-Kammer ist zusätzlich eine Ionengetterpumpe angeschlossen, sie sorgt mit Hilfe eines elektrischen Feldes dafür, dass die restlichen Gasteilchen ionisiert werden. Durch einen

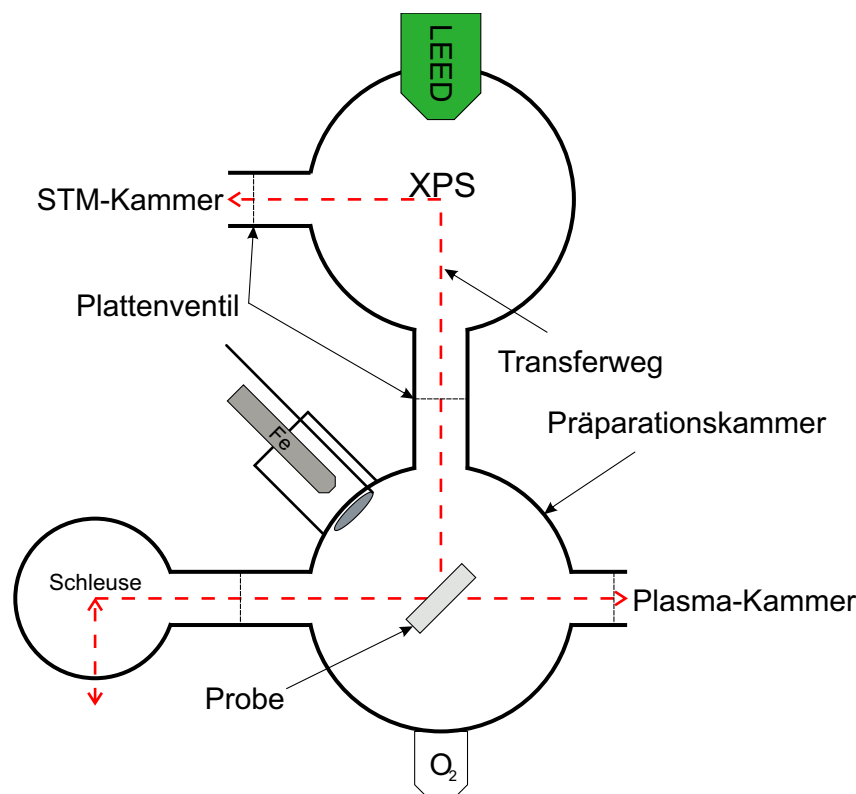


Abbildung 4.1: Modellhafter Aufbau der verwendeten Ultrahochvakuumkammer. Sie besteht aus mehreren einzelnen Kammern, die durch Ventile voneinander getrennt sind. Über Transferstäbe können die Proben von einer Kammer in die andere befördert werden.

Titansublimator setzt sich Titan auf den Wänden der Kammer nieder. In diesem Titan werden die ionisierten Gasteilchen gebunden. Dadurch kann ein Druck im Bereich von 10^{-10} mbar erzeugt werden.

Die Proben können in der Schleuse ein- und ausgeschleust werden. An der Präparationskammer befindet sich ein Eisenverdampfer und ein Manipulator, mit dem die Probe geheizt und ausgerichtet werden kann. Außerdem befindet sich dort ein Feindosierventil, mit dem eine Sauerstoffatmosphäre in der Präparationskammer erzeugt werden kann. In der XPS-Kammer finden die XPS-Messung und die LEED-Messung statt. Dies wird nun in den folgenden Kapiteln genauer beschrieben.

4.1.2 XPS-Messanlage

Die XPS-Messanlage besteht aus einer Röntgenröhre vom Typ SPECS XR 50 und einem Elektronenanalysator PHOIBOS 150, der ebenfalls von der Firma SPECS stammt. Der Aufbau entspricht dem in Abb. 2.1 dargestellten Aufbau aus Kapitel 2.1.

Die Röntgenröhre ist dabei mit einer Magnesiumanode und mit einer Aluminiumanode ausgestattet. Aufgrund der in dieser Arbeit verwendeten Magnesiumoxid-Substrate ist es sinnvoll, die Aluminiumanode zu verwenden, um sicherzugehen, dass Elektronen aus allen Orbitalen des Substrats angeregt werden können. Die Röntgenröhre besitzt keinen Monochromator, d. h. die intensitätsstärkste Linie im Röntgenspektrum dominiert die Photoemission der Probe. Die intensitätsstärkste Strahlung von Aluminium ist die $K_{\alpha 1/\alpha 2} = 1486,6 \text{ eV}$ Strahlung.

Die Öffnung des Analysators befindet sich direkt oberhalb des Probenhalters. Die Elektronen aus einem gewissen Raumwinkelbereich werden durch das Linsensystem fokussiert und in den Halbkugelanalysator geleitet. Dort kann das elektrische Feld variiert werden, um die Elektronen in Abhängigkeit ihrer kinetischen Energien zu detektieren.

4.1.3 LEED-Messanlage

Die LEED-Anlage ErLEED 150 der Firma SPECS befindet sich ebenfalls in der XPS-Kammer. Um die Probe richtig zu justieren, muss sie um 103° zum LEED-Schirm gedreht werden. Dann befindet sie sich vor einer 3-Gitter-LEED-Optik, deren Hochspannung von 0 bis 7,5 kV eingestellt werden kann. In dieser Arbeit wird eine Spannung von 6 kV verwendet. Das Filament der Elektronenkanone wird mit einer Stromstärke von 2,25 A betrieben. Die Elektronenenergien können von 0 bis 1000 eV durchgestimmt werden. Dies geschieht über die analoge Kontrolleinheit vom Typ ErLEED 1000A [27]. Das auf dem Leuchtschirm erzeugte Beugungsmuster wird mit einer Webcam der Firma Logitech vom Typ Quick Cam Pro 9000 aufgenommen. Am Computer kann in 1 eV-Schritten zu jeder Elektronenenergie ein Bild aufgenommen werden.

4.1.4 MOKE-Messanlage

Der erste Aufbau der Anlage erfolgte 2007 [28]. Später wurde die Apparatur zu einem Magnetometer erweitert [29]. Außerdem wurde die Anlage nachträglich noch um einen Winkelzähler ergänzt [12]. Die MOKE-Messungen dieser Arbeit wurden mit dem in Abb. 4.2 ergänzt dargestellten Aufbau durchgeführt. Die Lichtquelle ist ein HeNe-Laser, dessen Licht vorpolarisiert ist. Die Polarisierung kann von einem $\lambda/2$ -Plättchen in den richtigen Winkel gedreht werden, damit es den senkrechten oder parallelen Polarisator (0° oder 90°) mit maximaler Intensität durchschreitet. Der Laserstrahl hat einen Durchmesser von 1 mm und eine Ausgangsleistung von 5 mW, die Wellenlänge des Lichts beträgt 632,8 nm.

Die Probe befindet sich auf einem Probenhalter zwischen zwei Polschuhen eines Elektromagneten. Der Probenhalter lässt sich im Raum verkippen, dadurch kann die Probenoberfläche senkrecht zur Drehachse des Probenhalters ausgerichtet wer-

den, um ein Wandern des reflektierten Strahls auf der Photodiode während der Probendrehung zu minimieren. Die Stärke des magnetischen Felds wird über eine Hallsonde gemessen. Im Verlauf dieser Arbeit beträgt der maximale magnetische Fluss an der Probe zwischen 110 mT und 130 mT.

Nachdem der Lichtstrahl an der Probe reflektiert wurde, trifft der Strahl auf einen photoelastischen Modulator (PEM), dessen wichtigstes Bauteil ein Piezokristall ist. An diesen wird eine periodische Spannung mit einer Modulationsfrequenz von 42 kHz angelegt. Dadurch wird die Polarisierung periodisch geändert. Beschrieben werden kann das Ganze durch die Modulation $\Delta = \Delta_0 \sin(\Omega t)$, wobei Ω die Modulationsfrequenz und Δ_0 die Amplitude der Modulation, auch Retardierung genannt, ist. Letztere ist konstant auf 184° eingestellt, da sich hier das experimentell bestimmte Maximum der retardierungsabhängigen BESSEL-Funktion befindet [12]. An diesem Punkt ist das Signal-Rausch-Verhältnis am größten.

Nachdem das Licht den PEM passiert hat, trifft es auf einen 45° zur Modulationsachse gedrehten Analysator. Durch diesen wird die Modulation der Polarisierung in eine Intensitätsmodulation umgewandelt und diese kann über die dahinter befindliche Photodiode detektiert werden. Damit das Umgebungslicht nicht zu einem Rauschen im Signal führt, ist vor der Diode ein Rotfilter angebracht, der auf die Wellenlänge des Lasers abgestimmt ist. Durch das in [22] entwickelte Verfahren ist es möglich, die gemessene Intensität auf den absoluten Wert des KERR-Winkels zu kalibrieren. Möglich macht dies ein weiterer Motor an PEM und Analysator. Dadurch können verschiedene Messungen miteinander verglichen werden.

4.1.5 Messablauf

Sobald die Probe auf dem Probenhalter befestigt ist, kann die Anlage entsprechend der Anleitung der MOKE-Messanlage justiert werden. Anschließend ist alles bereit, um eine Messung zu starten.

Angesteuert wird der Messaufbau dabei über eine Software, die in [30] entwickelt wurde. Dort lassen sich unter anderem die Winkelauflösung der Probendrehung sowie die Magnetfeldauflösung einstellen. Die gemessenen Daten können dann mit der in [31] entwickelten Software entsprechend dargestellt und zur Weiterverarbeitung exportiert werden. Es können unter anderem alle Hysteresen, die Remanenz und das Koerzitivfeld geplottet werden. Das Programm trennt außerdem automatisch den linearen vom quadratischen MOKE-Anteil. Die ausgewerteten Hysteresen enthalten dann nur noch den linearen Anteil.

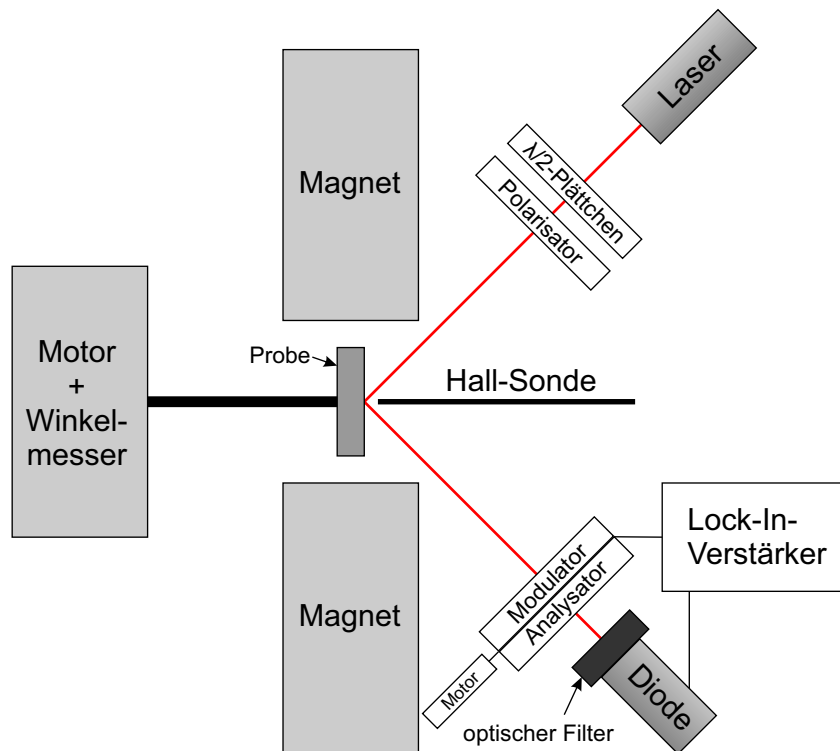


Abbildung 4.2: Aufsicht auf den schematischen Aufbau der MOKE-Messanlage. Am $\lambda/2$ -Plättchen und Polarisator wird die Polarisation und die Intensität des vom Laser ausgesendeten Lichts geregelt, welches dann auf die Probe trifft. Diese befindet sich zwischen zwei Magneten und kann über einen Motor gedreht werden. Der Winkelmesser kann dabei bis auf vier Nachkommastellen genau den Winkel angeben. Das reflektierte Licht wird durch den photoelastischen Modulator (PEM) und den Analysator geleitet und mit Hilfe der Diode detektiert. Der optische Filter verhindert, dass Umgebungslicht die Messung stört. Die Hall-Sonde misst das magnetische Feld nahe der Probe.

4.2 Probenpräparation

In diesem Abschnitt wird kurz erklärt, wie die MgO-Substrate vorbereitet und die Eisenoxidschichten hergestellt werden.

4.2.1 Substratpräparation

Die MgO(001)-Substrate von der Firma Matek sind in kleine Tütchen eingeschweißt, damit ihre Oberfläche nicht verunreinigt. Trotzdem gelangen unter anderem Kohlenstoffverbindungen aus der Luft auf das Substrat, während es in den Probenhalter eingebaut und in die Kammer eingeschleust wird. Deshalb wird das Substrat

zuerst in der Präparationskammer bei einer Temperatur von 400 °C und unter einem Sauerstoffpartialdruck von $1 \cdot 10^{-4}$ mbar 30 Minuten lang ausgeheizt. Die Sauerstoffatmosphäre ist deshalb notwendig, damit während des Ausheizens keine Fehlstellen im MgO-Kristall entstehen. Nachdem das Substrat abgekühlt ist, wird eine XPS-Messung durchgeführt, um zu sehen, ob noch unerwünschte Adsorbate auf der Substratoberfläche vorhanden sind. Abb. 4.3 zeigt ein solches Spektrum. Es können Peaks für Argon, Molybdän und Kohlenstoff erkannt werden, diese sind aber zu vernachlässigen, da sie nur wenige Prozent betragen.

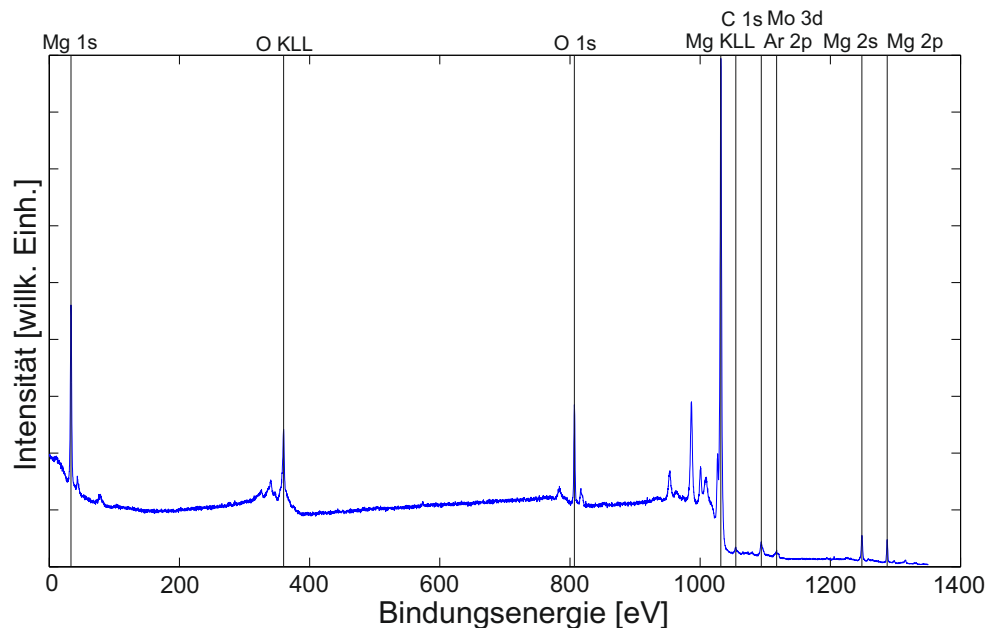


Abbildung 4.3: XPS-Spektrum eines ausgeheizten MgO-Substrats. Zu erkennen sind der Magnesium 1s-Peak, der Sauerstoff Auger-Peak (KLL-Übergang), der Sauerstoff 1s-Peak, der Magnesium AUGER-Peak (KLL), der Magnesium 2s- und 2p-Peak und einige schwache Peaks für Argon, Molybdän und Kohlenstoff. Argon ist ein Bestandteil der Luft. Das Molybdän-Signal stammt von herausgelösten Photoelektronen des Probenhalters, der aus Molybdän besteht.

4.2.2 Herstellung von Eisenoxidschichten

Nachdem das MgO-Substrat fertig vorbereitet ist, kann nun die Schicht aufgedampft werden. Dies geschieht mittels *Molecular Beam Epitaxy* (MBE, dt.: Molekularstrahlepitaxie). Dabei emittiert ein Verdampfer einen Strahl aus Eisenionen und -atomen. Ein solcher Verdampfer ist schematisch in Abb. 4.4 dargestellt. Zwischen der Eisenpatrone und dem Filament wird eine Hochspannung von 1300 V angelegt. Das Filament wird mit einem Strom zwischen 3 A und 4 A betrieben. Das glühende Filament sendet Elektronen aus, die durch die Hochspannung auf die Ei-

senpatrone beschleunigt werden. Dies erhitzt die Eisenpatrone so stark, dass Eisen sublimieren kann, also direkt von der festen in die gasförmige Phase übergeht. Der Strom für das Filament wird dabei so eingestellt, dass sich für den Strom zwischen Filament und Eisenpatrone 38 mA ergeben. Die Verdampferleistung beträgt damit 49,4 W.

Durch die zwei Blenden wird aus dem emittierten Eisen ein Strahl, der auf das Substrat gerichtet ist. Der Schwingquarz kann zur Mengenbestimmung des verdampften Eisens genutzt werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurde aber durch Messung der Zeit abgeschätzt, wie viel Material auf das Substrat aufgedampft wurde. Bei der verwendeten Verdampferleistung würde sonst der Schwingquarz nach jeder Schicht kurzgeschlossen werden. Um nun Eisenoxid auf das Substrat aufzudampfen, wurde die Probe auf 250 °C erhitzt und in der Präparationskammer eine Sauerstoffatmosphäre eingestellt. Im Rahmen dieser Arbeit wurde untersucht, wie sich verschiedene Sauerstoffpartialdrücke auf die Stöchiometrie der Eisenoxidschicht auswirken. Dafür wurde der Sauerstoffpartialdruck zwischen $p = 5 \cdot 10^{-7}$ mbar und $p = 5 \cdot 10^{-4}$ mbar variiert.

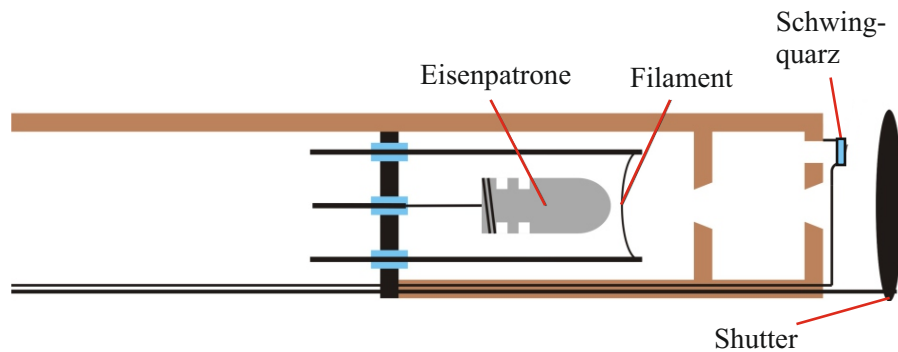


Abbildung 4.4: Schematische Darstellung eines Eisenverdampfers. Entnommen aus [15].

5 Messergebnisse und Diskussion

In diesem Kapitel werden die Messergebnisse vorgestellt. Hergestellt wurden Eisenoxidschichten auf MgO(001). Bei allen Proben wurden die Schichten mit der Verdampferleistung aus Kapitel 4.2.2 bei 250 °C Substrattemperatur aufgedampft. Der Herstellungsprozess ist bereits in Kapitel 4.2.2 genauer erläutert worden. Ziel war es, zunächst festzustellen, wie sich der Druck der Sauerstoffatmosphäre und die Aufdampfzeit auf das Verhältnis von Fe, Fe²⁺ und Fe³⁺ auswirken. Dafür wurden in den XPS-Übersichtsspektren die Peaks für Fe 2p genauer gemessen und ausgewertet. Außerdem wurde überprüft, welchen Einfluss dies auf die kristalline Struktur der Schicht hat, indem nach der Herstellung eine LEED-Messung gemacht wurde. Anschließend konnten dann die MOKE-Messungen durchgeführt werden, um zu erkennen, welche magnetischen Eigenschaften die Probe hat.

Es wurden acht Proben untersucht, wobei jeweils Sauerstoffpartialdruck und Aufdampfzeit variiert wurden. Als erstes sind vier Proben in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-7}$ mbar, $5 \cdot 10^{-6}$ mbar, $5 \cdot 10^{-5}$ mbar und $5 \cdot 10^{-4}$ mbar bei 200 s Aufdampfzeit hergestellt worden. Außerdem wurde eine weitere Probe in einem Sauerstoffpartialdruck von $1 \cdot 10^{-6}$ mbar für 90 s bedampft. Für den Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar wurde zusätzlich die Aufdampfzeit von 100 s bzw. 400 s verwendet. Für den Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar wurde außerdem noch die Aufdampfzeit von 400 s genutzt.

5.1 Ergebnisse der XPS-Spektren

Bevor die Ergebnisse der ausgewerteten XPS-Spektren gezeigt werden, soll im Folgenden vorgeführt werden, wie die Spektren ausgewertet wurden.

5.1.1 Auswertung der XPS-Spektren

Das Substrat aus Magnesiumoxid führt durch seine Eigenschaften als Isolator zu Aufladungseffekten in der Probe, denn durch die Isolation können die Fehlstellen von Elektronen in den Orbitalen nicht mehr aufgefüllt werden. Dies erzeugt ein zusätzliches Potential und die Bindungsenergie der Orbitale verschiebt sich zu höheren Energien hin. Man geht davon aus, dass alle Bindungsenergien gleich verschoben werden, daher kann das Spektrum kalibriert werden. Hierfür wurde der

O 1s-Peak genauer gemessen, da Sauerstoff in beiden verwendeten Materialien vorkommt und daher die Bindungsenergie der entsprechenden Elektronen in beiden Materialien nahezu konstant ist. Um das Spektrum zu kalibrieren, wurde dem gemessenen Wert des O 1s-Peaks der Literaturwert von Elektronen im 1s-Orbital des Sauerstoffs im Eisenoxid zugewiesen. Dieser beträgt laut [32] $E_{B,Lit} = 530,0 \text{ eV}$.

Um das Verhältnis von Fe^{2+} , Fe^{3+} und eventuell reinem Fe auf der Probe zu bestimmen, wurden die Fe 2p-Peaks mit den Referenzspektren, die bereits in [7] verwendet wurden, gefittet. Dieses Verfahren nennt sich Faktoranalyse und wird mit Hilfe der Datenanalysesoftware *Matlab* angewandt. Abb. 5.1 zeigt einen solchen gefitteten Peak. Es ist zu erkennen, dass kein Peak für reines Eisen in der Messung zu erkennen ist und sich Fe^{2+} und Fe^{3+} hier in einem Verhältnis von 58:42 befinden. Alle Anteile summiert ergeben die violette Kurve, welche vergleichbar mit den experimentell ermittelten Messdaten ist. Für solche Spektren, in denen sichtbar kein Peak für Fe erkennbar ist, wurde dieses in den Fitparametern von vornherein auf 0 % gesetzt.

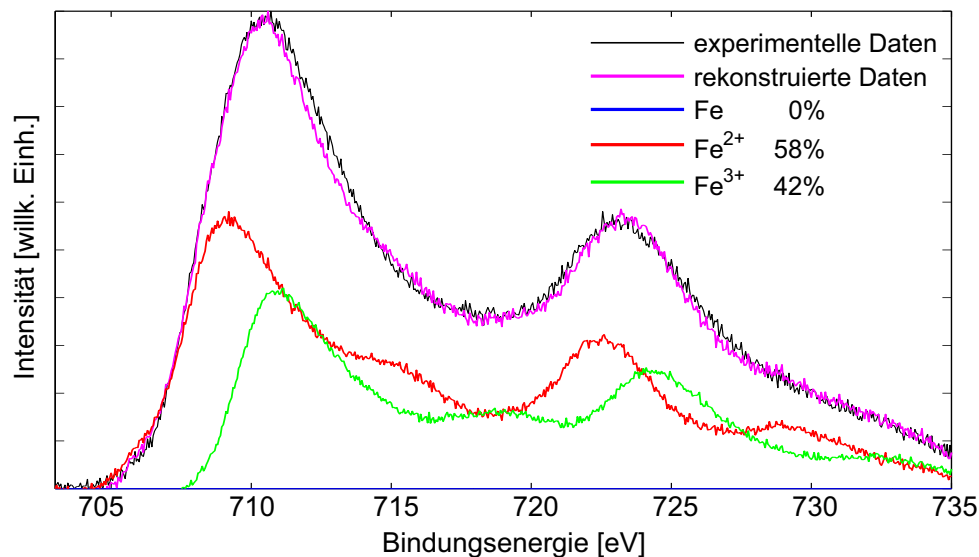


Abbildung 5.1: Fe 2p-Peak eines XPS-Spektrums. Gefittet wurde mit Peaks aus Referenzspektren für Fe^{2+} und Fe^{3+} . Es handelt sich um die Probe, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-6} \text{ mbar}$ bei 200 s Aufdampfzeit hergestellt wurde.

Um ungefähre Aussagen über die relative Schichtdicke zu treffen, wurden außerdem die Fe 3p-Peaks im Hinblick auf die darin enthaltenen Anteile von Magnesium genauer gemessen und ausgewertet. Dafür wird das Programm *CasaXPS* verwendet. Dieses fittet Pseudo-VOIGT-Funktionen an, um auf das Verhältnis der verschiedenen Anteile zu kommen. Genauer kann in der Anleitung [9] nachgelesen werden. Für weitere Analysen der Verhältnisse der verschiedenen Eisenionen eignen sich diese Spektren weniger, da es zu viele Parameter gibt, deren minimale Änderung

den Fit entscheidend verändern. Außerdem haben die Elektronen durch die höhere kinetische Energie eine höhere Ausdringtiefe und es können Werte für tiefere Lagen der Schicht als in den Fe 2p-Spektren erhalten werden. Es lässt sich jedoch nicht unterscheiden, weshalb die Daten der beiden Auswertmethoden verschieden sind. Es könnte daran liegen, dass die Elektronen bei der einen Methode aus einer tieferen Lage kommen, oder daran, dass die Fit-Parameter schlecht gewählt wurden.

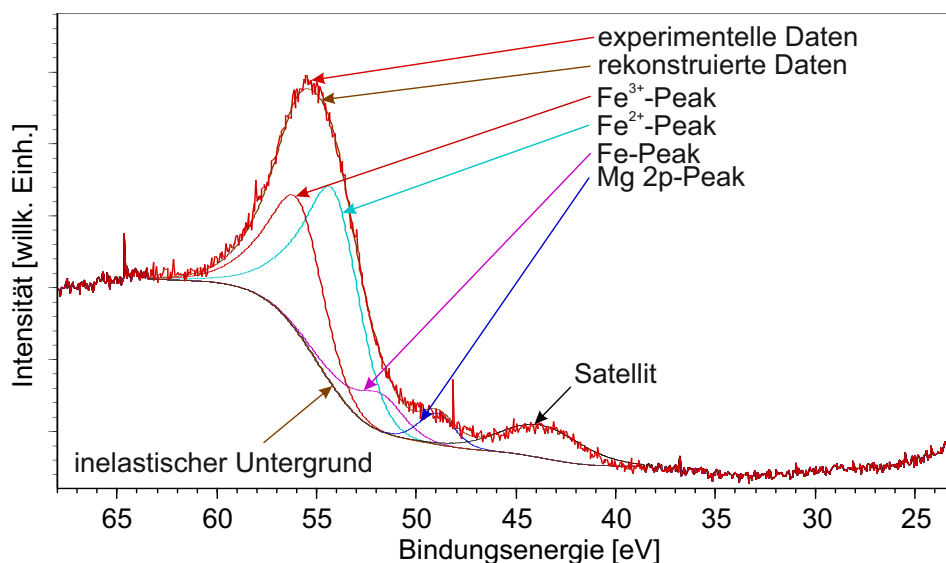


Abbildung 5.2: Fe 3p-Peak eines XPS-Spektrums. Der Fe 3p-Peak wurde mit Pseudo-VOIGT-Funktionen gefittet. Es handelt sich ebenfalls um die Probe, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-6}$ mbar bei 200 s Aufdampfzeit hergestellt wurde. Der Fe 3p- und der Fe 2p-Peak stammen aus derselben XPS-Messung.

Sind die Anteile des Magnesiums für mehrere Proben bestimmt, lässt sich ungefähr sagen, ob die Schicht dicker oder dünner geworden ist. Beispielhaft ist in Abb. 5.2 ein gefitteter Fe 3p-Peak abgebildet. Nachdem der inelastische Untergrund abgezogen wurde, ergeben sich Verhältnisse von 7 % Fe, 41 % Fe²⁺, 30 % Fe³⁺ und 22 % Mg²⁺. Bei dieser Probe stimmt das Verhältnis von Fe²⁺ und Fe³⁺ in beiden Peaks ungefähr überein, das ist jedoch bei anderen Proben nicht der Fall. Der Anteil von Magnesium berechnet sich aus dem Verhältnis der Flächen unterhalb des Peaks. Da XPS eine oberflächensensitive Messmethode ist, kann hier keinesfalls vom Magnesiumanteil der gesamten Probe gesprochen werden. Es handelt sich eher um den an der Oberfläche sichtbaren Teil.

5.1.2 Messergebnisse

Die Auswertung der Fe 2p-Peaks der Proben mit einer Aufdampfzeit von 200 s bei unterschiedlichen Sauerstoffpartialdrücken wird in den Abb. 5.3 bis 5.6 gezeigt. Die gefitteten Fe 2p-Peaks zeigen das Verhältnis von Fe^{2+} , Fe^{3+} und Fe innerhalb des Peaks. Bei der Probe mit niedrigstem Sauerstoffpartialdruck kann für die Oberfläche der Schicht ungefähr ein Verhältnis von 38 % Fe^{2+} , 33 % Fe^{3+} und 29 % Fe angenommen werden. Dies ist die einzige Probe, bei der ein Fe-Peak erkennbar ist.

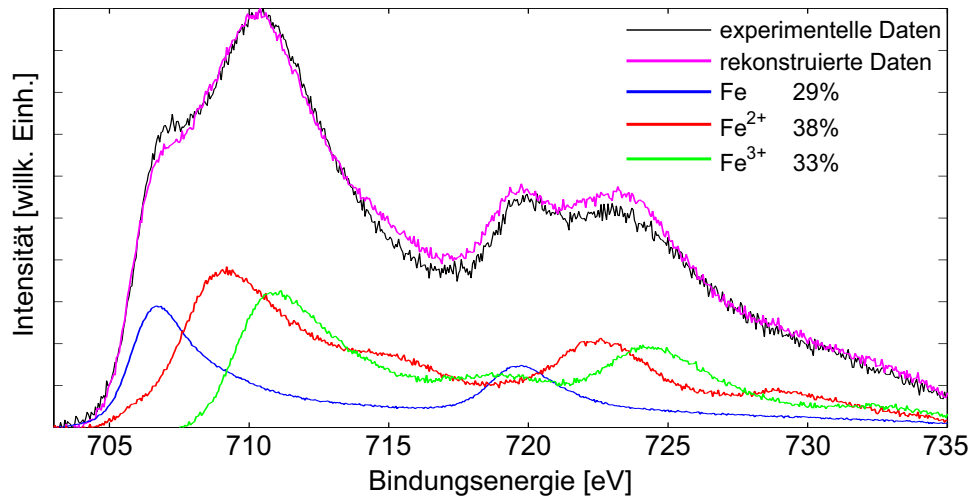


Abbildung 5.3: Gefitteter Fe 2p-Peak aus dem XPS-Spektrum der Probe mit 200 s Aufdampfzeit bei $5 \cdot 10^{-7}$ mbar Sauerstoffpartialdruck.

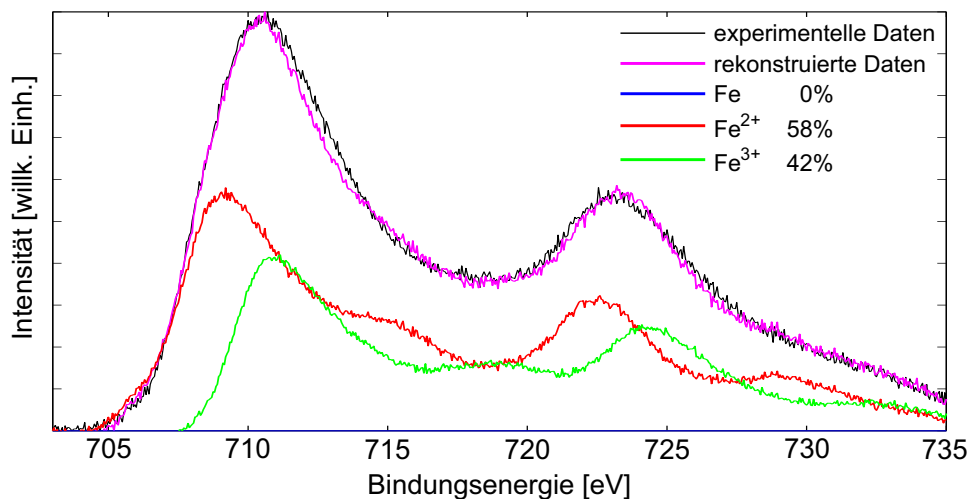


Abbildung 5.4: Gefitteter Fe 2p-Peak aus dem XPS-Spektrum der Probe mit 200 s Aufdampfzeit bei $5 \cdot 10^{-6}$ mbar Sauerstoffpartialdruck.

Bei der Probe mit einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-6}$ mbar ergibt sich aus der oberflächensensitiven Auswertung des Fe 2p-Peaks ungefähr ein Verhältnis von 58 % Fe^{2+} und 42 % Fe^{3+} . Die Probe mit einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar zeigt ein Verhältnis von 47 % Fe^{2+} und 53 % Fe^{3+} . Für die Probe mit dem höchsten sinnvollen Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar erhält man für die Oberfläche der Schicht ungefähr ein Verhältnis von 27 % Fe^{2+} und 73 % Fe^{3+} .

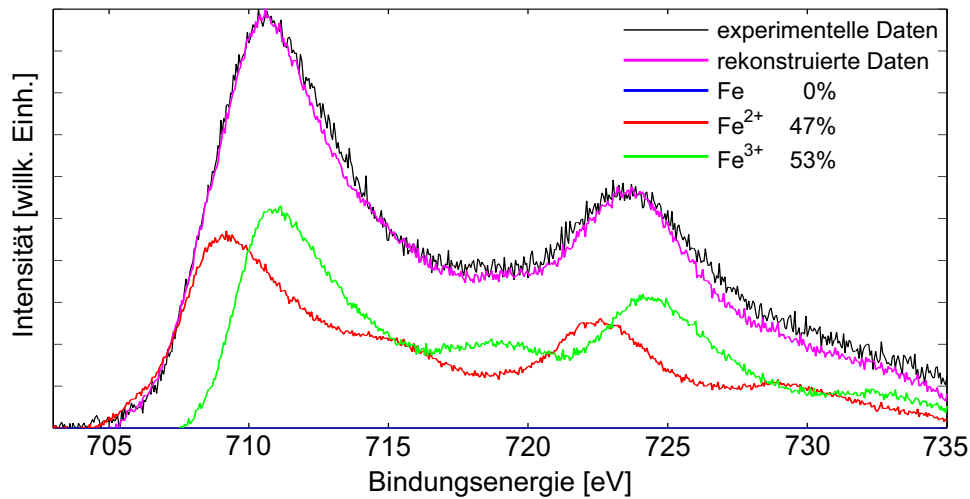


Abbildung 5.5: Gefitteter Fe 2p-Peak aus dem XPS-Spektrum der Probe mit 200 s Aufdampfzeit bei $5 \cdot 10^{-5}$ mbar Sauerstoffpartialdruck.

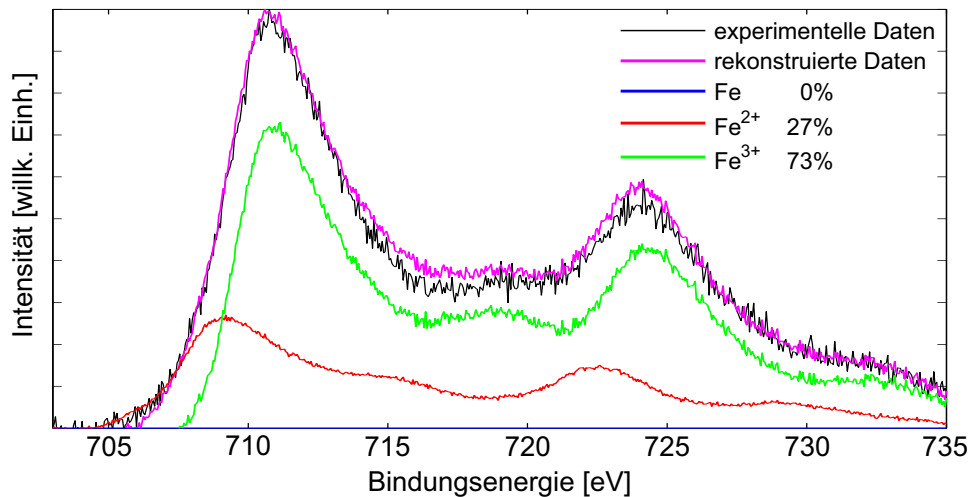


Abbildung 5.6: Gefitteter Fe 2p-Peak aus dem XPS-Spektrum der Probe mit 200 s Aufdampfzeit bei $5 \cdot 10^{-4}$ mbar Sauerstoffpartialdruck.

Die Auswertung der Probe mit 90 s Aufdampfzeit und einem Sauerstoffpartialdruck von $1 \cdot 10^{-6}$ mbar ist in Abb. 5.7 zu sehen.

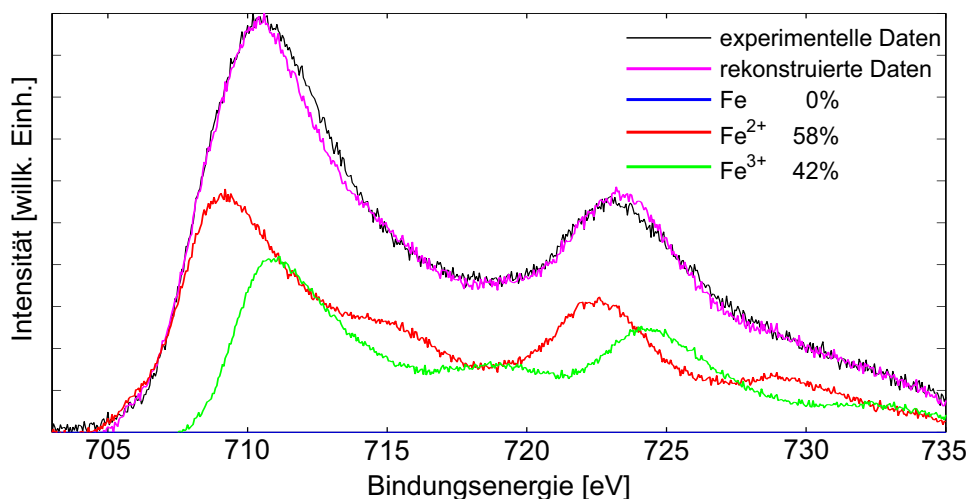


Abbildung 5.7: Gefitteter Fe 2p-Peak aus dem XPS-Spektrum der Probe mit 90 s Aufdampfzeit bei $1 \cdot 10^{-6}$ mbar Sauerstoffpartialdruck.

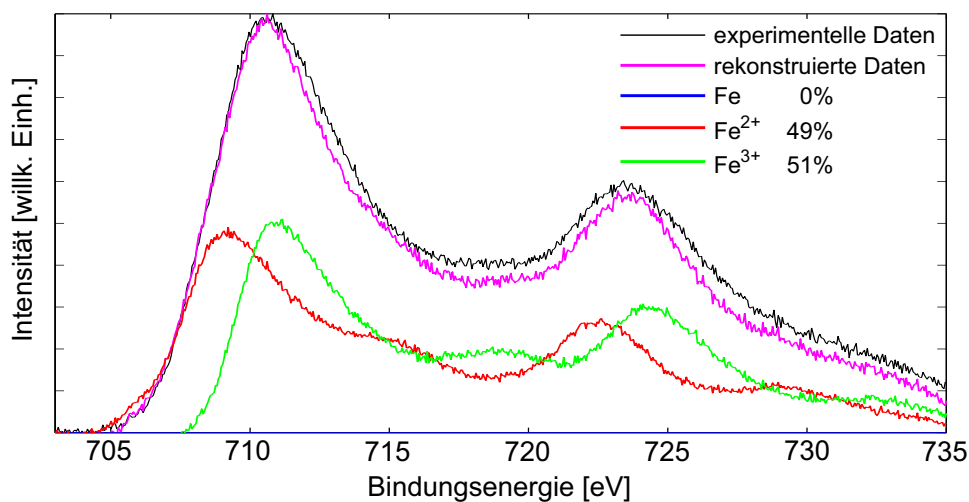


Abbildung 5.8: Gefitteter Fe 2p-Peak aus dem XPS-Spektrum der Probe mit 100 s Aufdampfzeit bei $5 \cdot 10^{-5}$ mbar Sauerstoffpartialdruck.

Dabei ergibt sich ein Verhältnis von 58 % Fe^{2+} und 42 % Fe^{3+} . Dies ist identisch mit der Probe, die bei einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-6}$ mbar hergestellt wurde (vergleiche Abb. 5.4).

Für einen Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar ergibt sich bei einer Aufdampfzeit von 100 s ein Verhältnis der Eisenionen von 49 % Fe^{2+} und 51 % Fe^{3+} (vergleiche Abb. 5.8).

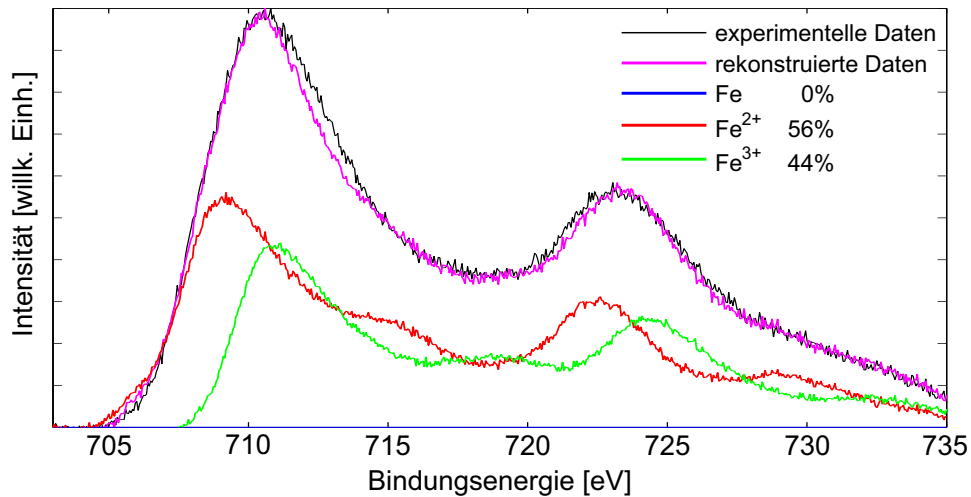


Abbildung 5.9: Gefitteter Fe 2p-Peak aus dem XPS-Spektrum der Probe mit 400 s Aufdampfzeit bei $5 \cdot 10^{-5}$ mbar Sauerstoffpartialdruck.

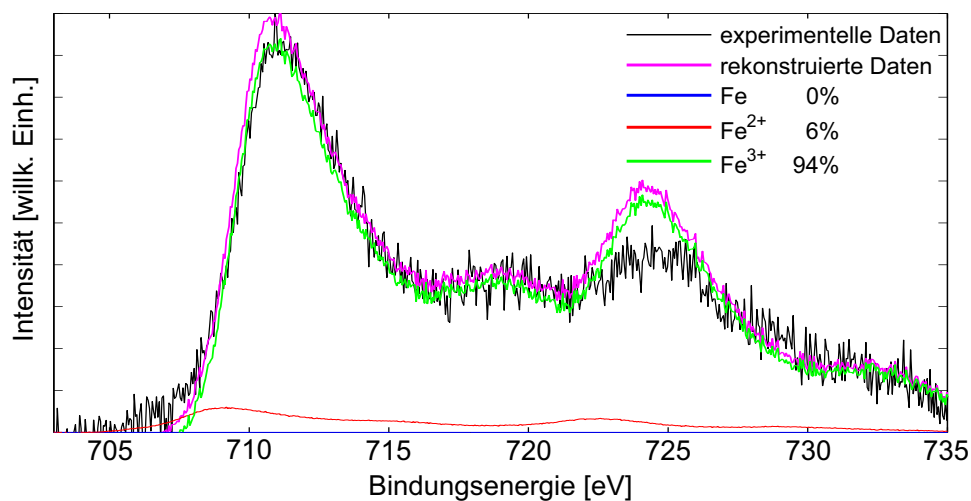


Abbildung 5.10: Gefitteter Fe 2p-Peak aus dem XPS-Spektrum der Probe mit 400 s Aufdampfzeit bei $5 \cdot 10^{-4}$ mbar Sauerstoffpartialdruck.

In Abb. 5.9 erkennt man, dass man dann ein Verhältnis von 56 % Fe^{2+} und 44 % Fe^{3+} erhält, wenn man die Probe mit einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar und einer Aufdampfzeit von 400 s betrachtet. Die Probe, die bei 400 s Aufdampfzeit in einem Sauerstoffdruck von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar hergestellt wurde, lieferte nach der Auswertung ein Verhältnis für die Eisenionen von 6 % Fe^{2+} und 94 % Fe^{3+} . Das entsprechende Spektrum ist in Abb. 5.10 zu sehen.

Wie sich das Verhältnis der Eisenionen bei konstanter Aufdampfzeit von 200 s und variierendem Sauerstoffpartialdruck verhält, ist in Abb. 5.11 zu sehen. Abb. 5.12

zeigt hingegen das Verhältnis der Eisenionen bei konstantem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar und variierender Aufdampfzeit.

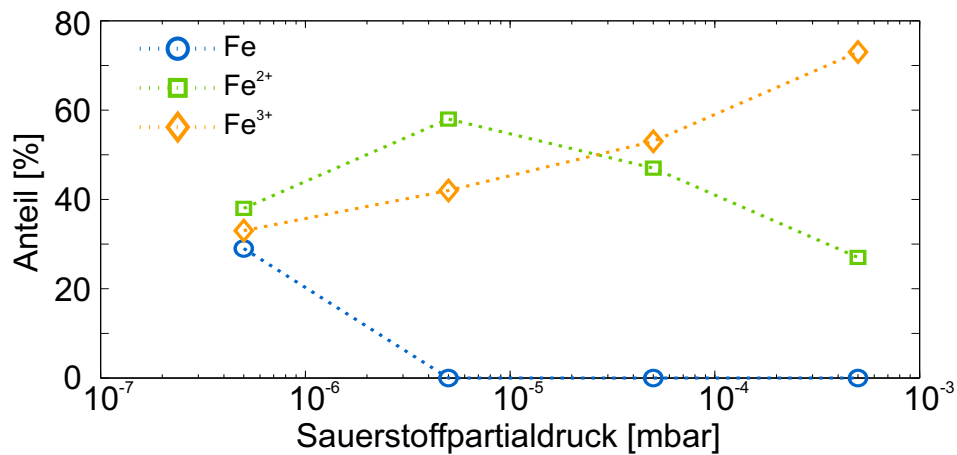


Abbildung 5.11: Anteile von Fe²⁺, Fe³⁺ und Fe bei konstanter Aufdampfzeit und unterschiedlichem Sauerstoffpartialdruck.

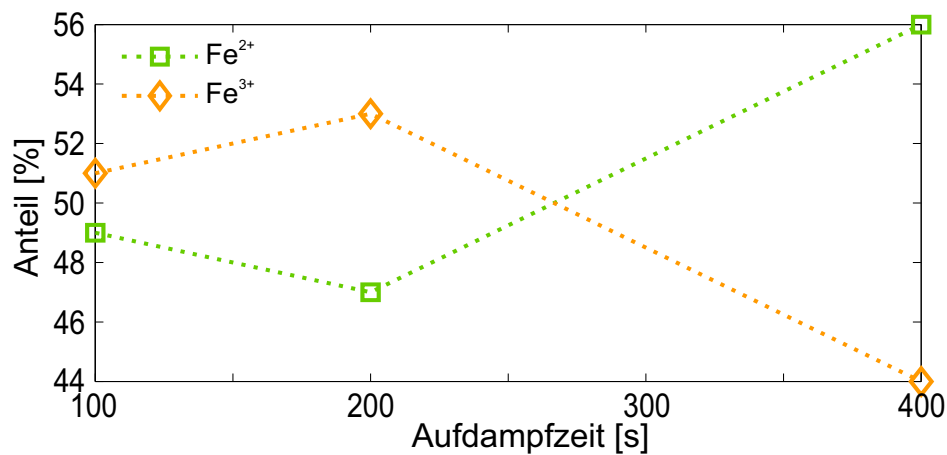


Abbildung 5.12: Anteile von Fe²⁺ und Fe³⁺ an der Oberfläche der Schicht bei konstantem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar und unterschiedlicher Aufdampfzeit.

Bei konstanter Aufdampfzeit erhöht sich der Fe³⁺ Anteil für steigenden Sauerstoffpartialdruck, während der Anteil für Fe²⁺ ab einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-6}$ mbar sinkt. Der Fe Anteil lässt sich nur bei einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-7}$ mbar detektieren (vergleiche Abb. 5.11).

Für einen konstanten Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar erhöht sich zunächst der Anteil von Fe³⁺ für eine von 100 s auf 200 s steigende Aufdampfzeit, während

der Fe^{2+} Anteil sinkt. Umgekehrt verhält es sich bei weiter auf 400 s steigender Aufdampfzeit (vergleiche Abb. 5.12).

Die Fe 3p-Peaks sind in Abb. 5.13 zu sehen. Sie sind nicht gefittet und der inelastische Untergrund ist nicht abgezogen worden. Zusätzlich ist die Bindungsenergie eingezeichnet, bei der der Magnesium-Peak liegt.

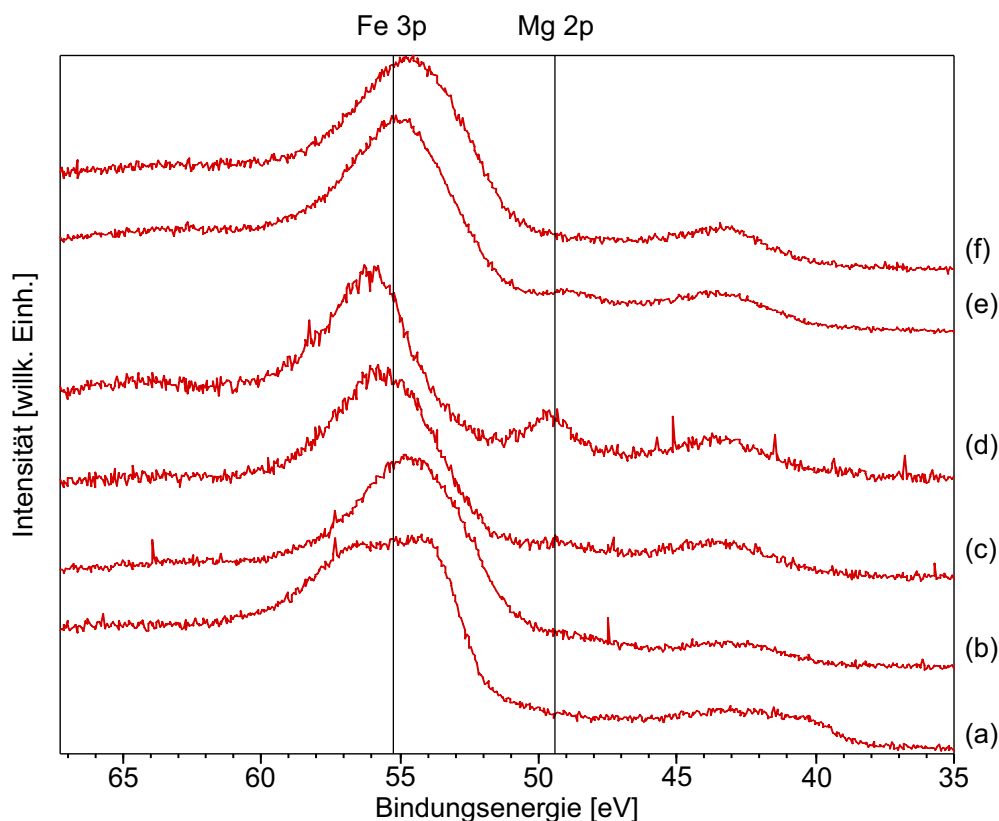


Abbildung 5.13: Nicht gefittete Fe 3p-Peaks mit inelastischem Untergrund und markiertem Magnesium 2p-Peak. Zu sehen sind die Peaks für die Proben mit einem Sauerstoffpartialdruck von (a) $5 \cdot 10^{-7}$ mbar, (b) $5 \cdot 10^{-6}$ mbar, (c) $5 \cdot 10^{-5}$ mbar, (d) $5 \cdot 10^{-4}$ mbar und die Proben aus einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar bei (e) 100 s und (f) 400 s Aufdampfzeit.

Von den aus der Auswertung resultierenden Daten sind nur die Magnesium-Anteile relevant. Diese sind in Abb. 5.14 für die Proben mit verschiedenem Sauerstoffpartialdruck aufgetragen. Bei einer Aufdampfzeit von 200 s bleibt der Anteil an Magnesium bei steigendem Sauerstoffpartialdruck zunächst gleich bei 22 %, steigt dann minimal auf 25 % und schließlich sehr stark auf 47 %.

Für die Proben mit einem konstantem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar und variierenden Aufdampfzeiten sind die Anteile des Magnesiums in Abb. 5.15

aufgetragen. Dabei sinkt der Magnesiumanteil von 28 % (für 100 s Aufdampfzeit) über 25 % (200 s Aufdampfzeit) bis 19 % (400 s Aufdampfzeit).

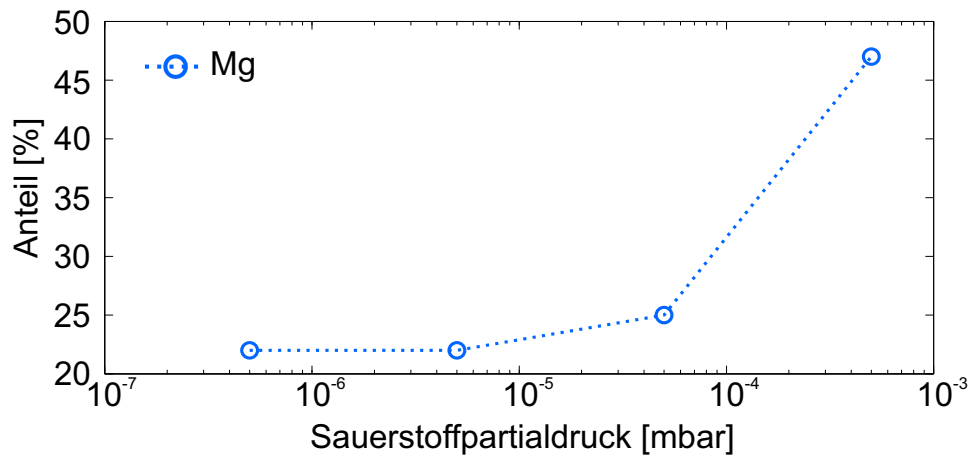


Abbildung 5.14: Magnesiumanteil des Fe 3p-Peaks bei konstanter Aufdampfzeit von 200 s und steigendem Sauerstoffpartialdruck.

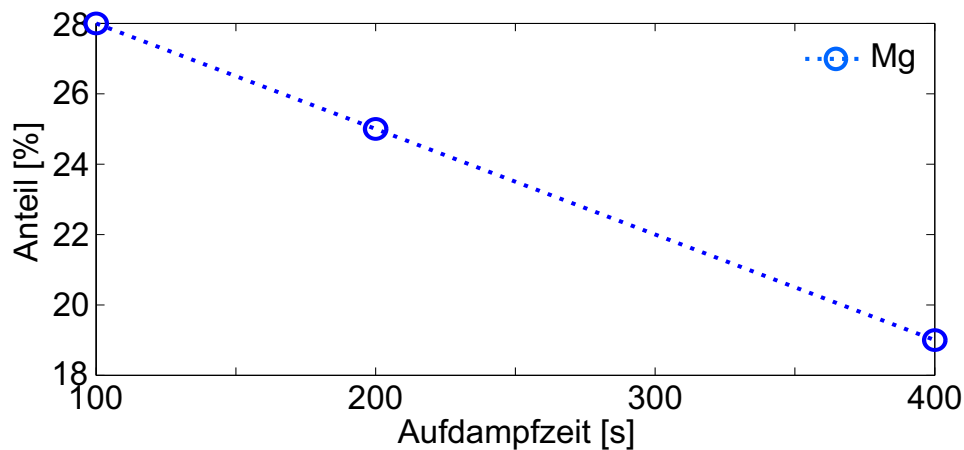


Abbildung 5.15: Anteile von Magnesium am Fe 3p-Peak bei Proben unterschiedlicher Aufdampfzeit und einem konstanten Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar.

5.2 Ergebnisse der LEED-Messungen

In Abb. 5.16 ist das Beugungsbild der Probe, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-7}$ mbar hergestellt wurde, zu sehen. Es sind keine Reflexe erkennbar. Das bedeutet, dass diese Probe keine geordnete Struktur an der Oberfläche aufweist.

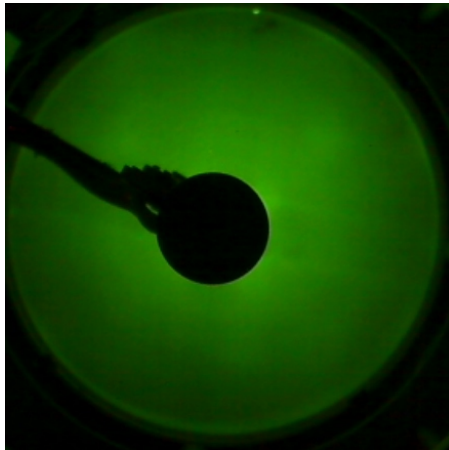


Abbildung 5.16: LEED-Bild der Schicht, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-7}$ mbar für 200 s aufgedampft wurde, aufgenommen mit einer Elektronenenergie von 140 eV.

Bei der Probe mit einer Aufdampfzeit von 200 s und einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-6}$ mbar ist eine sehr klare kristalline Struktur erkennbar (vergleiche Abb. 5.17). Dabei handelt es sich um eine (1×1) Struktur. In den Mittelpunkten der quadratisch angeordneten Beugungsreflexe sind weitere schwache Reflexe erkennbar. Man spricht von einer $(\sqrt{2} \times \sqrt{2})R45$ Überstruktur.

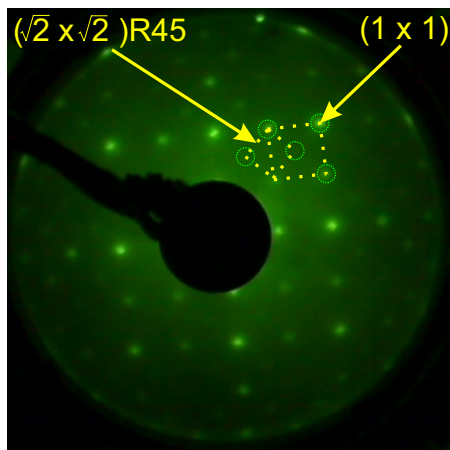


Abbildung 5.17: LEED-Bild der Schicht, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-6}$ mbar für 200 s aufgedampft wurde, aufgenommen mit einer Elektronenenergie von 140 eV. In gelb sind die (1×1) Struktur und die $(\sqrt{2} \times \sqrt{2})R45$ Überstruktur mit den entsprechenden Reflexen innerhalb der grünen Kreise eingezeichnet.

Die Probe, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar für 200 s bedampft wurde, besitzt ebenfalls eine (1×1) Struktur mit einer $(\sqrt{2} \times \sqrt{2})R45$ Überstruktur. Dies ist in Abb. 5.18 erkennbar.

Die Probe aus dem höchsten Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar und einer Aufdampfzeit von 200 s hat zwar eine geordnete kristalline Struktur, diese ist aber weniger stark ausgeprägt als bei den vorherigen Proben. Dies lässt sich an den schwachen LEED-Reflexen in Abb. 5.19 feststellen. Es ist eine (1×1) Struktur erkennbar.

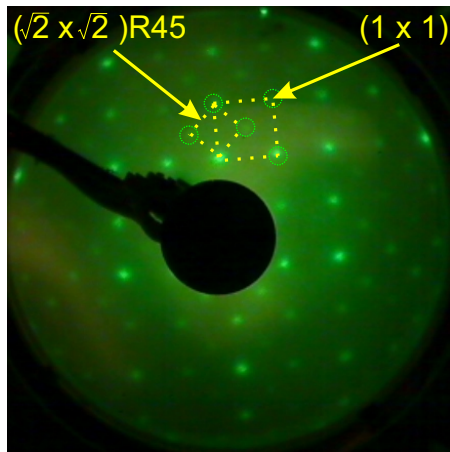


Abbildung 5.18: LEED-Bild der Schicht, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar für 200 s aufgedampft wurde, aufgenommen mit einer Elektronenenergie von 140 eV. In gelb sind die (1×1) Struktur und die $(\sqrt{2} \times \sqrt{2})R45$ Überstruktur mit den entsprechenden Reflexen innerhalb der grünen Kreise eingezeichnet.

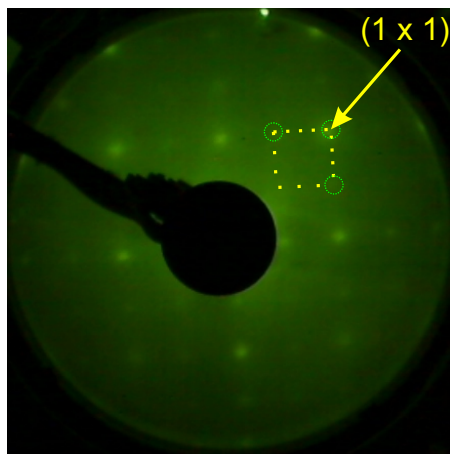


Abbildung 5.19: LEED-Bild der Schicht, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar für 200 s aufgedampft wurde, aufgenommen mit einer Elektronenenergie von 140 eV. In gelb ist die (1×1) Struktur mit den entsprechenden Reflexen innerhalb der grünen Kreise eingezeichnet.

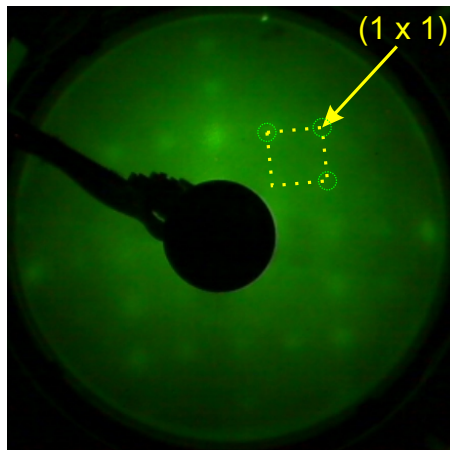


Abbildung 5.20: LEED-Bild der Schicht, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $1 \cdot 10^{-6}$ mbar für 90 s aufgedampft wurde, aufgenommen mit einer Elektronenenergie von 140 eV. In gelb ist die (1×1) Struktur mit den entsprechenden Reflexen innerhalb der grünen Kreise eingezeichnet.

In Abb. 5.20 ist das Beugungsbild der Probe zu sehen, die für 90 s in einem Sauerstoffpartialdruck von $1 \cdot 10^{-6}$ mbar bedampft wurde. Die LEED-Reflexe sind nur sehr schwach erkennbar und deuten auf eine (1×1) Struktur hin.

Bei den Proben mit einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar und einer Aufdampfzeit von 100 s bzw. 400 s kann man neben der (1×1) Struktur in Abb. 5.21 noch die $(\sqrt{2} \times \sqrt{2})R45$ Überstruktur erkennen.

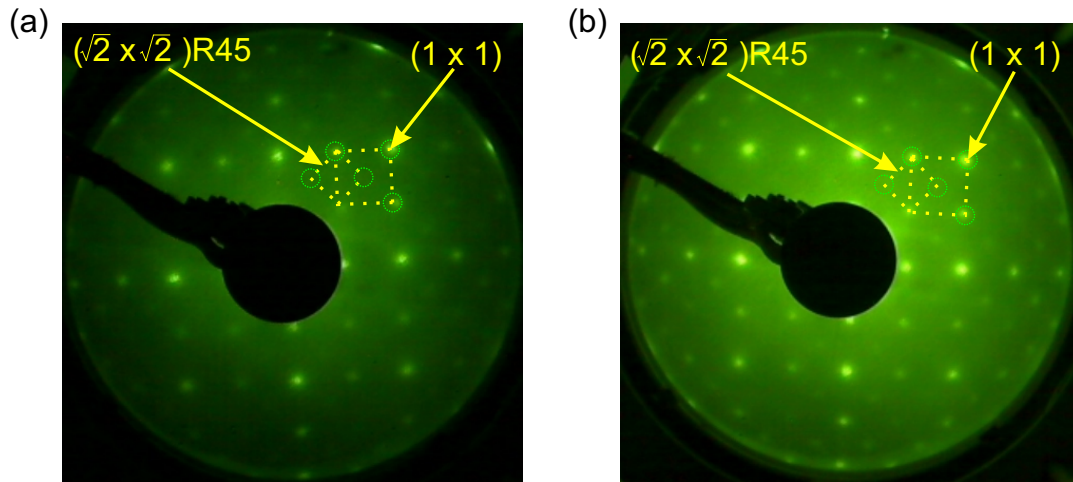


Abbildung 5.21: LEED-Bilder der Schichten, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar für (a) 100 s und (b) 400 s aufgedampft wurden, aufgenommen mit einer Elektronenenergie von 140 eV. In gelb sind die (1×1) Struktur und die $(\sqrt{2} \times \sqrt{2})R45$ Überstruktur mit den entsprechenden Reflexen innerhalb der grünen Kreise eingezeichnet.

Abb. 5.22 zeigt das Beugungsbild der Schicht, die für 400 s bei einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar aufgedampft wurde. Es ist eine (1×1) Struktur mit sehr schwachen LEED-Reflexen erkennbar. Die eingezeichnete Einheitszelle ist im reziproken Raum doppelt so groß wie bei den anderen Proben, im realen Raum ist sie daher halb so groß. Die starken Reflexe stammen vom Substrat.

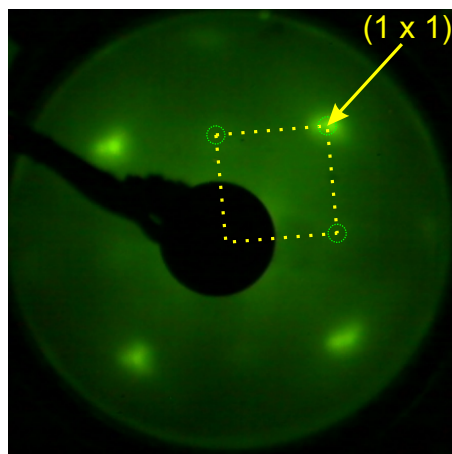


Abbildung 5.22: LEED-Bild der Schicht, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar für 400 s aufgedampft wurde, aufgenommen mit einer Elektronenenergie von 140 eV. In gelb ist die (1×1) Struktur mit den entsprechenden Reflexen innerhalb der grünen Kreise eingezeichnet.

5.3 Ergebnisse der MOKE-Untersuchungen

Wie in Kapitel 2.4.2 erklärt wurde, zeichnen sich magnetisch leichte Richtungen durch eine sehr hohe Koerzitivfeldstärke aus. Aber auch in magnetisch schweren Richtungen kann eine erhöhte Koerzitivfeldstärke vorkommen, denn in exakt magnetisch schwerer Richtung können die Domänen schon bei Verringerung des Sättigungsfelds zerfallen und somit das Koerzitivfeld erhöhen [33]. Abb. 5.23 zeigt die Magnetisierungskurve in magnetisch leichter und magnetisch schwerer Richtung der Probe, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-7}$ mbar bei 200 s Aufdampfzeit hergestellt wurde.

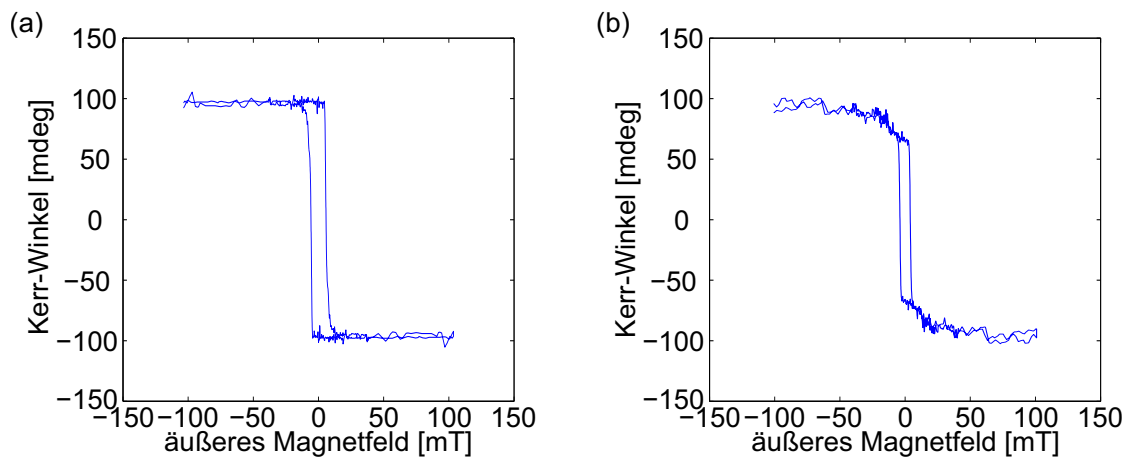


Abbildung 5.23: KERR-Winkel aufgetragen über dem äußeren Magnetfeld für die Probe, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-7}$ mbar für 200 s bedampft wurde. (a) zeigt dabei die Magnetisierungskurve für eine magnetisch leichte Richtung, (b) die Magnetisierungskurve für eine magnetisch schwere Richtung.

Diese Kurven unterscheiden sich in Remanenz und Koerzitivfeldstärke. Um die magnetische Anisotropie besser sichtbar zu machen, ist die Koerzitivfeldstärke in einem Polarplot über dem Drehwinkel α der Probe dargestellt. Diese Darstellung ist für alle Proben gewählt worden. In Abb. 5.24 ist die Koerzitivfeldstärke für die ersten drei Proben bei 200 s Aufdampfzeit und steigendem Sauerstoffpartialdruck dargestellt.

Dabei zeigt die erste Probe mit einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-7}$ mbar zwei magnetisch leichte Achsen, die senkrecht aufeinander stehen. Bei der Probe mit einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-6}$ mbar ist keine magnetisch leichte oder schwere Richtung zu erkennen. Diese Probe lässt sich somit in alle Richtungen gleich stark magnetisieren, sie ist also magnetisch isotrop. Bei der Probe mit einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar sind wieder zwei magnetisch leichte Achsen deutlich erkennbar. Sie stehen ebenfalls senkrecht aufeinander. Auf den magnetisch

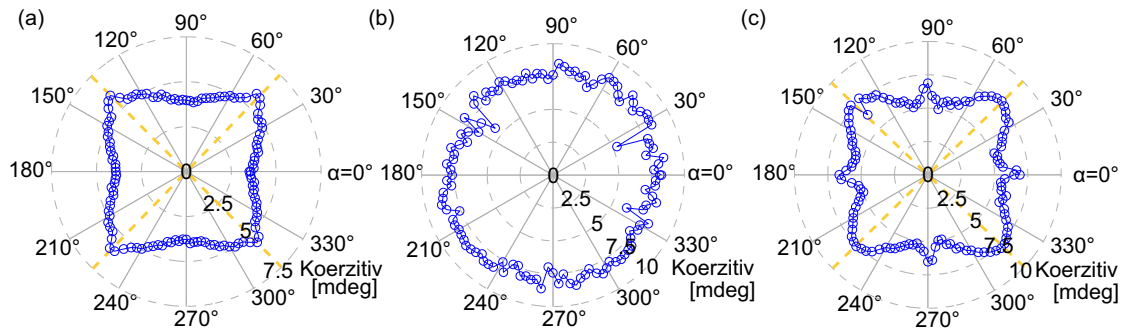


Abbildung 5.24: Koerzitivfeldstärke aufgetragen als Polarplot über dem Drehwinkel α der Proben, die in einem Sauerstoffpartialdruck von (a) $5 \cdot 10^{-7}$ mbar, (b) $5 \cdot 10^{-6}$ mbar und (c) $5 \cdot 10^{-5}$ mbar bei 200 s Aufdampfzeit hergestellt wurden. Die gelben Achsen zeigen die magnetisch leichten Richtungen.

schweren Richtungen sind lokale Maxima in der Koerzitivfeldstärke erkennbar, die auf die vorher erwähnte Domänenaufspaltung zurückzuführen sind.

Die vierte Probe (Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar für 200 s) zeigt einen sehr schwachen KERR-Effekt. Der KERR-Winkel ist in Abb. 5.25 über dem äußeren Magnetfeld aufgetragen. Es ist eine Sättigung erkennbar, aber der Graph weist durch die geringe Intensität ein sehr hohes Rauschen auf. Ein hysteretisches Verhalten lässt sich nicht erkennen, weshalb eine Koerzitivfelduntersuchung hier nicht durchgeführt werden kann.

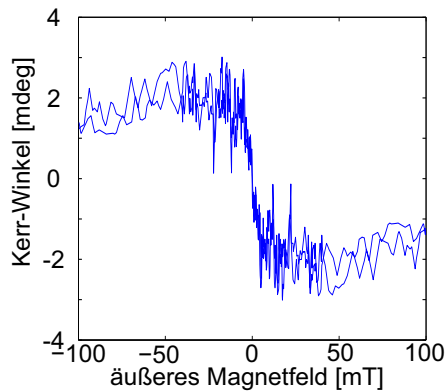


Abbildung 5.25: KERR-Winkel aufgetragen über dem äußeren Magnetfeld für die Probe, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar für 200 s bedampft wurde.

Die Probe, die in einem Druck von $1 \cdot 10^{-6}$ mbar für 90 s bedampft wurde, zeigt in Abb. 5.26 zwei magnetisch leichte Achsen, die nicht genau senkrecht aufeinander liegen. Wieder sind auf den magnetisch schweren Richtungen lokale Maxima in der Koerzitivfeldstärke erkennbar. Die magnetisch leichten Achsen sind um ca. 45° gedreht, verglichen mit den vorigen gemessenen Proben.

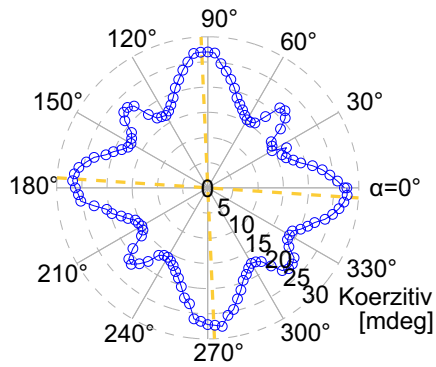


Abbildung 5.26: Koerzitivfeldstärke aufgetragen als Polarplot über dem Drehwinkel α der Probe, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $1 \cdot 10^{-6}$ mbar für 90 s bedampft wurde. Die gelben Achsen zeigen die magnetisch leichten Richtungen, die nicht senkrecht aufeinander stehen.

Die Schicht mit einer Aufdampfzeit von 100 s und einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar ist, wie in Abb. 5.27 (a) erkennbar, magnetisch isotrop. Bei der Schicht mit einer Aufdampfzeit von 400 s sind die magnetisch schweren und leichten Richtungen wenig ausgeprägt. Es sind zwei magnetisch leichte Achsen, die senkrecht zueinander stehen, erkennbar. Die magnetisch schweren Richtungen weisen wieder lokale Maxima in der Koerzitivfeldstärke auf (vergleiche Abb. 5.27 (b)).

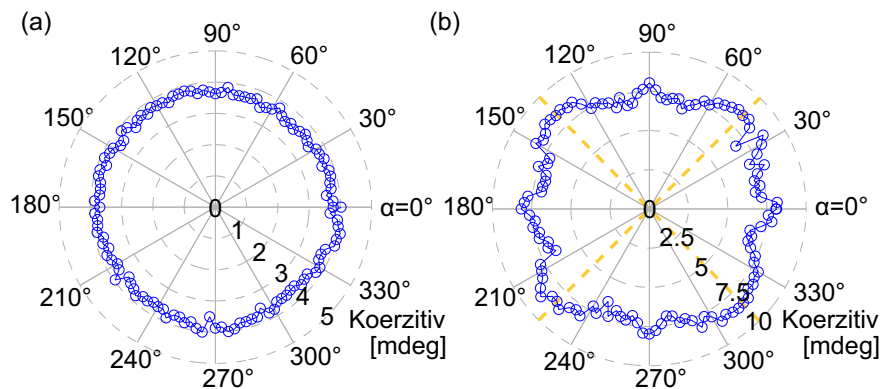


Abbildung 5.27: Koerzitivfeldstärke aufgetragen als Polarplot über dem Drehwinkel α der Proben, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar für (a) 100 s und (b) 400 s bedampft wurden. Die gelben Achsen zeigen die magnetisch leichten Richtungen.

Abb. 5.28 zeigt das Verhalten der Probe mit einer Aufdampfzeit von 400 s und einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar während des Ummagnetisierungsprozesses. Der Graph weist ein sehr hohes Rauschen auf, es ist keine Sättigung im KERR-Winkel erkennbar. Darüber hinaus lässt sich kein Hystereseverhalten feststellen.

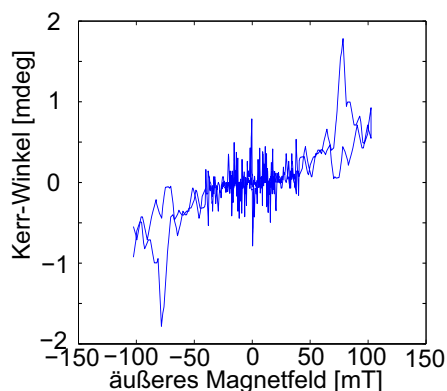


Abbildung 5.28: KERR-Winkel aufgetragen über dem äußeren Magnetfeld für die Probe, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar für 400 s bedampft wurde.

5.4 Diskussion

Die Messreihe der Proben, die bei konstanter Aufdampfzeit von 200 s in unterschiedlichem Sauerstoffpartialdruck hergestellt wurden, zeigt, dass bei höher werdendem Sauerstoffpartialdruck mehr Magnesium an der Oberfläche sichtbar wird. Sehr wahrscheinlich ist dies auf eine geringer werdende Schichtdicke zurückzuführen. Bestätigt wird dies durch das stärker werdende Rauschen in den XPS-Spektren. Eine Erklärung dafür ergibt sich durch die mittlere freie Weglänge der Ionen in der Kammer, die bei steigendem Sauerstoffpartialdruck immer geringer wird. Bei zu hohem Druck können die Ionen das Substrat nicht mehr erreichen.

Ab einem gewissen Sauerstoffpartialdruck ist kein Eisen mehr auf der Probe zu erkennen. Bei geringem Druck ist mehr Fe^{2+} als Fe^{3+} auf der Probe. Dieses Verhältnis kehrt sich in dem Bereich des Sauerstoffpartialdrucks zwischen $5 \cdot 10^{-6}$ mbar und $5 \cdot 10^{-5}$ mbar um. Das optimale Verhältnis von Fe^{2+} und Fe^{3+} Ionen für Magnetit ergibt sich bei einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar. Wie die Beugungsbilder jedoch zeigen, findet man die für Magnetit typische (1×1) Struktur mit der $(\sqrt{2} \times \sqrt{2})\text{R}45$ Überstruktur nicht auf den Proben, die in diesem Druck hergestellt wurden.

Bestätigt wird dies durch die MOKE-Messungen. Magnetit ist sehr stark ferrimagnetisch. Bei einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar weist die Magnetisierungskurve aber ein sehr starkes Rauschen auf. Dies weist auf einen schwachen magnetooptischen KERR-Effekt hin, untypisch für Magnetit. Von den Ergebnissen der Beugungsbilder und der MOKE-Messungen ausgehend kann man annehmen, dass die Proben, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar und $5 \cdot 10^{-6}$ mbar hergestellt wurden, an ihrer Oberfläche Magnetit besitzen. Zum einen ist die Struktur der Oberfläche typisch für Magnetit, zum anderen lässt sich ein stärkerer magnetooptischer KERR-Effekt messen. Dabei ist die Probe beim niedrigeren Sauerstoffpartialdruck magnetisch isotrop, bei höherem Sauerstoffpartialdruck weist sie eine vierzählige magnetische Anisotropie auf.

Die Messreihe der Proben, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar für verschiedene Zeiten bedampft wurden, zeigt einen kontinuierlichen Abfall des sichtbaren Magnesiumanteils an der Oberfläche mit ansteigender Aufdampfzeit. Bei 100 s Aufdampfzeit befindet sich mehr Fe^{3+} als Fe^{2+} auf der Probe. Dieses Verhältnis ist bei 200 s Aufdampfzeit noch stärker ausgeprägt, kehrt sich aber zwischen 200 s und 400 s Aufdampfzeit um. Unabhängig vom Verhältnis der Eisenionen zeigen die Beugungsbilder bei allen drei Proben die für Magnetit typische Struktur. Sie weisen auch alle einen magnetooptischen KERR-Effekt auf. Bei 200 s Aufdampfzeit zeigt sich die stärkste magnetische Anisotropie. Für die halbe Aufdampfzeit ist die Schicht magnetisch isotrop, für die doppelte Aufdampfzeit zeigt sich ebenfalls die vierzählige magnetische Anisotropie, jedoch nähert es sich einer magnetischen Isotropie. Bei beiden Proben liegt die magnetisch leichte Achse in (110)-Richtung des Eisenoxidkristalls.

Die Probe, die bei einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-6}$ mbar für 90 s bedampft wurde, zeigt zwar keine $(\sqrt{2} \times \sqrt{2})\text{R}45$ Überstruktur, sie zeigt aber eine vierzählige magnetische Anisotropie. Die Achsen sind nicht wie bei den anderen Proben senkrecht zueinander ausgerichtet, außerdem sind sie im Vergleich zu den anderen Proben um ca. 45° gedreht. Reines Eisen hat die magnetisch leichte Achse immer entlang der (100)-Richtung des Eisenkristalls [34], daher kann dieses Ergebnis nur von Eisenoxid stammen. Damit wäre die magnetisch leichte Richtung in der (100)-Richtung des Eisenoxids. Das Verhalten der zueinander minimal gedrehten magnetisch leichten Achsen kann durch die Kombination von magnetisch kubischer Anisotropie (magnetisch leichte Achsen senkrecht zueinander) und einer uniaxialen magnetischen Anisotropie erklärt werden [35]. Die Koerzitivfeldstärke weist viel höhere Werte auf als bei allen anderen Proben. Dies könnte auf viele Defekte in der Schicht zurückzuführen sein, was auch mit der geringen Aufdampfzeit zusammenhängen kann.

Die Probe, die bei einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar für 400 s bedampft wurde, zeigt im Vergleich mit der Probe, die für 200 s bedampft wurde, ein völlig unterschiedliches Verhältnis der Eisenionen. Bei 200 s Aufdampfzeit ist das Verhältnis $\text{Fe}^{2+}:\text{Fe}^{3+}$ ca. 1:2, was optimal für Magnetit ist. Bei der doppelten Aufdampfzeit zeigt sich jedoch ein Verhältnis von 6 % Fe^{2+} und 94 % Fe^{3+} , was nicht dem passenden Verhältnis für Magnetit entspricht. Die MOKE-Messung dieser Probe zeigt außerdem Magnetisierungskurven mit sehr starkem Rauschen. Da das XPS-Spektrum ebenfalls ein sehr starkes Rauschen aufweist, ist anzunehmen, dass diese Schicht ebenfalls zu dünn für stärkere Magnetisierungen ist.

6 Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurden ultradünne Eisenoxidschichten auf Magnesiumoxid(001)-Substraten aufgedampft. Diese wurden zunächst mit XPS- und LEED-Messungen auf ihre Zusammensetzung und kristalline Struktur überprüft, anschließend wurden MOKE-Messungen gemacht, um ihre magnetischen Eigenschaften zu ermitteln. Zunächst wurden vier Proben bei unterschiedlichem Sauerstoffpartialdruck und gleicher Aufdampfzeit hergestellt. Daraus ergab sich, dass sehr niedriger Sauerstoffpartialdruck nicht die für Magnetit benötigte Zusammensetzung lieferte und sehr hoher Sauerstoffpartialdruck die Schicht zu dünn werden ließ, sodass kein KERR-Effekt gemessen werden konnte.

Die Messreihe der Proben, die bei konstanter Aufdampfzeit von 200 s in unterschiedlichem Sauerstoffpartialdruck hergestellt wurden, zeigte für $5 \cdot 10^{-5}$ mbar eine für Magnetit ungefähr passende Stöchiometrie, eine sehr geordnete kristalline Struktur an der Oberfläche. Durch die Messung des KERR-Effekts ergab sich eine vierzählige magnetische Anisotropie aus der Koerzitivfeldstärke. Die Auswertung der Stöchiometrie hat gezeigt, dass sich das Verhältnis der Anteile von Fe^{2+} und Fe^{3+} bei Variation des Drucks und der Aufdampfzeit umkehrt. Da dies aber auf eine Messreihe von 4 bzw. 3 Proben zurückzuführen ist, sollten in diesem Bereich mehrere Proben dazwischen hergestellt werden, um dieses Verhältnis genauer zu beleuchten. Außerdem sollte ein Verfahren entwickelt werden, das trotz der hohen Verdampferleistung konstante Schichtdicken bei Variation des Sauerstoffpartialdrucks in einer Messreihe zulässt. Denn die Auswertung der Fe 3p-Peaks hat ergeben, dass sich die Schichtdicken trotz gleicher Aufdampfzeit bei variierendem Sauerstoffpartialdruck unterscheiden.

Die Messreihe der Proben, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar für verschiedene Zeiten bedampft wurden, hat bei allen Proben Magnetit an der Oberfläche der Schicht. Bei 100 s Aufdampfzeit ist die Schicht magnetisch isotrop, bei 400 s Aufdampfzeit besitzt sie eine vierzählige magnetische Anisotropie. Diese ist jedoch nicht so stark ausgeprägt wie bei 200 s Aufdampfzeit. Bei diesen und allen anderen Proben, bei denen eine vierzählige magnetische Anisotropie gemessen wurde, zeigten sich lokale Maxima in den magnetisch schweren Richtungen. Diese erklären sich dadurch, dass die Domänen in exakt schwerer Richtung bei Verringerung des Sättigungsfelds aufspalten und so ein größeres Koerzitivfeld zum Umklappen benötigen.

Die Probe, die bei einem Sauerstoffpartialdruck von $1 \cdot 10^{-6}$ mbar hergestellt wurde, besaß dieselbe Stöchiometrie wie die Probe, die in einem Sauerstoffpartialdruck von

$5 \cdot 10^{-6}$ mbar hergestellt wurde. Sie hat an der Oberfläche der Schicht keine besonders geordnete kristalline Struktur. Bei ihr ist der KERR-Effekt ca. doppelt so stark wie bei den anderen Proben. Sie besitzt eine vierzählige magnetische Anisotropie, bei der die magnetisch leichten Achsen nicht senkrecht sondern leicht gedreht zueinander ausgerichtet sind. Außerdem hat sie die magnetisch leichten Achsen um 45° gedreht im Vergleich zu den anderen Proben. Dieses Verhalten ist für Eisenoxide bisher nicht gemessen worden. Hier wäre es interessant zu wissen, wie sich die magnetische Anisotropie mit variierender Schichtdicke verhält und welche Eigenschaften die kristalline Struktur sowie die Stöchiometrie dann besitzen.

Literaturverzeichnis

- [1] DAUGHTON, J.M.: *Magnetoresistive memory technology*. Thin Solid Films, 216(1):162–168, 1992.
- [2] K. INOMATA ET AL.: *Double tunnel junctions for magnetic random access memory devices*. Journal of Applied Physics, 87(9):6064–6066, 2000.
- [3] M. N. BAIBICH ET AL.: *Giant Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices*. Physical Review Letters, 61(21):2472–2475, 1988.
- [4] G. BINASCH ET AL.: *Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer exchange*. Physical Review B, 39(7):4828–4830, 1989.
- [5] A. M. HAGHIRI-GOSNET ET AL.: *Spintronics, perspectives for the half-metallic oxides*. physica status solidi (a), 201(7):1392–1397, 2004.
- [6] HÖFERT, OLIVER: *Herstellung und Charakterisierung von Eisenoxidschichten*. Masterarbeit, Universität Osnabrück, 2009.
- [7] SCHEMME, TOBIAS: *Oxidation von Eisenschichten auf MgO(001)-Substraten*. Masterarbeit, Universität Osnabrück, 2011.
- [8] SHIRLEY, D. A.: *High-resolution x-ray photoemission spectrum of the valence bands of gold*. Physical Review B, 5:4709–4714, 1972.
- [9] Casa Software Ltd. *Casa XPS User's Manual*.
- [10] JOHNSON, R.L.: *Prinzipieller Aufbau eines LEED-Systems*. Hasylab.
- [11] KERR, J.: *On rotation of the plane of polarization by reflection from the pole of a magnet*. Philosophical Magazine, 3:321–343, 1877.
- [12] WILKENS, HENRIK: *Röntgen- und Vektor-MOKE-Untersuchungen ferromagnetischer Fe-Schichten*. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2010.
- [13] ROBINSON, C. C.: *Longitudinal kerr magneto-optic effect in thin films of iron, nickel, and permalloy*. Journal of the Optical Society of America, 53(6):681–687, 1963.
- [14] JONES, R. CLARK: *A new calculus for the treatment of optical systems*. Journal of the Optical Society of America, 31(7):500–503, 1941.
- [15] BECKER, TOBIAS: *MOKE-Untersuchungen an ferromagnetischen Metallschichten*. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2008.

- [16] ARGYRES, PETROS N.: *Theory of the Faraday and Kerr Effects in Ferromagnetics*. Physical Review, 97(2):334–345, 1955.
- [17] G. METZGER ET AL.: *Termes linéaires et quadratiques dans l’effet magnéto-optique de Kerr*. Annales de Physique, 10(5):5–12, 1965.
- [18] Q.-M. ZHONG ET AL.: *Surface magneto-optical Kerr effect for ultrathin Ni-Fe bilayers*. Journal of Applied Physics, 67(9):4448–4450, 1990.
- [19] J. HAMRLE ET AL.: *Huge quadratic magneto-optical Kerr effect and magnetization reversal in the Co_2FeSi Heusler compound*. Journal of Physics D: Applied Physics, 40(6):1563–1569, 2007.
- [20] VIŠŇOVSKÝ Š.: *Magneto-optical permittivity tensor in crystals*. Czechoslovak Journal of Physics, 36:1424–1433, 1986.
- [21] K. POSTAVA ET AL.: *Anisotropy of quadratic magneto-optic effects in reflection*. Journal of Applied Physics, 91(10):7293–7295, 2002.
- [22] BARDENHAGEN, HAUKE: *Vektor-MOKE-Untersuchungen an epitaktischen Eischichten*. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2009.
- [23] ZIMMERMANN, BERND: *Epitaktisches Wachstum und Charakterisierung ultradünner Eisenoxidschichten auf Magnesiumoxid(001)*. Dissertation, Universität Osnabrück, 2010.
- [24] BERTRAM, FLORIAN: *Röntgenstrukturanalyse von Oxidschichten*. Masterarbeit, Universität Osnabrück, 2009.
- [25] B. HANDKE ET AL.: *Magnesium interdiffusion and surface oxidation in magnetite epitaxial films grown on $\text{MgO}(100)$* . Vacuum, 63(1-2):331–336, 2001.
- [26] YAMASHITA, T.: *Analysis of XPS spectra of Fe^{2+} and Fe^{3+} ions in oxide materials*. Applied Surface Science, 254(8):2441–2449, 2008.
- [27] *SPECS: Manual for Specs ErLeed 1000. Handbook*.
- [28] KUSCHEL, TIMO: *Aufbau einer Apparatur zur Messung des magnetooptischen Kerr-Effekts*. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2007.
- [29] T. KUSCHEL ET AL.: *Vectorial magnetometry using magneto-optic Kerr effect including first- and second-order contributions for thin ferromagnetic films*. Journal of Physics D: Applied Physics, 44:265003, 2011.
- [30] BALINSKI, KAMIL: *Entwicklung einer Ansteuerungssoftware für eine magneto-optische Messapparatur*. Bachelorarbeit, Universität Osnabrück, 2010.
- [31] SCHUBERT, ROBIN: *Entwicklung einer Software zur Analyse von magneto-optischen Daten*. Bachelorarbeit, Universität, 2009.
- [32] N. S. MCINTYRE, D. G. ZETARUK: *X-ray photoelectron spectroscopic studies of iron oxides*. Analytical Chemistry, 49(11):1521–1529, 1977.
- [33] T. KUSCHEL ET AL.: *Magnetic characterization of thin $\text{Co}_{50}\text{Fe}_{50}$ films by*

- magneto optic Kerr effect*. Journal of Physics D: Applied Physics, submitted 2012.
- [34] J.L. COSTA-KRÄMER ET AL.: *Magnetization reversal asymmetry in Fe/MgO(001) thin films*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 210:341–348, 2000.
- [35] T. KUSCHEL ET AL.: *Magnetization reversal analysis of a thin B2-type ordered Co₅₀Fe₅₀ film by magneto optic Kerr effect*. Journal of Physics D: Applied Physics, 45:205001, 2012.

Abbildungsverzeichnis

2.1	Schematischer Aufbau einer XPS-Anlage.	4
2.2	Energieniveauschema für Aluminium in einem XPS-Experiment. . .	5
2.3	Aufbau einer LEED-Apparatur.	9
2.4	Vereinfachte Darstellung des longitudinalen Aufbaus.	11
2.5	Schematische Darstellung des Magnetisierungsvektors.	15
2.6	Schematische Darstellung magnetischer Dipolmomente.	16
2.7	Beispiel einer Magnetisierungskurve für magnetisch schwere und leichte Richtung.	17
3.1	fcc-Gitter mit Oktaeder- und Tetraederlücke.	20
3.2	Schematische Darstellung der Einheitszelle von Magnetit.	21
3.3	LEED-Bild einer Magnetitschicht, aufgenommen bei einer Elektronenenergie von 139 eV.	21
3.4	Fe 2p-Peak eines XPS-Spektrums von Wüstit, Magnetit und Magnetit.	23
4.1	Modellhafter Aufbau der Ultrahochvakuumkammer.	26
4.2	Aufsicht auf den schematischen Aufbau der MOKE-Messanlage. . .	29
4.3	XPS-Spektrum eines ausgeheizten MgO-Substrats.	30
4.4	Schematische Darstellung eines Eisenverdampfers.	31
5.1	Fe 2p-Peak eines XPS-Spektrums	34
5.2	Fe 3p-Peak eines XPS-Spektrums	35
5.3	Gefitteter Fe 2p-Peak aus dem XPS-Spektrum der Probe mit 200 s Aufdampfzeit bei $5 \cdot 10^{-7}$ mbar Sauerstoffpartialdruck.	36
5.4	Gefitteter Fe 2p-Peak aus dem XPS-Spektrum der Probe mit 200 s Aufdampfzeit bei $5 \cdot 10^{-6}$ mbar Sauerstoffpartialdruck.	36
5.5	Gefitteter Fe 2p-Peak aus dem XPS-Spektrum der Probe mit 200 s Aufdampfzeit bei $5 \cdot 10^{-5}$ mbar Sauerstoffpartialdruck.	37
5.6	Gefitteter Fe 2p-Peak aus dem XPS-Spektrum der Probe mit 200 s Aufdampfzeit bei $5 \cdot 10^{-4}$ mbar Sauerstoffpartialdruck.	37
5.7	Gefitteter Fe 2p-Peak aus dem XPS-Spektrum der Probe mit 90 s Aufdampfzeit bei $1 \cdot 10^{-6}$ mbar Sauerstoffpartialdruck.	38
5.8	Gefitteter Fe 2p-Peak aus dem XPS-Spektrum der Probe mit 100 s Aufdampfzeit bei $5 \cdot 10^{-5}$ mbar Sauerstoffpartialdruck.	38

5.9	Gefitteter Fe 2p-Peak aus dem XPS-Spektrum der Probe mit 400 s Aufdampfzeit bei $5 \cdot 10^{-5}$ mbar Sauerstoffpartialdruck.	39
5.10	Gefitteter Fe 2p-Peak aus dem XPS-Spektrum der Probe mit 400 s Aufdampfzeit bei $5 \cdot 10^{-4}$ mbar Sauerstoffpartialdruck.	39
5.11	Anteile von Fe^{2+} , Fe^{3+} und Fe bei konstanter Aufdampfzeit und unterschiedlichem Sauerstoffpartialdruck.	40
5.12	Anteile von Fe^{2+} und Fe^{3+} an der Oberfläche der Schicht bei konstantem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar und unterschiedlicher Aufdampfzeit.	40
5.13	Nicht gefittete Fe 3p-Peaks mit inelastischem Untergrund und markiertem Magnesium 2p-Peak.	41
5.14	Magnesiumanteil des Fe 3p-Peaks bei konstanter Aufdampfzeit von 200 s und steigendem Sauerstoffpartialdruck.	42
5.15	Anteile von Magnesium am Fe 3p-Peak bei Proben unterschiedlicher Aufdampfzeit und einem konstanten Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar.	42
5.16	LEED-Bild der Schicht, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-7}$ mbar für 200 s aufgedampft wurde, aufgenommen mit einer Elektronenenergie von 140 eV.	43
5.17	LEED-Bild der Schicht, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-6}$ mbar für 200 s aufgedampft wurde, aufgenommen mit einer Elektronenenergie von 140 eV.	43
5.18	LEED-Bild der Schicht, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar für 200 s aufgedampft wurde, aufgenommen mit einer Elektronenenergie von 140 eV.	44
5.19	LEED-Bild der Schicht, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar für 200 s aufgedampft wurde, aufgenommen mit einer Elektronenenergie von 140 eV.	44
5.20	LEED-Bild der Schicht, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $1 \cdot 10^{-6}$ mbar für 90 s aufgedampft wurde, aufgenommen mit einer Elektronenenergie von 140 eV.	44
5.21	LEED-Bilder der Schichten, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar für 100 s und 400 s aufgedampft wurden, aufgenommen mit einer Elektronenenergie von 140 eV.	45
5.22	LEED-Bild der Schicht, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar für 400 s aufgedampft wurde, aufgenommen mit einer Elektronenenergie von 140 eV.	45
5.23	KERR-Winkel aufgetragen über dem äußeren Magnetfeld für die Probe, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-7}$ mbar für 200 s bedampft wurde.	46
5.24	Koerzitivfeldstärke aufgetragen als Polarplot über dem Drehwinkel α der Proben, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-7}$ mbar, $5 \cdot 10^{-6}$ mbar und $5 \cdot 10^{-5}$ mbar bei 200 s Aufdampfzeit hergestellt wurden.	47

5.25 KERR-Winkel aufgetragen über dem äußeren Magnetfeld für die Probe, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar für 200 s bedampft wurde.	47
5.26 Koerzitivfeldstärke aufgetragen als Polarplot über dem Drehwinkel α der Probe, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $1 \cdot 10^{-6}$ mbar für 90 s bedampft wurde.	48
5.27 Koerzitivfeldstärke aufgetragen als Polarplot über dem Drehwinkel α der Proben, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar für 100 s und 400 s bedampft wurden.	48
5.28 KERR-Winkel aufgetragen über dem äußeren Magnetfeld für die Probe, die in einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar für 400 s bedampft wurde.	49