

# Röntgen- und Vektor-MOKE-Untersuchung ferromagnetischer Fe-Schichten

Diplomarbeit

# Autor: Henrik Wilkens

Betreuer: Prof. Dr. Joachim Wollschläger Zweitprüfer: Prof. Dr. Mirco Imlau Abgabe am 28. September 2010

Hiermit versichere ich, diese Diplomarbeit selbständig und nur unter Verwendung der angegebenen Hilfsmittel angefertigt zu haben.

Osnabrück, den 28. September 2010

(Henrik Wilkens)

# Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung									
2.	Theoretische Grundlagen         2.1. Röntgenreflektometrie (XRR)         2.2. Röntgenbeugung (XRD)         2.3. Magnetooptischer KERR-Effekt (MOKE)         2.3.1. Die MOKE-Arten         2.3.2. KERR-Winkel und KERR-Elliptizität         2.3.3. Trennung von LinMOKE und QMOKE         2.3.4. Vektor-MOKE         2.4.1. Ferromagnetismus         2.4.2. Die Magnetisierungskurve         2.4.3. Magnetische Anisotropie         2.5.1. Magnesiumoxid         2.5.2. Eisen									
3.	Experimentelle Grundlagen       2         3.1. Probenpräparation       2         3.2. Aufbau des Messplatzes W1 am DESY       3         3.3. Aufbau MOKE       3         3.3.1. Einbau des Präzisions-Winkelmessers       3         3.3.2. Optimierung Signal-Rausch-Verhältins       3         3.3.3. Messablauf       4	29 29 32 34 36 37 40								
4.	Ergebnisse       4         4.1. XRR-Messungen       4         4.2. XRD-Messungen       4         4.3. MOKE-Messungen       5         4.3.1. Magnetisierungsvektor       5         4.3.2. Koerzitivfeld       5         4.3.3. Remanenz       5         4.3.4. Anisotropie       5	1 1 17 52 52 56 58								
5.	Diskussion 6	55								
6.	Zusammenfassung und Ausblick 6	59								
A.	Anhang       7         A.1. Herleitung N-Spalt-Funktion       7         A.1.1. Streuung am Elektron       7         A.1.2. Streuung am Atom       7	'1 '1 '1								

	A.1.3.	Streuung an	der Einheits	zelle	 			 					72
	A.1.4.	Beugung am	Einkristall		 			 					72
A.2.	Signale	ermittlung .			 	•••	•••	 		•	•		73

# 1. Einleitung

In den letzten Jahrzehnten hat sich die Spintronik zu einem Forschungsschwerpunkt entwickelt [1]. Ziel dieser Forschung ist die aktive Manipulation der Spinfreiheitsgrade der Elektronen in einem Festkörper. Ein Beispiel für schon heutzutage eingesetzte Spintronik-Bauteile sind "Spinvalve"-Dünnschicht-Leseköpfe, welche auf dem von FERT und GRÜNBERG entdeckten Prinzip des Riesenmagnetowiderstands (GMR) beruhen [2, 3]. Ein potentieller Vorteil von auf Spintronik basierenden elektrischen Bauteilen ist eine deutliche Steigerung der Lese- und Schreibgeschwindigkeit, da diese über den Spin des Elektrons geschaltet werden können.

Magnetitschichten werden dabei als Kandidat für Spintronikanwendungen gehandelt, da Magnetit eine volle Spinpolarisation am Fermilevel aufweist [4]. Als Substrat für diese Schichten bietet sich aufgrund der geringen Gitterfehlanpassung Magnesiumoxid an. Ein auftretendes Problem ist dabei die Diffusion von Magnesium in die Magnetitschicht während des Aufdampfprozesses, wodurch die vollständige Spinpolarisation zerstört wird. Um dies zu verhindern werden Eisenpufferschichten eingesetzt, so dass die vollständige Spinpolarisation erhalten bleibt [5]. Um gute epitaktische Eisenschichten herstellen zu können, müssen die Einflüsse der Herstellungsparameter untersucht werden.

In der Vergangenheit wurde gezeigt, dass unterschiedliche Präparationsbedingungen die magnetischen Eigenschaften von epitaktischen Eisenfilmen auf Magnesiumoxid stark beeinflussen können [6]. Diese Arbeit beschäftigt sich daher mit der zum Teil noch ungeklärten Frage, in wie weit die strukturellen und magnetischen Eigenschaften der Eisenschichten von Schichtdicke und Aufdampfrate beeinflusst werden.

In Kap. 2 werden die theoretischen Grundlagen der verwendeten Untersuchungsmethoden, des Magnetismus und das verwendete Materialsystem vorgestellt. In den darauf folgenden Kapiteln werden die unterschiedlichen Präparationsbedingungen, die verwendeten Messaufbauten, experimentelle Verbesserungen und entsprechende Messergebnisse präsentiert. In Kap. 5 werden die gewonnenen Erkenntnisse diskutiert und gezeigt, dass sich für unterschiedliche Präparationsbedingungen sowohl die strukturellen als auch die magnetischen Eigenschaften ändern.

# 2. Theoretische Grundlagen

In diesem Kapitel werden die zum Verständnis dieser Arbeit nötigen theoretischen Grundlagen der verwendeten Messmethoden, des Magnetismus und das untersuchte Materialsystem vorgestellt. Als erstes wird eine Einführung der auf Röntgenstrahlung basierenden Untersuchungsmethoden gegeben. In Kap. 2.1 werden kurz die Grundlagen der Röntgenreflektometrie (XRR) erläutert. Mit dieser Messmethode kann man Schichtdicken bis auf einige Ångström genau und die Rauheiten zwischen den einzelnen Schichten bestimmen. In Kap. 2.2 wird die Röntgenbeugung (XRD) vorgestellt, welche es ermöglicht die vertikalen Kristallitgrößen und die vertikalen Gitterkonstanten von kristallinen Schichten zu ermitteln. Ein wesentlicher Unterschied zur Reflektometrie besteht darin, dass bei der Reflektometrie eine ganze Schicht gleicher Elektronendichte und bei der Beugung nur der kristalline Anteil betrachtet wird.

In Kap. 2.3 werden die Grundlagen des magnetooptischen KERR-Effekts (MOKE) beschrieben. Grundlage dieses Effekts ist die Änderung des Polarisationszustandes von linear polarisiertem Licht nach der Reflexion an einer magnetisierten Probe. Mithilfe des MOKE lassen sich qualitative Aussagen über das Verhalten der Magnetisierung der untersuchten Schichten treffen und auftretende magnetische Anisotropien untersuchen. In Kap. 2.4 werden die für diese Arbeit relevanten Aspekte des Magnetismus vorgestellt. Dabei handelt es sich um den Ferromagnetismus, die daraus resultierenden Magnetisierungseigenschaften und die magnetische Anisotropie.

Als letztes wird in Kap. 2.5 das verwendete Materialsystem Eisen (Fe) auf Magnesiumoxid (MgO) mit Silizium-Schutzschicht (Si) vorgestellt.

# 2.1. Röntgenreflektometrie (XRR)



Abbildung 2.1: Reflexion und Transmission an einer Grenzfläche zwischen zwei Medien mit den Brechungsindizes  $n_1$  und  $n_2$ . Unter einem Winkel  $\alpha_{inc}$  treffen Röntgenstrahlen mit dem Wellenvektor  $\vec{k}_{inc}$  auf die Grenzfläche. Ein Teil der Strahlung wird unter dem Winkel  $\alpha_{trans}$  transmittiert, der Rest wird unter dem Winkel  $\alpha_{ref}$ reflektiert. Der Streuvektor  $\vec{q}$  ist definiert als Differenz von  $\vec{k}_{ref}$  und  $\vec{k}_{inc}$ .

Mithilfe der Röntgenreflektometrie lassen sich Schichtdicken und Rauheiten von Mehrschichtsystemen bestimmen. Um die Wechselwirkung der Röntgenstrahlung mit Materie im klassischen Bild zu beschreiben, betrachtet man die einzelnen Atome als elektrische Dipole. Durch die Röntgenstrahlen werden die Elektronen zu harmonischen Schwingungen angeregt. Da die Resonanzfrequenz der Elektronen wesentlich geringer als die Frequenz der Strahlung ist, fällt die Wechselwirkung schwach aus. Es gilt in diesem Fall für den komplexen Brechungsindex eines Materials

$$n = 1 - \delta + i\beta,\tag{2.1}$$

wobei  $\delta$  für Dispersion und  $\beta$  für Absorption steht. Beide Größen sind abhängig von der Elektronendichte  $\sigma$  des Materials. Für Röntgenstrahlung in Materie gilt  $|n_2| \approx 1 - 10^{-6}$ , d.h. der Brechungsindex ist immer kleiner 1, somit wird beim Übergang von Vakuum (optisch dichteres Medium  $n_1 = 1$ ) zu Materie die Strahlung vom Lot weggebrochen (vgl. Abb. 2.1). Bei kleinen Einfallswinkeln  $\alpha_{inc}$  tritt Totalreflexion auf. Erst ab einem kritischen Winkel  $\alpha_c$  dringt Strahlung in das Medium ein. Dieser Winkel  $\alpha_c$  lässt sich aus dem SNELLIUS-Gesetz berechnen. Es gilt

$$\alpha_c \approx \sqrt{2\delta}.\tag{2.2}$$

Die reflektierte Intensität wird in Abhängigkeit des Einfallswinkels gemessen. Alternativ kann auch der reziproke Streuvektor  $\vec{q}$  (vgl. Abb. 2.1) betrachtet werden. Er ist definiert als

$$\vec{q} = \vec{k}_{\rm ref} - \vec{k}_{\rm inc} \tag{2.3}$$

mit

$$q = 2k\sin(\alpha_{\rm inc}) = \frac{4\pi}{\lambda}\sin(\alpha_{\rm inc}), \qquad (2.4)$$

wobei  $k = |\vec{k}_{inc}| = |\vec{k}_{ref}| = 2\pi/\lambda$  der Wellenzahl der einfallenden Welle entspricht. Die Beziehung  $|\vec{k}_{inc}| = |\vec{k}_{ref}|$  ergibt sich aus der Energieerhaltung. Es wird näherungsweise keine Strahlung von Materie absorbiert. Der Streuvektor steht senkrecht zur Oberfläche der Schicht, da die Reflexionsbedingung  $\alpha_{inc} = \alpha_{ref}$  gilt.

In Abb. 2.2 ist eine typische Messung für ein einfaches Schichtsystem simuliert. Bis zum ersten Einbruch der Intensität ( $q_c = 0.04 \text{ Å}^{-1}$ ) findet Totalreflektion statt. Es folgen Oszillationen der Intensität, welche durch kohärente Überlagerung der reflektierten Strahlung an Ober- und Unterseite der Schicht entstehen (vgl. Abb. 2.3). Aus dem Abstand der Oszillationen  $\Delta q$  lässt sich die Dicke D der Schicht über

$$D = \frac{2\pi}{\Delta q} \tag{2.5}$$

bestimmen. Bei Mehrschichtsystemen nimmt aufgrund der erhöhten Anzahl an Grenzschichten die Komplexität der gemessenen Reflektivitätskurve zu. Die Schichtdicke lässt sich nicht mehr einfach über Gl. 2.5 bestimmen.

Mithilfe der in der AG Wollschläger entwickelten Software iXRR lässt sich die Reflektivität beliebiger Schichtsysteme simulieren und an Messdaten anfitten [7]. Der dem



Abbildung 2.2: Simulation eines Fe/MgO-Systems. Bis zu einem Streuvektor von ca.  $q_c = 0.04$  Å<sup>-1</sup> findet Totalreflexion statt, die Strahlung wird vollständig reflektiert. Danach folgt ein Einbruch in der Intensität, da teilweise Strahlung transmittiert wird. Die Oszillationen kommen durch Interferenz der an den Grenzflächen reflektierten Strahlung zustande. Aus dem Abstand zweier Oszillationen  $\Delta q$  lässt sich die Schichtdicke D bestimmen. Es gilt  $D = 2\pi/\Delta q$ .

Programm zu Grunde liegende PARRATT-Algorithmus [8] ermöglicht es die Reflektivität einzelner Schichten sukzessiv zu bestimmt, es gilt

$$R_{j-1,j} = \frac{r_{j-1,j} + R_{j,j+1} \exp(id_j q_j)}{1 + r_{j-1,j} R_{j,j+1} \exp(id_j q_j)},$$
(2.6)

wobei  $d_j$  der Dicke der j-ten Schicht,  $q_j$  dem Streuvektor,  $r_{j-1,j}$  dem FRESNEL-Reflexionskoeffizienten der Grenzfläche zwischen (j-1)-ter und j-ter Schicht entspricht. Man beginnt beim Substrat und bestimmt durch schrittweises Einsetzen die Reflektivitäten der einzelnen Schichten bis die oberste Schicht erreicht ist. Die Reflektivität der Oberfläche ergibt sich dann durch  $R_{0,1} = I_r/I_0$ .

Man erhält so Informationen über die einzelnen Schichtdicken. Um die Rauheit mit



Abbildung 2.3: Schematische Darstellung eines einfachen Schichtsystems. In 1) ist der Einfallswinkel kleiner als  $a_c$ , die Strahlung kann nicht in die Schicht eindringen. Es findet Totalreflexion statt. In 2) ist der Winkel größer  $a_c$ , die Strahlung dringt in die Schicht ein und wird von der Grenzfläche zum Substrat reflektiert, es findet eine Überlagerung der reflektierten Strahlen statt.

einzubeziehen, muss der konstante Brechungsindex n durch eine Verteilung ersetzt werden. Diese Verteilung lässt sich durch verschiedene Modelle (DEBYE-WALLER, NEVOT-CROCET, tanh-Profil) simulieren. Eine genaue Beschreibung lässt sich in [7] finden.

# 2.2. Röntgenbeugung (XRD)



Abbildung 2.4: BRAGG'sche Reflexionsbedingung an einer Netzebenenschar.  $\theta$  ist der Einfalls- bzw. Ausfallswinkel der Röntgenstrahlung, d der Netzebenenabstand. Wenn  $\theta$  passend zu d gewählt wird, ist die Bedingung für konstruktive Interferenz erfühlt. Bei einem Gangunterschied von  $n\lambda$  der an den Netzebenen reflektierten Strahlen tritt konstruktive Interferenz auf.

Die Röntgenbeugung ist eine Untersuchungsmethode, welche es ermöglicht die genaue Struktur von Kristallen zu bestimmen. Trifft Röntgenstrahlung auf Materie, wirken die lokalisierten Elektronen der Atome als Streuzentren. Die Elektronen werden zu harmonischen Schwingungen angeregt und reflektieren so die einfallende Strahlung. Man bezeichnet diesen Vorgang auch als kohärente Streuung.

Durch Energieverlust (COMPTON-Streuung, usw.) entsteht noch ein kleiner Strahlungsanteil anderer Wellenlängen, welcher jedoch bei Beugungsmethoden vernachlässigt werden kann.

In Kristallen sind die Atome in periodischen Strukturen angeordnet. Die Abstände zwischen den Atomen entsprechen in etwa der Wellenlänge der einfallenden Strahlung, so dass Interferenz möglich ist. Es gilt die BRAGG'sche Gleichung

$$2\,d\,\sin(\theta_{\rm B}) = n\,\lambda,\tag{2.7}$$

wobei d dem Netzebenenabstand entspicht. Es gilt das aus der Optik bekannte Reflexionsgesetz. Der Winkel  $\theta$  entspricht Einfalls- und Ausfallswinkel. Wird  $\theta$  passend zu dgewählt, ergibt sich für die an der betrachteten Netzebenenschar reflektierte Strahlung ein Gangunterschied von  $n\lambda$  mit  $n=1,2,3,\cdots$ . Es kommt zur konstruktiven Interferenz (vgl. Abb. 2.4). Dieser Winkel wird auch als BRAGG-Winkel  $\theta_B$  bezeichnet.

Betrachtet man einen unendlich ausgedehnten Kristall, interferieren unter anderen Einfallswinkeln  $\theta$  die von den Netzebenen reflektierten Teilstrahlen destruktiv und löschen sich aus.

Es existieren nur unter bestimmten Winkeln scharfe Beugungsmaxima. Eine alternative

Formulierung der Beugungsbedingung sind die LAUE-Gleichungen

$$\vec{q} \cdot \vec{a} = 2\pi h \tag{2.8}$$

$$\vec{q} \cdot b = 2\pi k \tag{2.9}$$

$$\vec{q} \cdot \vec{c} = 2\pi l, \tag{2.10}$$

welche die BRAGG-Bedingung auf drei Dimensionen erweitern. Der Vektor  $\vec{q}$  entspricht dem in Gl. 2.3 definierten reziproken Streuvektor, wobei der Einfallswinkel der Strahlung bei Röntgenbeugung relativ zu den Netzebenen betrachtet wird. Der Streuvektor steht bei der Röntgenbeugung senkrecht zu den Netzebenen und nicht wie bei der Reflektometrie senkrecht auf der Oberfläche. Die Vektoren  $\vec{a}, \vec{b}$  und  $\vec{c}$  entsprechen den Translationsvektoren des Kristallgitters. Die reziproken Koordinaten h,k,l beziehen sich auf das reziproke Kristallgitter, welches zur Identifikation der einzelnen Reflexe verwendet werden kann.

Mithilfe einer monochromatischen Röntgenquelle lassen sich die Gitterkonstanten über die BRAGG- oder LAUE-Bedingung bestimmen. Normiert man die gemessenen spekularen Diffraktogramme auf den reziproken Lagenabstand des Substrats  $c_{sub}$ , lässt sich über

$$c_{\rm schicht} = \frac{c_{\rm sub}l_{\rm sub}}{l_{\rm schicht}} \tag{2.11}$$

der Lagenabstand  $c_{\text{schicht}}$  und damit die vertikale Gitterkonstante bestimmen.

Um Aussagen über die vertikale Kristallitgröße machen zu können, muss die Intensitätsverteilung der gebeugten Strahlung betrachtet werden. Vereinfacht lässt sich die Intensität durch die aus der Optik bekannte N-Spalt-Funktion beschreiben (vgl. Abb. 2.5). Die periodisch angeordneten Netzebenen verhalten sich analog zu einem Strichgitter in der Optik. Je mehr Striche das Gitter hat, um so schärfer sind die Reflexe. Für die gebeugte Intensität gilt

$$|S_{0,N}(\vec{q})|^2 = \frac{\sin^2(N\vec{q}\cdot\vec{a}/2)}{\sin^2(\vec{q}\cdot\vec{a}/2)}.$$
(2.12)

Charakteristisch für diese Funktion sind die Hauptmaxima bei Vielfachen von  $2\pi/a$  mit Funktionswerten von  $N^2$ . Des Weiteren treten noch Nebenmaxima auf, welche auch LAUE-Oszillationen genannt werden. Ihre Intensität ist N - 2 kleiner als die Hauptmaxima und haben den Abstand  $2\pi/Na$ . Die Ausprägung der LAUE-Oszillationen ist abhängig von der Rauheit der Schicht. Je höher die Rauheit, um so stärker werden die Oszillationen gedämpft. Eine genaue Herleitung der N-Spalt-Funktion befindet sich in Anhang A.1. Für die komplette Breite  $\Delta q_0$  des Hauptmaximums von Minimum zu Minimum ergibt sich (vgl. Abb. 2.5)

$$\Delta q_0 = 2\frac{2\pi}{Na}.\tag{2.13}$$



Abbildung 2.5: Darstellung der N-Spalt Funktion für N=8. Neben dem Hauptmaximum existieren noch Nebenmaxima, welche auch als LAUE-Oszilationen bezeichnet werden.  $\Delta q_0$  gibt die gesammte Breite des Hauptmaximums und  $\Delta q$  die Halbwertsbreite an.

Unter der Annahme, dass die Halbwertsbreite der Hälfte der vollständigen Reflexbreite entspricht ( $\Delta q \approx 0.5 \Delta q_0$ ), lässt sich die vertikale Kristallitgröße der untersuchten Schicht abschätzen. Es gilt

$$\Delta q = \frac{2\pi}{Na} \tag{2.14}$$

und somit ergibt sich für die vertikale Kristallitgröße

$$D_{\rm Krist} = Na = \frac{2\pi}{\Delta q}.$$
(2.15)

Im Folgenden wird die Näherung  $\Delta q \approx 0.5 \Delta q_0$  untersucht. Um die Genauigkeit der Näherung zu beurteilen, wird für verschiedene vertikale Kristallitgrößen die genäherte Halbwertsbreite  $\Delta q$  ermittelt. Als zweiten Schritt wird die Intensität (vgl. Gl. A.14) für dieselben Schichten simuliert und numerisch die tatsächliche Halbwertsbreite, im Folgenden mit  $\Delta Q$  bezeichnet, bestimmt. Vergleicht man die Halbwertsbreiten zeigt sich eine Abweichung um einen Faktor  $K_{\rm S}$ (vgl. Abb. 2.6), es gilt

$$\Delta Q = K_{\rm S} \Delta q. \tag{2.16}$$

Der Faktor lässt sich numerisch zu  $K_S = 0.89$  bestimmen, was genau dem aus der Literatur bekannten SCHERRER-Faktor entspricht [9]. Um die korrekte vertikale Kristallitgröße zu bestimmen muss Gl. 2.15 zu

$$D_{\rm Krist} = K_S \frac{2\pi}{\Delta q} \tag{2.17}$$

erweitert werden.



Abbildung 2.6: Vergleich der genäherten Halbwertsbreite  $\Delta q$  mit der realen Halbwertesbreite  $\Delta Q$ . In der logarithmischer Darstellung wird deutlich, dass  $\Delta q$  von  $\Delta Q$ um einen konstanten Faktor abweicht. Der Faktor entspricht dem SCHERRER-Faktor  $K_S = 0.89$ .

2.3. Magnetooptischer KERR-Effekt (MOKE)



Abbildung 2.7: Einfache schematische Darstellung des MOKE. Linear polarisiertes Licht wird nach der Reflexion an einer magnetisierten Probe zu gedreht elliptisch polarisiertem Licht.

Der magnetooptische KERR-Effekt (MOKE) wurde 1876 von John KERR entdeckt [10]. Wenn linear polarisiertes Licht von einer magnetisierten Probe reflektiert wird, ändert sich der Polarisationszustand und die Intensität des reflektierten Lichts (vgl. Abb. 2.7). Die Änderung ist dabei in erster Näherung proportional zur Magnetisierung der Probe. In Kap. 2.3.1 werden die verschiedenen MOKE-Arten vorgestellt. Es treten unterschiedliche Effekte auf, je nachdem wie die Komponenten der Magnetisierung relativ zur Einfallsebene des Lichts und der Probenoberfläche stehen.

Danach werden in Kap. 2.3.2 die Messgrößen KERR-Winkel und KERR-Elliptizität vorgestellt und mit der Magnetisierung verknüpft.

In Kap. 2.3.3 wird der Einfluss des quadratischen MOKE behandelt. Es wird ein Verfahren zur Separation des quadratischen Anteils vorgestellt.

Abschließend wird in Kap. 2.3.4 gezeigt, wie sich die einzelnen Komponenten des Magnetisierungsvektors bestimmen lassen.

### 2.3.1. Die MOKE-Arten



Abbildung 2.8: Schematische Darstellung der MOKE-Arten. Je nachdem wie die Magnetisierung relativ zur Einfallsebene des Lichts und der Probenoberfläche steht, tritt PMOKE, LMOKE oder TMOKE auf.

Es gibt grundsätzlich drei verschiedene MOKE-Arten abhängig von der Lage der Magnetisierung relativ zur Probenoberfläche und der Einfallsebene des Lichts (vgl. Abb. 2.8):

# • Polarer MOKE (PMOKE)

Beim polaren MOKE steht die Magnetisierung senkrecht zur Probenoberfläche (out-of-plane) und parallel zur Einfallsebene des Lichts. Er verursacht eine Drehung der Polarisationsrichtung und das eingestrahlte linear polarisierte Licht wird nach der Reflexion elliptisch. Der Einfallswinkel des Lichts beeinflusst die Stärke des PMOKE. Je kleiner der Einfallswinkel zum Lot, umso stärker wird der PMOKE.

## • Longitudinaler MOKE (LMOKE)

Mithilfe des longitudinalen MOKE wird die Magnetisierung parallel zur Oberfläche (in-plane) und parallel zur Einfallsebene des Lichts untersucht. Der LMOKE verursacht genauso wie der PMOKE eine Drehung der Polarisation und eine Änderung der Elliptizität. Er ist ebenfalls von Einfallswinkel abhängig. Anders als beim PMOKE nimmt die Stärke des LMOKE aber bei kleineren Einfallswinkeln zum Lot hin ab.

## • Transversaler MOKE (TMOKE)

Der transversale MOKE tritt auf, wenn die Magnetisierung parallel zur Oberfläche (in-plane) und senkrecht zur Einfallsebene des Lichts steht. Beim TMOKE wird die Polarisation des Lichts nicht geändert. Es verändert sich die Intensität des reflektierten Lichts.

Der Magnetisierungsvektor kann beim Ummagnetisierungsprozess in anderen Raumrichtungen als der hier beschriebenen liegen. Es treten dann Mischungen der Effekte auf. Vor allem muss beachtet werden, dass PMOKE und LMOKE die Polarisation auf die gleiche Weise beeinflussen und so eine mögliche Kombination der beiden Effekte gemessen wird. Durch geschicktes Verrechnen lassen sich die Effekte im Nachhinein voneinander trennen (s. Kap. 2.3.4). Mit dem in dieser Arbeit verwendeten Aufbau lässt sich der TMOKE nicht detektieren. Im Folgenden wird dieser deshalb nicht weiter diskutiert. Die senkrecht zur Einfallsebene liegende Komponente der Magnetisierung kann trotzdem durch einen Umbau der Versuchsanordnung bestimmt werden (s. Kap. 3.3).

2.3.2. KERR-Winkel und KERR-Elliptizität



Abbildung 2.9: Die lineare Eingangspolarisation (blau) wird nach der Reflexion gedreht und elliptisch (rot).  $\Theta_{\rm K}$  entspricht dem Differenzwinkel der Polarisationsachsen. Der Elliptizitätswinkel  $\epsilon_{\rm K}$  lässt sich über die Achsen der Ellipse bestimmen und ist ein Maß für die Elliptizität.

Die messbaren Größen im verwendeten Versuchsaufbau sind der KERR-Winkel  $\Theta_{\rm K}$  und die KERR-Elliptizität e<sub>K</sub> (vgl. Abb. 2.9). Der KERR-Winkel gibt an, wie stark sich die

Hauptachse der Polarisation aufgrund der Magnetisierung gedreht hat. Er ist definiert als

$$\Theta_{\rm K} = \Theta_{\rm inc} - \Theta_{\rm ref},\tag{2.18}$$

wobei  $\Theta_{inc}$  und  $\Theta_{ref}$  den Polarisationswinkeln des einfallenden und reflektierten Lichts entsprechen. Die KERR-Elliptizität  $e_K$  gibt an, wie stark elliptisch die Polarisation des reflektierten Lichts ist, und wird durch

$$e_{\rm K} = \tan(\epsilon_{\rm K}) = \frac{E_{\rm ref,min}}{E_{\rm ref,max}}$$
(2.19)

definiert. Dabei entspricht  $\epsilon_{\rm K}$  dem Elliptizitätswinkel, welcher durch das Verhältnis der beiden Achsen der Ellipse ( $E_{\rm ref,min}$ ,  $E_{\rm ref,max}$ ) bestimmt werden kann. Für kleine Winkel gilt näherungsweise  $e_{\rm K} \approx \epsilon_{\rm K}$ . Der komplexe KERR-Winkel fasst KERR-Winkel  $\Theta_{\rm K}$  und die KERR-Elliptizität  $e_{\rm K}$  zusammen. Nach [11] gilt

$$\Phi_{\rm K} = \Theta_{\rm K} + ie_{\rm K}.\tag{2.20}$$

Die wichtigste Eigenschaft des komplexen KERR-Winkels ist die Proportionalität zur Magnetisierung der untersuchten Probe. Der in dieser Arbeit verwendete Versuchsaufbau lässt sich über den JONES-Formalismus beschreiben [12]. Der Einfluss der Probe wird dabei durch die Reflexionsmatrix

$$\hat{R} = \begin{pmatrix} r_{\rm ss} & r_{\rm sp} \\ r_{\rm ps} & r_{\rm pp} \end{pmatrix}$$
(2.21)

beschrieben (vgl. Anhang A.2.). Die Einträge der Matrix entsprechen den komplexen Reflexionskoeffizienten für senkrecht (s) und parallel (p) polarisiertes Licht. Der komplexe KERR-Winkel kann bei kleiner Drehung für linear s- und p-polarisiertes Licht durch

$$\Phi_{\rm K}^{\rm s} = -\frac{r_{\rm ps}}{r_{\rm ss}} \tag{2.22}$$

und

$$\Phi_{\rm K}^{\rm p} = \frac{r_{\rm sp}}{r_{\rm pp}} \tag{2.23}$$

bestimmt werden [11]. Die Reflexionskoeffizienten sind vom materialspezifischen Dielektrizitätstensor  $\hat{\epsilon}$  abhängig. Dieser beschreibt die Wechselwirkung von Materie mit elektromagnetischen Wellen. Die Symmetrie des Tensors hängt dabei von der Symmetrie des betrachteten physikalischen Kristallsystems ab. Klassische Rechnungen wie z.B. in [13] zeigen, dass nur Nichtdiagonalelemete proportional zum magnetischen Fluss  $\vec{B}$  sind. Die Magnetisierung  $\vec{M}$  ist über die Suszeptibilität  $\chi$  mit dem äußeren Feld  $\vec{H}$  verknüpft. Es gilt

$$\vec{M} = \chi \vec{H} \tag{2.24}$$

und für die magnetische Flussdichte

$$\vec{B} = \mu(\vec{H} + \vec{M}).$$
 (2.25)

Bei ferromagnetischen Materialien ist  $\chi \gg 1$ , somit kann der Einfluss des äußeren Magnetfeldes  $\vec{H}$  gegenüber dem Einfluss der Magnetsierung  $\vec{M}$  auf die magnetische Flussdichte  $\vec{B}$  vernachlässigt werden. In guter Näherung ist also  $\vec{B} \propto \vec{M}$ , es ergibt sich also für den komplexen KERR-Winkel

$$\Phi_{\rm K}^{\rm s/p} = -\frac{r_{\rm ps}}{r_{\rm ss}} / \frac{r_{\rm sp}}{r_{\rm pp}} \propto \epsilon_{\rm ij} \propto B \propto M, \tag{2.26}$$

wobe<br/>i $i \neq j$ . Quantenmechanische Rechnungen konnten den Zusammenhang<br/>  $\varPhi_{\rm K}^{\rm s/p} \propto M$  bestätigen [14]. Man muss beachten, dass der gemessen<br/>e KERR-Winkel $\varPhi_{\rm K}$ nur proportional zu M <br/>ist und somit keine Aussage über absolute Werte von M getroffen werden kann.

#### 2.3.3. Trennung von LinMOKE und QMOKE

Bisher wurde nur von einem linearen Zusammenhang zwischen MOKE und Magnetisierung ausgegangen. Theoretische Berechnungen aus dem Jahre 1965 haben vorausgesagt, dass zusätzlich noch Terme zweiter Ordnung der Magnetisierung den MOKE beeinflussen können [15]. Dieser quadratische MOKE (QMOKE) wurde 1990 erstmals experimentell für Ni/Fe-Doppelschichten beobachtet [16]. Auch für das in dieser Arbeit untersuchte Materialsystem Fe/MgO wurden quadratische Effekte nachgewiesen [17]. Es wird nun gezeigt, wie beim MOKE der lineare (LinMOKE) vom quadratischen Anteil (QMOKE) separiert werden kann.

Falls für die Schichtdicke D gilt

$$D \ll \frac{\lambda}{4\pi n},\tag{2.27}$$

wobei  $\lambda$  der verwendeten Wellenlänge und n dem Brechungsindex des verwendeten Materials entspricht, ergibt sich nach [18] für den komplexen KERR-Winkel für einfallendes s-polarisiertes Licht

$$\Phi_{\rm K}^{\rm s} = -\frac{r_{\rm ps}}{r_{\rm ss}} = A_{\rm s} \left( \epsilon_{yx} - \frac{\epsilon_{xz} \epsilon_{yz}}{\epsilon_{xx}^{(0)}} \right) + B_{\rm s} \epsilon_{yz} \tag{2.28}$$

und für p-polarisiertes Licht

$$\Phi_{\rm K}^{\rm p} = \frac{r_{\rm sp}}{r_{\rm pp}} = -A_{\rm p} \left( \epsilon_{xy} - \frac{\epsilon_{zy} \epsilon_{zx}}{\epsilon_{xx}^{(0)}} \right) + B_{\rm p} \epsilon_{zy}.$$
(2.29)

Es wird das in Abb. 2.7 dargestellte Koordinatensystem verwendet. Die Vorfaktoren  $A_{\rm s/p}$  und  $B_{\rm s/p}$  berücksichtigen dabei die Abhängigkeit vom Einfallswinkel. Die verschiedenen  $\epsilon_{\rm ij}$  entsprechen den Einträgen des Dielektrizitätstensors bis zur zweiten Ordnung. Der

Term  $\epsilon_{xx}^{(0)}$  steht dabei für das konstante Diagonalelement des Tensors nullter Ordnung. Der Tensor zweiter Ordnung für ein kubisches System ist nach [19]

$$\hat{\epsilon} = \begin{pmatrix} \epsilon_{xx}^{(0)} + G_{11}M_x^2 + G_{12}M_y^2 + G_{12}M_z^2 & KM_z + 2G_{44}M_xM_y & -KM_y + 2G_{44}M_zM_x \\ -KM_z + 2G_{44}MxMy & \epsilon_{xx}^{(0)} + G_{12}M_x^2 + G_{11}M_y^2 + G_{12}M_z^2 & KM_x + 2G_{44}M_yM_z \\ KM_y + 2G_{44}MzMx & -KM_x + 2G_{44}M_yM_z & \epsilon_{xx}^{(0)} + G_{12}M_x^2 + G_{12}M_y^2 + G_{11}M_z^2 \end{pmatrix}.$$
 (2.30)

Die Größe K entspricht der Proportionalitätskonstanten zwischen den Elementen des Dielektrizitätstensors erster Ordnung und den Komponenten des Magnetisierungsvektors. Analog gilt dies für  $G_{11}, G_{12}$  und  $G_{44}$  und die Elemente des Tensors zweiter Ordnung. Eine genaue Beschreibung lässt sich in [19] finden. Geht man davon aus, dass die Magnetisierung nur in der Probenebene liegt (in-plane), gilt  $M_z = 0$ . Bezieht man jetzt noch eine Probendrehung um die z-Achse mit ein, ergibt sich nach [18]

$$\Phi_{\rm K}^{\rm s/p} = \pm B_{\rm s/p} K M_x$$

$$\pm A_{\rm s/p} \left( 2G_{44} + \frac{\Delta G}{2} (1 - \cos(4\alpha)) + \frac{K^2}{\epsilon_{xx}^{(0)}} \right) M_x M_y$$

$$\mp A_{\rm s/p} \frac{\Delta G}{4} \sin(4\alpha) (M_x^2 - M_y^2),$$
(2.31)

wobei  $\Delta G = G_{11} - G_{12} - 2G_{44}$  dem magnetooptischen Anisotropieparameter entspricht.



**Abbildung 2.10:** Schematische Darstellung des Magnetisierungsvektors eines kubischen Systems für entgegengesetzte Magnetfelder. Die Magnetisierung dreht sich strukturbedingt bei Umpolen des Feldes um 180°. Es 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  $M_{y,1}^2 = M_{y,2}^2$ .

Der Winkel  $\alpha$  steht für den Winkel zwischen der x-Achse und der [100]-Richtung des kubischen Kristalls. Wie man der Gleichung entnehmen kann, hängt nur der erste Term linear von  $M_x$  ab. Er verursacht den LMOKE (vgl. Abb. 2.7/2.8). Der zweite und dritte Term verursachen die quadratischen Effekte. Die Annahme  $M_z = 0$  ist vor allem bei dickeren Schichten nicht immer zulässig. Es kann noch ein PMOKE Anteil auftreten, worauf in Kap 2.3.4 näher eingegangen wird. Die Trennung von LinMOKE und QMOKE erfolgt durch eine Verrechnung des KERR-Winkels bei umgepoltem Magnetfeld. Für kubische Systeme bei entgegengesetzten Feldern mit gleicher Stärke gilt für die Komponenten der Magnetisierung (s. Abb. 2.10)

$$M_{x,1} = -M_{x,2} (2.32)$$

$$M_{x,1}M_{y,1} = M_{x,2}M_{y,2} (2.33)$$

$$M_{x,1}^2 = M_{x,2}^2 (2.34)$$

$$M_{y,1}^2 = M_{y,2}^2. (2.35)$$

Wie man Gl. 2.32-Gl.2.35 entnehmen kann, wechselt nur der lineare Term das Vorzeichen und ist somit punktsymmetrisch zum Ursprung. Die beiden quadratischen Terme wechseln bei entgegengesetzten Feldern nicht das Vorzeichen, sie sind spiegelsymmetrisch zur y-Achse. Es ergibt sich für den LinMOKE unter Verwendung von Gl. 2.32

$$2\Phi_{\rm K,Lin}^{\rm s/p}(H) = \Phi_{\rm K}^{\rm s/p}(H) - \Phi_{\rm K}^{\rm s/p}(-H)$$

$$= \pm 2B_{\rm s/p}KM_{x}$$
(2.36)

und für den QMOKE unter Verwendung von Gl.2.33-Gl.2.35

$$2\Phi_{\rm K,Q}^{\rm s/p}(H) = \Phi_{\rm K}^{\rm s/p}(H) + \Phi_{\rm K}^{\rm s/p}(-H)$$

$$= \pm 2A_{\rm s/p} \left( 2G_{44} + \frac{\Delta G}{2} (1 - \cos(4\alpha)) + \frac{K^2}{\epsilon_{xx}^{(0)}} \right) M_x M_y$$

$$\mp 2A_{\rm s/p} \frac{\Delta G}{4} \sin(4\alpha) (M_x^2 - M_y^2).$$
(2.37)

Durch die Verrechnung der KERR-Winkel bei umgepoltem Magnetfeld gleicher Stärke lassen sich also LinMOKE vom QMOKE trennen. In Mehrschichtsystemen mit mehr als einer magnetischen Schicht kann der Exchange-Bias-Effekt auftreten, welcher eine Verschiebung der Hysteresen in Feldrichtung verursacht. Falls dieser Effekt auftritt, kann das beschriebene Trennungsverfahren nicht verwendet werden. Es sei noch erwähnt, dass es noch weitere in dieser Arbeit nicht verwendete Trennmethoden gibt [20, 21].

#### 2.3.4. Vektor-MOKE

In Kap. 2.3.3 wurde gezeigt wie man den zu  $M_x$  proportionalen KERR-Winkel bestimmt. Durch Drehen des Magneten und der Probe kann auch die  $M_y$ -Komponente bestimmt werden . Diese verursacht bei in x-Richtung angelegtem Magnetfeld (vgl. Abb. 2.7) den TMOKE, welcher mit dem in dieser Arbeit verwendeten Aufbau nicht detektiert werden kann.

Die  $M_y$ -Komponente kann nach der in [22] beschriebenen Methode detektiert werden. Dabei wird das Magnetfeld und die Probe um 90° gedreht. Der Winkel zwischen  $\vec{H}$  und



Abbildung 2.11: Die  $M_y$ -Komponente der Magnetisierung kann durch Drehen des Magnetfeldes und der Probe bestimmt werden. In 1) ist der Aufbau zur Messung der  $M_x$ -Komponente dargestellt. In 2) der Aufbau zur Ermittlung der  $M_y$ -Komponente. Das Magnetfeld und die Probe sind um 90° gedreht, dadurch liegt  $M_y$  aus 1) nun parallel zur Einfallsebene des Lichts (gepunktete Linie) und verursacht den LMOKE, der detektiert werden kann. In 1) verursacht  $M_y$  den TMOKE und in 2) ist  $M_x$  dafür verantwortlich. Der TMOKE wird jedoch in dieser Messgeometrie nicht detektiert.

 $\dot{M}$  bleibt gleich, somit verändert sich das Verhalten der Magnetisierung nicht. Durch die Drehung liegt die  $M_x$ -Komponente auf der y-Achse und ruft den TMOKE hervor. Die  $M_y$ -Komponente liegt nun auf der x-Achse und ist über den LMOKE messbar (vgl. Abb. 2.11). Sie kann analog zur  $M_x$ -Komponente bestimmt werden und wie in Kap. 2.3.3 beschrieben vom quadratischen Anteil getrennt werden. Da sowohl die  $M_x$ -Komponente als auch die  $M_y$ -Komponente über den LMOKE bestimmt werden, haben beide Komponenten die gleiche Proportionalität zum KERR-Winkel und sind quantitativ vergleichbar. Das Verhalten der Magnetisierung kann mit der Annahme  $M_z = 0$  also vollständig beschrieben werden.

Im Folgenden wird nun der Einfluss der  $M_z$ -Komponente genauer untersucht, falls diese nicht vernachlässigt werden kann. Mit der in [23] vorgestellten Methode lässt sich die  $M_z$ -Komponente durch Verrechnung von s- und p-polarisiertem Licht bestimmen. Es werden dabei jedoch nur kleine Einfallswinkel betrachtet und der QMOKE vernachlässigt. In [20] wurde diese Methode auf größere Einfallswinkel erweitert und der Einfluss auf den QMOKE untersucht. Falls eine  $M_z$ -Komponente vorhanden ist, erweitert sich Gl. 2.36 zu

$$\Phi_{\rm K,lin}^{\rm s/p} = \pm B_{\rm s/p} K M_x - A_{\rm s/p} K M_z.$$
(2.38)

Die  $M_z$ -Komponente lässt sich dann wie folgt bestimmen

$$\Phi_{M_z} = -(\Phi_{\mathrm{K,lin}}^{\mathrm{s}} + k\Phi_{\mathrm{K,lin}}^{\mathrm{p}})$$

$$(2.39)$$

$$= -B_{s}KM_{x} + A_{s}KM_{z} + kB_{p}KM_{x} + kA_{p}KM_{z}$$
  
$$= (kA_{p} + A_{s})KM_{z}, \qquad (2.40)$$

wobei der für die Trennung notwendige Proportionalitätsfaktor kexperimentell aus dem Verhältnis der Sättigungswerte $\varPhi_{\rm K,Sat}^{\rm s/p}$  bestimmt werden kann. Es ergibt sich

$$k = \frac{\Phi_{\rm K,Sat}^{\rm s}}{\Phi_{\rm K,Sat}^{\rm p}} = \frac{B_{\rm s}}{B_{\rm p}}.$$
(2.41)

Die  $M_x$ -Komponente lässt sich nicht vollständig von der  $M_z$ -Komponente separieren. Es gilt

$$\Phi_{M_x} = \Phi_{\mathrm{K,lin}}^{\mathrm{s}} - k \Phi_{\mathrm{K,lin}}^{\mathrm{p}}$$

$$= B_{\mathrm{s}} K M_{\mathrm{s}} - A_{\mathrm{s}} K M_{\mathrm{s}} + k B_{\mathrm{s}} K M_{\mathrm{s}} + k A_{\mathrm{s}} K M_{\mathrm{s}}$$

$$(2.42)$$

$$= 2B_{\rm s}KM_x + (kA_{\rm p} - A_{\rm s})KM_z.$$

$$(2.43)$$

Der Einfluss der  $M_z$ -Komponente ist hier aufgrund der Vorfaktoren wesentlich geringer als in Gl. 2.38 und somit wird die  $M_x$ -Komponente durch diese Gleichung besser beschrieben. Es muss dabei beachtet werden, dass noch ein kleiner Beitrag der  $M_z$ -Komponente vorhanden ist. Für die  $M_y$ -Komponente gelten Gl. 2.40 und Gl. 2.43 analog, wobei der Faktor k aus den  $M_x$ -Messungen übernommen werden muss. Dies ist notwendig, da bei den  $M_y$ -Messungen keine Sättigungswerte bestimmt werden können. Die Separation vom QMOKE kann bei vorhandener  $M_z$ -Komponente, genauso wie in Kap. 2.3.3 beschrieben, durch Trennung von punkt- und achsensymmetrischem Anteil vorgenommen werden. Eine Ausnahme bildet ein Anteil in  $M_z$  mit konstanter Ausrichtung. In [20] wurde diskutiert, dass in diesem Fall die Separation von LinMOKe und QMOKE nicht funktioniert.

Geht man davon aus, dass der Magnetisierungsvektor nur in-plane liegt, lassen sich Betrag und Winkel des Magnetisierungsvektors über Gl. 2.43 bestimmen. Es gilt für den Betrag

$$|\Phi_M| = \sqrt{\Phi_{M_x}^2 + \Phi_{M_y}^2} \tag{2.44}$$

und für den Winkel zwischen Magnetisierung und x-Achse

$$\phi = \tan^{-1} \left( \frac{\Phi_{M_x}}{\Phi_{M_y}} \right). \tag{2.45}$$

Hier wird wieder die Einschränkung gemacht, dass die  $M_z$ -Komponente nicht vorhanden ist. Es muss jedoch im Einzelfall abgewogen werden, ob diese Annahme zulässig ist. Es sei weiter angemerkt, dass der so bestimmte Betrag nicht in den üblichen Einheiten der Magnetisierung angegeben werden kann, sondern in Einheiten des KERR-Winkels bestimmt wird.

# 2.4. Magnetismus

In Kap. 2.4.1 werden kurz die Grundlagen des Ferromagnetismus erläutert. Ferromagnetische Materialien zeigen während des Ummagnetisierungsprozess ein Hysterese-Verhalten, worauf in Kap. 2.4.2 eingegangen wird. Als Letztes wird in Kap. 2.4.3 die magnetische Anisotropie näher betrachtet.

#### 2.4.1. Ferromagnetismus



Abbildung 2.12: Schematische Darstellung benachbarter magnetischer Dipolmomente eines ferromagnetischen Materials. Die Momente sind parallel ausgerichtet.

Ferromagnetische Stoffe zeichnen sich dadurch aus, dass auch ohne äußeres Magnetfeld eine Magnetisierung des Materials vorliegen kann. Man bezeichnet diese auch als spontane Magnetisierung. Im Material existieren eine oder mehrere magnetische Dömanen, d.h. Bereiche, in denen sich die magnetischen Dipolmomente einzelner Elektronen parallel ausrichten. Diese unkompensierten, parallel ausgerichteten magnetischen Momente (vgl. Abb. 2.12) führen zu einer Gesamtmagnetisierung größer Null. Des Weiteren besitzen ferromagnetische Materialien eine sehr hohe magnetische Permeabilität  $\mu$  und damit eine hohe Suszeptibilität  $\chi$  mit Werten deutlich höher als Eins.

In dieser Arbeit wird das ferromagnetische Material Eisen mit der Elektronenkonfiguration [Ar]3d<sup>6</sup>4s<sup>2</sup> untersucht. Die Elektronen befinden sich in der Argon-Konfiguration und besetzen zudem die 4s-Schale vollständig. Allein die 3d-Schale ist mehr als halb aber nicht vollständig gefüllt.

Betrachtet man nun einen Festkörper, überlappen die Energieniveaus einzelner Atome und es entstehen Energiebänder. Beim Eisen sind das 3d- und 4s-Band für die elektrische Leitfähigkeit und das Auftreten des Ferromagnetismus verantwortlich [24]. Die Elektronen in diesen Bändern sind delokalisiert, somit spielt das Bahnmoment nur eine untergeordnete Rolle. Das magnetische Moment wird vom Spin der Elektronen hervorgerufen.

Eine parallele Ausrichtung der Spins ist energetisch günstiger, was sich durch die Symmetrieeigenschaften der Wellenfunktion des Elektrons begründen lässt [24]. Durch die parallele Ausrichtung sind die Spins weiter voneinander entfernt und aufgrund der COU-LOMB-Wechselwirkung nimmt die potentielle Energie des Systems ab. Um diese Ausrichtung realisieren zu können, müssen die Elektronen nach dem PAULI-Prinzip mehr Zustände besetzen, was zu einer Erhöhung der kinetischen Energie führt. Bei einer antiparallelen Ausrichtung liegt der umgekehrte Fall vor, die Spins liegen näher beieinander, somit steigt die potentielle Energie. Die kinetische Energie nimmt ab, da weniger Zustände besetzt werden müssen. Kinetische und potentielle Energie stehen also in Konkurrenz zueinander. Falls bei minimaler Gesamtenergie nicht alle Spins durch antiparallele Ausrichtung kompensiert werden, existieren  $\uparrow$ -Zustände und  $\downarrow$ -Zustände. In diesen Zuständen ist das Elektron Spin-up oder -down ausgerichtet. Betrachtet man die Zustandsdichte von Eisen liegen die  $\uparrow$ -Zustände energetisch tiefer als die  $\downarrow$ -Zustände (vgl. Abb. 2.13). Die Fermi-Energie liegt zwischen diesen Zuständen, wodurch die  $\uparrow$ -Zustände mehr besetzt werden. Es liegt somit Ferromagnetismus vor.



Abbildung 2.13: Zustandsdichte  $N_E$  der Elektronen von Eisen aus Dichtefunktionalrechnungen. Bis zur Fermi-Energie  $E_F$  sind mehr  $\uparrow$ -Zustände als  $\downarrow$ -Zustände besetzt, es tritt Ferromagnetismus auf. Grafik entnommen aus [25].

Oberhalb einer kritischen Temperatur  $T_C$ , auch CURIE-Temperatur genannt, wird ein ferromagnetisches Material aufgrund der thermischen Fluktuation paramagnetisch.

### 2.4.2. Die Magnetisierungskurve

Um das Verhalten eines magnetischen Materials zu untersuchen, nimmt man Magnetisierungskurven auf. Man trägt die Magnetisierung M oder den dazu proportionalen KERR-Winkel  $\Theta_{\rm K}$  gegen das Magnetfeld H auf. Ferromagnetische Materialien zeigen ein Hystereseverhalten(vgl. Abb.2.14), d.h. bei einer Änderung des äußeren Magnetfeldes hängt das Verhalten der Magnetisierung von der Vorgeschichte ab.

Wenn eine entmagnetisierte Probe erstmalig in Kontakt mit einem Magnetfeld gebracht wird, hat die Magnetisierungskurve einen Verlauf, der im Ursprung beginnt und in der Sättigung  $\Theta_{K,Sat}$  endet. In Sättigung sind alle magnetischen Dipolmomente der Probe entlang des äußeren Magnetfeldes ausgerichtet, die maximal mögliche Magnetisierung ist erreicht. Wird das Magnetfeld danach wieder auf Null heruntergefahren, bleibt eine Magnetisierung zurück, auch Remanenz genannt.

Das Koerzitivfeld  $H_{\rm C}$  erreicht man, wenn das Magnetfeld umgepolt und die Feldstärke soweit erhöht wird, bis die Magnetisierung den Wert Null erreicht. Erhöht man die Feldstärke weiter, erreicht man wieder die Sättigung in der entgegengesetzten Richtung.



Abbildung 2.14: Schematische Darstellung einer Magnetisierungskurve für den KERR-Winkel nach Separation des QMOKE-Anteils. Die Koerzitivfeldstärke  $H_{\rm C}$  gibt an, bei welcher Feldstärke die Magnetisierung Null erreicht. Die Remanenz  $\Theta_{\rm K,Rem}$  entspricht dem KERR-Winkel, der nach Abschalten des Magnetfeldes vorhanden ist. Die Sättigung  $\Theta_{\rm K,Sat}$  zeigt den maximal erreichbaren KERR-Winkel an, hier zeigt die Magnetisierung vollständig in Feldrichtung. Die gestrichelte Linie zeigt die Neukurve, welche beim erstmaligen Magnetisieren der Probe auftritt. Wird nun das Magnetfeld verkleinert und umgepolt, ergibt sich der in blau dargestellte Verlauf. Ändert man erneut das Magnetfeld, ergibt sich der rote Verlauf.

In magnetisch anisotropen Medien unterscheiden sich die Magnetisierungskurven für verschiedene Raumrichtungen. Man unterscheidet zwischen magnetisch leichten und schweren Richtungen (vgl. Abb. 2.15). Magnetisch leichte Richtungen zeichnen sich durch ein großes Koerzitivfeld und eine hohe Remanenz nahe der Sättigung aus. Der Verlauf der Kurve ist kastenförmig. Magnetisch schwere Richtungen kennzeichnet ein kleines Koerzitivfeld und eine schwache Remanenz. Die Sättigung wird erst bei wesentlich höheren Magnetfeldern erreicht.

#### 2.4.3. Magnetische Anisotropie

Magnetische Festkörper haben im allgemeinen richtungsabhängige, d.h. anisotrope Eigenschaften. Ferromagnetische Einkristalle lassen sich z. B. durch die magnetische Anisotropie in manchen Richtungen leichter magnetisieren bzw. es existieren Vorzugsrichtungen für die spontane Magnetisierung.



Abbildung 2.15: Schematische Darstellung einer Magnetisierungskurve für magnetisch schwere (blau) und leichte (rot) Richtung. In magnetisch leichter Richtung sind Remanenz  $\Theta_{K,Rem}$  und Koerzitivfeld  $H_C$  wesentlich größer als in magnetisch schwerer Richtung. Im Idealfall entspricht die Remanenz  $\Theta_{K,Rem}$  der Sättigung  $\Theta_{K,Sat}$ . In magnetisch schwerer Richtung wird die Sättigung erst bei deutlich höherer Feldstärke erreicht.

In magnetisch anisotropen Medien ist die freie Energie des Systems ohne äußeres Feld nur von der Richtung der Magnetisierung abhängig. Die Richtungen, in denen die Energie minimal ist, bezeichnet man als magnetisch leichte Richtung. Analog bezeichnet man die Richtungen maximaler Energie als magnetisch schwere Richtung. Es reicht aus, wenn die Minima und Maxima der Energie in Bezug auf die Richtung lokal und nicht absolut vorliegen, um entsprechende Vorzugsrichtungen zu erzeugen.

Mikroskopische Ursachen für magnetische Anisotropien sind die Spin-Bahn-Kopplung der Elektronen und die magnetische Dipol-Dipol-Wechselwirkung. Für den magnetischen Fluss eines magnetischen Dipols gilt

$$\vec{B} = \mu_0 \left( 3 \frac{(\vec{\mu} \cdot \vec{r})\vec{r}}{r^5} - \frac{\vec{\mu}}{r^3} \right),$$
(2.46)

wobei  $\vec{\mu}$  dem atomaren magnetischen Moment und  $\vec{r} = \vec{r_1} - \vec{r_2}$  dem Abstandsvektor entspricht. Wie man der Gleichung entnehmen kann, fällt die Flussdichte sehr langsam ab ( $\propto 1/r^3$ ) und ist damit relativ langreichweitig.

Betrachtet man nun einen dreidimensionalen Kristall, nimmt die Anzahl der Dipole proportional mit der dritten Potenz der linearen Abmessung der Probe zu. Superponiert man die Flussdichte der einzelnen Dipole, fällt auf, dass die Momente der Oberfläche aufgrund fehlender Nachbarn den Gesamtfluss dominieren. Dies wird auch als Formanisotropie bezeichnet. Im Festkörper kann eine homogene magnetische Flussdichte modellhaft als von der Oberflächenladung erzeugt betrachtet werden.

Die Oberflächenladungen erzeugen ein statisches magnetisches Feld  $\dot{H_s}$ , welches auch Streufeld oder Entmagnetisierungsfeld genannt wird. Die freie Energie des Streufeldes lässt sich durch

$$f_{\rm s} = \frac{1}{2}\mu_0 \int \vec{H}_{\rm s} \vec{M} dV \tag{2.47}$$

beschreiben [26], wobei  $\mu_0$  der magnetischen Feldkonstanten entspricht und über das Probenvolumen integriert wird. Der Vorfaktor 1/2 berücksichtigt die Tatsache, dass die lokale Magnetisierung selbst Ursache der erzeugten Flussdichte ist und Doppelzählung vermieden werden muss. Das Streufeld lässt sich durch

$$\vec{H}_s = -\hat{N}\vec{M} \tag{2.48}$$

berechnen, wobei  $\hat{N}$  dem Entmagnetisierungstensor entspricht. Die Spur von  $\hat{N}$  hat den Wert Eins und kann auf die Hauptachsen transformiert werden. In dünnen Filmen sind außer der Richtung senkrecht zur Probenoberfläche ( $\hat{N}^{\perp} = 1$ ) alle Elemente Null. Für dünne Filme gilt also  $\vec{H}_{\rm s} = (0, 0, M_z)$ , wobei  $M_z = M_{\rm sat} \cos(\theta)$ . Der Winkel  $\theta$  liegt zwischen Oberflächennormale und Magnetisierung (vgl. Abb. 2.16). Daraus ergibt sich für die freie Energie

$$f_{\rm s} = \frac{1}{2} \mu_0 M_{\rm sat}^2 \cos(\theta)^2.$$
 (2.49)

Die Streufeldenergie wird minimal, wenn die Magnetisierung in der Probenebene liegt  $(\theta=90^{\circ})$ , maximal in Richtung der Normalen  $(\theta=0^{\circ})$ . Ohne äußeres Feld liegt die Magnetisierung bevorzugt in-plane.



Abbildung 2.16: Darstellung der Richtungskosinus  $\alpha_i$  (i=1,2,3) in sphärischen Koordinanten. Der Einheitsvektor der Magnetisierung ist gegeben durch  $\vec{M}^* = \vec{M}/M_{\text{sat}}$ .

Mikroskopisch lässt sich Ferromagnetismus näherungsweise durch die Austauschwechselwirkung des HEISENBERG-Modells beschreiben. Es sei angemerkt, dass dieses Modell für lokalisierte Elektronen entwickelt wurde, im hier untersuchten Eisen aber die delokalisierten Elektronen für den Ferromagnetismus verantwortlich sind (vgl. Kap. 2.4.1). Für eine einfache, qualitative Herleitung der Kristallanisotropie ist es aber ausreichend. Es gilt für den HAMILTON-Operator der Austauschenergie in sphärischen Koordinaten

$$\mathcal{H} = -2\sum_{i < j} J_{ij} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j, \qquad (2.50)$$

wobei  $J_{ij}$  der Austauschkonstante entspricht. Bei ferromagnetischen Materialien ist  $J_{ij} > 0$ , die Spins sind parallel ausgerichtet. Für  $J_{ij} < 0$  richten sich die Spins antiparallel aus und das Material ist antiferromagnetisch. Aufgrund der Invarianz des Spin-Koordinatensystems gegenüber Drehungen lässt sich über diesen Operator keine energetische Kopplung an das Kristallsystem erklären.

Die Erklärung der experimentell beobachteten magnetokristallinen Anisotropie erfolgt über die Spin-Bahn-Kopplung. Bei einer Drehung der über die Austauschwechselwirkung gekoppelten Spins wirkt über die Spin-Bahn-Kopplung auf die Bahnmomente ein Drehmoment.

Wenn eine anisotrope Elektronenverteilung vorliegt, ist die daraus resultierende Drehung energieabhängig. Sie verursacht eine Änderung des Überlappens der Wellenfunktionen benachbarter Atome. Bei Übergangsmetallen wie z.B. Eisen zeigen allen d-Elektronen dieses Verhalten. Die Bahnbewegung ist also direkt mit dem Kristallgitter verknüpft, so dass die magnetokristalline Anisotropie die Symmetrieeigenschaften des Gitters widerspiegelt.

Eine quantitative, theoretische Berechnung mit ab-initio-Verfahren ist aktuell noch nicht möglich, deshalb wird häufig eine phänomenologische Beschreibung verwendet. Man nähert die Kristallanisotropie durch eine Reihenentwicklung an. Dabei verwendet man als Basis die Richtungskosinus  $\alpha_i$  (i=1,2,3), welche durch die Magnetisierungsrichtung relativ zu den Kristallachsen definiert werden (vgl. Abb. 2.16). Für kubische Systeme gilt

$$f_{\text{krist}} = K_1(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \cdots, \qquad (2.51)$$

wobei die Entwicklungskoeffizienten  $K_i$  (i=1,2,3,...) auch als Anisotropiekonstanten bezeichnet werden [24]. Man muss dabei beachten, dass diese Konstanten keine direkte physikalische Bedeutung besitzen, sondern nur Koeffizienten einer geeigneten Entwicklung sind. In dünnen Schichten liegt die Magnetisierung aufgrund der Formanisotropie bevorzugt in-plane, daraus ergibt sich  $\alpha_3 = 0$ . Gl. 2.51 vereinfacht sich zu

$$f_{\text{krist}} = K_1(\alpha_1^2 \alpha_2^2). \tag{2.52}$$

Für die Richtungskosinus lassen sich aus Abb. 2.16 die Beziehungen

$$\alpha_1 = \sin(\varphi) \text{ und} \tag{2.53}$$

$$\alpha_2 = \cos(\varphi) \tag{2.54}$$

ableiten, wobe<br/>i $\varphi$ dem Winkel zwischen der Kristallachse in x-Richtung und der Magnetisierung entspricht. Mit dem Additions<br/>theorem

$$\sin(2x) = 2\sin(x)\cos(x) \tag{2.55}$$

vereinfacht sich Gl. 2.52 zu

$$f_{\rm krist} = \frac{K_1}{4} \sin^2(2\varphi).$$
 (2.56)

Eine weitere mögliche Ursache für magnetische Anisotropie sind magnetoelastische Effekte. Sie beeinflussen die Kristallstruktur und somit die magnetokristalline Anisotropie. Nach [27] gilt für kubische Systeme

$$f_{\rm me} = B_1(\alpha_1^2 \epsilon_{xx} + \alpha_2^2 \epsilon_{yy} + \alpha_3^2 \epsilon_{zz}) + B_2(\alpha_1 \alpha_2 \epsilon_{xy} + \alpha_2 \alpha_3 \epsilon_{yz} + \alpha_3 \alpha_1 \epsilon_{zx}), \tag{2.57}$$

wobei die Vorfaktoren  $B_i$  (i=1,2) den magnetoelastischen Kopplungskonstanten entsprechen. Der Tensor  $\hat{\epsilon}$  entspricht hier dem Verformungstensor und nicht dem in Kap. 2.3.3 eingeführten Dielektizitätstensor.

Eine alternative Formulierung des magnetoelastischen Beitrags zur freien Energie ist über die Magnetostriktion möglich. Durch eine Änderung der Richtung der Magnetisierung tritt, falls es energetisch günstiger ist, eine Verzerrung des Kristalls auf. Es gilt für elastische, isotrope Systeme mit einer isotropen Magnetostriktion nach [28]

$$f_{\rm me} = \frac{3}{2} \lambda_{\rm s} \sigma \sin^2(\beta), \qquad (2.58)$$

wobei  $\lambda_s$  der Magnetorestriktionskonstanten und  $\sigma$  der Spannung entspricht. Der Winkel  $\beta$  liegt zwischen der Magnetisierung und der Richtung in der die Magnetorestriktion gemessen wird. Die Spannung  $\sigma$  ist über das Elastizitätsmodul E mit der Verformung  $\epsilon$ verknüpft:  $\sigma = E\epsilon$ . Eine mögliche Ursache für Verspannungen in dünnen Schichten sind die Gitterfehlanpassung zwischen Substrat und Film oder unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten.

Ohne ein äußeres Magnetfeld setzt sich die gesamte freie Energie additiv aus den einzelnen Anisotropiebeiträgen zusammen. Es gilt

$$f_{\rm ges} = f_s + f_{\rm krist} + f_{\rm me}.$$
(2.59)

Es existieren noch weitere Quellen für magnetische Anisotropie, wie z.B. gestufte Oberflächen [29], welche eine zusätzliche uniaxiale Anisotropie hervorrufen.

In dünnen Eisenschichten liegt die Magnetisierung durch die Formanisotropie bevorzugt in-plane. Die Kristallanisotropie dominiert das Verhalten der Magnetisierung. Oft wird deshalb die Anisotropiekonstante  $K_1$  durch eine effektive Anisotropiekonstante  $K_1^{\text{eff}}$  ersetzt, welche die Kristallanisotropie und die magnetoelastische Anisotropie zusammenfasst. Für die freie Energie ergibt sich

$$f_{\rm ges} = \frac{K_1^{\rm eff}}{4} \sin^2(2\varphi).$$
 (2.60)

Diese Gleichung ist solange zulässig bis die Verspannung in der dünnen Schicht so groß wird, dass eine zusätzliche uniaxiale Anisotropie auftritt.

Mithilfe des in [30, 31] vorgestellten Verfahrens lässt sich  $K_1^{\text{eff}}$  bzw. über die MOKE-Messungen nur  $K_1^{\text{eff}}/M_{\text{sat}}$  bestimmen. Als ersten Schritt bestimmt man für jede Hysterese die zur Sättigung benötigte Energie. Man mittelt dazu die beiden Äste der Hysterese und bestimmt das Integral

$$E_{\rm M} = \int_0^{M_{\rm sat}} H dM. \tag{2.61}$$

Da über MOKE-Messungen die tatsächliche Sättigungsmagnetisierung  $M_{\rm sat}$  nicht bestimmt werden kann, normiert man die Hysteresen auf die Sättigung. Das Integral vereinfacht sich zu

$$\frac{E_{\rm M}}{M_{sat}} = \int_0^1 H dM. \tag{2.62}$$

Trägt man nun diese Energie gegen den Probenwinkel  $\alpha$  auf, kann über einen Least-Square-Fit die auf die Sättigung normiert freie Energie

$$\frac{f_{\text{ges}}}{M_{sat}} = \frac{K_1^{\text{eff}}}{4M_{\text{sat}}} \sin^2(2\varphi).$$
(2.63)

angefittet und  $K_1^{\text{eff}}/M_{\text{sat}}$  bestimmt werden. Je nach betrachtetem System ist es notwendig, diese Gleichung um Terme mit isotropem Beitrag oder weiteren uniaxialen Anisotropiekonstanten zu erweitern.

Filme mit einer Schichtdicke kleiner als die Austauschwechselwirkung werden als ultradünne Schicht bezeichnet. Als Abschätzung für das in dieser Arbeit untersuchte Eisen dient

$$\sqrt{A/2\pi M_{\rm Sat}^2} \approx 20 {\rm ML} \approx 3 {\rm nm},$$
 (2.64)

wobei A der Austauschsteifigkeitskonstanten entspricht [32]. Ultradünne Schichten verhalten sich wie ein großes magnetisches Molekül, d.h. alle magnetischen Momente sind parallel ausgerichtet. Es liegt quasi ein Eindomänen-Molekül vor, die magnetischen Momente der einzelnen Atome reagieren gleich auf äußere Magnetfelder. Hier kann die Anisotropie in Oberflächen- und Volumenanteil aufgespalten werden. Aufgrund der gebrochenen Translationsinvarianz an der Oberfläche tritt noch ein weiterer Anisotropiebeitrag auf, welcher Interface- oder Oberflächenanisotropie bezeichnet wird [33]. Die elektronische Struktur an der Oberfläche ist gestört, wobei über die Spin-Bahn-Kopplung vor allem die Kristallanisotropie beeinflusst wird. In dem Fall wird die effektive Anisotropie-Konstante  $K_1^{\text{eff}}$  eine von der Schichtdicke abhängigen Größe. Es gilt

$$K_1^{\text{eff}} = K_1^{\text{V}} + \frac{2}{d} K_1^{\text{S}}, \qquad (2.65)$$

wobei d der Anzahl der Monolagen,  $K_1^{\rm V}$  dem Volumen- und  $K_1^{\rm S}$  dem Oberflächenbeitrag entspricht. Der Faktor Zwei kommt durch die Unter- und Oberseite der ferromagnetischen Schicht zustande.

Aus  $K_1^{\text{eff}}$  lässt sich der Phasenreorientierungsübergang ermitteln. Trägt man  $K_1^{\text{eff}}$  gegen 1/d auf, gibt der Schnittpunkt mit der Abszisse die Schichtdicke an, ab der die Oberflächenanisotropie überwiegt. Die Magnetisierung geht von einer bevorzugten inplane-Ausrichtung in eine bevorzugte out-of-plane-Ausrichtung über [30].

# 2.5. Materialsystem

Im Laufe dieser Arbeit wurden epitaktische Eisenschichten verschiedener Dicke auf Magnesiumoxidsubstraten untersucht. Um einer *ex-situ* Oxidation der Eisenfilme vorzubeugen, wurde eine amorphe Siliziumschicht als Schutzschicht verwendet. Es folgt eine kurze Beschreibung der verwendeten Materialien.



Abbildung 2.17: Struktur von MgO und  $\alpha$ -Fe: Eisen wächst mit um 45° gedrehter Einheitszelle auf MgO auf. Es gilt Fe[100]||MgO[110] und Fe[001]||MgO[001]. Die Gitterfehlanpassung zwischen der Oberflächeneinheitszelle des MgO und der Einheitszelle des Eisen beträgt ca. 3,5%.

## 2.5.1. Magnesiumoxid

Magnesiumoxid (MgO) kristallisiert in der NaCl-Struktur [34]. Die Magnesiumionen (Mg<sup>2+</sup>) und Sauerstoffionen (O<sup>2-</sup>) bilden jeweils für sich ein kubisch flächenzentriertes Gitter (fcc). Die beiden Gitter sind um eine halbe Gitterkonstante gegeneinander verschoben. Die Bulkgitterkonstante beträgt  $a_{MgO} = 4,2117$ Å und die Oberflächengitterkonstante  $a_{\rm S} = 2,9781$ Å (vgl. Abb 2.17). MgO ist im sichtbaren Bereich transparent, ein Isolator (Bandlücke 7,8 eV) und diamagnetisch. Da der Diamagnetismus um mehrere Größenordnungen kleiner ist als der Ferromagnetismus, wird der MOKE nicht durch MgO beeinflusst. Die verwendeten Substrate sind [001] orientiert.

## 2.5.2. Eisen

Eisen (Fe) gehört zur Gruppe der Übergangsmetalle und besitzt drei mögliche kristalline Strukturen ( $\alpha$ -Fe,  $\gamma$ -Fe und  $\delta$ -Fe). Bei einer Temperatur von ca. 900°C geht das kubisch raumzentrierte (bcc)  $\alpha$ -Fe in das kubisch flächenzentrierte (fcc)  $\gamma$ -Fe über. Ab einer Temperatur von 1392°C wandelt sich  $\gamma$ -Fe (fcc) in  $\delta$ -Fe (bcc) um. Die in dieser Arbeit verwendeten Proben wurden bei Raumtemperatur hergestellt (vgl. Kap. 3.1). Die Gitterkonstante von  $\alpha$ -Fe unterscheidet sich mit  $a_{\rm Fe} = 2,8665$ Å um ca. 3,5% von der Gitterkonstante  $a_{\rm S}$  der Oberflächeneinheitszelle des MgO. Somit liegt eine sehr kleine Gitterfehlanpassung zwischen dem Fe- und MgO-Gitter vor. Die Eisenatome gehen ionische Bindungen mit den Sauerstoffatomen der Oberfläche ein. Dies führt zu einem Wachstum der Eisenschicht mit um 45° verdrehter Einheitszelle auf dem Substrat. Eisen wächst auf MgO aufgrund seiner höheren Oberflächenspannung inselartig auf (VOLLMER-WEBER-Wachstum) [13]. Unterhalb der CURIE-Temperatur von ca. 770 °C ist Eisen ferromagnetisch (vgl. Kap. 2.4.1), darüber paramagnetisch. In dünnen Filmen liegt die Magnetisierung bevorzugt in-plane. Die magnetisch leichten Richtungen sind die [100]- und [010]-Richtung, die magnetisch schweren die [110]- und [110]-Richtung.

#### 2.5.3. Silizium

Um das Eisen vor Oxidation durch atmosphärischen Sauerstoff zu schützen, wurde bei allen Proben eine amorphe Schutzschicht aus Silizium (Si) aufgebracht. Der Vorteil von amorphem Silizium gegenüber einer kristallinen Schutzschicht ist, dass es die Beugungsexperimente nicht beeinflusst. Es treten durch die amorphe Schicht keine Interferenzeffekte auf, was die Auswertung der Beugungsmessungen erleichtert. Des Weiteren ist Si auch diamagnetisch und beeinflusst den MOKE nicht (siehe MgO). Die obersten Lagen der Si-Schicht oxidieren an Luft zu SiO<sub>2</sub>, d.h. um ein Durchoxidieren bis zur Eisenschicht über längere Zeit zu verhindern, muss die Schicht mindestens zwei bis drei Lagen dick sein [35].



**Abbildung 2.18:** 1) schematische Probenstruktur. Fe wächst mit 45° gedrehter Einheitszelle auf MgO auf. 2) Atomare Struktur des Eisen. Die magnetisch leichten Achsen liegen parallel zu den Kristallachsen.

# 3. Experimentelle Grundlagen

In diesem Kapitel werden die für diese Arbeit relevanten experimentellen Grundlagen vorgestellt. In Kap. 3.1 wird auf die Präparation der Proben in den zwei Ultrahochvakuum(UHV)-Kammern S und T eingegangen. Es wurden Proben mit verschiedenen Schichtdicken und Aufdampfraten hergestellt und untersucht. Die XRR- und XRD-Messungen wurden an den Messplätzen W1 und BW2 am deutschen Elektronen-Synchrotron (DESY) in Hamburg durchgeführt. In Kap. 3.2 wird der experimentelle Aufbau am Messplatz W1 erläutert. Abschließend wird in Kap. 3.3 der MOKE Versuchsaufbau und die vorgenommenen Änderungen vorgestellt.

# 

# 3.1. Probenpräparation

Abbildung 3.1: 1) LEED-Aufnahme des MgO Substrats. 2) LEED-Aufnahme der  $\alpha$ -Fe Schicht. Beide Aufnahmen wurden bei 214 eV in Kammer S aufgenommen. In weiß ist jeweils die reziproke Oberflächeneinheitszelle eingezeichnet, wobei man in beiden Fällen die kubische Struktur erkennt.

Die in dieser Arbeit untersuchten Proben wurden in den beiden UHV-Kammern S und T präpariert. Das Ultrahochvakuum wird in beiden Kammern durch ein mehrstufiges Pumpsystem erreicht. Dies ist notwendig, da keine Pumpe den vollen Druckbereich von  $10^3$  mbar bis  $10^{-11}$  mbar abdecken kann. Dieser niedrige Enddruck ist notwendig, um Verunreinigungen bei der Probenherstellung vorzubeugen. Je niedriger der Druck, um so länger dauert es bis sich Verunreinigungen auf der Probenoberfläche niederschlagen. Das Pumpsystem besteht aus einer Drehschieber-, einer Turbomolekular- und einer Ionengetterpumpe mit Titansublimator. Je niedriger der Druck, um so bessere epitaktische Schichten lassen sich herstellen.

In beiden Kammern befindet sich eine LEED-Apparatur, mit der die Kristallinität der Oberfläche untersucht werden kann. LEED steht für Low-Energie-Electron-Diffraction, also die Beugung langsamer Elektronen. Aufgrund der starken Wechselwirkung mit Materie ist diese Untersuchungsmethode sehr oberflächensensitiv. Die LEED-Aufnahmen dienen als erste Kontrolle, ob die hergestellten Schichten kristallin aufgewachsen sind (vgl. Abb. 3.2). In Kammer S können die Proben zusätzlich noch mithilfe von Röntgen-Photoelektronenspektroskopie (XPS) untersucht werden, wodurch die aufgedampften Elemente bestimmen kann. Nähere Informationen über LEED-, XPS- und Vakuumtechnik lassen sich in [36] finden.

Um strukturelle Defekte und Verunreinigungen zu beseitigen, wurden die MgO-Substrate für eine Stunde bei einem Sauerstoffpartialdruck von  $10^{-4}$  mbar geheizt. In Kammer T wird die Heizung durch ein Flächenfilament hinter dem Substrat realisiert, wobei das Filament direkten Kontakt zum Substrat hat. Wenn Strom durch das Filament fließt, wird Wärme abgestrahlt und an das Substrat abgegeben. Die Temperatur ist nicht direkt messbar, sondern wird über die Leistung des Filaments geregelt. Bei einem Filamentstrom von 2,5 A und einer angelegten Spannung von 1,7 V, also einer Leistung von 4.25 W, hat sich erfahrungsgemäß nach einer Stunde eine gute MgO-Struktur gebildet. Nachträglich konnte dieser Leistung über ein Thermoelement die Temperatur von 290°C zugewiesen werden.

Die Heizung in Kammer S erfolgt über ein Flächenfilament, welches keinen Kontakt zum Substrat hat, wobei der Heizung zwei Prinzipien zu Grunde liegen. Zum einen wird Wärme vom Filament abgestrahlt und zum anderen liegt eine Hochspannung zwischen Probenhalter und Filament, so dass Elektronen aus dem Filament auf das Substrat beschleunigt werden. Durch ein Thermoelement kann die Temperatur direkt gemessen und entsprechend nachgeregelt werden. Hier wurde eine Temperatur von 400°C zum Ausheilen verwendet. Die Probentemperaturen unterscheiden sich also deutlich.

Die Eisenverdampfer in den beiden Kammern sind baugleich. Der Verdampfer besteht



Abbildung 3.2: Schematische Darstellung eines Eisenverdampfers. Das Filament wird durch Strom erhitzt, es treten Elektronen aus. Zwischen Eisenstab und Filament liegt eine Hochspannung an, so dass dieser durch Elektronenbeschuss erwärmt wird und Eisen sublimiert. Über den Quarz neben der Blende lässt sich die Aufdampfrate überwachen. Durch Öffnen und Schließen des Shutters wird die Probe dem Eisenmolekularstrahl ausgesetzt.

aus einem Eisenstab und einem Filament, zwischen denen eine Hochspannung angelegt wird. Durch das Filament fließt ein Strom, wodurch es erwärmt wird. Es treten Elektronen aus, welche zum Stab hin beschleunigt werden. Der Stab erwärmt sich und das Eisen sublimiert. Durch eine Lochblende wird ein gerichtetes Aufdampfen ermöglicht, wobei die Aufdampftrate über einen Schwingquarz überwacht werden kann. Der Quarz
ist neben der Lochblende angebracht und wird mit bedampft. Er ändert aufgrund der Massenzunahme seine Eigenfrequenz. Über die Leistung am Eisenstab, also den Filamentstrom und die Spannung am Eisenstab, lässt sich die Aufdampfrate variieren.

Die Kammern T und S unterscheiden sich bezüglich des Probenabstands und des Winkel zwischen Probenoberfläche und Blende des Verdampfers. In Kammer T ist der Abstand  $(28\pm3)$  cm und der Winkel zwischen Probe und Verdampfer beträgt  $(7\pm2)^{\circ}$ . Der Verdampfer und die Probe sind in Kammer S  $(10\pm3)$  cm voneinander entfernt und der Winkel zwischen Probenoberfläche und Verdampfer beträgt  $(0\pm2)^{\circ}$ .

Die Siliziumverdampfer in den beiden Kammern sind vom Prinzip her identisch zu den Eisenverdampfern. Das Silizium wird anders als Eisen aus einem Tiegel verdampft, da es nicht direkt sublimiert, sondern erst schmilzt. Die relativen Positionen stimmen mit denen der Eisenverdampfer überein.

	Kammer T	Kammer S		
Probenheizung	direkter Kontakt Filament-Probe	kein Kontakt Filament-Probe		
	-	HV Filament-Probe		
	-	$\rightarrow$ Heizung durch $e^-$ -Beschuss		
	Heizung nur über Leistung regelbar	Heizung über Temp. regelbar		
Ausheiltemp.	$290^{\circ}\mathrm{C}$	400°C		
Verdampfer	Abstand $(28\pm3)$ cm	Abstand $(10\pm3)$ cm		
	Winkel $(7\pm 2)^{\circ}$	Winkel $(0\pm 2)^{\circ}$		

**Tabelle 3.1:** Übersicht der unterschiedlichen Präparationsbedingungen in den UHV-Kammern T und S.

Im Laufe dieser Arbeit sind drei Messreihen durchgeführt worden. In den Kammern T und S wurden je fünf Proben unterschiedlicher Schichtdicke bei konstanter Aufdampfrate hergestellt. Bei der dritten Messreihe wurde in Kammer S bei fünf Proben die Aufdampfrate variiert und die Schichtdicke möglichst konstant gehalten. Der Basisdruck in den beiden Kammern liegt bei ca.  $10^{-10}$  mbar, während des Aufdampfens der Schichten bei ca.  $10^{-8}$  mbar. Die Proben werden wie folgt bezeichnet:

- Die mit konstanter Aufdampfrate hergestellten Proben werden entsprechend ihrer Pr

   Pr
   pr
   aparationskammer mit T1-T5 bzw. S1-S5 nummeriert, wobei T1 bzw. S1 der d
   ünnsten Schicht und T5 bzw. S5 der dicksten Schicht entspricht. Die T-Serie wurde mit einer Aufdampfrate 15 Å/h von und die S-Serie mit einer Aufdampfrate von 114 Å/h hergestellt.
- Die in Kammer S mit unterschiedlichen Aufdampfraten hergestellten Proben werden mit R1-R5 bezeichnet, wobei R1 der langsamsten Rate und R5 der schnellsten entspricht.

Es sei noch erwähnt, dass die Probe S5 in der R-Serie als Probe R1 wiederverwendet wurde. Des Weiteren wurden die beiden Proben T3\* und R2\* nachgetempert. Bei der Probe T3\* war keine kristalline Struktur im LEED zu erkennen. Aus diesem Grund wurde die Probe zuerst bei 1 W Leistung für 30 min geheizt, was die Kristallstruktur

nicht verbessert hat. In einem zweiten Durchlauf wurde die Leistung für 30 min auf 2 W erhöht, wodurch im LEED schwache Reflexe zu erkennen waren. Ein dritter Heizdurchgang bei 3,25 W für 30 min hat dann zu gut ausgeprägten Reflexen geführt. Die Probe R2 wurde auch für eine Stunde bei 200°C nachgetempert.

### 3.2. Aufbau des Messplatzes W1 am DESY



Abbildung 3.3: Schematische Darstellung der Röntgen-Aufbaus. Durch den Wiggler wird die Intensität der Strahlung erhöht und durch den Monochromator eine Wellenlänge selektiert. Die Probe und der Detektor können jeweils gedreht werden, um das benötigte Winkelverhältnis  $\theta/2\theta$  zu erreichen.

Die im Laufe dieser Arbeit vorgenommenen XRR- und XRD-Messungen wurden am Deutschen Elektronen-Synchrotron (DESY) in Hamburg durchgeführt. Die verwendete Strahlung wurde am DORIS III Speicherring, einem Synchrotron zweiter Generation, erzeugt. Dazu dienen Positronen mit einer Energie von 4,45 GeV, die den Ring auf einer Kreisbahn durchlaufen. Um die Positronen auf einer Kreisbahn zu halten, werden diese durch Magneten radial beschleunigt. Diese Magneten werden auch als Bending-Magnets bezeichnet.

Aus der klassischen Physik ist bekannt, dass beschleunigte Ladungen Strahlung emittieren. Aufgrund der hohen Geschwindigkeit der Positronen im Synchrotron müssen relativistische Effekte beachtet werden. Die Strahlung wird nicht mehr klassisch, axialsymmetrisch um den Ladungsträger abgegeben sondern tangential zur Beschleunigungsrichtung [37].

Um die Strahlungsintensität noch weiter zu erhöhen, verwendet man Wiggler und Undulatoren. Diese bestehen aus periodisch angeordneten Magneten mit wechselnder Polarität. Die Positronen führen sinusförmige Bewegungen aus und emittieren dabei Strahlung mit wesentlich höherer Brillanz<sup>1</sup>, als bei einer direkten Auskopplung der Strahlung. Je

<sup>1</sup> Die Brillanz ist ein Maß für die Fokussierung und Intensität der Strahlung.

mehr Pole ein Wiggler besitzt, um so höher ist die resultierende Intensität. Beim Undulator wird zusätzlich der Abstand der Magnete so gewählt, dass die emittierte Strahlung konstruktiv interferieren kann, wodurch eine höhere Intensität erreicht wird.

Die Messungen wurden an den Messplätzen W1 und BW2 vorgenommen. Der Messplatz W1 ist mit einem 32 poligen Wiggler ausgestattet. Der Wiggler am BW2 ist 56 polig und liefert dementsprechend eine höhere Intensität, zudem ist das Signal zu Rausch Verhältnis aufgrund der höheren Intensität besser als am W1.

Die Energie der Strahlung wird über einen Si-Doppelkristall-Monochromator eingestellt. Für die Messungen wurden Energien von 10 keV und 10,5 keV verwendet.

Die XRR und XRD-Messungen werden mithilfe eines 6-Kreis-Diffraktometers durchgeführt, dabei wird die Probe in horizontaler Geometrie eingebaut. Die in Abb. 3.4 dargestellten Winkel *om* und *tt* werden so eingestellt, dass immer gilt *tt=2om*. Dies entspricht dem benötigten  $\theta/2\theta$ -Verhältnis (vgl. Abb. 3.3), also der Bedingung Einfallswinkel=Ausfallswinkel. Justiert man *om* relativ zur Probenoberfläche, lässt sich die Reflektivität bestimmen, bei einer Justage relativ zu den Netzebenen die Beugung. Variiert man nun den Winkel im  $\theta/2\theta$  Verhältnis, ergeben sich Streuvektoren senkrecht zu den Netzebenen. Dies wird auch als spekulare Beugung bezeichnet. Es lassen sich so nur reziproke L-Werte mit H=K=0 erreichen.



Abbildung 3.4: Schematische Darstellung des 6-Kreis-Diffraktometers am W1, entnommen aus [38] und angepasst. Durch die Spalte wird die Strahlbreite eingestellt. Der Monitor überwacht die Intensität des Primärstrahls. Falls nötig dämpfen Aluminiumplatten die Intensität (Absorber), damit der Detektor nicht beschädigt wird. Bei XRR/XRD-Messungen werden nur die Motoren *om* und *tt* verfahren, um die in Abb. 3.3 gezeigte  $\theta/2\theta$  Geometrie zu realisieren.

### 3.3. Aufbau MOKE



Abbildung 3.5: Schematische Darstellung des MOKE-Aufbaus. Als Lichtquelle dient ein HeNe-Laser. Durch den Polarisator und die  $\lambda/2$ -Platte wird Polarisation und Intensität des Lichts geregelt. Die Probe kann über einen Motor, der über einen Winkelmesser ausgelesen wird, gedreht werden. Durch den photoelastischen Modulator (PEM) und den Analysator wird die Polarisationsänderung über die Photodiode detektierbar. Um Störungen durch Umgebungslicht zu vermeiden, befindet sich ein Interferenzfilter vor der Diode. Durch Drehen des Magneten und der Probe um 90° kann die  $M_y$ -Komponente untersucht werden.

Die MOKE-Messungen sind mit dem in Abb. 3.5 dargestellten Aufbau durchgeführt worden. Als Lichtquelle dient ein HeNe-Laser mit einer Wellenlänge von 632,8 nm und einer Ausgangsleistung von 5 mW sowie einem Strahldurchmesser von 1 mm.

Mithilfe eines drehbaren Polarisators kann das Licht senkrecht (s) oder parallel (p) zur Einfallsebene des Lichts polarisiert werden. Durch eine  $\lambda/2$ -Platte zwischen Laser und Polarisator wird die Intensität geregelt.

Die Probe befindet sich zwischen den Polschuhen eines Elektromagneten, wobei der Probenhalter drehbar ist, was eine Untersuchung des Magnetisierungsverhaltens für verschiedene Probenausrichtungen möglich macht. Die Probe kann verkippt werden, um die Probenoberfläche senkrecht zur Drehachse des Halters auszurichten. Im Laufe dieser Arbeit ist zur genaueren Ansteuerung der einzelnen Drehwinkel ein Hochpräzisionswinkelmesser eingebaut worden (vgl. Kap. 3.3.1). Die Stärke der äußeren magnetischen Flussdichte  $\vec{B}$  ist über die Stromstärke des Elektromagneten regelbar und wird über eine Hallsonde gemessen. Die Hallsonde ist in Abb. 3.5 aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht dargestellt. Sie wird senkrecht zu den Polschuhen nah am Probenhalter platziert, um möglichst genau den magnetischen Fluss an der Probe zu bestimmen. Die unter normalen Messbedingungen maximal erreichbare Flussdichte beträgt ca. 140 mT. Um die  $M_x$ -Komponente zu untersuchen, wird der Magnet in x-Richtung ausgerichtet. Die  $M_y$ -Komponente kann durch Drehen des Magneten und der Probe um 90° bestimmt werden (vgl. Kap. 2.3.4). Die ist in Abb. 3.5 gestrichelt dargestellt.

Nach der Reflexion an der Probe wird die Polarisation des Lichts durch einen photoelastischen Modulator (PEM) moduliert. Kernstück des PEM ist ein Piezokristall, an den eine periodische Spannung mit einer Modulationsfrequenz von  $\Omega = 42$  kHz entlang der Modulationsachse angelegt wird. Durch periodisches Ausdehnen und Zusammenziehen ändert sich der Brechungsindex entlang der Modulationsachse und verursacht eine zeitabhängige Phasenverschiebung des Lichtanteils parallel zur Achse. Dies kann durch die Modulation  $\Delta = \Delta_0 \sin(\Omega t)$  beschrieben werden. Die Amplitude  $\Delta_0$  der Modulation wird auch Retardierung genannt.

Hinter dem PEM befindet sich, 45° zur Modulationsachse des PEM gedreht, ein Analysator. Dieser wird benötigt, um die Modulation der Polarisation in eine detektierbare Intensitätsmodulation umzuwandeln. Diese Intensitätsmodulation kann über die Photodiode detektiert werden. Das Umgebungsrauschen wird durch einen Interferenzfilter vor der Diode, welcher auf die Wellenlänge des Laser abgestimmt ist, unterdrückt.

Der Zusammenhang zwischen detektiertem Signal, KERR-Winkel und -Elliptizität lässt sich über JONES-Matrizen [12] bestimmen (vgl. Anhang A.2.). Filtert man mit dem Lock-In-Verstärker aus dem gemessenen Signal den Anteil mit der Modulationsfrequenz  $\Omega$  oder 2 $\Omega$ , kann die KERR-Elliptizität  $\epsilon_{\rm K}$  oder der Kerr-Winkel  $\Theta_{\rm K}$  gemessen werden. Um eine Vergleichbarkeit verschiedener Messungen zu erreichen, ist es notwendig für den KERR-Winkel  $\Theta_{\rm K}$  absolute Werte zu ermitteln. Dies ist nicht direkt aus dem detektierbaren Signal möglich. Aus diesem Grund ist in [20] ein Kalibrierungsverfahren entwickelt worden, welches eine Rotation des PEM/Analysator-Systems durch einen zweiten Motor erfordert.

Nach Reflexion an der Probe ist die messbare Intensität nur vom Winkel zwischen Polarisation und PEM/Analysator-System abhängig. Ändert sich die Magnetisierung der Probe, dreht sich die Polarisation um den entsprechenden KERR-Winkel. Der Winkel zwischen Polarisation und PEM/Analysator-System ändert sich. Dies hat eine Intensitätsänderung mit einem unbekannten Proportionalitätsfaktor zur Folge, welcher mit dem folgendem Verfahren bestimmt werden kann:

Anstatt die Magnetisierung der Probe, also den KERR-Winkel, zu verändern, kann man auch das PEM/Analysator-System entsprechend rotieren, um die selbe Intensitätsänderung zu erreichen.

Aus diesem Grund ist eine Kalibrierung der Intensitätsänderung durch eine Drehung des PEM/Analysator-Systems um einen bekannten Winkel möglich. Bei einer Drehung des PEM/Analysator-Systems um 100 mdeg ergibt sich eine Intensitätsdifferenz  $I_{\rm D}$  und

somit für die Kalibrierung

$$\frac{I}{I_{\rm D}} 100 \,\mathrm{mdeg} = \Theta_{\rm K}.\tag{3.1}$$

Dieses Verfahren eignet sich auch, um Absolutwerte für die Elliptizität zu bestimmen, wenn vor dem PEM noch eine  $\lambda/4$ -Platte in den Versuchsaufbau gebracht wird, welche die Elliptizität in eine Polarisationsrotation umwandelt. Man beachte, dass die Kalibrierung nichts mit der in Kap.2.3.4 eingeführten Skalierung zu tun hat. Die Kalibrierung verknüpft das gemessene Signal mit dem KERR-Winkel  $\Theta_{\rm K}$ , die Skalierung wird zur Separation von  $M_x$ - und  $M_z$ -Komponente benötigt.

In [20] wurde gezeigt, dass KERR-Winkel und -Elliptizität beide proportional zur Magnetisierung sind. Es reicht also völlig aus, nur eine der beiden Größen zu messen. Es bietet sich der KERR-Winkel an, da dieser ohne Einbau einer  $\lambda/4$ -Platte kalibriert werden kann.

### 3.3.1. Einbau des Präzisions-Winkelmessers



Abbildung 3.6: Relative Abweichung des Motors gemessen mit einem Präzisionswinkelmesser.

Die im Aufbau verwendeten Schrittmotoren vom Typ Micos DT-80 haben eine Auflösung von 72.000 Schritten auf 360°, also eine Winkelauflösung von 5 mdeg pro Schritt. Die Motoren haben keinen festen Nullpunkt und können beliebig weit in beide Richtungen gedreht werden. An einer Winkelskala kann der aktuelle Winkel auf 0,1° genau abgelesen werden.

Je nachdem wo der Nullpunkt gesetzt wird, tritt eine Ungenauigkeit von bis zu  $0.3^{\circ}$ 

auf. Mithilfe eines Präzisions-Winkelmessers kann die Drehung mit einer Genauigkeit von 0,1 mdeg bestimmt werden. Wie in Abb. 3.6 zu erkennen ist, tritt eine periodische Abweichung auf. Dieses Verhalten tritt bei beiden verwendeten Motoren auch ohne Last auf, was auf einen systematischen Fehler hinweist.

Eine mögliche Ursache ist das magnetische Drehfeld der Motoren. Die Drehung der Motoren kommt durch ringförmig angeordnete Elektromagnete zu Stande, welche eine Kraft auf einen Eisenkern ausüben. Durch einen Zweiphasenwechselstrom werden die Magnete entsprechend umgepolt, wodurch ein Drehmoment auf den Eisenkern ausgeübt wird. Bei diesem Prozess kann durch ein nicht exaktes Umpolen der hier beschriebene Fehler auftreten.

Um den Fehler bei der Probenausrichtung zu minimieren, ist der Winkelmesser fest in den Aufbau integriert worden. Der Motor kann so mit einer Genauigkeit von einem Schritt, also 10 mdeg, durch Vergleich mit dem Winkelmesser nachgeregelt werden.

Da bei der Kalibrierung das PEM/Analysator-System nur um 100 mdeg gedreht wird, ist der Fehler bei der richtigen Wahl des Nullpunkts vernachlässigbar klein. Der Nullpunkt wird auf ein Maximum oder ein Minimum der in Abb. 3.3 dargestellten Kurve gelegt, hier ist der Fehler am kleinsten.

#### 3.3.2. Optimierung Signal-Rausch-Verhältins

In Anhang A.2. wird gezeigt, wie der KERR-Winkel und die KERR-Elliptizität mit der gemessenen Intensität verknüpft sind. Bei einer Messung des Kerr-Winkels  $\Theta_{K}^{s/p}$  gilt für die modulierte Intensität

$$I_{\text{norm.}2\Omega}^{\text{s/p}} = \mp 4J_2(\Delta_0)\Theta_{\text{K}}^{\text{s/p}},\tag{3.2}$$

wobei  $J_2$  der BESSEL-Funtion zweiter Ordnung entspricht. Die Modulationsachse des PEM liegt dabei in der Einfallsebene des Lichts. Um präzisere Messergebnisse zu erhalten, ist es notwendig, das Signal-Rausch-Verhältnis zu optimieren. Aus diesem Grund wird im Folgenden der Einfluss des Winkels  $\alpha$  der Modulationssachse des PEM zur Einfallsebene des Lichts und der Retadierung  $\Delta_0$  des PEM untersucht. Berechnet man Gl. A.20 für variable PEM-Winkel  $\alpha$ , ergibt sich

$$I_{\text{norm.}2\Omega}^{\text{s/p}} = \mp 4\sin(2\alpha)J_2(\Delta_0)\Theta_{\text{K}}^{\text{s/p}}.$$
(3.3)

In Abb. 3.7 ist die berechnete modulierte Intensität für verschiedene PEM-Winkel  $\alpha$  relativ zur Einfallsebene des Lichts und für unterschiedliche Retardierungen  $\Delta_0$  bei festem KERR-Winkel dargestellt. Eine Veränderung des KERR-Winkels entspricht einer Drehung des PEM (vgl. Kap. 3.3), d.h. die Intensität in Abb. 3.7 kann sich nur parallel zur  $\alpha$ -Achse ändern.

Das beste Signal-Rausch-Verhältnis wird erzielt, wenn durch eine Anderung des KERR-Winkels auch eine starke Intensitätsänderung gemessenen werden kann. Aus diesem Grund werden Retardierung und Winkel des PEM so gewählt, dass die Komponente des Gradienten in  $\alpha$ -Richtung maximal wird (vgl. Abb. 3.8). Dies ist im Maximum der BESSEL-Funktion und gleichzeitig bei den Nullstellen von  $\alpha$  der Fall. Die größte Intensitätsänderung lässt sich theoretisch bei bei  $\alpha \approx 0^{\circ}$ , 90°, 180° und einer Retardierung von  $\Delta_0 = 175^{\circ}$  finden, da die BESSEL-Funktion hier ihr Maximum hat. In der Praxis ist  $\Delta_0$ = 184° gewählt worden, da sich hier das experimentell bestimmte Maximum der BES-SEL-Funktion befindet. Die Ursache für die Abweichung vom theoretischen Maximum sind vermutlich systematische Fehler beim Bau des PEM, vor allem Abweichungen bei der Kalibrierung der Retarierung.



Abbildung 3.7: Mit Hilfe des JONES-Formalismus berechnete Intensität für verschiedene PEM-Stellungen  $\alpha$  und Retardierungen  $\Delta_0$ .



Abbildung 3.8: Intensität für verschiedene Retardierungen  $\Delta_0$  und PEM-Stellungen  $\alpha$ . Die Pfeile zeigen die partielle Ableitung in Richtung der  $\alpha$ -Achse. Je länger der Pfeil, um so stärker ist die Komponente des Gradient in  $\alpha$ -Richtung.

### 3.3.3. Messablauf

Nachdem die Probe auf dem Halter fixiert worden ist, wird die Probenoberfläche über drei Stellschrauben senkrecht zur Drehachse des Probenhalters ausgerichtet.

Die Ausrichtung erfolgt über die Reflexion des Laserlichts bei Rotation der Probe. Wenn das Licht nicht senkrecht auf die Oberfläche trifft, wandert der reflektierte Laserpunkt auf einer Ellipse. Justiert man den Punkt auf die Mitte der Ellipse, steht die Oberfläche senkrecht zur Rotationsachse. Als nächstes wird die Diode an ein Oszilloskop angeschlossen, welches auf das Referenzsignal des PEM getriggert wird. Mit dem Polarisator wird die gewünschte Polarisation eingestellt und über die  $\lambda/2$ -Platte die Intensität des Signals maximiert.

Das PEM/Analysator-System wird danach gedreht, um das beste Signal-Rausch-Verhältnis ( $\alpha \approx 0$ ) zu erreichen (vgl. Kap. 3.3.2). Dieses erhält man, wenn die Amplitude des modulierten Signals am Oszilloskop minimal ist.

Danach werden die Diode und der PEM an den Lock-In-Verstärker angeschlossen, wobei die doppelte PEM-Frequenz als Referenzsignal eingestellt wird, um den KERR-Winkel zu messen. Am Lock-In-Verstärker muss als nächstes der Messbereich und der Offset so gewählt werden, dass das Signal während der Messung den Messbereich nicht verlässt.

Die Integrationszeit beträgt bei allen Messungen 30 ms. Der verwendete digitale Lock-In-Verstärker regelt die Phase zwischen Referenzfrequenz und gemessenem Signal automatisch nach, so dass kein Phasendrift auftreten kann.

Über die in MATLAB-Code geschriebene Ansteuerungssoftware lassen sich alle weiteren Messparameter (Magnetfeldbereiche, Anzahl Hysteresen,...) einstellen. Um vergleichbare Messungen zu haben, wurden alle Proben mit den selben Einstellungen vermessen. Eine vollständige Messreihe besteht aus vier Messdurchgängen, je zwei Messreihen mit s- bzw. p-polarisiertem Licht bei waagerechter und senkrechter Ausrichtung des Magneten.

Die Messdaten werden mit der in der AG Wollschläger entwickelten Software MOKE-Analyzer [39] aufbereitet. Diese Software ermöglicht es, die relevanten Größen ( $\Phi_{M_x}$ ,  $\Phi_{M_y}$ ,  $\Phi_{M_z}$ ,...) zu bestimmen (vgl. Kap. 2.3.4).

Es sei hier noch erwähnt, dass nicht der in Kap. 2.3.4 eingeführte Skalierungfaktor k für die Skalierung der Messkurven mit s- und p-polarisiertem Licht auf die gleiche Sättigungsmagnetisierung verwendet wird. Anstatt nur die Sättigung der Messung für eine Polarisation an die andere anzupassen, hat es sich als praktikabler erwiesen den Mittelwert der Sättigungswerte für s- und p-polarisiertes Licht als Skalierung zu verwenden. Man erhöht so die Vergleichbarkeit der einzelnen Messungen. Weitere Details zum Messablauf lassen sich in [20] finden.

# 4. Ergebnisse

In diesem Kapitel werden die experimentell ermittelten Messergebnisse vorgestellt. In Kap. 4.1 werden die XRR-Messungen behandelt. Es werden vier repräsentative Messungen gezeigt und diskutiert.

Das darauf folgende Kap. 4.2 behandelt die XRD-Messungen, wobei drei Messungen gezeigt und diskutiert werden. Des Weiteren werden die Schichtdickenabhängigkeit der Gitterkonstante und der vertikalen Kristallitgröße untersucht.

Im letzten Kap. 4.3 werden die MOKE-Messungen gezeigt, wobei noch gesondert auf Koerzitivfeld, Remanenz und magnetische Anisotropie eingegangen wird.

## 4.1. XRR-Messungen



Abbildung 4.1: Schematische Darstellung des Fit-Modells für die XRR-Kurven. Die Rauheiten sind in dieser Darstellung nicht berücksichtigt.

Die gemessenen XRR-Kurven zeigen ein typisches Reflexionsverhalten von dünnen Schichten. Durch die Interferenz der an den einzelnen Grenzflächen reflektierten Strahlung entstehen Oszillationen in der gemessenen Intensität. Um die Schichtdicken und Rauheiten an den Grenzflächen der Schichten zu bestimmen, sind die gemessenen XRR-Kurven mit der iXRR-Software ausgewertet worden. Die Fitparameter sind die Dispersion  $\delta$ , die Absorption  $\beta$ , die Schichtdicke D und die Rauheit zwischen den Schichten  $\sigma$ . Für die Parameter  $\delta$  und  $\beta$  wurden Literaturwerte<sup>1</sup> verwendet und eine Variation von max. 15% zugelassen.

In [7] wurde gezeigt, dass der Einfluss der Absorption  $\beta$  innerhalb physikalisch sinnvoller Grenzen vernachlässigbar klein ist. Für die Fits ist also die relevante Materialgröße die Dispersion  $\delta$ . Für Si und SiO<sub>2</sub> stimmt  $\delta$  im Rahmen der hier verwendeten Genauigkeit überein, es ist also nicht notwendig den oxidierten Teil der Schutzschicht separat zu behandeln. Für alle Fits wurde das in Abb. 4.1 dargestellte Modell verwendet.

Die Abb. 4.2-4.5 zeigen ausgewählte XRR-Messungen verschiedener Proben mit entsprechenden Fits.

<sup>1</sup> Literaturwerte entnommen aus http://henke.lbl.gov/optical\_constants/



Abbildung 4.2: XRR-Messung der Probe S5. Man kann deutlich zwei überlagerte Oszillationen ( $\Delta q_1$ ,  $\Delta q_2$ ) in der Intensität erkennen, welche durch die Grenzflächen der Eisen- und Siliziumschicht entstehen. Der Fit (blau) stimmt gut mit den Messergebnissen (rot) überein.

Die Messung von Probe S5 ist in Abb. 4.2 gezeigt. Hier kann man die Intensitätsoszillationen der einzelnen Schichten sehr gut erkennen. Die Grenzflächen der dickeren Schicht verursachen die Oszillationen mit dem Abstand  $\Delta q_1$ , welche von den Oszillationen mit dem Abstand  $\Delta q_2$  überlagert werden. Diese kommen durch die Interferenz der von den Grenzflächen der dünneren Schicht reflektierten Intensität zustande. Über Gl. 2.5 lassen sich die Schichtdicken abschätzen. Es ergibt sich aus  $\Delta q_1$  und  $\Delta q_2$  Dicken von  $D_1 = 221$  Å und  $D_2 = 110$  Å.

Die iXRR-Software ermöglicht eine genaue Bestimmung der Schichtdicken bzw. Rauheiten und eine Zuordnung zur Eisen- und Siliziumschicht (vgl. Tab. 4.2). Für die Eisenschicht ergibt sich eine Dicke von  $D_{\rm Fe} = 114$  Å und für die Siliziumschicht  $D_{\rm Si} = 220$  Å. Die abgeschätzten Schichtdicken stimmen bis auf einige Ångström mit den Fitergebnissen überein. Bei deutlich zu unterscheidenden Oszillationsabständen lassen sich also die Dicken der Schichten über Gl. 2.5 gut abschätzen.



Abbildung 4.3: XRR-Messung der Probe R5. Diese Probe weist eine sehr hohe Rauheit an den Grenzflächen der Schichten auf. Die Oszillationen ( $\Delta q_1$ ,  $\Delta q_2$ ) der einzelnen Schichten werden stark gedämpft. Trotz dieser hohen Rauheiten erfasst der Fit (blau) die Messdaten (rot) gut.

In Abb. 4.3 ist eine Messung der Probe R5 gezeigt. Die MgO/Fe Grenzfläche und die Oberfläche der Si-Schicht weisen sehr hohe Rauheiten auf. Man kann wieder erkennen, wie die Oszillationen der dickeren Eisenschicht mit dem Abstand  $\Delta q_1$  durch die Oszillationen der dünneren Siliziumschicht mit dem Abstand  $\Delta q_2$  überlagert werden. Die hohen Rauheiten führen dazu, dass die Oszillationen zu höheren Werten des Steuvektors q stark gedämpft werden. Die Schichtdicken und Rauheiten lassen sich auch hier präzise mit der iXRR-Software bestimmen. Der Eisenschicht kann eine Dicke von  $D_{\rm Fe} = 394$  Å und der Siliziumschicht von  $D_{\rm Si} = 135$  Å zugeordnet werden.



Abbildung 4.4: XRR Messung der Probe T4. Durch eine ungünstige Wahl der Siliziumschichtdicke liegen die Oszillationen der einzelnen Schichten eng beieinander. Es ist nur eine Oszillation ( $\Delta q_1$ ) deutlich zu erkennen. Die Dicke der Siliziumschicht lässt sich deshalb nicht eindeutig bestimmen, trotzdem erfasst der Fit (blau) die Messergebnisse (rot) gut.

Abb. 4.4 zeigt eine Messung der Probe T4. Obwohl es sich auch hier wieder um das MgO/Fe/Si-System handelt, sind nur die Oszillationen einer Schicht deutlich zu erkennen. Durch das iXRR-Programm lassen sich die Oszillationen der Eisenschicht der Dicke  $D_{\rm Fe} = 58$  Å zuweisen. Für die Dicke der Siliziumschicht ist es möglich verschiedene Werte anzufitten ohne das Resultat signifikant zu beeinflussen.

Als Ursache für dieses Phänomen kommt das Verhältnis zwischen der Eisen- und Siliziumschichtdicke in Frage. Bei der Präparation der Probe wurde für die Siliziumschicht eine ungünstige Dicke gewählt. Bei einer nahezu gleichen Schichtdicke liegen die Oszillationen der Siliziumschicht genau über den Oszillationen der Eisenschicht. Die Proben T5 und S4 zeigen ebenfalls dieses Verhalten. Nachdem dieser Effekt erkannt wurde, ist bei der Probenpräparation immer ein stark unterschiedliches Schichtdickenverhältnis von Fe- und Si-Schicht gewählt worden.



Abbildung 4.5: XRR Messung der Probe T2. Bei sehr dünnen Schichten kann man die Oszillationen keiner Schicht eindeutig zuordnen. Der Fit (blau) an die Messergebnisse (rot) erfolgt mit einer stärkeren Abweichung als bei den anderen Messdaten.

Bei den dünnsten in dieser Arbeit hergestellten Schichten lassen sich die Messdaten sehr schwer anfitten. In Abb. 4.5 ist die Messung von Probe T2 gezeigt. Die Oszillationen sind nicht gut ausgeprägt, man kann sie schlecht den einzelnen Schichten zuordnen. Der erstellte Fit weicht im Vergleich zu den übrigen Messungen stark von den Messergebnissen ab. Auch eine Erweiterung des Modells um Interfaceschichten hat keine besseren Fitergebnisse geliefert. Für die Eisenschicht ergibt sich eine Dicke von  $D_{\rm Fe} = 32$  Å und für die Siliziumschicht eine Dicke von  $D_{\rm Si} = 58$  Å. Die Probe T1 zeigt vergleichbare Messergebnisse mit entsprechend stark abweichendem Fit.

Fehlerabschätzungen für die ermittelten Größen lassen sich über die im iXRR-Programm implementierte goodness-of-fit (gof) machen. Diese gibt an, wie gut Fit und Messdaten übereinstimmen. Die Fehler in der Schichtdicke liegt bei einer Abweichung der gof von 5% unter einem Ångström. Deshalb wird im Folgenden auf eine Fehlerangabe verzichtet. In Tab. 4.1-4.3 sind die Fitergebnisse der einzelnen Messungen dargestellt. In Kammer T wurden alle Eisenfilme mit einer Aufdampfrate von 15 Å/h hergestellt. Die Rauheiten der Eisengrenzflächen sind bei allen Proben dieser Serie vergleichbar, sie liegt für beide Grenzflächen bei ca. 1-2 Monolagen. Beim Aufdampfen der Siliziumschicht sind starke Leistungsschwankungen aufgetreten. Dies ist eine mögliche Ursache für die hohe Rauheit der Oberfläche. Bei den Proben T1-T3 ist die Siliziumschicht sehr dünn. Möglicherweise ist ein Teil der Eisenschicht oxidiert.

In Kammer S wurden die Eisenfilme mit einer Aufdampfrate von 114 Å/h hergestellt. Die Rauheiten der einzelnen Grenzflächen sind mit denen der T-Serie vergleichbar.

Bei der R-Serie sollten alle Proben eine vergleichbare Dicke aufweisen und nur die Aufdampfrate variiert werden. Der Verdampfer wurde zwischen der Präparation von Probe R3 und R4 neu gefüllt. Dadurch wurde die Kalibrierung über den Verdampferquarz ungültig und die Schichtdicken von R4 und R5 weichen stärker von den vorhergehenden ab. Betrachtet man die Rauheiten, lässt sich bei der MgO/Fe-Grenzfläche eine Tendenz zu höheren Rauheiten bei steigender Aufdampfrate erkennen. Dies lässt sich damit begründen, dass bei hohen Raten die Atome während des Aufwachsens weniger Zeit haben sich auf der Oberfläche anzuordnen.

	MgO	Fe		Si		Anmerkung
Probe	$\sigma$ [Å]	D [Å]	$\sigma$ [Å]	D [Å]	$\sigma$ [Å]	
T1	2	20	4	37	5	Fit schwer anpassbar
T2	4	32	3	59	13	Fit schwer anpassbar
T3*	4	42	3	11	1	Fit gut anpassbar
T4	2	58	3	?	?	Si-Schicht beliebig
T5	2	78	2	?	?	Si-Schicht beliebig

**Tabelle 4.1:** XRR-Fitergebnisse der T-Serie.  $\sigma$  entspricht der Rauheit zwischen den Schichten und D gibt die Schichtdicke an. Bei allen Proben sind die Eisenschichten mit derselben Aufdampfrate von 15 Å/h hergestellt worden. Bei den Proben T4 und T5 tritt das in Abb. 4.4 gezeigte Verhalten auf. Die Siliziumschicht kann nicht eindeutig bestimmt werden. Die Probe T3 wurde nachgetempert (\*).

	MgO	Fe		S	li	Anmerkung
Probe	$\sigma$ [Å]	D [Å]	$\sigma$ [Å]	D [Å]	$\sigma$ [Å]	
S1	4	55	4	261	7	Fit gut anpassbar
S2	1	63	5	461	4	Fit gut anpassbar
S3	4	125	4	159	7	Fit gut anpassbar
S4	4	150	2	?	?	Si-Schicht beliebig
S5=R1	4	220	2	114	5	Fit gut anpassbar

**Tabelle 4.2:** XRR-Fitergebnisse der S-Serie.  $\sigma$  entspricht der Rauheit zwischen den Schichten und D gibt die Schichtdicke an. Bei allen Proben sind die Eisenschichten mit derselben Aufdampfrate von 114 Å/h hergestellt worden. Bei der Probe S4 tritt das in Abb. 4.4 gezeigte Verhalten auf. Die Siliziumschicht kann nicht eindeutig bestimmt werden.

	MgO	Fe			Si		Anmerkung
Probe	$\sigma$ [Å]	Rate $[Å/h]$	D [Å]	$\sigma$ [Å]	D [Å]	$\sigma$ [Å]	
R1=S5	4	114	220	2	114	5	Fit gut anpassbar
R2*	3	141	180	2	177	5	Fit gut anpassbar
R3	2	263	189	1	154	8	Fit gut anpassbar
R4	7	468	431	2	140	7	Fit mit hoher Rauheit
R5	9	709	394	2	135	7	Fit mit hoher Rauheit

**Tabelle 4.3:** XRR-Fitergebnisse der R-Serie.  $\sigma$  entspricht der Rauheit zwischen den Schichten und D gibt die Schichtdicke an. Es wurde versucht alle Proben mit der gleichen Schichtdicke herzustellen. Die Patrone des Eisenverdampfers musste zwischen der Präparation von R3 und R4 erneuert werden. Aus diesem Grund weichen die Schichtdicken voneinander ab. Probe R2 wurde nachgetempert (\*).

### 4.2. XRD-Messungen



Abbildung 4.6: XRD-Messung der Probe S5. Die reziproke *L*-Koordinate ist auf den reziproken MgO-Lagenabstand normiert. Der eingerahmte Fe(001)-Reflex ist in Abb. 4.7 für verschiedene Proben vergrößert dargestellt.

Mithilfe spekularer XRD-Messungen können die kristallinen Eigenschaften der Eisenschicht in vertikaler Richtung bestimmt werden. In Abb. 4.6 ist die XRD-Messung von Probe S5 ( $D_{\rm Fe} = 220 \,\text{\AA}$ ) gezeigt, wobei der Streuvektor auf den reziproken MgO-Lagenabstand normiert ist.

Da für die Gitterkonstante von Eisen  $c_{\rm Fe} \approx 1/\sqrt{2}c_{\rm MgO}$  gilt, liegt der Eisen(001)-Reflex

zwischen dem MgO(001)- und MgO(002)-Reflex. Über die relative Lage des Eisenreflexes lässt sich mit Gl. 2.11 die vertikale Gitterkonstante  $c_{\rm Fe}$  bestimmen. Aus der Halbwertsbreite des Reflexes lässt sich die vertikale Kristallitgröße  $D_{\rm Krist}$  abschätzen (vgl. Gl. 2.17).

Um Lage und Halbwertsbreite des Eisenreflexes zu bestimmen, ist das in der AG Wollschläger entwickelte Programm REFLEXFIT verwendet worden. Es wird dabei eine GAUSS- oder LORENTZ-Funktion an den Reflex gefittet, um entsprechende Größen zu erhalten.



**Abbildung 4.7:** XRD-Messungen des Fe(001)-Peaks der Proben R2\*/S5/T2. Die Probe R2\* zeigt LAUE-Oszillationen, was auf eine hohe Kristallinität zurückzuführen ist. Bei der dünnen Probe T2 ist der Eisenreflex sehr schwach ausgeprägt.

In Abb. 4.7 ist die Messung der Eisenreflexe der Proben R2<sup>\*</sup>, S5 und T2 vergrößert dargestellt. Die Messung von Probe S5 (blau) zeigt ein für fast alles repräsentatives Verhalten, nur die Proben T1, T2 und R2 weichen davon ab. Die angefittete LORENTZ-Funktion stimmt hier sehr gut mit den Messwerten überein. Es ergibt sich eine Gitterkonstante von  $c_{\rm Fe} = 2,845$  Å und eine vertikale Kristallitgröße von  $D_{\rm Krist} = 172$  Å. Die vertikale Kristallitgröße weicht ca. 21 % von der durch XRR ermittelten Schichtdicke ab. Bis auf die Proben R2, T1 und T2, die ein anderes Verhalten zeigen, wurde alle Messungen mit einer LORENTZ-Funktion angefittet.

Die spekularen Messungen des Eisenreflexes der getemperten Probe R2<sup>\*</sup> (grün) zeigt als einzige Messung deutliche LAUE-Oszillationen auf der spekularen Stange, was auf eine hohe Kristallinität der Eisenschicht hindeutet. Da die Halbwertsbreite oberhalb der LAUE-Oszillationen liegt, reicht es aus den Hauptreflex anzufitten. Für den Fit wurde eine GAUSS-Funktion verwendet. Es ergibt sich eine Gitterkonstante von  $c_{\rm Fe} = 2,855$  Å und eine vertikale Kristallitgröße von  $D_{\text{Krist}} = 161 \text{ Å}$ , welche ca. 10% von der Schichtdicke abweicht. Die zweite getemperte Probe T3 zeigt dieses Verhalten nicht.

Bei den Proben mit den dünnsten Eisenschichten T1 und T2 (rot) ist der Eisenreflex sehr schwach ausgeprägt. Diesen Messungen kann kein eindeutiger Fit mit GAUSSoder LORENTZ-Funktion zugewiesen werden. Beide Funktionen liefern ähnliche Ergebnisse und bilden den Reflex relativ gut nach. Dennoch muss aufgrund der schwachen Ausprägung des Reflexes von einem höheren Fehler des Fits ausgegangen werden. Es ergibt sich eine Gitterkonstante von  $c_{\rm Fe} = 2,835$  Å und eine vertikale Kristallitgröße von  $D_{\rm Krist} = 26$  Å, welche ca. 19% kleiner ist als die Schichtdicke. Des Weiteren zeigen die Messungen der MgO(001)-Reflexe der beiden Proben, dass diesen noch weiterere Reflexe überlagert sind (vgl. Abb. 4.8). Die Auswertung der Lage des Reflexes ergibt eine vertikale Gitterkonstante von ca. 4,212 Å, welche in etwa zur vertikalen Gitterkonstanten von FeO oder  $Fe_3O_4$  passt [40]. Eine mögliche Ursache für das Auftreten von Eisen *oxid* sind die relativ dünnen Siliziumschutzschichten dieser Proben (vgl. Tab. 4.1). Wenn die Schutzschichten nicht dick genug sind, diffundiert atmosphärischer Sauerstoff bis zur Eisenschicht. Gegen eine Oxidation mit atmosphärischen Sauerstoff spricht, dass bei der Probe T3, welche eine noch dünnere Schutzschicht aufweist, der Eisenoxidreflex nicht zu sehen ist. Eine weitere mögliche Ursache ist ein fehlerhaftes Substrat, das unterschiedliche vertikale Kristallite aufweist.

Alle Messungen bis auf die der Proben R2<sup>\*</sup>, T1 und T2 wurden mit einer LORENTZ-Funktion angefittet. Bei der Messung von Probe R2<sup>\*</sup> bildet die GAUSS-Funktion den Reflex besser nach. Bei den Proben T1 und T2 liefern beide Funktionen, aufgrund der schwach ausgeprägten Reflexe, vergleichbare Ergebnisse. Nach [41] geht das Reflexprofil mit zunehmender Defektanzahl in der Schicht von einem GAUSS-in ein LORENTZ-Profil über. Die hier untersuchten Schichten sind bis auf die nachgetemperte Probe R2<sup>\*</sup> sehr wahrscheinlich mit vielen Defekten behaftet.



Abbildung 4.8: XRD-Messungen des MgO(001)-Peaks der Proben S5 und T2. Bei der T2 Probe ist neben dem scharfen Substrat-Reflex deutlich ein zweiter, breiter Reflex zu erkennen. Die Auswertung dieses Reflexes spricht für einen Anteil kristallinen Eisenoxids in der Probe oder ein defektes Substrat.



Abbildung 4.9: Vertikale Gitterkonstanten der T-, S- und R-Serie. Es ist kein direkter Zusammenhang zwischen Schichtdicke und vertikaler Gitterkonstante zu erkennen. Die Gitterfehlanpassung zwischen MgO und Eisen führt zu einer tetragonalen Verzerrung des Eisenfilms, deshalb liegen die Gitterkonstanten der Schichten unter dem Volumenwert. Die nachgetemperten Proben T3\* und R2\* sind durch ausgefüllte Symbole gekennzeichnet.

In Abb. 4.9 sind die ermittelten vertikalen Gitterkonstanten der Eisenschichten gegen die aus den XRR-Messungen bestimmten Schichtdicken aufgetragen. Die vertikalen Gitterkonstanten der hergestellten dünnen Schichten liegen alle unter dem Volumen-Wert des Festkörpers, welcher bei 2,866 Å liegt. Dies ist in der Gitterfehlanpassung des Eisens an das MgO-Substrat begründet, wodurch eine tetragonale Verzerrung des Kristallgitters auftritt [6, 42]. Des Weiteren ist kein direkter Zusammenhang zwischen Schichtdicke und den vertikalen Gitterkonstanten zu erkennen.

Abb. 4.10 zeigt die ermittelten vertikalen Kristallitgrößen für die verschiedenen Eisenschichtdicken. Bis zu einer Schichtdicke von 220 Å liegt die vertikale Kirstallitgröße der Grenzflächen im Durchschnitt 19% unter der durch XRR ermittelten Schichtdicke, wobei die Rauheit der Schichten im Durchschnitt 8% beträgt. Man kann also folgern, dass die Eisenschicht fast vollständig kristallin vorliegt und einen sehr geringen amorphen Anteil besitzt. Dies gilt sowohl für die komplette T- und S-Serie als auch für die ersten drei Proben der R-Serie.

Bei den letzten beiden Proben der R-Serie (R4 und R5) liegt die vertikale Kristallitgröße sehr weit unter der Schichtdicke. Die Rauheiten der Eisenschichten sind im Vergleich zu den anderen Proben zwar deutlich höher, erklären aber nicht die starke Abweichung. Da die Schichtdicken weit von denen der anderen Proben abweichen, ist es schwer abzuschätzen, ob hier die Schichtdicke oder die Aufdampfrate die vertikale Kristallitgröße beeinflusst.



**Abbildung 4.10:** Vertikale Kristallitgröße der T-,S- und R-Serie. Die vertikale Kristallitgröße nimmt relativ zu größeren Schichdicken ab. Die nachgetemperten Proben T3\* und R2\* sind durch ausgefüllte Symbole gekennzeichnet.

### 4.3. MOKE-Messungen

Mithilfe der MOKE-Messungen lässt sich qualitativ das Verhalten des Magnetisierungsvektors der Proben bestimmen. Außerdem können Koerzitivfeld und Remanenz untersucht werden. Des Weiteren lässt sich aus den Messungen die Anisotropienergie berechnen.

### 4.3.1. Magnetisierungsvektor

Mithilfe des MOKE-Aufbaus kann das qualitative Verhalten des Magnetsierungsvektors für verschiedene Magnetisierungsrichtungen untersucht werden. Im Folgenden werden exemplarisch die Ergebnisse für zwei Magnetisierungsrichtungen der Probe T4 gezeigt. Zum einen wird das äußere Magnetfeld nahe einer magnetisch leichten Richtung angelegt( $\vec{H}$ ||Fe[010]), zum anderen wird das Verhalten nahe einer magnetisch schweren Richtung untersucht. Es wird nicht exakt die magnetisch schwere Richtung ( $\vec{H}$ ||Fe[110]) gezeigt, da sich die Magnetisierung in magnetisch schwerer Richtung fast genauso wie in einer magnetisch leichten Richtung verhält.



**Abbildung 4.11:** Komponenten des Magnetisierungsvektors  $\vec{M}$  der Probe T4. 1) nahe der magnetisch leichten Richtung ( $\vec{H}$ ||Fe[010]). Die  $\Theta_{M_y}$ - und  $\Theta_{M_z}$ -Komponente sind verglichen mit der  $\Theta_{M_x}$ -Komponente sehr klein. 2) nahe der magnetisch schweren Richtung ( $\vec{H}$ ||Fe[110]). Es tritt neben der  $\Theta_{M_x}$ -Komponente auch eine starke  $\Theta_{M_y}$ -Komponente auf. Die  $\Theta_{M_z}$ -Komponente ist wieder sehr schwach.

Abb. 4.11 zeigt die über Gl. 2.40 und Gl. 2.43 ermittelten Komponenten des Magnetisierungsvektors. In 1) sind die Ergebnisse für eine Magnetisierung nahe der magnetisch leichten Richtung gezeigt. Man kann erkennen, dass die  $\Theta_{M_r}$ -Komponente eine kastenförmige Hysterese aufweist. Bis zur Ummagnetisierung liegt die  $\Theta_{M_x}$ -Komponente in Sättigung vor und springt dann vollständig um. Die  $\Theta_{M_y}$ - und  $\Theta_{M_z}$ -Komponente sind außerhalb der Ummagnetisierung fast nicht vorhanden. In 2) ist des Verhalten der Magnetisierungskomponenten nahe einer magnetisch schweren Richtung gezeigt. Man kann erkennen, dass die  $\Theta_{M_x}$ -Komponente schon bei höheren Feldern abnimmt und während der Ummagnetisierung zwei Sprünge macht. Des Weiteren ist die  $\Theta_{M_y}$ -Komponente deutlich stärker ausgeprägt. Sie nimmt mit fallender Magnetfeldstärke zu und weist auch zwei Sprünge auf, die sich von den Sprüngen der  $\Theta_{M_x}$ -Komponente unterscheiden. Die  $\Theta_{M_z}$ -Komponente tritt nur während der Ummagnetisierung der  $\Theta_{M_x}$ -Komponente auf, wobei die hohen Ausschläge vermutlich durch die Verrechnung der Kurven entstehen und keinen physikalischen Hintergrund haben. Bei den Messungen der  $\Theta_{M_x}$ - und  $\Theta_{M_y}$ -Komponente nahe der magnetisch schweren Richtungen ist nicht immer die Sättigung erreicht worden. Diese wird nahe der magnetisch schweren Richtung erst bei hohen Feldern (>120 mT) erreicht, welche mit dem Polschuhabstand des im Aufbau verwendeten Magneten nicht erzeugt werden können. Es sei noch erwähnt, dass die optischen Bauteile möglicherweise durch das Magnetfeld beeinflusst werden und dadurch FARADAY- bzw. VOIGT-Effekt die Messungen stören könnten. Falls dies der Fall ist, sollten diese Effekte Fehler beim Bestimmen der  $\Theta_{M_u}$ -Komponente verursachen. Da diese aber im Folgenden aufgrund ihres geringen Einflusses nicht mehr betrachtet wird, sind diese Fehler vernachlässigbar. In Abb. 4.12 und Abb. 4.13 sind die über Gl. 2.44 und Gl. 2.45 bestimmten Beträge  $|\Theta_M|$  und Winkel  $\phi$  dargestellt. Es wird dabei die  $\Theta_{M_z}$ -Komponente nicht berücksichtigt. Jeweils in 1) ist wieder die Messung mit dem äußeren Feld nahe der magnetisch leichten



Abbildung 4.12: Betrag  $|\Theta_M|$  ohne Berücksichtigung der  $\Theta_{M_z}$ -Komponente der Probe T4 für zwei Magnetisierungsrichtungen. 1) nahe der magnetisch leichten Richtung ( $\vec{H}$ ||Fe[010]). Der Betrag sinkt während der Ummagnetisierung einmal fast auf Null. 2) nahe der magnetisch schweren Richtung ( $\vec{H}$ ||Fe[110]). Während der Ummagnetisierung bricht der Betrag zweimal ein.



Abbildung 4.13: Winkel  $\phi$  des Magnetisierungsvektors der Probe T4 für zwei Magnetisierungsrichtungen. Die gestrichtelten roten Linien entsprechen den magntisch leichten Richtungen. Die Pfeile kennzeichnen die Richtung des Ummagnetisierungsprozesses. 1) nahe der magnetisch leichten Richtung ( $\vec{H}$ ||Fe[010]). Die Magnetisierung macht nur einen Sprung während der Ummagnetisierung. 2) nahe der magnetisch schweren Richtung ( $\vec{H}$ ||Fe[110]). Beim Ummagnetisieren macht die Magnetisierung zwei Sprünge.

Richtung und in 2) die Messung nahe der magnetisch schweren Richtung gezeigt. Für die magnetisch leichte Richtung zeigen Abb. 4.12 und Abb. 4.13, dass die Magnetisierung nur einmal pro Ummagnetisierung bei einer Magnetfeldstärke von ca. 1 mT um 180° von einer magnetisch leichten Richtung in die andere springt. Der Betrag sinkt dabei fast auf Null ab.

Die Messungen nahe der magnetisch schweren Richtung zeigen pro Ummagnetisierung zwei Sprünge. Der Winkel nähert sich erst kontinuierlich der magnetisch leichten Richtung an, springt dann bei 0,6 mT um ca. 90° zur nächsten magnetisch leichten Richtung. Ab einer Magnetfeldstärke von ca. 10 mT erfolgt ein weiterer Sprung nahe an die nächste magnetisch leichte Richtung. Von da aus dreht sich die Magnetisierung wieder kontinuierlich. Der Betrag in der magnetisch schweren Richtung nimmt vor dem ersten Sprung relativ konstant ab. Während des ersten Sprungs sinkt der Betrag auf ca. 46 mdeg ab und springt dann wieder auf das Sättigungsniveau zurück. Nach dem zweiten Sprung steigt der Betrag langsam an.

Über die Polarplots in Abb. 4.14 lässt sich dieses Verhalten anschaulich erklären. Hier ist der Betrag  $|\Theta_M|$  gegen den Winkel  $\phi$  aufgetragen. In Sättigung liegt die Magnetisierung parallel zum äußeren Magnetfeld. Die Abweichung im Polarplot lässt sich durch Ungenauigkeiten des Messaufbaus erklären. Wenn z.B. die Kante der Probe nicht genau zum Magnetfeld ausgerichtet ist, tritt ein Offset in den gemessenen Winkeln auf. Durch das Drehen des schweren Magneten kann die Probe auch dejustiert werden, so dass Abweichungen in den  $\Theta_{M_y}$ -Messungen auftreten. Eine weitere Ursache kann die ungenaue Einstellung der Eingangspolarisation sein. Bei den Messungen nahe der magnetisch schweren Richtung wird zusätzlich die Sättigung nicht erreicht, was zu einem weiteren Offset im Winkel führen kann.

In 1) ist wieder die Messung nahe der magnetisch leichten Richtung gezeigt. Wird das äußere Magnetfeld nun heruntergefahren, bleibt die Magnetisierung bis zur Remanenz als Ganzes in der magnetisch leichten Richtung, da diese energetisch am günstigsten ist. Nach Umpolen des Magnetfeldes wirkt das äußere Magnetfeld der Magnetisierung entgegen. Wenn das Magnetfeld nun stark genug ist, springen die einzelnen magnetischen Momente gleichmäßig in die entgegengesetzte magnetisch leichte Richtung. Der Magnetisierungsvektor setzt sich aus zwei entgegengesetzten Teilvektoren zusammen. Dies führt dazu, dass der Betrag der Magnetisierung während des Umklappens fast auf Null sinkt. In Abb. 4.14 2) ist der Polarplot für die Messung der magnetisch schweren Richtung gezeigt. In Sättigung zwingt das äußere Magnetfeld die Magnetisierung nahe an die energetisch ungünstige magnetisch schwere Richtung. Wird nun das äußere Feld reduziert, dreht sich die Magnetisierung als Ganzes langsam in die nächstgelegene magnetisch leichte Richtung. Bis zur Remanenz bleibt die Magnetisierung in der magnetisch leichten Richtung. Wird nun das Magnetfeld umgepolt, springen ab einem Gegenfeld von ca. 0,6 mT nach und nach die einzelnen magnetischen Momente in die nächstgelegene magnetisch leichte Richtung, welche in diesem Fall bei 49° liegt. Dies führt zum ersten Einbruch im Betrag. Dieser Einbruch ist nicht so stark wie in 1), da der Magnetisierungsvektor sich hier aus zwei Teilvektoren zusammensetzt, zwischen denen ein Winkel von 90° liegt. Das Umklappen der einzelnen Momente passiert so lange, bis die Magnetisierung vollständig in der zweiten magnetisch leichten Richtung liegt. Erhöht man das Magnetfeld noch weiter, wird die Magnetisierung langsam wieder in die magnetisch schwere Richtung gezwungen, dabei springen einige magnetische Momente in die nächste magnetisch leichte Richtung bei 319°. Das erklärt den zweiten Einbruch im Betrag. Wird das Magnetfeld noch weiter erhöht, wird die Magnetisierung vollständig in die magnetisch schwere Richtung gezwungen.

Die hier gezeigten exemplarischen Messungen wurden für jede Probe für 81 Ausrichtungen gemacht und ausgewertet. Grundsätzlich lässt sich das Verhalten der Magnetisierung mit dem in [20] entwickelten Modell erklären: In Sättigung liegt die Magnetisierung parallel zum äußeren Magnetfeld. Wird das Magnetfeld zurückgefahren, dreht sich die Magnetisierung in die nächstgelegene magnetisch leichte Richtung. Nach Umpolen des Magnetfeldes springen ab einer gewissen Feldstärke einzelne magnetische Momente in die nächste in Magnetfeldrichtung gelegene magnetisch leichte Richtung. Es können dabei hin zu stärkeren Magnetfeldern weitere Sprünge in magnetisch leichte Richtungen über die Magnetfeldrichtung hinaus auftreten. Wurde das äußere Magnetfeld nahe einer magnetisch leichten oder exakt parallel zu einer magnetisch schweren Richtung angelegt, existiert keine bevorzugte magnetisch leichte Richtung, in die einzelne Momente springen können. Die beiden nächsten magnetisch leichten Richtungen sind gleich weit von der Magnetisierung entfernt. Die einzelnen magnetischen Momente springen hier direkt über die  $\pm 90^{\circ}$  gelegenen magnetisch leichten Richtung in die gegenüberliegende magnetisch leichte Richtung.

Teilweise sind Messungen aufgetreten, die sich über dieses Modell nicht erklären lassen. In Abb. 4.15 sind exemplarisch zwei Messungen gezeigt. In 1) ist eine Messung nahe einer magnetisch schweren Richtung der Probe R5 gezeigt. Bei ca. 35° treten weitere Sprünge und ein Betragseinbruch in der Magnetisierung auf. In 2) ist eine Messung 10° neben einer magnetisch leichten Richtung der Probe T3 gezeigt. Es treten Schwankungen im Betrag der Magnetisierung auf. Eine mögliche Erklärung für diese Messungen ist der Einfluss der  $\Theta_{M_z}$ -Komponente, die bei der Berechnung des Betrags und des Winkels der Magnetisierung vernachlässigt wurden. Eine weitere Möglichkeit sind Ungenauigkeiten in der Verrechnung der  $\Theta_{M_x}$ - und  $\Theta_{M_y}$ -Komponente. Durch Drehen des Magneten kann die Probenausrichtung dejustiert werden, wodurch die  $\Theta_{M_x}$ -Komponente bei einer anderen Probenausrichtung bestimmt wird wie die  $\Theta_{M_y}$ -Komponente.

#### 4.3.2. Koerzitivfeld

In Abb. 4.16 und 4.17 sind die Koerzitivfelder  $H_C$  der  $\Theta_{M_x}$ -Komponente und der  $\Theta_{M_y}$ -Komponente für verschiedene Probenwinkel gezeigt. In Abb. 4.16 1) ist die Messung von  $H_C$  aus den  $\Theta_{M_x}$ -Hysteresen der nachgetemperten Probe R2<sup>\*</sup> gezeigt. Man kann deutlich eine vierzählige Struktur erkennen, der eine zweizählige Struktur überlagert ist. Das Maximum der breiten Peaks liegt in den magnetisch leichten Richtungen, welche aufgrund des um 45° verdrehten Aufwachsens bei 45°, 135°, 225° und 315° liegen. In den magnetisch schweren Richtungen treten scharfe Peaks auf. Über die Symmetrie dieser Messungen kann man Rückschlüsse auf die Kristallinität der Probe ziehen. Je symmetrischer die Struktur, umso höher ist die Kristallinität.

In 2) sind die Messungen von  $H_C$  aus den  $\Theta_{M_y}$ -Hysteresen gezeigt. Die scharfen Peaks entsprechen den magnetisch schweren Richtungen. Wenn diese Peaks gut ausgeprägt



Abbildung 4.14: Polarplot des Betrags  $|\Theta_M|$  gegen den Winkel  $\phi$  des Magnetisierungsvektors der Probe T4. Die gestrichtelten roten Linien entsprechen den magnetisch leichten Richtungen. Die grüne gestrichelte Linie gibt die Richtung des äußeren Magnetfeldes an. Die Pfeile kennzeichnen die Richtung des Ummagnetisierungsprozesses. 1) nahe der magnetisch leichten Richtung ( $\vec{H}$ ||Fe[010]). 2) nahe der magnetisch schweren Richtung ( $\vec{H}$ ||Fe[110]).



Abbildung 4.15: Polarplot des Betrags  $|\Phi_M|$  gegen den Winkel  $\phi$  des Magnetisierungsvektors. Die gestrichtelten roten Linien entsprechen den magnetisch leichten Richtungen. Die grüne gestrichelte Linie gibt die Richtung des äußeren Feldes an. Die Pfeile kennzeichnen die Richtung des Ummagnetisierungsprozesses. In 1) nahe der magnetisch schweren Richtung der Probe R5. Es treten zusätzliche Sprünge und Betragseinbrüche auf. In 2) 10° neben magnetisch leichter Richtung der Probe T3. Man kann deutlich Schwankungen im Betrag erkennen. )

sind, lässt sich die Lage der magnetisch schweren Richtungen sehr genau bestimmen. Die Abb. 4.17 zeigt die Messung der Probe T1, es ist keine klare Struktur auszumachen. Die Messungen der anderen Proben liegen qualitativ zwischen den gezeigten Messungen, wobei keine Systematik zu erkennen ist. Eine mögliche Ursache könnte die relativ schlechte Auflösung der Messungen sein, da pro Probe nur 81 Winkel untersucht wurden. Es ist aber wahrscheinlicher, dass die Messungen mit der niedrigen Symmetrie eine niedrige Kristallinität aufweisen. Es sei noch erwähnt, dass es schon gelungen ist theoretische Modelle an qualitativ bessere Messungen dieses Materialsystems zu fitten [43].



Abbildung 4.16: Koerzitivfeld  $H_C$  der nachgetemperten Probe R2<sup>\*</sup> über den Probenwinkel  $\alpha$  aufgetragen. In 1) ist  $H_C$  aus den Messungen der  $\Theta_{M_x}$ -Komponente gezeigt. Die magnetisch leichten Richtungen sind rot gestrichelt eingezeichnet. Man kann eine vierzählige Struktur erkennen, der eine zweizählige Struktur überlagert ist. In den magnetisch schweren Richtungen sind scharfe Peaks zu erkennen. In 2) ist  $H_C$  aus den Messungen der  $\Theta_{M_y}$ -Komponente gezeigt. In den schweren Richtung sind klare Peaks zu erkennen.

#### 4.3.3. Remanenz

In Abb. 4.18 sind für Probe R4 die ermittelten Remanenzen  $\Theta_{K,Rem}$  der  $\Theta_{M_x}$ - und  $\Theta_{M_y}$ -Hysteresen für verschiedene Magnetisierungsrichtungen dargestellt. Es ist eine vierzählige kreisförmige Struktur zu erkennen, die sich aus den Remanenzen der  $\Theta_{M_x}$ - und  $\Theta_{M_y}$ -Hysteresen zusammensetzt. Bei einer Magnetisierung entlang einer magnetisch leichten Richtung ist die Remanenz  $\Theta_{K,Rem}$  in den  $\Theta_{M_x}$ -Hysteresen maximal und in den  $\Theta_{M_y}$ -Hysteresen Null. Magnetisiert man entlang einer magnetisch schweren Richtung, ist die Remanenz in den  $\Theta_{M_x}$ -Hysteresen minimal und in den  $\Theta_{M_y}$ -Hysteresen maximal. Des Weiteren sind die Remanenzen in den  $\Theta_{M_x}$ -Hysteresen immer deutlich größer als die der  $\Theta_{M_y}$ -Hysteresen.

Bis auf die Proben T1 und T5 ist bei allen Messungen die vierzählige Struktur gut zu erkennen. In Abb. 4.19 sind die Remanenzen  $\Theta_{K,Rem}$  der Hysteresen für Probe T5 gezeigt. Die vierzählige Struktur der Remanenz  $\Theta_{K,Rem}$  aus den  $\Theta_{M_x}$ -Hysteresen ist durch



Abbildung 4.17: Koerzitivfeld  $H_C$  der Probe T1 über den Probenwinkel  $\alpha$  aufgetragen. Die magnetisch leichten Richtungen sind rot gestrichelt eingezeichnet. In 1) ist  $H_C$  aus den Messungen der  $\Theta_{M_x}$ -Komponente gezeigt. In 2) ist  $H_C$  aus den Messungen der  $\Theta_{M_y}$ -Komponente gezeigt. In beiden Messungen ist keine klare Struktur zu erkennen.

eine überlagerte zweizählige Struktur gestört. Der Verlauf der Remanenz  $\Theta_{K,Rem}$  aus den  $\Theta_{M_y}$ -Hysteresen entspricht dem der anderen Proben. Eine mögliche Ursache für dieses Verhalten ist eine gestufte Struktur der Eisenoberfläche [29], welche durch ein fehlerhaftes MgO-Substrat entstanden sein könnte.

In [20] wurde ein Modell entwickelt, mit dem man die richtungsabhängigen Remanenzen beschreiben kann. Die Magnetisierung liegt in Remanenz immer in magnetisch leichter Richtung, da sich hier das Minimum der freien Energie befindet. In dem vorgestellten Modell dreht sich die Magnetisierung als Ganzes aus der Sättigung in die Remanenz. Aus Abb. 4.20 lassen sich für die  $\Theta_{M_x}$ - und  $\Theta_{M_y}$ -Komponente in Remanenz die Beziehungen  $\Theta_{M_x} = |\Theta_{M,Rem}| \cos(\beta)$  und  $\Theta_{M_y} = |\Theta_{M,Rem}| \sin(\beta)$  ableiten. Wird die Probe rotiert, verändert sich auch  $\beta$  entsprechend. Der maximale Winkel zwischen Magnetisierung und x-Achse beträgt aufgrund der Lage der magnetisch leichten Richtungen 45°, somit ergibt sich für  $\beta$  ein Wertebereich von  $\pm$  45°. Dies wird numerisch über eine Sägezahnfunktion berücksichtigt. Des Weiteren wird für die Fits noch ein konstanter Offtset benötigt, der mögliche isotrope Beträge zur Magnetisierung berücksichtigt.

In Abb. 4.18 2) und Abb. 4.19 2) sind die entsprechenden Fits für die aus den  $\Theta_{M_x}$ -Hysteresen ermittelten Remanenzen gezeigt. Für die Fits der Proben T1 und T5 wurden die verrauschten Bereiche nicht berücksichtigt.

In Abb. 4.21 ist die aus den Remanenzen ermittelte Amplitude  $|\Theta_{M,Rem}|$  gegen die Schichtdicke  $D_{Fe}$  des Eisenfilms aufgetragen. Sowohl für die T-Serie als auch für die S-Serie ergibt sich jeweils ein linearer Zusammenhang zwischen Schichtdicke und Remanenz. Über eine lineare Regression lassen sich die Gleichungen

$$|\Theta_{\mathrm{M,Rem}}|_T = 0,7[\mathrm{mdeg}/\mathrm{\AA}] D_{\mathrm{Fe}} + 18\,[\mathrm{mdeg}]$$

$$(4.1)$$

$$|\Theta_{\mathrm{M,Rem}}|_{S} = 0,6[\mathrm{mdeg}/\mathrm{\AA}] D_{\mathrm{Fe}} - 13\,[\mathrm{mdeg}]$$

$$(4.2)$$

bestimmen.Vergleicht man die Regressionsergebnisse, fällt auf, dass die Steigungen in etwa gleich sind und die Ordinatenabschnitte sich deutlich unterscheiden. Der negative Ordinatenabschnitt der S-Serie deutet an, dass ein Teil der Eisenschicht nicht ferromagnetisch ist. Man spricht hier auch von einer magnetisch toten Schicht. Eine weitere Möglichkeit ist, dass die Linearität für dünnen Schichten nicht mehr gegeben ist und die Stärke der Remanenz hin zu dünnen Schichten asymptotisch verläuft. Bis auf die beiden dicksten Proben liegen die Messpunkte der R-Serie in etwa auf der Ausgleichsgeraden der S-Serie, was vermuten lässt, dass bis zu einer Schichtdicke von ca. 220 Å die Remanenz von der Aufdampfrate unabhängig ist.



Abbildung 4.18: In 1) sind die Remanenzen  $\Theta_{K,Rem}$  der Probe T4 aus den  $\Theta_{M_x}$ -Hysteresen (blau) und den  $\Theta_{M_y}$ -Hysteresen (grün) über den Probenwinkel  $\alpha$  aufgetragen. Man kann deutlich eine vierzählige Struktur erkennen. In den magnetisch leichten Richtungen (rot) ist die Remanenz  $\Theta_{K,Rem}$  aus den  $\Theta_{M_x}$ -Hysteresen maximal und aus den  $\Theta_{M_y}$ -Hysteresen Null. In magnetisch schwerer Richtung ist die Remanenz  $\Theta_{K,Rem}$  in den  $\Theta_{M_x}$ -Hysteresen minimal und in den  $\Theta_{M_y}$ -Hysteresen maximal. In 2) ist die Remanenz aus den  $\Theta_{M_x}$ -Hysteresen mit dem entsprechenden Fit (schwarz) dargestellt. Der Fit stimmt gut mit den Messdaten überein.



**Abbildung 4.19:** In 1) sind die Remanenzen  $\Phi_{K,Rem}$  der Probe T5 aus den  $\Theta_{M_x}$ -Hysteresen (blau) und den  $\Theta_{M_y}$ -Hysteresen (grün) über den Probenwinkel  $\alpha$  aufgetragen. Die magnetisch leichten Richtungen sind rot gestrichelt dargestellt. Der vierzähligen Struktur ist eine zweizählige Struktur überlagert. In 2) ist die Remanenz aus den  $\Theta_{M_x}$ -Hysteresen mit dem entsprechenden Fit (schwarz) dargestellt, wobei die Messpunkte (\*) von 91° bis 167° und 271° bis 347° nicht berücksichtigt werden.



**Abbildung 4.20:** Schematische Darstelltung der Magnetisierung in Remanenz. Der Probenwinkel beträgt hier 0°. Es gilt  $M_x = |M| \cos(\beta)$  und  $M_y = |M| \sin(\beta)$  bzw. für den KERR-Winkel  $\Theta_{M_x} = |\Theta_{M,Rem}| \cos(\beta)$  und  $\Theta_{M_y} = |\Theta_{M,Rem}| \sin(\beta)$ .



Abbildung 4.21: Amplituden  $|\Theta_{M,Rem}|$  der Remanenz gegen die Schichtdicke  $D_{Fe}$  aufgetragen. Man kann für die T- und S-Serie jeweils einen linearen Zusammenhang ausmachen. Die ersten Punkte der R-Serie stimmen mit der Ausgleichsgerade der S-Serie überein. Die nachgetemperten Proben T3\* und R2\* sind durch ausgefüllte Symbole gekennzeichnet.

#### 4.3.4. Anisotropie

Aus den  $\Theta_{M_x}$ -Hysteresen können die auf die Sättigungsmagnetisierung normierten Anisotropiekoeffizienten  $K_1^{\text{eff}}/M_{\text{sat}}$  bestimmt werden. Man muss dabei beachten, dass diese Koeffizienten keiner direkten physikalischen Größe entsprechen, sondern nur Koeffizienten einer geeigneten Entwicklung sind. In diesem Fall werden die Richtungskosinus als Basis verwendet.

In Abb. 4.22 sind exemplarisch die Magnetisierungsenergien  $E_{\rm M}$ , welche aus den  $\Theta_{M_x}$ -Hysteresen ermittelt wurden, über den Probenwinkel  $\alpha$  der Probe S4 aufgetragen. Mittels eines entsprechenden Fits können nun die normierte Anisotropiekonstanten  $K_1^{\rm eff}/M_{\rm sat}$ bestimmt werden. Man kann eine deutliche Abweichung des Fits und der Magnetisierungsenergien  $E_{\rm M}$  in den magnetisch schweren Richtungen erkennen. Dies kann teilweise dadurch erklärt werden, dass bei den Messungen in magnetisch schwerer Richtung die Sättigungsmagnetisierung aufgrund zu schwacher Magnetfelder nicht erreicht wurde. Andere Erklärungen für diese Abweichungen werden später noch diskutiert. Des Weiteren sollte die Magnetisierungsenergie in magnetisch leichter Richtung theoretisch Null sein. Die hier beobachtete Abweichung ist durch das Rauschen der gemessenen Hysteresen begründet. Alle Proben zeigen dieses Verhalten.

In Abb. 4.23 sind die ermittelten normierten Anisotropiekoeffizienten  $K_1^{\text{eff}}/M_{\text{sat}}$  gegen die Eisenschichtdicke  $D_{\text{Fe}}$  aufgetragen. Man kann erkennen, dass die einzelnen Werte

stark um den Volumenwert schwanken. Hin zu dünneren Schichten ist eine Tendenz zu kleineren Anisotropiekonstanten zu erkennen. Der Grund dafür ist, dass bei dünnen Schichten die Oberflächenanisotropie stärker ins Gewicht fällt.



Abbildung 4.22: Aus den  $\Theta_{M_x}$ -Hysteresen der Probe S4 ermittelte Magnetisierungsenergie  $E_{\rm M}$  über den Probenwinkel  $\alpha$  aufgetragen. Die magnetisch leichten Richtungen sind rot gestrichelt eingezeichnet. Über den Fit (schwarz) lässt sich die normierte Anisoptropiekonstante  $K_1^{\rm eff}/M_{\rm sat}$  bestimmen. In den magnetisch schweren Richtungen ist eine deutliche Abweichung von Magnetisierungsenergie  $E_{\rm M}$  und Fit zu erkennen.



**Abbildung 4.23:** Anisotropiekonstante  $K_{\text{eff}}^1 / M_{sat}$  gegen die Eisenschichtdicke  $D_{\text{Fe}}$  aufgetragen. Mit zunehmender Schichtdicke steigt die Anisotropiekonstante tendenziell an. Die nachgetemperten Proben T3<sup>\*</sup> und R2<sup>\*</sup> sind durch ausgefüllte Symbole gekennzeichnet.

# 5. Diskussion

In Folgenden werden die Ergebnisse der einzelnen Messmethoden miteinander verknüpft, um generelle Aussagen über das untersuchte Materialsystem zu treffen.

Grundsätzlich lassen sich die XRR-Messungen über das in Abb. 4.1 dargestellte Dreischichtmodell (MgO/Fe/Si) sehr gut erfassen. Es deutet nichts auf Interface- oder Mischschichten hin. Auch Proben mit sehr hohen Rauheiten werden durch das Modell gut beschrieben.

Einzig die Messungen der dünnen Proben T1 und T2 lassen sich durch dieses Modell nicht beschreiben. Eine Erklärung dafür liefern die XRD-Messungen, welche zeigen, dass ein Teil der Eisenschicht möglicherweise oxidiert ist. Die Oxidation mit atmosphärischem Sauerstoff durch die Siliziumschicht ist dabei sehr unwahrscheinlich, da die Probe T3\* mit noch dünnerer Siliziumschicht keine Eisenoxidreflexe in den XRD-Messungen zeigt. Die Oxidation hat wahrscheinlich während des Aufdampfprozesses stattgefunden. Um auch diese oxidierten Schichten mit zu erfassen, muss das verwendete XRR-Modell entsprechend erweitert werden.

Vergleicht man die aus den XRD-Daten ermittelte vertikale Kristallitgröße  $D_{\rm krist}$  mit den aus den XRR-Messungen bestimmten Schichtdicken  $D_{\rm Fe}$ , zeigt sich, dass die Eisenschichten bis zu einer Schichtdicke von ca. 220 Å fast vollständig kristallin vorliegen. Bei den beiden dickeren Proben R4 und R5 liegt die vertikale Kristallitgröße deutlich unter der Schichtdicke. Hier liegen möglicherweise mehrere Kristallite mit vergleichbarer Größe vor, was zu einer Überlagerung der Reflexe in den XRD-Messungen führt, oder es existiert ein großer, nicht kristalliner Bereich.

Die XRD-Messungen zeigen bis auf die nachgetemperte Probe R2\* keine LAUE-Oszillationen des Eisenreflexes. Die wahrscheinlichste Ursache für die fehlenden Oszillationen sind Defekte in der Kristallschicht wie z.B. Punktdefekte, die die langreichweitige Ordnung stören. Dies wird durch die MOKE-Messungen gestützt, da die Koerzitivfelder in Abhängigkeit der Probenausrichtung nur schwach ausgeprägte Symmetrien zeigen.

Das Nachtempern hat sich als gutes Mittel erwiesen, um die Kristallinität der Eisenschichten zu erhöhen. Bei Probe T3\* konnte durch Heizen die Kristallstruktur deutlich verbessert werden, was entsprechende LEED-Aufnahmen bestätigen. Die Probe R2\* zeigt sowohl in den XRD-Messungen LAUE-Oszillationen als auch in den MOKE-Messungen die höchste Symmetrie in den Koerzitivfeldern.

Des Weiteren kann man den Messdaten entnehmen, dass in einem Schichtdickenbereich von ca. 40 Å bis 220 Å die Aufdampfrate im Bereich von ca. 15 Å/h bis 260 Å/h die kristallinen Eigenschaften der Eisenschicht nicht beeinflusst. Dünnere Proben zeigen Anzeichen für eine mögliche Oxidation. Bei den dickeren Proben R4 und R5 mit höheren Aufdampfraten ist eine deutliche Abnahme der vertikalen Kristallitgröße und eine Zunahme der Rauheiten der Grenzfläche zu erkennen.

Die vertikalen Gitterkonstanten der Schichten liegen wie erwartet aufgrund der lateralen Gitterfehlanpassung unter dem Volumenwert des Eisens. Mit zunehmender Schichtdicke sollte sich die vertikale Gitterkonstante dem Volumenwert annähern, da die Gitterfehlanpassung vor allem die Schichten nah an der Grenzfläche beeinflusst. Tendenziell ist dieses Verhalten auch in den XRD-Messungen zu erkennen, es ist jedoch schwer einen funktionalen Zusammenhang herzustellen.

Uber die MOKE-Messungen lässt sich qualitativ das Verhalten der Magnetisierung untersuchen. Bei allen Proben lässt sich das typische Ummagnetsierungsverhalten eines Films mit zwei orthogonalen magnetisch leichten Achsen nachweisen. Des Weiteren treten vor allem bei dickeren Proben zusätzliche Sprünge in der Magnetisierung und Einbrüche im Betrag auf. In diesen Fällen reicht das in [20] vorgestellte Modell nicht aus, um das Verhalten der Magnetisierung für alle Probenausrichtungen zu beschreiben. Dies kann zum einen daran liegen, dass die Näherung  $M_z = 0$  nicht zulässig ist. Zum anderen kann eine leichte Dejustage nach Drehen des Magneten auftreten. Dadurch würden zwei nicht exakt gleiche Probenrichtungen miteinander verrechnet werden und das Ergebnis würde entsprechend beeinflusst. Dieser Fehler würde besonders stark bei den Probenausrichtungen auftreten, in denen kleine Winkeländerungen starke Änderungen der Magnetisierungskurve hervorrufen. In Zukunft muss das Modell entsprechend erweitert werden bzw. es muss untersucht werden in wieweit die Dejustage durch Drehen des Magneten die Messungen beeinflusst.

Die Untersuchung der Remanenzen hat gezeigt, dass sowohl für die T-Serie als auch für die S-Serie ein linearer Zusammenhang zwischen Schichtdicke und Stärke der Remanenz besteht. Die Remanenz nimmt mit zunehmender Schichtdicke bei beiden Serien in etwa gleich stark linear zu. Der Ordinantenabschnitt unterscheidet sich hingegen deutlich, für die S-Serie ergibt sich sogar ein negativer Wert. Erst ab einer Schichtdicke von ca. 20 Å tritt hier Remanenz auf. Für diesen Unterschied lassen sich direkt aus den Röntgenmessungen keine strukturellen Ursachen ableiten. Eine mögliche Ursache sind die unterschiedlichen Präparationsbedingungen, wie z.B. die Substrattemperatur während des Ausheilens oder die unterschiedlichen Aufdampfwinkel. In [42] wurde gezeigt, dass der Aufdampfwinkel die magnetischen Eigenschaften von Eisenfilmen beeinflussen kann. Durch Variation des Aufdampfwinkels tritt eine zusätzliche uniaxiale Anisotropie auf.

Des Weiteren fällt auf, dass die ersten drei Proben der R-Serie auf der Ausgleichsgeraden der S-Serie liegen. Bis zu einer Schichtdicke von ca. 220 Å ist die Remanenz unabhängig von der Aufdampfrate im Bereich von ca. 114 Å/h bis 260 Å/h. Dies bestätigt die Abhängigkeit der magnetischen Eigenschaften von den Präparationsbedingungen, da die Sund R-Serie unter gleichen Bedingungen in der selben UHV-Kammer hergestellt wurden. Die Proben R4 und R5 weichen relativ stark von dieser Geraden ab. Die Ursache für diese Abweichung ist möglicherweise durch die hohen Rauheiten der Grenzflächen oder durch die vertikale Kristallitgröße begründet. Eine Abhängigkeit von höheren Aufdampfraten lässt sich deshalb nicht direkt folgern.

Die aus den  $\Theta_{M_x}$ -Magnetisierungskurven ermittelten Magnetisierungsenergien weisen nicht die erwartete  $\sin^2(x)$ -Form auf. In den schweren Richtungen sind die Magnetisierungsenergien deutlich überhöht. Teilweise lässt sich dies dadurch begründen, dass in den schweren Richtungen die Sättigung nicht erreicht wird und somit beim Normieren Fehler auftreten. Des Weiteren ist das hier verwendete Verfahren bis jetzt nur für ultradünne Schichten eingesetzt worden. Diese Schichten zeichnen sich dadurch aus, dass kein Domänenzerfall während des Ummagnetisierens stattfindet. Die Vektor-MOKE-Auswertungen zeigen für die hier untersuchten Proben während des Ummagnetisierens jedoch eindeutige Domanenzerfälle. In diesem Sinne ist fraglich, ob das hier verwendete
Verfahren zulässig ist bzw. ob es so erweitert werden kann, dass der Domänenzerfall berücksichtigt wird.

In Abb. 5.1 ist das Produkt  $K_1^{\text{eff}}/M_{\text{sat}} \cdot D_{\text{Fe}}$  gegen die Schichtdicke  $D_{\text{Fe}}$  aufgetragen. Hier kann durch einen linearen Fit gemäß Gl. 2.65 aus der Steigung der Volumenbeitrag  $K_1^V/M_{\text{sat}}$  und aus dem Ordinatenabschnitt der Oberflächenbetrag  $K_1^S/M_{\text{sat}}$  der normierten Anisotropiekonstante bestimmt werden. Auch hier sei angemerkt, dass diese Aufspaltung eigentlich nur für ultradünne Schichten gilt. Für die T-Serie ergibt sich  $K_1^V/M_{\text{sat}}=25,8$  mT und  $K_1^S/M_{\text{sat}}=91,9$  mT. Der Fit für die S-Serie liefert  $K_1^V/M_{\text{sat}}=32,9$  mT und  $K_1^S/M_{\text{sat}}=295,7$  mT. In [32] wurden die Anisotropiekonstanten von Eisen auf verschiedenen Substraten über ferromagnetische Resonanzspektroskopie (FMR) untersucht. Allgemein ist für die normierte in-plane Anisotropiekonstante von Eisen der Volumenbeitrag  $K_1^V/M_{\text{sat}}=27,5$  mT und der Oberflächenbeitrag  $K_1^S/M_{\text{sat}}=125$  mT ermittelt worden.

Vergleicht man die FMR-Messungen mit den MOKE-Messungen ergibt sich bei der T-Serie ein Unterschied von 7% im Volumen- bzw. 26% im Oberflächenanteil. Für die S-Serie ergeben sich deutlich stärkere Abweichungen: im Volumenanteil 20% und im Oberflächenanteil über 200%. Die geringere Abweichung in der T-Serie lässt sich dadurch erklären, dass die Proben hier wesentlich dünner sind, also näher am Limit für ultradünne Schichten liegen als die der S-Serie. Die oben beschriebenen Fehler fallen hier weniger stark ins Gewicht. Es muss auch beachtet werden, dass die beiden Proben T1 und T2 teilweise oxidiert sein könnten, wodurch die Ergebnisse möglicherweise beeinflusst wurden.

Aus dem Abzissenabschnitt der Geraden lässt sich der Phasenreorientierungsübergang bestimmen [30]. Für die T-Serie ergibt sich ab einer Schichtdicke von  $D_{\rm Fe} \approx 5$  Å und für die S-Serie ab einer Schichtdicke von  $D_{\rm Fe} \approx 13$  Å ein Übergang von einer out-of-plane-Anisotropie hin zur in-plane-Anisotropie.



**Abbildung 5.1:**  $K_{\text{eff}}^1/M_{\text{sat}} \cdot D_{\text{Fe}}$  gegen Schichtdicke  $D_{\text{Fe}}$  aufgetragen. Über lineare Fits lassen sich Volumen- und Oberflächenbeitrag der normierten Anisotropiekonstante  $K_{\text{eff}}^1/M_{\text{sat}}$  bestimmen. Die gestrichelte Linie zeigt die aus FMR-Messungen bestimmten Werte. Die nachgetemperten Proben T3\* und R2\* sind durch ausgefüllte Symbole gekennzeichnet.

# 6. Zusammenfassung und Ausblick

Gegenstand dieser Arbeit ist die Charaktiersierung dünner Eisenschichten auf Magnesiumoxidsubstraten mittels XRR-, XRD- und MOKE-Messungen. Die untersuchten Parameter sind Schichtdicke und Aufdampfrate.

Die Ergebnisse dieser Arbeit zeigen, dass für die Auswertung der Röntgenreflektometrie-Messungen ein einfaches Dreischichtmodell ausreicht, um das Materialsystem (MgO/Fe/-Si) zu beschreiben. Strukturelle Untersuchungen durch Röntgenbeugung ergeben, dass die Eisenschichten fast vollständig kristallin aufwachsen, jedoch viele Defekte aufweisen, was auch durch die MOKE-Messungen bestätigt wird. Insgesamt lässt sich in einem Schichtdickenbereich von ca. 40 Å bis 220 Å und für Aufdampfraten von 15 Å/h bis 260 Å/h durch Röntgenuntersuchungen keine strukturellen Unterschiede festgestellen. Schichten kleiner 40 Å zeigen Anzeichen einer möglichen Oxidation. Aufgrund der ausreichenden Siliziumschichtdicke ist eine Oxidation durch atmosphärischen Sauerstoff sehr unwahrscheinlich. Des Weiteren liegt die vertikale Kristallitgröße der Proben mit Eisenschichten über 220 Å weit unter der Schichtdicke, was auf mehrere vertikale Kristallite oder einen großen, nicht kristallinen Schichtanteil hindeutet. Des Weiteren kann durch Nachtempern einiger Proben die Kristallinität gesteigert werden.

Die MOKE-Untersuchungen zeigen deutliche Unterschiede in den magnetischen Eigenschaften, welche nicht mit der Kristallinität der Eisenschichten verknüpft sind. Zwischen der Stärke der Remanenz und der Schichtdicke lässt sich ein linearer Zusammenhang nachweisen, wobei ein von den Präparationsbedingungen abhängiger Offset auftritt. Schichten über 220 Å weichen von diesem linearen Zusammenhang ab, was mit den strukturellen Abweichungen korreliert.

Des Weiteren ergibt sich durch die MOKE-Messungen, dass entweder das in [20] entwickelte Modell zur Beschreibung der Magnetisierung nicht ausreicht oder Fehler durch das Drehen des Magneten auftreten. Es muss untersucht werden, ob die Näherung  $\Theta_{M_z} = 0$ vor allem für dicke Schichten zulässig ist und in wieweit die Dejustage durch Drehen des Magneten die Messungen beeinflusst.

Die Untersuchungen der magnetischen Anisotropie für die einzelnen Serien weisen auf verschiedene Phasenreorientierungsübergänge hin, wobei fragwürdig ist, in wieweit das verwendete Verfahren zulässig ist. Besonders für die S-Serie ergeben sich starke Abweichungen von vergleichbaren FMR-Messungen. Um zu überprüfen, ob die ermittelten Werte in etwa korrekt sind, müssen Proben unterhalb des Phasenreorientierungsübergangs hergestellt werden und deren Magnetisierungen untersucht werden.

Um mögliche Erklärungen für die unterschiedlichen magnetischen Eigenschaften zu finden, müssen noch weitere strukturelle Untersuchungen durchgeführt werden. Eine Möglichkeit, um die lateralen Kristalleigenschaften zu bestimmen, ist z.B. Röntgenbeugung mit streifenden Einfall zur Oberfläche. Des Weiteren sollten Schichtdicken über 220 Å sowohl in den Röntgenauswertungen als auch in den MOKE-Messungen weiter erforscht werden. Ebenso sollte das Oxidationsverhalten der Schichten unter 40 Å untersucht werden.

Das Modell zur Beschreibung der Magnetisierung muss erweitert werden, um den Ummagnetisierungsprozess auch bei dickeren Schichten zu erklären. Durch Messungen mit kleinem Einfallswinkel zum Lot lässt sich der Einfluss der  $\Theta_{M_z}$ -Komponente direkt untersuchen.

Um bessere Aussagen über die magnetische Anisotropie treffen zu können, sollten noch weitere Messmethoden wie z.B. FMR oder BLS (BRILLOUIN-Lichtstreuung) hinzugezogen werden.

## A. Anhang

## A.1. Herleitung N-Spalt-Funktion

Um Aussagen über die vertikale Kristallitgröße eines kristallinen Filmes machen zu können, muss ein Zusammenhang zu der aus dem Experiment zugänglichen Intensität hergestellt werden. Es wird im Folgenden die kinematische Beugungstheorie verwendet, ihr liegen drei Näherungen zur Grunde:

- Jedes Röntgenquant wird nur einmal gestreut. Streuung an mehreren Atomen wird vernachlässigt.
- Absorptionsprozesse finden nicht statt. Alle Schichten werden mit der gleichen einfallenden Intensität beleuchtet.
- Brechungseffekte werden vernachlässigt. Nahe am kritischen Winkel der Reflexion gilt diese Näherung nicht mehr.

## A.1.1. Streuung am Elektron

Als ersten Schritt betrachtet man die Streuung an einem einzelnen Elektron. Es gilt die THOMPSON-Formel

$$A(\vec{q}) = A_0 \frac{e^2}{m_e c^2} P^{\frac{1}{2}} \frac{1}{R_0} \exp(i\vec{q} \cdot \vec{r_e}), \tag{A.1}$$

wobei  $A_0$  der Amplitude der eingestrahlten Strahlung, e der Elementarladung,  $m_e$  der Masse des Elektrons und c der Lichtgeschwindigkeit entspricht.  $R_0$  bezeichnet den Abstand von Detektor und Elektron. Der Vektor  $\vec{q}$  ist der in Gl. 2.3 definierte Streuvektor und  $\vec{r_e}$  der Ort des Elektrons. Der Polarisationsfaktor P gibt die Abhängigkeit der Amplitude von der Polarisation der einlaufenden Welle an. Fasst man die auftretenden Konstanten zu C zusammen, erhält man für die Streuamplitude

$$A(\vec{q}) = A_0 C \exp(i\vec{q} \cdot \vec{r_e}). \tag{A.2}$$

## A.1.2. Streuung am Atom

Als nächstes betrachtet man die Streuung an einem einzelnen Atom. Berücksichtigt man die Elektronenverteilung  $\sigma$  um den Kern, ergibt sich für die Streuamplitude

$$A(\vec{q}) = A_0 C \int d^3 r \,\sigma\left(\vec{r}\right) \,\exp(i\vec{q}\cdot\left(\vec{r}+\vec{r}_a\right)) \tag{A.3}$$

$$= A_0 C f(\vec{q}) \exp(i\vec{q} \cdot \vec{r_a}). \tag{A.4}$$

Der Ort des Atoms ist durch  $\vec{r_a}$  gegeben. Der vom Streuvektor abhängige atomare Formfaktor  $f(\vec{q})$  kann durch quantenmechanische Rechnungen näherungsweise bestimmt werden [44]. Wenn eine kugelsymmetrische Elektronenverteilung angenommen wird, ist der Formfaktor nur vom Betrag q des Streuvektors abhängig. Er lässt sich näherungsweise durch vier Gaussfunktionen beschreiben, es gilt

$$f(q) = \sum_{i=1}^{4} a_i \exp(-b_i (q/4\pi)^2) + c.$$
(A.5)

Die Werte der auftretenden Konstanten lassen sich in der Literatur finden [44]. Der Formfaktor berücksichtigt, dass die gestreute Strahlung durch die Elektronenverteilung eine Phasendifferenz aufweist. Sie interferiert nicht vollständig konstruktiv. Die nach Gl. A.4 bestimmte Amplitude ist deshalb kleiner als die aus Gl. A.2 bestimmte Amplitude multipliziert mit der Anzahl der Elektronen.

### A.1.3. Streuung an der Einheitszelle

Die Berechnung der Steuamplitude einer Einheitszelle erfolgt analog zum Atom. Man muss die Positionen der einzelnen Atome (Streuzentren) in der Einheitszelle und die daraus resultierenden Interferenzen berücksichtigen. Für die Streuamplitude ergibt sich

$$A(\vec{q}) = A_0 C \sum_{j=1}^{N} f_j(q) \exp(i\vec{q} \cdot (\vec{r}_n + \vec{r}_j))$$
(A.6)

$$= A_0 C F(\vec{q}) \exp(i\vec{q} \cdot \vec{r}_n), \tag{A.7}$$

mit dem Strukturfaktor

$$F(\vec{q}) = \sum_{j=1}^{N} f_j(q) \exp(i\vec{q} \cdot \vec{r}_j).$$
(A.8)

wobei  $\vec{r_n}$  dem Ortsvektor der Einheitszelle und  $\vec{r_j}$  der relativen Atomposition in dieser entspricht. Der Strukturfaktor hängt anders als der Formfaktor von  $\vec{q}$  ab. Der Grund dafür ist, dass für die Einheitszelle keine Kugelsymmetrie angenommen werden kann.

#### A.1.4. Beugung am Einkristall

Als nächstes betrachtet man einen aus Einheitszellen zusammengesetzten Einkristall. In diesen Fall spricht man aufgrund der periodischen Struktur von Beugung. Die Beugungsamplitude lässt sich durch phasenrichtiges Aufsummieren der Streuamplituden der Einheitszellen berechnen. Es ergibt sich:

$$A(\vec{q}) = A_0 C \sum_{n=1}^{N} F_n(\vec{q}) \exp(i\vec{q} \cdot \vec{r_n}).$$
(A.9)

Für einen dreidimensionalen Kristall mit  $N_1$ ,  $N_2$  und  $N_3$  Einheitszellen in Richtung der Kristallvektoren  $\vec{a}, \vec{b}$  und  $\vec{c}$ , kann man Gl. A.9 umschreiben zu

$$A(\vec{q}) = \frac{A_0 C}{N_1 N_2 N_3} F(\vec{q}) \sum_{n_1=0}^{N_1-1} \sum_{n_2=0}^{N_2-1} \sum_{n_3=0}^{N_3-1} \exp(i\vec{q} \cdot (n_1 \vec{a} + n_2 \vec{b} + n_3 \vec{c}))$$
(A.10)

$$= \frac{A_0 C}{N_1 N_2 N_3} F(\vec{q}) \sum_{n_1=0}^{N_1-1} \exp(n_1 i \vec{q} \cdot \vec{a}) \sum_{n_2=0}^{N_2-1} \exp(i n_2 \vec{q} \cdot \vec{b}) \sum_{n_3=0}^{N_3-1} \exp(i n_3 \vec{q} \cdot \vec{c}) (A.11)$$

Die einzelnen Summen entsprechen der geometrischen Reihe, so dass für die Einheitszelle gilt

$$S_{0,N}(x) = \sum_{n=0}^{N-1} \exp(inx)$$
 (A.12)

$$= \frac{1 - \exp(iNx)}{1 - \exp(ix)}.$$
(A.13)

Es ergibt sich somit eine vereinfachte Darstellung der Streuamplitude eines eindimensionalen Kristalls mit N Netzebenen. Experimentell zugänglich ist nur die Intensität, also das Betragsquadrat der Amplitude. Es gilt ohne Berücksichtigung der Vorfaktoren

$$|S_{0,N}(\vec{q})|^2 = \frac{\sin^2(N\vec{q}\cdot\vec{a}/2)}{\sin^2(\vec{q}\cdot\vec{a}/2)}.$$
(A.14)

## A.2. Signalermittlung

Mit dem von JONES entwickelten Formalismus lassen sich optische Bauteile durch Matrizen beschreiben. Im Folgenden wird nun gezeigt, wie die gemessene Intensität mit KERR-Winkel und -Eliptizität verknüpft ist. Das polarisierte Licht (s/p) kann, bevor es auf die Probe trifft, durch den Vektor

$$\vec{E}^{\rm s/p} = \begin{pmatrix} 1\\0 \end{pmatrix} / \begin{pmatrix} 0\\1 \end{pmatrix} \tag{A.15}$$

beschrieben werden. Die Probeneigenschaften werden über die Reflexionsmatrix

$$\hat{R} = \begin{pmatrix} r_{\rm ss} & r_{\rm sp} \\ r_{\rm ps} & r_{\rm pp} \end{pmatrix} \tag{A.16}$$

erfasst. Die Matrix des PEM mit der zeitabhängigen Phasenverschiebung  $\Delta$  hat die Form

$$\hat{P} = \begin{pmatrix} \exp(i\Delta)\cos^2(\alpha) + \sin^2(\alpha) & 0.5(\exp(i\Delta) - 1)\sin(2\alpha) \\ 0.5(\exp(i\Delta) - 1)\sin(2\alpha) & \exp(i\Delta)\sin^2(\alpha) + \cos^2(\alpha) \end{pmatrix}$$
(A.17)

wobei der Winkel  $\alpha$  dem Winkel zwischen Modulationsachse des PEM und der Einfallsebene des Lichts entspricht. Der Analysator, der 45° zum PEM gedreht ist, wird über

$$\hat{A} = \begin{pmatrix} \cos^2(\alpha + 45^\circ) & \sin(\alpha + 45^\circ)\cos(\alpha + 45^\circ)\\ \sin(\alpha + 45^\circ)\cos(\alpha + 45^\circ) & \sin^2(\alpha + 45^\circ) \end{pmatrix}$$
(A.18)

bestimmt. Für die resultierende Intensität gilt

$$I^{\rm s/p} = |\hat{A}\hat{P}\hat{R}\vec{E}^{\rm s/p}|^2.$$
(A.19)

Unter Berücksichtigung der Näherungen  $r_{\rm ps}^2/r_{\rm ss}^2 \ll 1$  bzw. $r_{\rm sp}^2/r_{\rm pp}^2 \ll 1$  und der Normierung auf den unmodulierten konstanten Anteil der Intensität ergibt sich bei einer PEM-Stellung von  $\alpha{=}0^{\circ}$  für s-polarisiertes Licht

$$I_{\rm norm}^{\rm s} \approx 2\sin(\Delta) {\rm Im}\left(-\frac{r_{\rm ps}}{r_{\rm ss}}\right) - 2\cos(\Delta) {\rm Re}\left(-\frac{r_{\rm ps}}{r_{\rm ss}}\right) + 1$$
 (A.20)

und für p-polarisiertes Licht

$$I_{\rm norm}^{\rm p} \approx -2\sin(\Delta) {
m Im}\left(\frac{r_{\rm sp}}{r_{\rm pp}}\right) + 2\cos(\Delta) {
m Re}\left(\frac{r_{\rm sp}}{r_{\rm pp}}\right) + 1.$$
 (A.21)

In beiden Gleichungen treten Real- und Imaginärteil von  $r_{\rm ps}/r_{\rm ss}$  und  $r_{\rm sp}/r_{\rm pp}$  auf. Diese Verhältnisse entsprechen dem komplexen Kerr-Winkel  $\Phi_{\rm K} = \Theta_{\rm K} + ie_{\rm K}$  für senkrecht und parallel polarisiertes Licht (vgl. Gl. 2.22/Gl. 2.23), der entsprechende Real- bzw. Imaginärteil also der KERR-Drehung bzw. -Elliptizität.

Berücksichtigt man noch die zeitabhängige Phasenverschiebung  $\Delta = \Delta_0 \sin(\Omega t)$  erweitern sich die Ausdrücke  $\sin(\Delta)$  und  $\cos(\Delta)$  mit entsprechender Reihenentwicklung zu

$$\sin(\Delta_0 \sin(\Omega t)) = \sum_{n=0}^{\infty} 2J_{2n+1}(\Delta_0) \sin((2n+1)\Omega t)$$
(A.22)

und

$$\cos(\Delta_0 \sin(\Omega t)) = J_0(\Delta_0) + \sum_{n=0}^{\infty} 2J_{2n}(\Delta_0) \cos(2n\Omega t), \qquad (A.23)$$

wobei  $J_n$  der n-ten BESSEL-Funktion entspricht. Triggert man nun den Lock-In-Verstärker auf die Modulationsfrequenz  $\Omega$  ergibt sich für die detektierte Intensität

$$I_{\text{norm},\Omega}^{\text{s}} = 4J_1(\Delta_0) \text{Im}\left(-\frac{r_{\text{ps}}}{r_{\text{ss}}}\right) = 4J_1(\Delta_0)\epsilon_{\text{K}}^{\text{s}}$$
(A.24)

und

$$I_{\text{norm},\Omega}^{\text{p}} = -4J_1(\Delta_0) \text{Im}\left(\frac{r_{\text{sp}}}{r_{\text{pp}}}\right) = -4J_1(\Delta_0)\epsilon_{\text{K}}^{\text{p}}.$$
(A.25)

Bei einem Triggern auf  $\Omega$  misst man die KERR-Elliptizität. Verwendet man die doppelte Frequenz  $2\Omega$ , ergibt sich

$$I_{\text{norm},2\Omega}^{\text{s}} = -4J_2(\Delta_0) \operatorname{Re}\left(-\frac{r_{\text{ps}}}{r_{\text{ss}}}\right) = -4J_2(\Delta_0)\Theta_{\text{K}}^{\text{s}}$$
(A.26)

und

$$I_{\text{norm},2\Omega}^{\text{p}} = 4J_2(\Delta_0) \operatorname{Re}\left(\frac{r_{\text{sp}}}{r_{\text{pp}}}\right) = 4J_2(\Delta_0)\Theta_{\text{K}}^{\text{p}}.$$
(A.27)

 ${\it Je} nach gewählter \ {\it Frequenz} \ kann \ also \ {\it Kerr-Winkel} \ oder \ -Elliptizit {\it \ddot{a}t} \ gemessen \ werden.$ 

# Tabellenverzeichnis

3.1.	Übersicht Präparationsbedingungen.	31
4.1.	XRR-Fitergebnisse der T-Serie.	46
4.2.	XRR-Fitergebnisse der S-Serie.	46
4.3.	XRR-Fitergebnisse der R-Serie.	47

# Abbildungsverzeichnis

2.1.	Schematische Darstellung des Streuvektors $\vec{q}$	3
2.2.	XRR-Simulation eines Fe/MgO-Systems.	5
2.3.	Schematische Darstellung eines einfachen Schichtsystems	5
2.4.	Schematische Darstellung der BRAGG'schen Reflexionsbedingung.	6
2.5.	N-Spalt Funktion.	8
2.6.	Vergleich $\Delta q / \Delta Q$ .	9
2.7.	Einfache schematische Darstellung des MOKE	9
2.8.	Schematische Darstellung der MOKE-Arten.	10
2.9.	Mathematische Größen des MOKE.	11
2.10.	Schematische Darstellung von $\vec{M}$ für entgegengesetzte Magnetfelder	14
2.11.	Schematischer Aufbau zur Bestimmung von $M_y$	16
2.12.	Schematische Darstellung der ferromagnetischen Spinausrichtung.	18
2.13.	Zustandsdichte Fe.	19
2.14.	Schematische Darstellung einer Magnetisierungskurve	20
2.15.	Schematische Hysterese für magnetisch schwere/leichte Richtung.	21
2.16.	Darstellung der Richtungskosinus.	22
2.17.	Struktur von MgO und $\alpha$ -Fe	26
2.18.	Schematische Probenstruktur.	28
3.1.	LEED-Aufnahmen.	29
3.2.	Schematische Darstellung Eisen Verdampfer.	30
3.3.	Schematische Darstellung eines Röntgen-Aufbaus.	32
3.4.	Schematische Darstellung eines 6-Kreis-Diffraktometer.	33
3.5.	Schematische Darstellung des MOKE-Aufbaus	34
3.6.	Relative Abweichung des Motors.	36
3.7.	MOKE-Intensität für versch. Retardierungen/PEM-Winkel.	38
3.8.	MOKE-Intensität für versch. Retardierungen/PEM-Winkel (Gradient).	39
4.1.	XRR-Modell für MgO/Fe/Si.	41
4.2.	XRR-Messung der Probe S5	42
4.3.	XRR-Messung der Probe R5.	43
4.4.	XRR Messung der Probe T4.	44
4.5.	XRR Messung der Probe T2.	45
4.6.	XRD-Messung der Probe S5.	47
4.7.	XRD-Messungen des Fe(001)-Peaks der Probe $R2^*/S5/T2$	48
4.8.	XRD-Messungen des MgO(001)-Peaks der Probe S5/T2	50
4.9.	Vertikale Gitterkonstanten der T/S/R-Serie.	51

4.10. Vertikale Kristallitgröße der T/S/R-Serie. $\dots \dots \dots$	52
4.11. Komponenten $\vec{M}$ für eine magn. schwere/leichte Richtung der Probe T4.	53
4.12. $ \Theta_M $ für eine magn. schwere/leichte Richtung der Probe T4	54
4.13. Winkel $\phi$ von $\vec{M}$ für magn. schwere/leichte Richtung der Probe T4	54
4.14. Polarplot von Winkel $\phi$ und Betrag $ \Theta_M $ der Probe T4	57
4.15. Polar plot: Nahe magn. s. Richtung (R5). $+10^\circ$ magn. l. Richtung (T3). .	57
4.16. Koerzitivfeld $H_C$ der Probe R2 <sup>*</sup>	58
4.17. Koerzitivfeld $H_C$ der Probe T1	59
4.18. Remanenzen der Probe T4.	60
4.19. Remanenzen der Probe T5	61
4.20. Model der Remanenz.	61
4.21. Amplituden $ \Theta_{M,Rem} $ der Remanenz über Schichtdicke $D_{Fe}$ .	62
4.22. Magnetisierungsenergie $E_{\rm M}$ gegen Probenwinkel $\alpha$ der Probe S4	63
4.23. Anisotropiekonstante $K_1^{\text{eff}} / M_{\text{sat}}$ gegen Schichtdicke $D_{\text{Fe}}$ .	64
5.1. $K_1^{\text{eff}}/M_{\text{sat}} \cdot D_{\text{Fe}}$ gegen Schichtdicke $D_{\text{Fe}}$ .	68

## Literatur

- Žutić I., J. Fabian, and S. Das Sarma. Spintronics: Fundamentals and applications. *Rev. mod. Phys.*, 76:323–410, 2004.
- [2] G. Binasch, P. Grünberg, F. Saurenbach, and W. Zinn. Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer exchange. *Phys. Rev. B*, 39(7):4828–4830, 1989. doi: 10.1103/PhysRevB.39.4828.
- [3] M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Eitenne, G. Creuzet, A. Friederich, and J. Chazelas. Giant Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices. *Phys. Rev. Lett.*, 61(21):2472–2475, 1988. doi: 10.1103/PhysRevLett.61.2472.
- [4] Y. Z. Chen, J. R. Sun, Y.N. Han, X. Y. Xie, C. B. Shen, J. ; Rong, S.L. He, and Shen B.G. Microstructure and magnetic properties of strained Fe3O4 films. *Jour. Appl. Phys.*, 103:07D703, 2008.
- [5] N.-T.H. Kim-Ngan, A.G. Balogh, J.D. Meyer, J. Brötz, Zajec, T. Slezak, and J. Korecki. Thermal and irradiation induced interdiffusion in magnetite thin films grown on magnesium oxide(001) substrates. *Surf. Sci.*, 603:1175–1181, 2009.
- [6] Y. Park, E. Fullerton, and S.D. Bader. Growth-induced uniaxial in-plane magnetic anisotropy for ultrathin Fe deposited on MgO(001) by oblique-incidence molecular beam epitaxy. *Appl. Phys. Lett.*, 66:2140–2142, 1995.
- [7] F. Bertram. Röntgenreflektometrie an ultradünnen Schichten. Bachelorarbeit, Universität Osnabrück, 2007.

- [8] L.G. Paratt. Surface studies of solids by total reflection of x-rays. *Phys. Rev.*, 95 (2):359–369, 1954.
- [9] H. Neff. Grundl. u. Anwend. der Röntgen-Feinstruktur-Analyse. R. Oldenbourg Wissenschaftsverlag, 1962.
- [10] J. Kerr. On rotation of the plane of polarization by reflection from the pole of a magnet. *Phil. Mag.*, 3:321–343, 1877.
- [11] C. C. Robinson. Longitudinal kerr magneto-optic effect in thin films of iron, nickel, and permalloy. J. Opt. Soc. A., 53(6):681–689, 1963.
- [12] R. Clark Jones. A new calculus for the treatment of optical systems. J. Opt. Soc. A., 31:488–493, 1941.
- [13] T. Becker. MOKE-Untersuchungen an ferromagnetischen Metallschichten. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2008.
- [14] Petros N. Argyres. Theory of the Faraday and Kerr Effects in Ferromagnetics. Phys. Rev., 97(2):334–345, 1955.
- [15] G. Metzger, P. Pluvinage, and R. Torguet. Termes linéaires et quadratiques dans l'effet magnéto-optique de kerr. Ann. Phys. (Paris), 10(5):5–12, 1965.
- [16] Q.-M. Zhong, A.S. Arrott, B. Heinrich, and Z. Celinski. Surface magneto-optical Kerr effect for ultrathin Ni-Fe bilayers. J. Appl. Phys., 67(9):4448–4450, 1990.
- [17] K. Postava, H. Jaffres, A. Schuhl, F. Nguyen van Dau, M. Goiran, and A.R. Fert. Linear and quadratic magneto-optical measurements of the spin reorientation in epitaxial Fe films on MgO. J. Magn. Magn. Mater., 172:199–208, 1997.
- [18] J. Hamrle, S. Blomeier, O. Gaier, B. Hillebrands, H. Schneider, G. Jakob, K. Postava, and C. Felser. Huge quadratic magneto-optical Kerr effect and magnetization reversal in the Co<sub>2</sub>FeSi Heusler compound. J. Phys. D: Appl. Phys., 40:1563–1569, 2007.
- [19] Š. Višňovský. Magneto-optical permittivity tensor in crystals. Czech. J. Phys., 36: 1424–1433, 1986.
- [20] Hauke Bardenhagen. Vektor-MOKE-Untersuchungen an epitaktischen Eisenschichten. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2009.
- [21] K. Postava, D. Hrabovsky, J. Pistora, A. R. Fert, and S. Višňovský und T. Yamaguchi. Anisotropy of quadratic magneto-optic effects in reflection. J. Appl. Phys., 91:7293–7295, 2002.
- [22] C. Daboo, J.A.C. Bland, R.J. Hicken, A.J.R. Ives, M.J. Baird, and M.J. Walker. Vectorial magnetometry with the magneto-optic Kerr Effekt applied to Co/Cu/Co trilayer structures. *Phys. Rev. B*, 47(18):11852–11859, 1993.
- [23] P. Vavassori. Polarization modulation technique for magneto-optical quantitative vector magnetometry. *Appl. Phys. Lett.*, 77(11):1605–1607, 2000.

- [24] Charles Kittel. Einführung in die Festkörperphysik. Oldenbourg Wissenschaftsverlag, 14. edition, 2006.
- [25] O.K. Andersen. In Proc. Int. Conf. Magnetismus, Vol I, North-Holland, Amsterdam, 1976.
- [26] Alberto P. Guimaraes. *Principles of Nanomagnetism*. Springer, 2009.
- [27] C. Kittel. Physical theory of ferromagnetic domains. Rev. Mod. Phys., 21:541–583, 1949.
- [28] J.A.C. Bland and B. Heinrich. Ultrathin Magnetic Structures I. Springer, 1994.
- [29] J. Chen and J.L. Erskine. Surface-step-induced magnetic anisotropy in thin epitaxial fe films on w(001). *Phys. Rev. Lett.*, 68:1212–1215, 1992.
- [30] M. Brockmann, S. Miethaner, R. Onderka, M. Köhler, F. Himmerlhuber, H. Regensburger, F. Bensch, T. Schweinböck, and G. Bayreuther. In-plane spin reorientation transition in ultrathin epitxial Fe(001) films. J.App. Phys., 81:5047–5049, 1997.
- [31] O. Thomas, Q. Shen, P. Schieffer, N. Tournerie, and B. Lèpine. Interplay between Anisotropic Strain Relaxation and Uniaxial Interface Magnetic Anisotropy in Epitaxial Fe Films on (001) GaAs. *Phys. Rev. B.*, 90:017205–1–4, 2003.
- [32] B. Heinrich, Z. Celinski, A. S. Cochran, A. S. Arrott, and K. Myrtle. Magnetic anisotropies in single and multilayered structures. J. Appl. Phys., 70:5769–5774, 1991.
- [33] M.L. Néel. Anisotropie magnétique superficielle et surstructures d'orientation. J. Phys. Rad., 15:225–239, 1954.
- [34] E. Preuss, B. Krahl-Urban, and R. Butz. Laue Atlas. Bertelsmann Universitätsverlag, 1974.
- [35] M. Morita, T. Ohmi, E. Hasegawa, M. Kawakami, and M. Ohwada. Growth of native oxide on a silicon surface. J. Appl. Phys., 68(3):1272–1281, 1990.
- [36] K. Oura, V.G. Lifshits, A.A. Saranin, A.V. Zotov, and M: Katayama. Surface Science: An Introduction. Springer, 2003.
- [37] K. Wille. Physik der Teilchenbeschleuniger und Synchrotronstrahlungsquellen: Eine Einführung. Teubner, 1996.
- [38] E. Fendt. Strukturuntersuchungen an dünnen flüssigkeitsfilmen, 2003.
- [39] Robin Schubert. Entwicklung einer Software zur Analyse von magnetooptischen Daten. Bachelorarbeit, Universität Osnabrück, 2009.
- [40] F. Bertram. Röntgenstrukturanalyse von Oxidschichten. Master's thesis, Universität Osnabrück, 2009.
- [41] S. Hahne. Modellierung des Einflusses von Defekten dünner Schichten auf Röntgenbeugung. Master's thesis, Uni Osnabrück, 2010.

- [42] O. Durand, J.R. Childress, P. Galtier, R. Bisaro, and A. Schuhl. Origin of the uniaxial magnetic anisotropy in Fe films grown by molecular beam epitaxy. J. Magn. Magn. Mater., 145:111–117, 1995.
- [43] Q. Zhan, S. Vandezande, K. Temst, and Van Haesendonck. Magnetic anisotropy and reversal in epitaxial Fe/MgO(001) films. *Phys. Rev. B*, 80:094416–1–5, 2009.
- [44] K. Lonsdale. International tables for x-ray crystallography. Birmingham : Kynoch Press, 1976.

# Danksagung

An dieser Stelle möchte ich allen danken, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. An erster Stelle bei Prof. Dr. Joachim Wollschläger dafür, dass er mir das Erstellen dieser Arbeit in der AG "Dünne Schichten und Grenzflächen" ermöglicht hat. Des Weiteren danke ich Prof. Dr. Mirco Imlau und der AG "Nichtlineare Molekül- und Festkörperoptik" für die ein oder andere essentielle Leihgabe.

Besonderer Dank gilt auch meinem Betreuer Timo Kuschel, der sowohl bei praktischen als auch bei komplexen theoretischen Fragen immer eine gute Antwort parat hatte.

Vielen Dank auch an den Rest der AG für das entspannte Arbeitsklima und auch die vielen lustigen Abende außerhalb der Uni.

Danke auch an Alex, der mit mir die Denkzelle des Grauens teilte, und der trotz des Pumpenlärms nie den Humor verloren hat.

Weiterhin danke ich auch der feinmechanischen Werkstatt und der Elektronikwerkstatt für die schnelle und präzise Arbeit, ohne die diese Diplomarbeit nicht möglich geworden wäre.

Vielen Dank auch an meine Freunde und meine Freundin Theresa, die vor allem während der Schlussphase meine Launen ertragen mussten.

Als letztes möchte ich noch meinen Eltern für die jahrelange Unterstützung danken und dafür, dass sie mir ein sorgenfreies Studium ermöglicht haben.