

BACHELOR-ARBEIT VORGELEGT IM RAHMEN DER PRÜFUNG FÜR DEN  
ZWEI-FÄCHER-BACHELORSTUDIENGANG IM TEILSTUDIENGANG PHYSIK

---

**Temperatur- und schichtdickenabhängige  
Untersuchung des Trainingseffekts an  
dünnen  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}$  - Schichtsystemen**

---

*Autor:* Alexander MIZUK

*Prüfer:* Prof. Dr. Joachim WOLLSCHLÄGER

*Zweitprüfer:* Dr. Timo KUSCHEL

AG Dünne Schichten und Grenzflächen  
9. September 2013



# Inhaltsverzeichnis

<b>1. Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2. Theoretische Grundlagen</b>	<b>3</b>
2.1. Dia- und Paramagnetismus . . . . .	3
2.2. Ferro-, Ferri- und Antiferromagnetismus . . . . .	4
2.3. Exchange Bias und Trainingseffekt . . . . .	5
2.4. Halleffekt . . . . .	7
2.5. Magnetwiderstand . . . . .	8
<b>3. Materialsysteme</b>	<b>9</b>
3.1. Magnesiumoxid . . . . .	9
3.2. Nickeloxid . . . . .	9
3.3. Magnetit . . . . .	10
3.4. Probenserie $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}/\text{MgO}$ . . . . .	11
<b>4. Experimentelle Grundlagen</b>	<b>13</b>
4.1. Magnetwiderstandsmessungen . . . . .	13
4.1.1. Vorbereitung der Probe . . . . .	13
4.1.2. Kryostat . . . . .	14
4.1.3. Messmethoden . . . . .	15
4.2. AGM - Alternating Gradient Magnetometer . . . . .	15
4.2.1. Messung und Reproduzierbarkeit . . . . .	16
4.2.2. Auswertung der Daten . . . . .	17
4.3. XRR - Röntgenreflektometrie . . . . .	18
<b>5. Ergebnisse</b>	<b>21</b>
5.1. Vorcharakterisierung der Proben . . . . .	21
5.1.1. Einzeluntersuchungen der Schichten im AGM und im XRR . . . . .	21
5.1.2. Zusammenhang zwischen AGM- und Magnetwiderstandskurven . . . . .	23
5.1.3. Leitfähigkeitsmessung bei tiefen Temperaturen von Einzelschichtsystemen . . . . .	24
5.1.4. Darstellung des Verwey-Übergangs mittels Halleffekt . . . . .	25
5.2. Untersuchung des Zweischichtsystems Magnetit/Nickeloxid auf Magnesiumoxid	26
5.2.1. AGM und XRR Auswertung der Zweischichtsysteme . . . . .	26
5.2.2. Leitfähigkeitsmessungen von Zweischichtsystemen bei tiefen Temperaturen	28
5.2.3. Untersuchung und Auswertung des Trainingseffekts . . . . .	31
5.2.4. Stärke des Trainingseffekts . . . . .	33
5.2.5. Analyse des Exchange Bias und des Austauschfeldes . . . . .	34
<b>6. Diskussion</b>	<b>37</b>

<b>7. Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>39</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>41</b>
<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>43</b>
<b>A. Anhang</b>	<b>45</b>

## 1. Einleitung

Eisenoxide stehen seit Jahrzehnten, aufgrund ihrer vielseitigen physikalischen und chemischen Eigenschaften, im Fokus zahlreicher Forschungs- und Entwicklungsprojekte. Besonders das Eisenoxid *Magnetit* ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) gilt, da es eine vollständige Spinpolarisation an der Fermi-Kante aufweisen soll, als ein vielversprechendes Material für Anwendungen im Bereich der Spintronik (1). Weiterhin findet Magnetit Einsatz bei der Herstellung von magnetischen Datenspeichern MRAM<sup>1</sup> oder auch als Katalysator bei dem Haber-Bosch-Verfahren.

In der *AG Dünne Schichten und Grenzflächen* wurde in den vergangenen Jahren das Eisenoxidwachstum auf verschiedenen Substratmaterialien, wie Silber (2) oder Magnesiumoxid (3), intensiv untersucht. Hier wurde speziell das Wachstum von Magnetit studiert (4, 5), wobei die Filme mittels Molekularstrahlepitaxie (MBE) gewachsen wurden. Zur Charakterisierung der Kristallstruktur, Stöchiometrie und elektronischer Struktur der Schichten wurden Messtechniken wie Röntgendiffraktometrie, Photoelektronenspektroskopie sowie SPA-LEED verwendet.

In der vorliegenden Arbeit wird die magnetische Kopplung zwischen ferrimagnetischen Magnetit- und dazu angrenzenden antiferromagnetischen Nickeloxidschichten untersucht. Unter der Einwirkung eines Magnetfeldes tritt an der Grenzfläche zwischen Magnetit und Nickeloxid eine magnetische Wechselwirkung auf, die als *Exchange Bias* bezeichnet wird.

Der Effekt des Exchange Bias spielt z.B. bei magnetischen Tunnelementen, deren Funktion auf dem TMR (Tunneling Magnetoresistance) beruht, eine große Rolle. Tunnelemente bestehen aus zwei ferro(i)magnetische Schichten, welche durch einen nicht magnetischen Isolator getrennt sind. Wird einer der beiden Ferromagneten mit einer antiferromagnetischen Schicht gekoppelt, führt dies durch den Exchange Bias zu einer Verschiebung des Koerzitivfeldes. Damit ändern die beiden Elektroden bei unterschiedlich großen Magnetfeldern ihre Magnetisierungsrichtung und lassen sich parallel oder antiparallel zu einander ausrichten. Solche TMR-Elemente sind Hauptbestandteil von magnetischen Datenspeichern, wie MRAM.

Durch wiederholte Variation des Magnetfeldes kann die Größe des Exchange Bias abnehmen oder ganz verschwinden. Dies ist der sogenannte *Trainingseffekt* (6). Der Exchange Bias bzw. der Trainingseffekt können unter anderem mit einem SQUID (Superconducting Quantum Interference Device (7)), einem VSM (Vibrating Sample Magnetometer) oder mit einem AGM (Alternating Gradient Magnetometer) nachgewiesen werden. Diese Effekte lassen sich auch optisch mit dem MOKE (magnetooptischer Kerr-Effekt (7)) bestimmen.

In dieser Arbeit wird der Trainingseffekt mit Hilfe von *Magnetwiderstandsmessungen* untersucht. Die Messungen beruhen dabei auf den Widerstandsänderungen im Material, hervorgerufen durch den AMR-Effekt (anisotroper magnetoresistiver Effekt) im Magnetfeld.

Im nachfolgenden Abschnitt werden die für diese Arbeit wichtigen, theoretischen Grundlagen des Magnetismus erläutert. Darunter fällt auch eine detailliertere Beschreibung des Exchange Bias und des AMR-Effekts. In Abschnitt 3 werden die untersuchten Materialien (u.a. Magnetit

---

<sup>1</sup>Magnetoresistive Random Access Memory.

---

und Nickeloxid) und in Abschnitt 4 die Messmethoden näher erläutert. Es wird erklärt, welche Methoden verwendet und wie die Proben für die Magnetwiderstandsmessung präpariert werden. In Abschnitt 5 werden die Ergebnisse präsentiert. Dieser Abschnitt unterteilt sich in zwei Hälften. Im ersten Teil werden die Ergebnisse der Einzelschichtsysteme betrachtet (jeweils Magnetit und Nickeloxid einzeln) und im zweiten Teil folgen die Hauptuntersuchungen der Zweischichtsysteme (Magnetit und Nickeloxid gekoppelt). Die Resultate werden anschließend im Abschnitt 6 diskutiert. Eine kurze Zusammenfassung bildet den Abschluss der Arbeit.

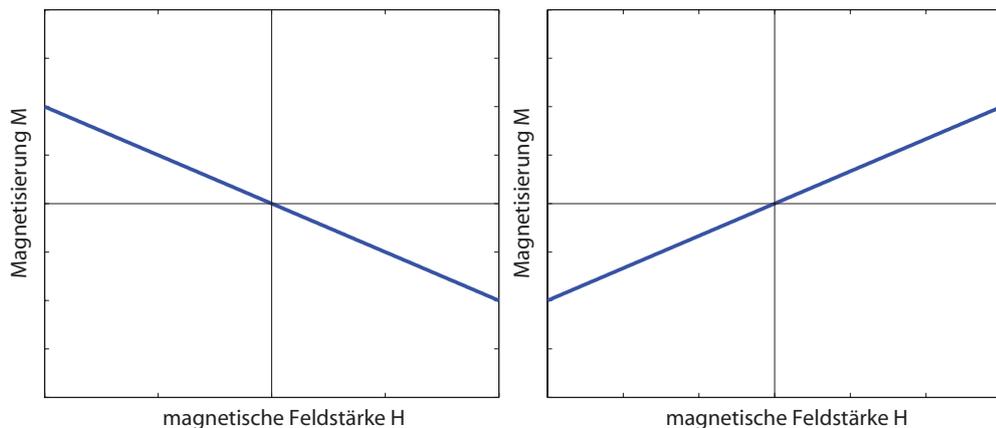
## 2. Theoretische Grundlagen

Die in dieser Arbeit verwendeten Proben werden hauptsächlich auf ihre magnetischen Eigenschaften untersucht. Dafür werden die Proben unter verschiedenen Bedingungen in ein äußeres Magnetfeld gebracht und die dadurch entstehenden Veränderungen aufgezeichnet. Zum Verständnis der Ergebnisanalyse werden die für die Arbeit wichtigen Aspekte hier kurz erläutert.

Die magnetischen Charakteristika eines Festkörpers werden unter anderem durch die Anordnung der Elektronenspins bestimmt. Diese bilden magnetische Dipole mit einem Nord- und Südpol. In Abhängigkeit von der Ausrichtung und Stärke der einzelnen magnetischen Momente weist das Material eine Magnetisierung  $M$  auf, die ein Magnetfeld zur Folge hat. Dieses hat im Gegensatz zum elektrischen Feld geschlossene Feldlinien und ist demnach quellenfrei. Wie stark ein Festkörper in einem magnetischen Feld  $H$  magnetisierbar ist, kann mit der *Suszeptibilität*  $\chi = \frac{M}{H}$  beschrieben werden.

Im Folgenden werden die unterschiedlichen Arten des Magnetismus erläutert.

### 2.1. Dia- und Paramagnetismus



(a) Magnetisierung  $M$  eines Diamagneten in Abhängigkeit vom äußeren Magnetfeld  $H$ . Das innere Feld ist dem äußeren entgegen gerichtet.  
 (b) Magnetisierung  $M$  eines Paramagneten in Abhängigkeit vom äußeren Magnetfeld  $H$ .

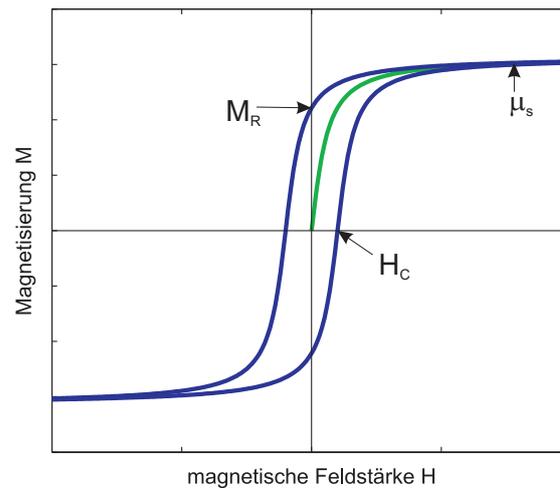
**Abbildung 2.1:** Die Steigung der Kurven ist jeweils durch Suszeptibilität  $\chi$  gegeben.

Diamagnetische Festkörper haben keine permanenten magnetischen Dipole. Wird der Festkörper in ein Magnetfeld gebracht, können die Dipole induziert werden. Dabei ist die Magnetisierung  $M$  im Inneren des Materials dem äußeren Magnetfeld entgegen gerichtet. Abbildung 2.1a zeigt die Magnetisierung eines Diamagneten in Abhängigkeit von der Feldstärke  $H$  des äußeren Magnetfeldes. Die negative Steigung ergibt sich aus der negativen Suszeptibilität  $\chi < 0$ . Das innere Magnetfeld ist dabei immer etwas kleiner, als das äußere.

Paramagnetische Festkörper haben permanente magnetische Dipole. Diese sind aber ohne

ein äußeres Magnetfeld ungerichtet, sodass die Magnetisierung des Paramagneten im Mittel gleich Null ist. Erst beim Anlegen eines äußeren Magnetfeldes richten sich die magnetischen Momente aus und man erhält eine endliche Magnetisierung. In Abbildung 2.1b ist die Magnetisierungskurve eines Paramagneten abgebildet. Die Gerade hat eine positive Steigung wegen  $\chi > 0$ , wenn das magnetische Feld nicht zu groß ist.

## 2.2. Ferro-, Ferri- und Antiferromagnetismus



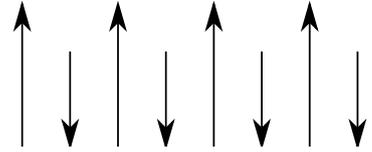
**Abbildung 2.2:** Dargestellt ist die Magnetisierung eines Ferromagneten in Abhängigkeit von der äußeren Magnetfeldstärke. Die grüne Kurve wird als Neukurve bezeichnet und ergibt sich, wenn das äußere Magnetfeld in einem bisher unmagnetisierten Körper von Null erhöht wird. Die blaue Kurve wird als Magnetisierungskurve bezeichnet, die die Form einer Hystereseschleife besitzt. Sie stellt eine typische Magnetisierungskurve eines Ferromagneten dar.

In einem ferromagnetischen Material sind die Spins in kleinen Bereichen parallel zueinander ausgerichtet und besitzen somit eine permanente Magnetisierung. Diese Bereiche werden als *Weiss-Bezirke* bezeichnet oder auch *magnetische Domänen* genannt. Ein äußeres Magnetfeld gibt dabei die Richtung vor, in die sich die Magnetisierung der einzelnen Domänen ausrichtet. Wird nun ein Magnetfeld, welches von Null an erhöht wird, in einem bisher unmagnetisierten Festkörper angelegt, so ergibt sich eine ansteigende Magnetisierungskurve bis die Magnetisierung bei  $\mu_s$  gesättigt ist (siehe Abbildung 2.2 grüne Kurve). Magnetische Sättigung bedeutet, dass die Magnetisierungen aller Domänen sich parallel zu dem äußeren Magnetfeld ausgerichtet haben. Wird nun mit dem Magnetfeld ein Loop<sup>2</sup> gefahren, ergibt sich die in der Abbildung 2.2 dargestellte blaue Kurve. Die Magnetisierung für  $H = 0$  ist die Restmagnetisierung, die auch *Remanenz*  $M_R$  genannt wird. Das Magnetfeld für  $M = 0$  wird als Koerzitivfeld  $H_C$  bezeichnet. Im Gegensatz zum Dia- und Paramagnetismus hat die Magnetisierungskurve beim Ferromagnetismus die Form einer Hystereseschleife. Die Suszeptibilität  $\chi \gg 1$  ist positiv

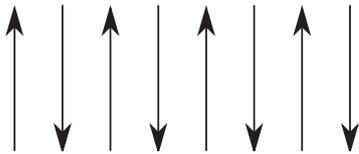
<sup>2</sup>Das Magnetfeld wird in kleinen Schritten von  $-H$  bis  $H$  und anschließend wieder auf  $-H$  variiert.

und nicht konstant. Ab einer Temperatur  $T_C$ , der sogenannten *Curie-Temperatur*, wird ein Ferromagnet paramagnetisch.

Ferrimagnetismus hat ähnliche Eigenschaften bzgl. der Magnetisierung wie Ferromagnetismus. Der Unterschied liegt hier in den Beiträgen der magnetischen Momente. Diese sind bei ferrimagnetischen Stoffen unterschiedlich groß und entgegengesetzt gerichtet. Insgesamt bleibt so eine spontane Magnetisierung auch ohne äußeres magnetisches Feld erhalten. Dies lässt sich am Besten, wie in Abbildung 2.3 dargestellt, mit unterschiedlich großen entgegengesetzten magnetischen Momenten visualisieren. Die Suszeptibilität ist hier analog wie beim Ferromagnetismus  $\chi \gg 1$  und nicht konstant.



**Abbildung 2.3:** Visualisierung der unterschiedlich großen entgegengesetzten Beiträge der magnetischen Momente in Ferrimagneten.



**Abbildung 2.4:** Visualisierung der entgegengesetzten Beiträge der magnetischen Momente in Antiferromagneten.

In antiferromagnetischen Festkörpern sind die Spins der Nachbaratome antiparallel zueinander ausgerichtet. Im Allgemeinen kompensieren sich die einzelnen magnetischen Momente (vgl. Abbildung 2.4). Damit gilt für die Magnetisierung  $M = 0$  bei einem äußeren Magnetfeld  $H = 0$ . Wie beim Ferromagnetismus gibt es auch hier eine Temperatur, ab der ein Antiferromagnet paramagnetisch wird. Es handelt sich dabei um die *Néel-Temperatur*  $T_N$ .

### 2.3. Exchange Bias und Trainingseffekt

Als Exchange Bias bezeichnet man die Austauschwechselwirkung zwischen einer ferromagnetischen und antiferromagnetischen Schicht. Diese wurde zum ersten Mal 1956 von *Meiklejohn* untersucht (vgl. Referenz (8)). Befindet sich das Material unterhalb der Néel-Temperatur  $T_N$  der antiferromagnetischen Schicht in einem Magnetfeld, so erfährt die ferromagnetische Schicht eine unidirektionale magnetische *Anisotropie*.

Die magnetische Anisotropie beschreibt, dass ein Festkörper in seiner Magnetisierung eine Vorzugsrichtung aufweisen kann. Diese können zum Beispiel auf Grund von Verspannungen im Material oder der Ausrichtung des Gitters auftreten. Eine detailliertere Beschreibung zu diesem Thema findet sich in Referenz (9).

Mit einer Magnetisierungskurve lässt sich der Exchange Bias gut veranschaulichen. In Abbildung 2.5 sind zwei Magnetisierungskurven dargestellt. In Abbildung 2.5a ist eine um den Nullpunkt symmetrische Magnetisierungskurve zu erkennen und in Abbildung 2.5b ist der Effekt des Exchange Bias dargestellt. Dieser führt dazu, dass die Magnetisierungskurve um das Austauschfeld  $H_E$  auf der Magnetfeldachse verschoben ist. Dabei kann das Koerzitivfeld  $H_C$  zunehmen.

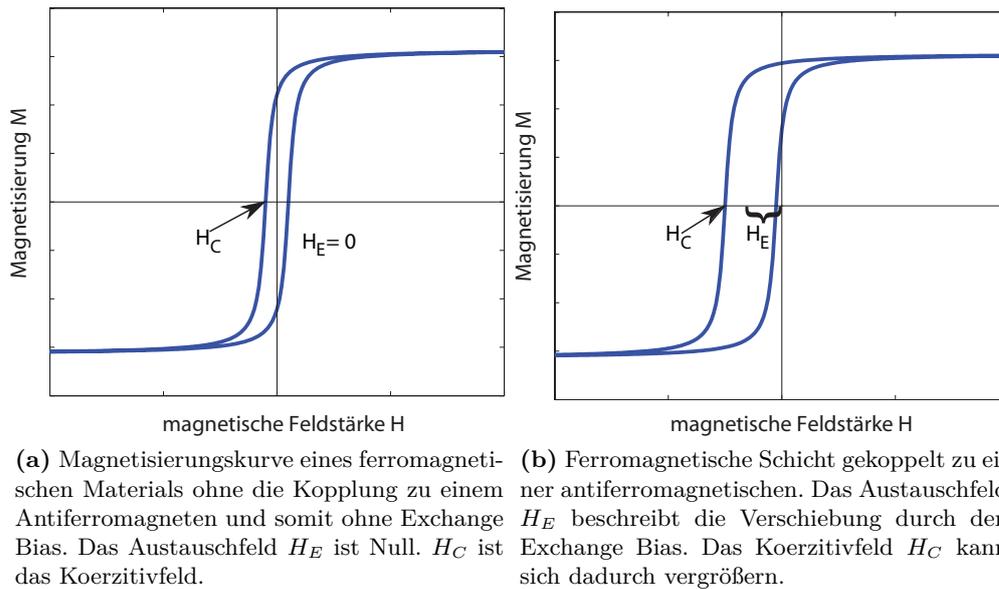
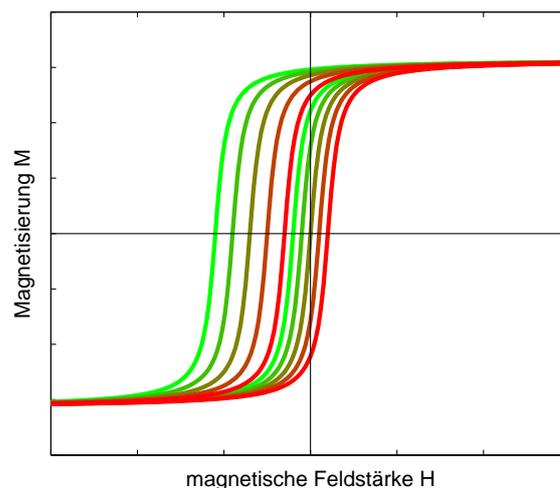


Abbildung 2.5

Bislang existiert für den Exchange Bias keine ausreichende Erklärung. Obwohl viele Modelle zur Beschreibung erstellt wurden, kann keins alle Eigenschaften des Exchange Bias in vollem Maße erfassen. Zu den zahlreichen Eigenschaften gehört zum Beispiel die Temperaturabhängigkeit. Mit steigender Temperatur nimmt der Exchange Bias ab bis die Néel-Temperatur erreicht wurde (10) und der Effekt nicht mehr sichtbar ist. Der Effekt ist zudem abhängig von der Schichtdicke des Ferromagneten und nimmt antiproportional zur Schichtdicke ab (11).



**Abbildung 2.6:** Visualisierung des Trainingseffekts. Die grüne Linie ist der erste Loop. Der Effekt des Exchange Bias ist deutlich zu erkennen. Mit steigender Anzahl der Loops (Wechsel von grün nach rot) verringert sich dieser Effekt bis er verschwindet oder einen konstanten Wert annimmt (rote Linie). Dies ist der sogenannte Trainingseffekt.

Des Weiteren ist dieser Effekt noch von der Grenzflächenrauigkeit abhängig. Je nachdem, welche Schichten zusammen gekoppelt werden, nimmt der Exchange Bias mit zunehmender Rauigkeit an der Grenzfläche zu oder ab (12). Es existieren noch weitere Eigenschaften, die aber im Rahmen dieser Arbeit nicht näher betrachtet werden. Eine weiterführende Beschreibung ist in der Referenz (13) zu finden.

Um den Exchange Bias Effekt zu erreichen, muss das System, bestehend aus einer ferromagnetischen und einer antiferromagnetischen Schicht, unter einem Magnetfeld auf eine beliebige Temperatur  $T_0$  unterhalb  $T_C$  gekühlt werden. Nimmt man bei  $T_0$  mehrere Magnetisierungskurven auf, so lässt sich erkennen, dass sich das Austauschfeld  $H_E$  mit der Anzahl der aufgenommenen Kurven verringert. Dies ist der sogenannte Trainingseffekt, wie er in Abbildung 2.6 dargestellt ist. Dieser Effekt wird seit 2001 intensiv studiert (6, 14). Der Hauptfokus wird dabei auf die Änderung der Größen  $H_E$  und  $H_C$  in Abhängigkeit von der Anzahl der aufgenommenen Kurven gelegt und untersucht wann der Exchange Bias verschwindet oder einen festen Wert annimmt.

## 2.4. Halleffekt

Befindet sich ein stromdurchflossener Leiter in einem senkrecht zur Stromrichtung angelegten Magnetfeld, so wirkt auf die bewegten Ladungsträger die Lorentzkraft

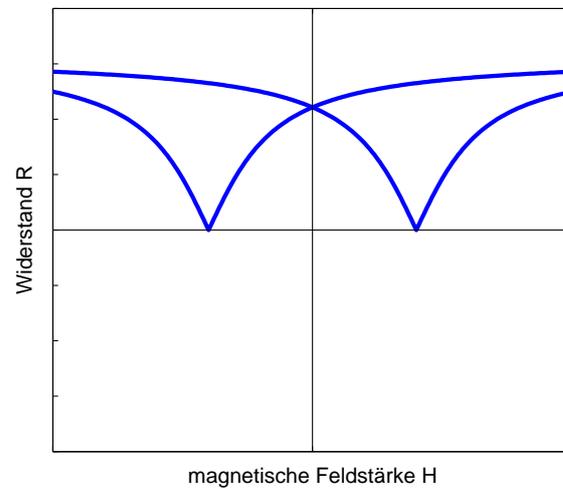
$$\vec{F}_L = q \cdot \vec{v} \times \vec{B} = qvB \sin 90^\circ = qvB \quad (2.1)$$

mit  $q$  als Ladung,  $\vec{v}$  als Driftgeschwindigkeit der Elektronen und mit  $\vec{B}$  als angelegtes Magnetfeld. Durch die Lorentzkraft werden die Elektronen im Leiter abgelenkt und es erfolgt eine Ladungstrennung. Somit ergibt sich auf der einen Seite des Leiters ein Elektronenüberschuss und auf der anderen Seite ein Elektronenmangel. Diese Potentialdifferenz ist als Hallspannung messbar und kann, falls die Hall-Konstante  $A_H$  bekannt ist, mit

$$U_H = A_H \frac{IB_Z}{d} \quad (2.2)$$

berechnet werden.  $I$  entspricht dabei dem Strom im Leiter,  $d$  ist die Breite des Leiters und  $B_Z$  ist die z-Komponente des Magnetfeldes, welche senkrecht zum Leiter steht. Aus der Ladungstrennung folgt ein elektrisches Feld  $\vec{E}_H$ , welches sich senkrecht zu  $\vec{I}$  und  $\vec{B}$  ausbildet. Die Separation erfolgt so lange bis ein Kräftegleichgewicht herrscht. Dieser Effekt wurde 1897 von *Edwin Hall* im Rahmen seiner Promotion (15) entdeckt. Eine Anwendung findet der Halleffekt in Hall-Sonden, mit denen Magnetfelder gemessen werden können.

## 2.5. Magnetwiderstand



**Abbildung 2.7:** Standardbeispiel für eine Magnetwiderstandskurve beim AMR-Effekt.

Der *Magnetwiderstandseffekt* oder auch *Magneto-resistiver Effekt* beschreibt die Änderung des Widerstandes beim Anlegen eines äußeren Magnetfeldes. Die Widerstandsänderung ergibt sich aus der Änderung der Ausrichtung der Spins und kann je nach Stromrichtung oder Ausrichtung des Magnetfeldes positiv oder negativ ausfallen (vgl. Abbildung 2.7). Der Magnetwiderstand kann mit dem Koeffizienten

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{R(H) - R(0)}{R(0)} \quad (2.3)$$

charakterisiert werden. Die Größe  $R(0)$  ist der Widerstand gemessen ohne ein äußeres Magnetfeld und  $R(H)$  ist der Widerstand gemessen mit einem äußeren Magnetfeld. Die Widerstandsänderung wird mit  $\Delta R$  beschrieben.

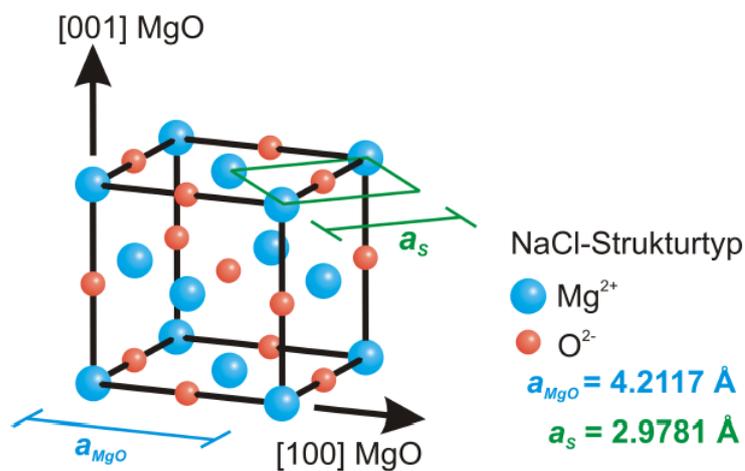
Der anisotrope Magneto-resistive Effekt (AMR-Effekt) ist der älteste Magnetwiderstandseffekt. Der Grund für diesen Effekt ist die Spin-Bahn-Wechselwirkung. Dadurch richten sich die Orbitale abhängig vom äußeren magnetischen Feld  $H$  aus, was eine asymmetrische Ladungsverteilung zur Folge hat. Je nach Stromfluss- und Magnetfeldrichtung streuen die Leitungselektronen aufgrund der Ladungsverteilung dementsprechend mehr oder weniger und es ergibt sich hieraus eine Widerstandsänderung (vgl. Referenz (16)).

Weitere Magnetwiderstandseffekte sind der Riesenmagnetowiderstand (GMR-Effekt), Kolossale Magneto-resistive Effekt (CMR-Effekt), magnetischer Tunnelwiderstand (TMR-Effekt) und der planare Halleffekt (PH-Effekt).

### 3. Materialsysteme

Im Folgenden werden die verwendeten Materialsysteme beschrieben sowie ihre Eigenschaften näher erläutert. Die Materialsysteme sind Magnetit auf Magnesiumoxid (001), Nickeloxid auf Magnesiumoxid (001) und Magnetit auf Nickeloxid ebenfalls auf Magnesiumoxid (001). Die verwendeten Proben wurden im Rahmen der Bachelorarbeit in Referenz (17) mittels Molekularstrahl Epitaxie (MBE) hergestellt. Eine detailliertere Beschreibung der Herstellung dieser Proben ist auch in Referenz (18) zu finden.

#### 3.1. Magnesiumoxid



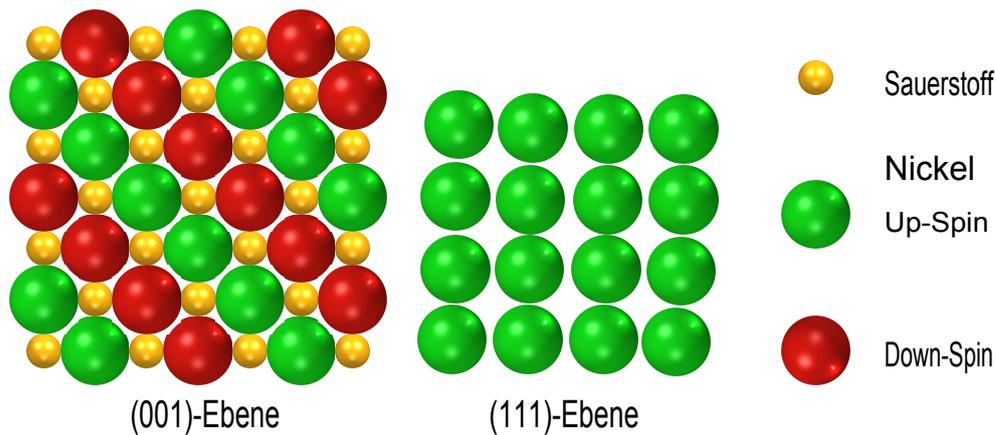
**Abbildung 3.1:** MgO-Kristallgitter mit der (001)-Oberflächeneinheitszelle. Entnommen aus Referenz (18).

Als Substrat für die Proben dient Magnesiumoxid (MgO) mit einer (001)-Oberflächenorientierung. MgO kristallisiert in der Steinsalzstruktur. Die Mg<sup>2+</sup> und O<sup>2-</sup> Ionen bilden ein kubisch-flächenzentriertes fcc<sup>3</sup> Kristallgitter und sind jeweils um eine halbe Gitterkonstante verschoben (siehe Abbildung 3.1). Die Gitterkonstante beträgt  $a_{MgO} = 4,2117 \text{ \AA}$ . Mit einer Bandlücke von 7,8 eV ist MgO ein Isolator. MgO ist diamagnetisch und für sichtbares Licht transparent. Genauere Materialanalysen lassen sich in den Referenzen (5) und (18) finden.

#### 3.2. Nickeloxid

Nickeloxid (NiO) bildet sich durch Oxidation von Nickel, hat eine hohe thermische Stabilität und eine gute Resistenz gegen Korrosion (vgl. Referenz (11)). Es kristallisiert in der Steinsalzstruktur und bildet ein kubisch-flächenzentriertes Kristallgitter (fcc). NiO ist ein Antiferromagnet. Wie in Abbildung 3.2 gezeigt, richten sich die Spins in der (111)-Ebene parallel und in der (001)-Ebene antiparallel aus.

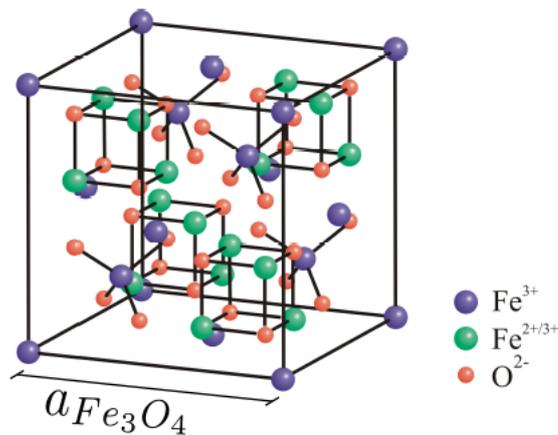
<sup>3</sup>fcc = face centered cubic



**Abbildung 3.2:** Schemaskizze der Ionenanordnung beim NiO. In der (001)-Ebene sind die Spins antiparallel und in der (111)-Ebene parallel angeordnet.

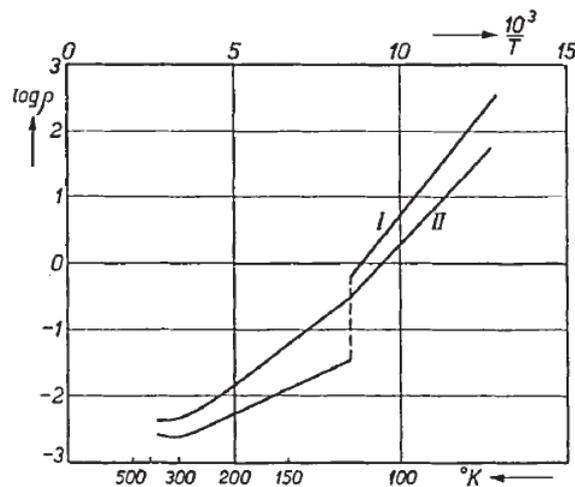
Die Néel Temperatur des Antiferromagneten liegt bei 525 K (19). Nickeloxid ist mit einer Bandlücke von 3,8 eV ein Halbleiter. Die Gitterkonstante beträgt 4,17 Å.

### 3.3. Magnetit



**Abbildung 3.3:** Magnetit-Einheitszelle. Entnommen aus Referenz (18).

Bei Magnetit handelt es sich um ein Eisenoxid mit der Stöchiometrie  $Fe_3O_4$ . Das Material ist ferrimagnetisch und hat eine Curie-Temperatur von 858 K. Magnetit kristallisiert in der *inversen Spinel-Struktur*  $Fe^{3+}[Fe^{3+}Fe^{2+}]O_4$ . Dabei besetzen die  $Fe^{3+}$  Ionen ein Achtel der Tetraederlücken und ein Viertel der Oktaederlücken. Ein weiteres Viertel der Oktaederlücken ist mit  $Fe^{2+}$  Ionen besetzt, wie in Abbildung 3.3 zu erkennen. Damit besteht der Eisenanteil von Magnetit zu einem Drittel aus  $Fe^{2+}$  und zu zwei Drittel aus  $Fe^{3+}$  Ionen. Bei Raumtemperatur sind diese Ionen auf den Oktaederlücken zufällig verteilt. Mit abnehmender Temperatur ordnen sich diese jedoch an und es findet ein Phasenübergang von einer kubischen zu einer monoklinen Symmetrie statt. Dieser Vorgang wird als Verwey-Übergang bezeichnet (vgl. Referenz (18)).



**Abbildung 3.4:** Widerstandskurven von zwei  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -Präparaten logarithmisch aufgetragen gegen  $1/T$ . Bei ca. 120 K ist bei I. ein Anstiegs des Widerstandes um zwei Größenordnungen zu erkennen. Entnommen aus (20).

Beim Verwey-Übergang ändert Magnetit seine elektrische Eigenschaft von einem schlechten Leiter zu einem Isolator. Dieser Effekt wurde 1939 von *E. J. W. Verwey* untersucht (20). Dabei ändert sich ab 120 K der Widerstand um zwei Größenordnungen, wie in Abbildung 3.4 zu erkennen ist. Wie scharf dieser Übergang zu sehen ist, hängt unter anderem von der Reinheit, von der Stöchiometrie und von der Schichtdicke (21) der verwendeten Magnetitschicht ab. Magnetit hat eine Gitterkonstante von  $a_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 8,3963 \text{ \AA}$ , welche doppelt so groß wie die von MgO ist. Die Gitterfehlanspassung zu MgO beträgt damit nur 0,3%.

### 3.4. Probenserie $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}/\text{MgO}$

Magnetit auf Nickeloxid bildet ein Zweischiichtsystem auf Magnesiumoxid. Die Gitterfehlanspassung zwischen  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  und NiO liegt bei 0,4% und bei NiO auf MgO bei 0,7% (11). Bei diesem Schichtsystem lässt sich die Austauschwechselwirkung zwischen dem ferrimagnetischen  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  und dem antiferromagnetischen NiO analysieren. Bei diesem Material wurden bisher einige Untersuchungen bezüglich des Exchange Bias durchgeführt. Unter anderem wurde analysiert, wie sich der Effekt verhält, wenn die Schichtdicke von  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  verändert wird, während das antiferromagnetische Material eine konstante Dicke beibehält (11). Es ergibt sich, dass der Exchange Bias und das Koerzitivfeld antiproportional zur ferrimagnetischen Schichtdicke abnehmen.

Für diese Arbeit wurde eine Probenserie erstellt, bei der die Schichtdicke von Magnetit im Bereich von 21 nm bis 34 nm gehalten und die Dicke von NiO variiert wurde. Es wurde vier Proben mit einer Nickeloxidschichtdicke von 6,7 nm, 15,5 nm, 22,0 nm und 44,3 nm untersucht. Eine Auflistung der verwendeten Proben und ihrer Bezeichnungen findet sich im Anhang in der Tabelle 1.



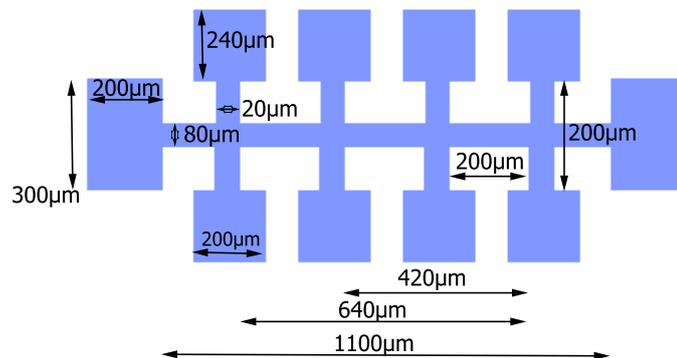
## 4. Experimentelle Grundlagen

An den untersuchten Proben werden einige experimentelle Messungen durchgeführt. Im Folgenden werden diese näher vorgestellt und erläutert, wie die Messergebnisse für die weitere Auswertung verarbeitet und dargestellt werden. Zuerst wird die Hauptmessung am Kryostaten und die Probenstrukturierung beschrieben. Mit Hilfe eines Alternating Gradient Magnetometer wird die Magnetisierung bestimmt und mit Röntgenreflektometrie die Schichtdicke ermittelt.

### 4.1. Magnetwiderstandsmessungen

Für die Magnetwiderstandsmessung müssen die Proben unter einem Magnetfeld auf bestimmte Temperaturen runtergekühlt werden. Um die Messungen durchführen zu können, werden die Proben zuvor strukturiert und kontaktiert. Im Folgenden wird die dafür nötige Präparation der Proben und der Messaufbau erläutert.

#### 4.1.1. Vorbereitung der Probe

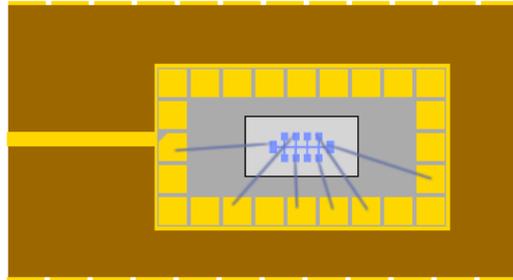


**Abbildung 4.1:** Die Proben werden als Hallbar strukturiert. Die Endkontakte werden mit Aluminiumdraht im Chipcarrier verbunden. Im Kryostaten wird der Widerstand auf den Leiterbahnen gemessen.

Damit die Proben auf ihre elektrischen Eigenschaften untersucht werden können, müssen sie zuvor strukturiert werden. Zuerst werden die Proben *lithographiert*. Dazu wird auf die Probe eine dünne Schicht Fotolack aufgetragen und bei 80°C 30 Minuten lang geheizt. Anschließend wird auf die Probe eine Schablone mit einer Hallbarstruktur (Abbildung 4.1) aufgelegt und einige Sekunden mit UV-Licht belichtet. Beim Fotolack handelt es sich um Positivlack. Das bedeutet, dass die von der Schablone unverdeckten Stellen von einer Entwicklerflüssigkeit entfernt werden können. Der Fotolack auf den verdeckten Bereichen bleibt resistent.

Die Probe wird anschließend mit Argonionen beschossen. Der resistente Fotolack dient dabei als Schutz und verhindert, dass die darunter liegende Schicht weggeätzt wird. Am Ende des

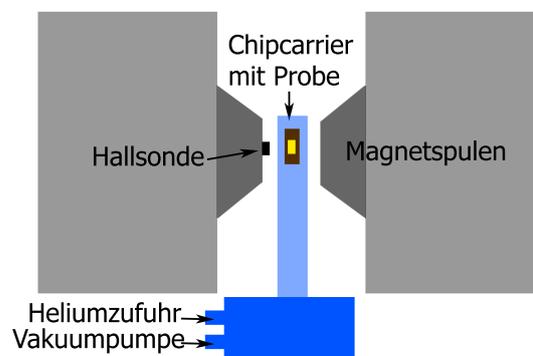
Ätzvorgangs bleibt das Substrat übrig, worauf die Oxidschicht in Form einer Hallbar zu erkennen ist.



**Abbildung 4.2:** Schemaskizze des Chipcarriers mit gebondeter Probe.

In Abbildung 4.2 ist ein *Chipcarrier* gezeigt. Auf ihm können die Proben mit der Hallbarstruktur befestigt werden. Mit einem *Hybond Modell 572A* werden einige Endkontakte der Hallbar mit den Goldkontakten des Carriers verbunden. Dazu wird Aluminiumdraht verwendet. Der Chip lässt sich anschließend in den Kryostaten einsetzen und es können die entsprechenden Goldkontakte über eine Steuereinheit für die Messung ausgewählt werden.

### 4.1.2. Kryostat



**Abbildung 4.3:** Schemaskizze des Kryostataufbaus. Die Probe wird in einer Haltevorrichtung mit Helium gekühlt. Mit den Magnetspulen kann ein gewünschtes Magnetfeld bis 1 Tesla erzeugt werden. Die Hallsonde misst das Magnetfeld.

Zur Bestimmung des Verwey-Übergangs und für die Magnetwiderstandsmessungen muss der Widerstand der Probe bei tiefen Temperaturen gemessen werden. Dafür wird ein *Kryostat* verwendet, in dem die Probe mit Helium auf 15 K runterkühlen werden kann.

Die Probe wird in einem Chipcarrier befestigt, in einen zylinderförmigen Aufbau an der Spitze eingesetzt und auf einen Druck von  $10^{-5}$  mbar gebracht. Die Kontakte an der Spitze sind über eine Steuereinheit mit zwei Keithley Multimetern verbunden. Am PC lässt sich später einstellen an welchen Kontakten gemessen werden soll. Der Zylinder wird zwischen die

Magnetspulen gestellt. Der aus zwei Magnetspulen bestehende Elektromagnet kann ein Feld von bis zu 1 Tesla erzeugen. Zwischen den Spulen ist eine Hallsonde befestigt, mit der das Feld aufgezeichnet wird (vgl. Abbildung 4.3).

### 4.1.3. Messmethoden

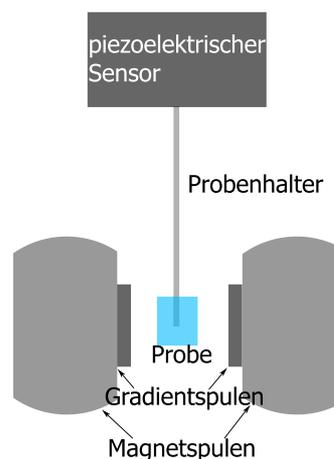
Im Kryostat werden zwei unterschiedlichen Messmethoden durchgeführt.

Zur Betrachtung des Verwey-Übergangs wird eine Leitfähigkeitsmessung durchgeführt. Dazu wird die Probe von 200 K auf 30 K gekühlt. Jede 5 K wird der Widerstand der Längshallbar und einer Querbar aufgezeichnet. Da das Kühlverhalten träge ist, wird vor der Aufnahme jeweils 20 Minuten gewartet. Anschließend wird die Leitfähigkeit von 30 K nach 200 K aufgezeichnet. Die erhaltenen Widerstandswerte werden logarithmisch gegen die Temperatur aufgetragen.

Für den Exchange Bias und den Trainigseffekt werden Magnetwiderstandsmessung durchgeführt. Die Probe wird unter einem Magnetfeld von -1500 Oe jeweils auf 80 K, 100 K, 120 K, 140 K und 160 K runtergekühlt. Bei den Temperaturen fährt das Magnetfeld ohne Unterbrechung 10 Loops zwischen -1500 Oe und 1500 Oe. Anschließend wird die Probe wieder auf Raumtemperatur gebracht und unter demselben Magnetfeld auf die nächste Temperatur runtergekühlt.

Für die beiden Messmethoden wurden eigenständige Makros mit Batch und Python geschrieben und auf vorgefertigte Bibliotheken zugegriffen.

## 4.2. AGM - Alternating Gradient Magnetometer

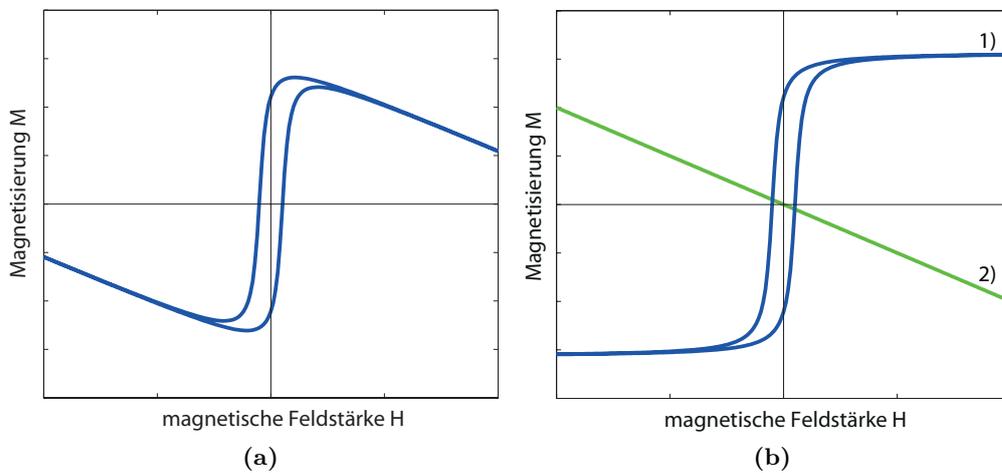


**Abbildung 4.4:** Schemaskizze des AGMs. Die Magnetspulen erzeugen ein konstantes Magnetfeld, während die Gradientenspulen ein sich schnell änderndes Gradientenfeld erzeugen, mit dem die Probe in Schwingung gebracht wird.

Um die magnetischen Eigenschaften der Schichten näher betrachten zu können, wird unter

anderem ein *Alternating Gradient Magnetometer (AGM)* verwendet. Es handelt sich dabei um das Model *MicroMag<sup>TM</sup> 2900 AGM* von *Princeton Measurements Corporation*. Beim AGM wird eine Probe auf einen Halter geklebt, welcher sich frei schwingend zwischen zwei Magnetspulen befindet (siehe Abbildung 4.4). Die Spulen erzeugen ein sich änderndes Gradientenfeld, was die Probe in leichte Schwingung versetzt. Der piezoelektrische Sensor am Ende des Probenhalters erfasst die Kraft der Schwingung, woraus das magnetische Moment der Probe bestimmt wird. In Abhängigkeit von einem zusätzlichen konstanten Magnetfeld kann so eine Magnetisierungskurve aufgenommen werden.

### 4.2.1. Messung und Reproduzierbarkeit

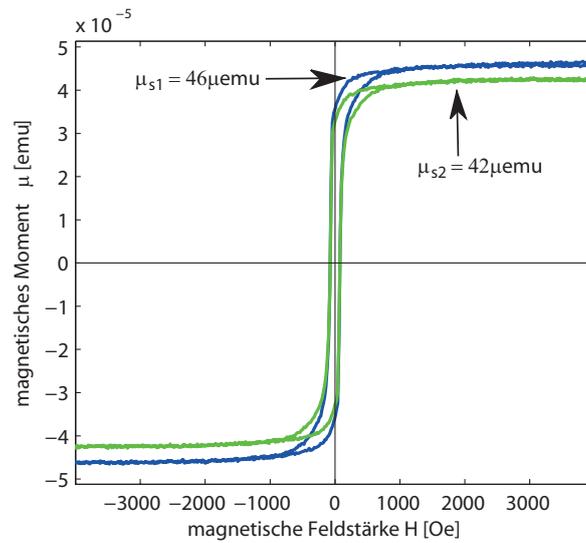


**Abbildung 4.5:** a) zeigt eine Magnetisierungskurve mit ferro- und diamagnetischen Beiträgen. In b) sind die magnetischen Beiträge getrennt voneinander geplottet. Die Kurve 1) beschreibt den ferromagnetischen und die Kurve 2) den diamagnetischen Beitrag.

Zu Beginn jeder Messreihe muss das AGM kalibriert werden. Dafür wird eine Kalibrierungsprobe mit bekannter Magnetisierung auf den Probenhalter geklebt. Es wird mit Hilfe des maximalen Ausschlags die Eigenfrequenz des Systems Halter-Probe bestimmt und anschließend die Messung gestartet. Das Messergebnis wird dann auf den bekannten Magnetisierungswert kalibriert.

In Abbildung 4.5 ist eine Magnetisierungskurve zu sehen. Bei dieser typischen Messkurve im AGM ist das magnetische Moment über das magnetische Feld aufgetragen. Beim Betrachten dieser Kurve fällt auf, dass neben der typischen Kurvenform eines ferromagnetischen Materials noch lineare Anteile mit negativer Steigung zu erkennen sind (vgl. Abbildung 4.5a). Dieser lineare Verlauf resultiert aus den diamagnetischen Beiträgen des Probenhalters und kann mit der vorhandenen Software am Messplatz von dem ferromagnetischen Beitrag subtrahiert werden (vgl. Abbildung 4.5b).

Betrachtet man Abbildung 4.6, so sind dort zwei Magnetisierungskurven zu erkennen. Diese stammen von derselben Probe und wurden direkt nacheinander aufgenommen. Die Probe



**Abbildung 4.6:** Zwei Magnetisierungskurven derselben Probe direkt nacheinander aufgenommen. Zwischen den Aufnahmen wurde die Eigenfrequenz der Proben erneut bestimmt. Der Unterschied in der Sättigung beträgt 9,5%.

wurde zwischen den Messungen nicht wieder ein- und ausgebaut, aber vor jeder Messung wurde die Eigenfrequenz erneut bestimmt. Die Sättigungswerte der Magnetisierungskurven sind jeweils  $\mu_{s1} = 46 \mu\text{emu}$  und  $\mu_{s2} = 42 \mu\text{emu}$ . Es ergibt sich ein relativer Fehler von 9,5%. Trotz Kalibrierung beträgt der relative Fehler beim AGM  $\pm 10\%$ .

#### 4.2.2. Auswertung der Daten

Aus der vorhandenen Kurve lässt sich das magnetische Moment in Sättigung  $\mu_s$  bestimmen. Damit kann das magnetische Moment  $\mu_{FU}$  pro Formeleinheit (FU<sup>4</sup>) berechnet werden. Dazu betrachtet man den Zusammenhang  $\mu_{FU} = \mu_s \frac{V_{FU}}{V_{FM}}$ .  $V_{FU}$  bezeichnet das Volumen der Formeleinheit und  $V_{FM}$  das Volumen des Ferro(i)magneten. Das Volumen der Einheitszelle  $V_{EZ}$  kann aus mehreren  $V_{FU}$  bestehen. Bei Magnetit sind es 8  $V_{FU}$ , also gilt  $V_{FU} = \frac{V_{EZ}}{8}$ . Für die kubische Kristallstruktur von  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  kann das Volumen der Einheitszelle über die zugehörige Gitterkonstante  $a$  berechnet werden. Es gilt

$$\mu_{FU} = \mu_s \frac{a^3}{8V_{FM}}.$$

Das Volumen  $V_{FM}$  des Ferro(i)magneten (FM) lässt sich über die folgende Beziehung bestimmen. Es gilt mit der Schichtdicke  $d_{FM}$  und der Fläche  $A_{FM}$  der Probe

$$V_{FM} = A_{FM} \cdot d_{FM}.$$

<sup>4</sup>FU = formular unit

Da bei vollständig bedeckten Substratstücken die geometrische Oberfläche vom Substrat und der ferromagnetischen Schicht gleich groß sind ( $A_{FM} = A_{Sub}$ ), gilt

$$V_{FM} = A_{Sub} \cdot d_{FM} = \frac{V_{Sub}}{d_{Sub}} \cdot d_{FM}$$

mit der Schichtdicke  $d_{Sub}$  und dem Volumen  $V_{Sub}$  des Substrates. Mit

$$V_{Sub} = \frac{m_{Sub}}{\rho_{Sub}}$$

und  $\rho_{Sub}$  als Substratdichte ergibt sich

$$V_{FM} = \frac{m_{Sub} \cdot d_{FM}}{\rho_{Sub} \cdot d_{Sub}}.$$

Die Masse der Schicht ist im Vergleich zur Substratmasse  $m_{Sub}$  vernachlässigbar klein, daraus folgt für die Gesamtmasse  $m_{Ges} = m_{Sub}$ .

Für das magnetische Moment pro Formeleinheit für Magnetit erhält man die Gleichung

$$\mu_{FU} = \mu_s \frac{a^3}{8} \cdot \frac{\rho_{Sub} \cdot d_{Sub}}{m_{Ges} \cdot d_{FM}}. \quad (4.1)$$

Die Gitterkonstante  $a$  von Magnetit und die Dichte des Substrates  $\rho_{Sub}$  werden der Literatur entnommen. Die Dicke des Substrates  $d_{Sub}$  ist vom Hersteller gegeben. Die Gesamtmasse  $m_{Ges}$  der Probe wird mit einer Feinwaage gemessen und die Dicke der Schicht  $d_{FM}$  wird mittels XRR bestimmt.

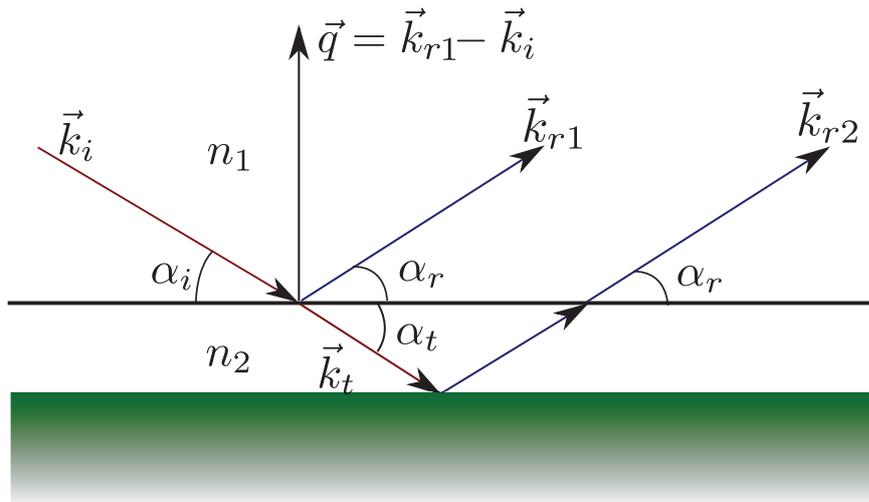
### 4.3. XRR - Röntgenreflektometrie

Mit der Röntgenreflektometrie (XRR) lässt sich die Schichtdicke und die Rauheit von Zweischichtsystemen bestimmen. In diesem Fall wurde ein *Röntgendiffraktometer X'Pert Pro MPD* von Philips verwendet. Die Probe wird auf einem Teller platziert und mit Röntgenstrahlen einer Kupferanode<sup>5</sup> unter einem Winkel  $\alpha_i$  bestrahlt. Wie in Abbildung 4.7 dargestellt wird der einfallende Strahl unter dem Winkel  $\alpha_t$  teilweise transmittiert und unter dem Winkel  $\alpha_r$  reflektiert. Der transmittierte Strahl wird am Substrat wieder reflektiert und tritt ebenfalls unter dem Winkel  $\alpha_r$  wieder aus dem Medium aus. Ein Detektor misst die Intensität der reflektierten Strahlung. Die gemessene Intensität kann abhängig vom Einfallswinkel aufgetragen werden oder abhängig vom reziproken Streuvektor  $\vec{q}$ . Der Streuvektor ist die Differenz aus einfallendem und ausfallendem Strahl und lässt sich schreiben als

$$q = 2k \sin \alpha_i = \frac{4\pi}{\lambda} \sin \alpha_i \quad (4.2)$$

---

<sup>5</sup> $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$



**Abbildung 4.7:** Unter einem Winkel  $\alpha_i$  trifft ein Röntgenstrahl mit dem Wellenvektor  $\vec{k}_i$  auf ein Medium und wird unter dem Winkel  $\alpha_t$  teilweise transmittiert und unter dem Winkel  $\alpha_r$  reflektiert. Der transmittierte Strahl wird am Substrat wieder reflektiert und tritt unter dem Winkel  $\alpha_r$  wieder aus dem Medium aus. Die Wellenvektoren  $\vec{k}_{r1}$  und  $\vec{k}_{r2}$  interferieren miteinander. Die Brechungsindizes sind  $n_1$  und  $n_2$  und der Streuvektor  $\vec{q}$  ergibt sich aus der Differenz der Wellenvektoren  $\vec{k}_{r1}$  und  $\vec{k}_i$ .

mit  $k = \frac{2\pi}{\lambda}$  als Wellenzahl.

$$n = 1 - \delta + i\beta \quad (4.3)$$

beschreibt den komplexen Brechungsindex mit der Dispersion  $\delta$  und der Absorption  $\beta$ . Beide Größen sind abhängig von der Elektronendichte  $\sigma$  des Materials. Für Röntgenstrahlen in Materie gilt  $|n| \approx 1 - 10^{-6}$ . Damit ist der Brechungsindex immer kleiner 1 und beim Übergang vom optischen dichteren zum optischen dünneren Medium tritt für kleine Winkel  $\alpha_i$  Totalreflexion auf. Ab dem kritischen Winkel

$$\alpha_c \approx \sqrt{2\delta} \quad (4.4)$$

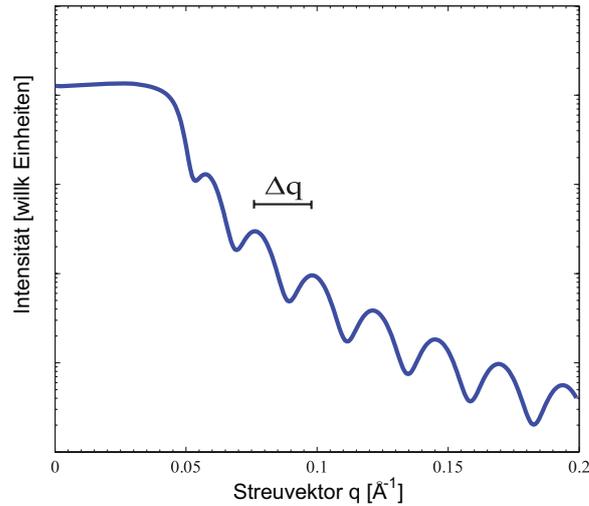
kann die Strahlung in das Material eindringen.

In Abbildung 4.8 ist eine Kurve eines Einschichtensystems zusehen. Bis zum kritischen Winkel  $\alpha_c$  ist die Totalreflexion zu erkennen. Die Oszillation ergibt sich aus der Interferenz der an der Ober- und Unterseite der Schicht reflektierten Strahlen. Ab dem kritischen Winkel nimmt die Kurve proportional zu  $q^{-4}$  ab. Hier ist im Verhältnis zur Eindringtiefe der Röntgenstrahlung die Schichtdicke des Substrates unendlich.

Aus der Oszillationsbreite  $\Delta q$  lässt sich mit

$$d = \frac{2\pi}{\Delta q} \quad (4.5)$$

die Schichtdicke  $d$  eines Einschichtensystems berechnen.



**Abbildung 4.8:** Beispielkurve einer Magnetschicht auf MgO-Substrat. Aus der Oszillation  $\Delta q$  kann die Schichtdicke  $d$  mit  $d = \frac{2\pi}{\Delta q}$  bestimmt werden. Diese Gleichung gilt aber nur exakt für Einschichtensysteme. Der Beginn der Kurve entspricht der Totalreflexion bis zum kritischen Winkel  $\alpha_c$ .

Hat die Probe mehr als eine Schicht, so müssen die Schichten mit dem *Parratt-Algorithmus* (22) und der Formel

$$R_{j-1,j} = \frac{r_{j-1,j} + R_{j,j+1} \exp(id_j q_j)}{1 + r_{j-1,j} R_{j,j+1} \exp(id_j q_j)} \quad (4.6)$$

rekursiv bestimmt werden. Hier entspricht  $d_j$  der Dicke der  $j$ -ten Schicht,  $q_j$  dem  $j$ -ten Streuvektor und  $r_{j-1,j}$  dem Fresnel-Reflexionskoeffizienten der Grenzfläche zwischen  $(j-1)$ -ter und  $j$ -ter Schicht. Zum Anfitzen der Messkurven wird das in der AG Wollschläger geschriebene das Programm *iXRR* verwendet. Eine detailliertere Beschreibung zum Programm und der rekursiven Berechnung der Schichtdicken sind in Referenz (23) zu finden.

## 5. Ergebnisse

In diesem Kapitel wird zuerst die Vorcharakterisierung der Proben beschrieben. Dies sind die Voruntersuchungen der Messungen im darauffolgenden Hauptteil. Die Bezeichnungen der verwendeten Proben und ihre Eigenschaften lassen sich im Anhang in der Tabelle 1 finden.

### 5.1. Vorcharakterisierung der Proben

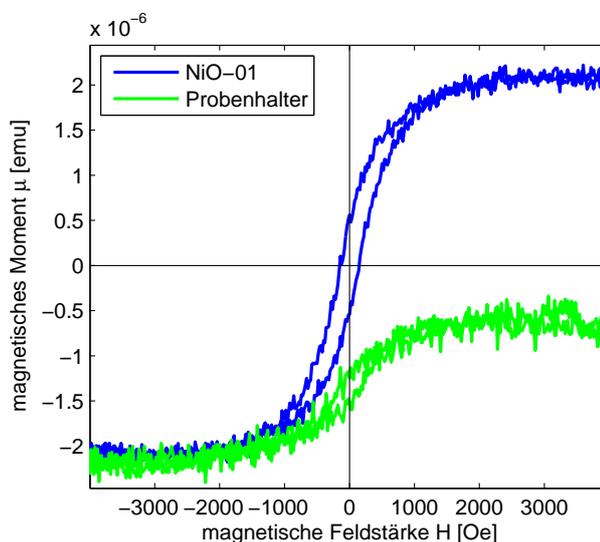
Um den Einfluss der einzelnen Schichten im weiteren Verlauf der Arbeit besser vergleichen zu können, werden hier Magnetit und Nickeloxid als Einzelschichtsysteme untersucht. Sie werden auf ihre magnetischen Eigenschaften analysiert und es wird der temperaturabhängige Widerstand während des Verwey-Übergangs gemessen.

Bei den verwendeten Proben  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -01 und  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -02 handelt sich um unterschiedlich dicke Magnetitschichten auf MgO. Des Weiteren wird eine Magnetitschicht auf Strontiumtitanat<sup>6</sup> ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -03) und eine Nickeloxidschicht auf MgO (NiO-01) untersucht.

#### 5.1.1. Einzeluntersuchungen der Schichten im AGM und im XRR

Die Magnetisierungskurve der Magnetitprobe  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -01 gemessen im AGM zeigt das typische hysteretische Verhalten (vgl. Abbildung 4.6) mit einem Sättigungsmoment von

$$\mu_{s_{\text{Fe}_3\text{O}_4-01}} = 46 \mu\text{emu}.$$

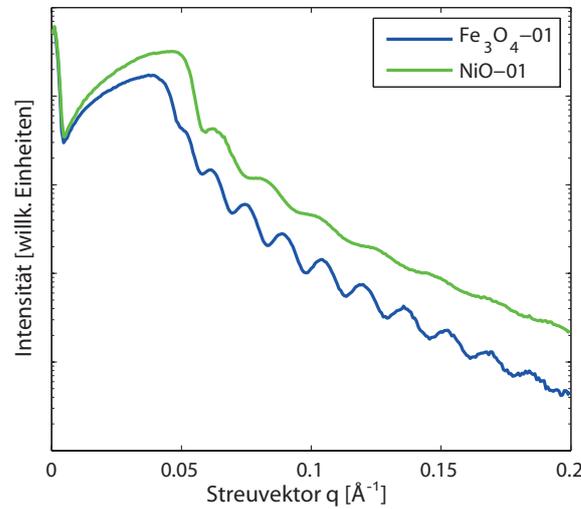


**Abbildung 5.1:** Magnetisierungskurve einer NiO/MgO-Probe (NiO-01) und des reinen Probenhalters. Obwohl die Materialien antiferromagnetisch und diamagnetisch sind, ergibt sich eine schwache ferromagnetische Kurve.

Die aufgenommene blaue Hysterese in Abbildung 5.1 ist die über zehn Aufnahmen gemittelte Magnetisierungskurve von Nickeloxid auf MgO (NiO-01) mit einem Sättigungswert von

<sup>6</sup>SrTiO<sub>3</sub>

$\mu_{s_{NiO-01}} = 2 \mu\text{emu}$ . Der Sättigungswert ist um eine Größenordnung kleiner als der vom Magnetit. Für ein rein antiferromagnetisches Material dürfte aber keine Hysterese zu sehen sein. Bei der Größenordnung dieser Kurve liegen die Werte im Fehlerbereich von 10%. Zum Vergleich ist in grün die Magnetisierungskurve des Probenhalters ohne eine Probe zu sehen. Obwohl der Halter aus diamagnetischem Material besteht, ist eine Hystereseschleife zu erkennen. Ein Grund dafür könnte der Kontakt mit anderen ferromagnetischen Stoffen sein. Vor der Messung im AGM wird die Probe mit einer digitalen Feinwaage gewogen und dafür auf eine metallische Oberfläche gelegt, wodurch sich ferromagnetische Kleinstteilchen auf der Probe absetzen könnten. Auch bei der Herstellung der Probe wird diese mit ferromagnetischen Materialien in Kontakt gebracht. Dieser Kontakt kann eine derartige Magnetisierungskurve verursachen.



**Abbildung 5.2:** XRR-Aufnahmen der Proben  $\text{Fe}_3\text{O}_4-01$  und  $\text{NiO}-01$ . Aus der Oszillationsbreite  $\Delta q$  kann die Schichtdicke der jeweiligen Probe berechnet werden.

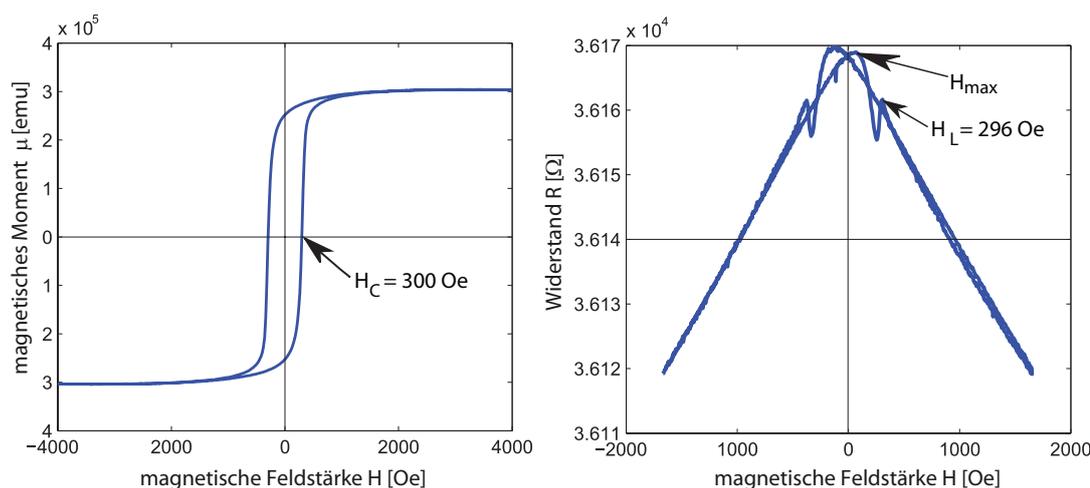
Zur Berechnung des magnetischen Moments wird noch die Schichtdicke benötigt. Die Ergebnisse der XRR-Messung sind in Abbildung 5.2 zu sehen. Wie schon erwähnt, kann die Schichtdicke bei einzelnen Einzelschichtsystem aus der Oszillationsbreite  $\Delta q$  bestimmt werden. Je kleiner die Oszillationsbreite desto dicker ist die Schicht.

Die Dicke der Magnetitschicht ist somit  $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4-01} = 41,4 \text{ nm}$ . Mit der Gleichung 4.1 ergibt sich für die Probe ein magnetisches Moment von  $\mu_{\text{FU}_{\text{Fe}_3\text{O}_4-01}} = 6,1 \mu\text{B}/\text{FU}$ . Der theoretische Wert liegt hier bei  $\mu_{\text{FU}_{\text{theo}}} = 4 \mu\text{B}/\text{FU}$  (24). Die Probe  $\text{Fe}_3\text{O}_4-02$  hat einen Sättigungswert von  $\mu_{s_{\text{Fe}_3\text{O}_4-02}} = 223 \mu\text{emu}$  und eine Schichtdicke von  $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4-02} = 218 \text{ nm}$ . Damit ergibt sich ein magnetisches Moment von  $\mu_{\text{FU}_{\text{Fe}_3\text{O}_4-02}} = 3,0 \mu\text{B}/\text{FU}$ . Probe  $\text{Fe}_3\text{O}_4-03$  hat mit einer Sättigung von  $\mu_{s_{\text{Fe}_3\text{O}_4-03}} = 29 \mu\text{emu}$  und einer Schichtdicke von  $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4-03} = 26,8 \text{ nm}$  ein magnetisches Moment, von  $\mu_{\text{FU}_{\text{Fe}_3\text{O}_4-03}} = 2,2 \mu\text{B}/\text{FU}$ . Die Dicke der Nickeloxidschicht beträgt  $d_{\text{NiO}-01} = 26,5 \text{ nm}$ . Zum Vergleich hat das Nickeloxid hier ein magnetisches Moment<sup>7</sup>

<sup>7</sup>Zur Berechnung wurde die Gleichung 4.1 entsprechend angepasst.

von  $\mu_{FU_{NiO}} = 0,02 \mu_B/FU$ . Da dieser Wert innerhalb der Messungenauigkeit liegt, wird bei weiteren Auswertungen das magnetische Moment vom Nickeloxid vernachlässigt.

### 5.1.2. Zusammenhang zwischen AGM- und Magnetwiderstandskurven



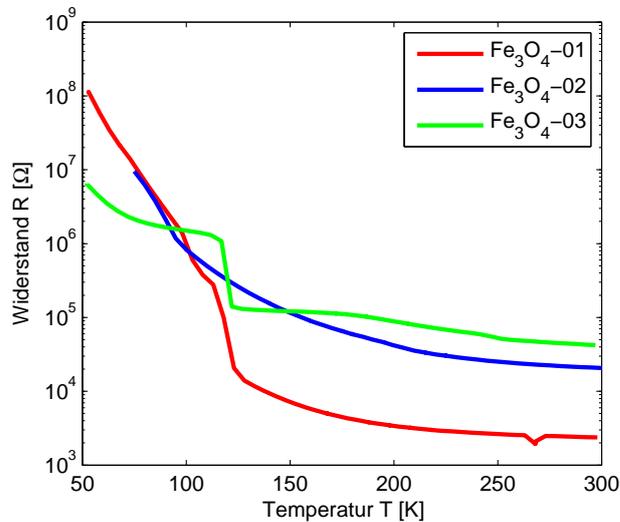
(a) Magnetisierungskurve der Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-02 Probe aufgenommen bei 300 K im AGM. Das Koerzitivfeld liegt bei  $H_C = (300 \pm 20)$  Oe.

(b) Magnetwiderstandskurve der Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-02 Probe aufgenommen bei 300 K im Kryostaten. Das lokale Maximum liegt bei  $H_L = (296 \pm 5)$  Oe.  $H_{max}$  beschreibt die absoluten Maxima für positive und negative Magnetfelder.

**Abbildung 5.3:** Zwei Messkurven der Probe Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-02 bei 300 K. Der direkte Vergleich zeigt, dass das Koerzitivfeld  $H_C$  der Magnetisierungskurve mit dem lokalen Maximum bei  $H_L$  der Widerstandskurve im Rahmen der jeweiligen Fehlergrenze übereinstimmt.

Um den Trainingseffekt untersuchen zu können, werden die Koerzitivfelder der Magnetisierungskurven benötigt. Diese können sowohl aus AGM-Messungen als auch aus Magnetwiderstandskurven oder SQUID-Messungen bestimmt werden. In Abbildung 5.3 sind zwei bei 300 K aufgenommene Kurven der Probe Fe-Ni-02 dargestellt. Bei dieser Probe handelt es sich um ein Zweischichtsystem bestehend aus Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/NiO auf MgO (vgl. Tabelle 1 im Anhang). Abbildung 5.3a zeigt eine im AGM aufgenommene Magnetisierungskurve. Das Koerzitivfeld liegt hier bei  $H_C = (300 \pm 20)$  Oe. Abbildung 5.3b zeigt eine Magnetwiderstandskurve aufgenommen im Kryostaten bei 300 K. Diese Kurve hat ein lokales Maximum bei  $H_L = (296 \pm 5)$  Oe. Für die Untersuchung des Trainingseffektes wäre dies der optimale Punkt, da er mit dem Koerzitivfeld der AGM-Messung im Rahmen der Fehlergrenzen übereinstimmt. Bei Messungen bei tiefen Temperaturen konnte dieser Punkt allerdings nur selten aufgelöst werden. Aus diesem Grund werden im Weiteren die absoluten Maxima  $H_{max}$  beim positiven und negativen Magnetfeld betrachtet. Da sich beim Exchange Bias und beim Trainingseffekt nicht nur das Koerzitivfeld verschiebt, sondern sich die gesamte Magnetisierungskurve verändert, werden diese Effekte auch in absoluten Maxima der Magnetwiderstandskurve zu sehen sein.

## 5.1.3. Leitfähigkeitsmessung bei tiefen Temperaturen von Einzelschichtsystemen



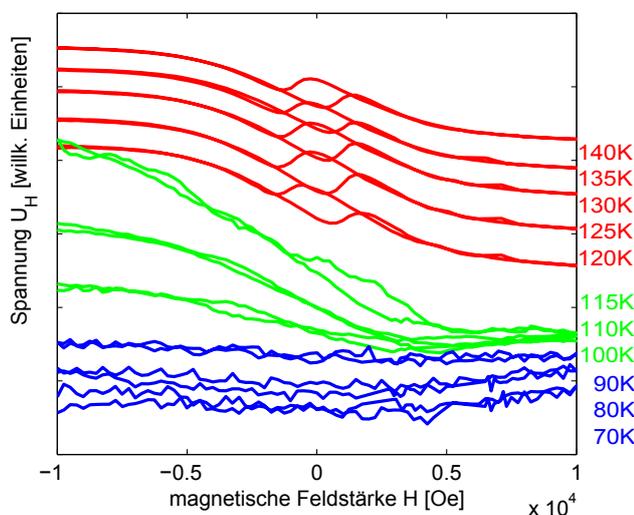
**Abbildung 5.4:** Die Proben  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -01,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -02 und  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -03 wurden im Kryostaten von 300 K auf 50 K runtergekühlt. In 5 K Schritten wurde der Widerstand aufgezeichnet. Widerstand  $R$  wurde logarithmisch gegen die Temperatur  $T$  aufgetragen.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -01 ist eine 41,4 nm dicke Magnetitschicht auf MgO. Die Probe  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -02 hat eine 218 nm dicke Magnetitschicht auf MgO und  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -03 ist eine 26,8 nm dicke Magnetitschicht auf Strontiumtitanat ( $\text{SrTiO}_3$ ).  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -01 und  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -03 zeigen einen deutlichen Verwey-Übergang im Vergleich zu  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -02.

In Abbildung 5.4 sind Leitfähigkeitskurven der Proben  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -01,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -02 und  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -03 abgebildet. Die Proben wurden von 300 K nach 50 K runtergekühlt. Der Widerstand wurde in 5 K Schritten gemessen.

Bei  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -01 ist der Verwey-Übergang gut zu erkennen. Ab 120 K steigt der Widerstand sprunghaft an.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -03 zeigt einen ähnlichen Sprung mit einem weiteren flachen Verlauf. Die Kurve für  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -02 hat keinen ausgeprägten Sprung und steigt stetig an. Bei ca. 100 K lässt sich ein schwacher Knick erkennen, was auf den Verwey-Übergang hinweist. Nach Referenz (21) sollte der Übergang bei dickeren Schichten schärfer zu sehen sein. Dieser ist jedoch bei der dicksten Probe ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -02) mit  $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4-02} = 218$  nm kaum zu erkennen. Der Grund hierfür könnte eine unreine Magnetitschicht mit einer abweichenden Stöchiometrie sein.

Der direkte Vergleich von  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -01 und  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -03 zeigt, dass  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -01 einen steileren Anstieg beim Verwey-Übergang hat als  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -03. Ein Grund für den steileren Verlauf der Leitfähigkeitskurve könnte die kleinere Gitterfehlpassung zwischen  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  und MgO (0,3%) im Vergleich zu der zwischen  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  und  $\text{SrTiO}_3$  (7,5%) sein. Denn eine kleinere Gitterfehlpassung verursacht geringere Verspannungen in der Magnetitschicht.

#### 5.1.4. Darstellung des Verwey-Übergangs mittels Halleffekt



**Abbildung 5.5:** An der 41,4 nm dicken Magnetitschicht ( $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-01}$ ) wurden bei verschiedenen Temperaturen Hallmessungen durchgeführt und die Hallspannung  $U_H$  aufgezeichnet. Oberhalb des Verwey-Übergangs von 120 K ergeben die Kurven eine Hystereseschleife. Darunter verschwindet sie und es ist mit zunehmendem magnetischem Feld nur ein Spannungsabfall zu beobachten. Ab 90 K ist  $U_H$  unabhängig vom äußeren Magnetfeld.

Im Folgenden werden die Messungen der Hallspannung  $U_H$  im Temperaturbereich zwischen 70 K und 140 K der Probe  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-01}$  untersucht. Bei der Betrachtung der Abbildung 5.5 lässt sich eine Regelmäßigkeit feststellen.

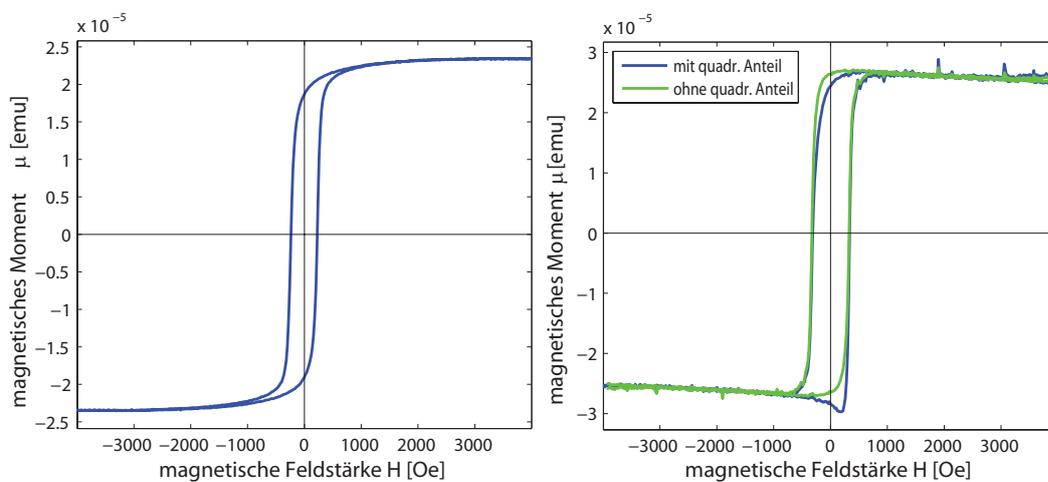
Oberhalb des Verwey-Übergangs, also bei 140 K bis 120 K, nimmt die Spannung mit zunehmendem Magnetfeld ab und bildet um den Nullpunkt herum eine Hystereseschleife. Im mittleren Bereich, also zwischen 120 K und 90 K, verschwindet die Hysterese, übrig bleibt der abfallende Verlauf der Spannungskurve mit zunehmendem magnetischen Feld. Mit abnehmender Temperatur flacht auch dieser Verlauf ab, bis der Widerstand ab ca. 90 K unabhängig vom äußeren Magnetfeld ist.

Es ist deutlich zu erkennen, welchen Einfluss der Verwey-Übergang auf die Hallspannung hat. Die Form der Hallkurve ändert sich sehr stark mit der Temperatur abhängig davon, ob man sich ober- oder unterhalb des Verwey-Übergangs befindet. Die absoluten Spannungen unterscheiden sich hier teilweise stark, da sich mit abnehmender Temperatur der Widerstand und damit die Spannung bei konstantem Strom erhöht.

## 5.2. Untersuchung des Zweischichtsystems Magnetit/Nickeloxid auf Magnesiumoxid

Nach der Vorcharakterisierung der Einzelschichtsysteme werden im Folgenden die Zweischichtsysteme unterschiedlicher Nickeloxidschichtdicke betrachtet. Es wird dabei verglichen bei welchen Nickeloxidschichtdicken der Verwey-Übergang eine größere Wirkung zeigt. Zudem wird der Trainingseffekt temperaturabhängig für die einzelnen Proben untersucht.

### 5.2.1. AGM und XRR Auswertung der Zweischichtsysteme



(a) Magnetisierungskurve der Probe Fe-Ni-01 gemessen mittels AGM.

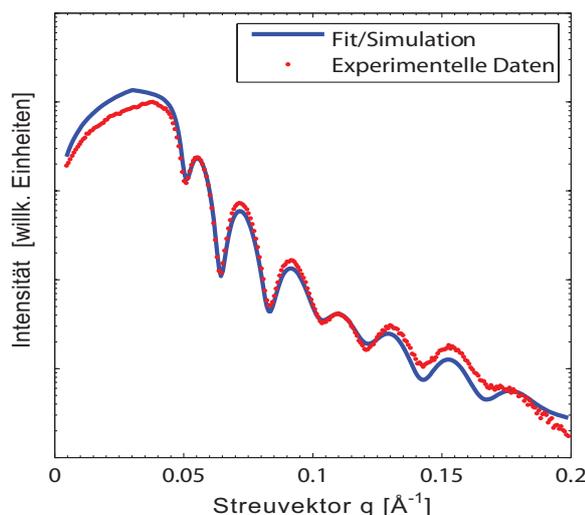
(b) Magnetisierungskurve der Probe Fe-Ni-04. In blau ist die normale Messung mit quadratischen Anteilen dargestellt. Bei der grünen Kurve wurden diese rausgerechnet.

**Abbildung 5.6**

Abbildung 5.6a zeigt die Magnetisierungskurve der Probe Fe-Ni-01 gemessen im AGM. Die Magnetisierungskurve der Zweischichtsysteme zeigt ebenfalls ein hysteretisches Verhalten. Fe-Ni-01 erreicht die Sättigung bei  $\mu_{s_{Fe-Ni-01}} = 23 \mu\text{emu}$ . Die anderen Proben sind gesättigt bei  $\mu_{s_{Fe-Ni-02}} = 30 \mu\text{emu}$ ,  $\mu_{s_{Fe-Ni-03}} = 54 \mu\text{emu}$  und bei  $\mu_{s_{Fe-Ni-04}} = 26 \mu\text{emu}$ .

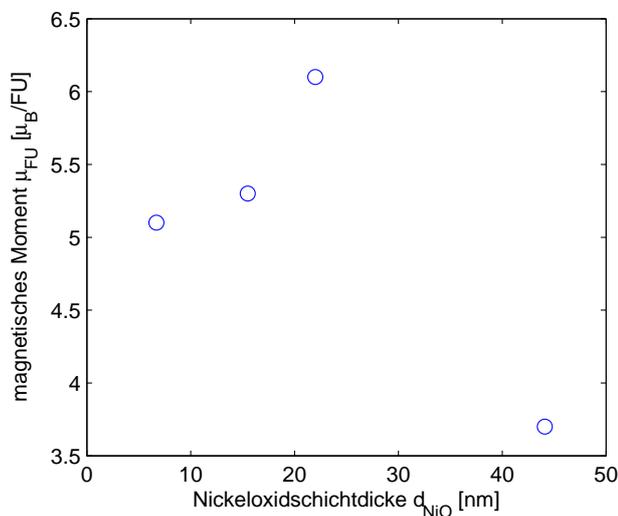
In Abbildung 5.6b ist die Magnetisierungskurve der Probe Fe-Ni-04 abgebildet. Diese Probe zeigt als einzige neben dem linearen Anteil (grüne Kurve) auch quadratische Anteile. Diese machen sich durch einen geraden Kurvenanteil (symmetrisch zum äußeren Magnetfeld) bemerkbar und heben sich bei der blauen Kurve deutlich von der grünen ab.

Um das magnetische Moment der Proben berechnen zu können, werden noch die entsprechenden Schichtdicken benötigt. Bei Mehrschichtsystemen lassen sich die Schichtdicken, wie in Kapitel 4.3 beschrieben, nicht mehr allein durch das Ablesen von  $\Delta q$  bestimmen. Dafür wird das Programm *iXRR* verwendet. Mit dem Programm lässt sich der Verlauf mit dem Parratt-Algorithmus anfitten und die jeweiligen Schichtdicken berechnen. In Abbildung 5.7 ist exemplarisch ein Fit der Probe Fe-Ni-01 dargestellt. Fe-Ni-01 hat eine Magnetitschicht-



**Abbildung 5.7:** XRR-Fit der Probe Fe-Ni-01. Der Fit wurde mit dem Programm *iXRR* erstellt (vgl. Referenz (23)).

dicke von  $d_{Fe-01} = 21$  nm und eine Nickeloxidschichtdicke von  $d_{Ni-01} = 6,7$  nm. Für die Berechnung des magnetischen Moments wird die Nickeloxidschichtdicke vernachlässigt, da das magnetische Moment unterhalb der Messgenauigkeit liegt. Damit ergibt sich für Fe-Ni-01 ein magnetisches Moment von  $\mu_{FU_{Fe-Ni-01}} = 5,1 \mu_B/FU$ .



**Abbildung 5.8:** Die magnetischen Momente der Proben geplottet über die Nickeloxidschichtdicke.

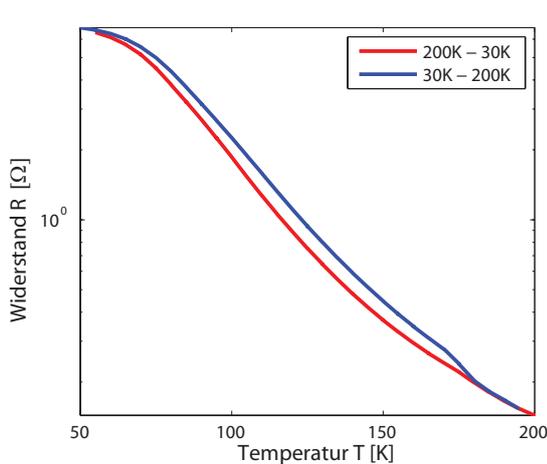
Die Probe Fe-Ni-02 hat eine Magnetitschichtdicke von  $d_{Fe-02} = 33,9$  nm und eine Nickeloxidschichtdicke von  $d_{Ni-02} = 15,5$  nm. Damit ergibt sich ein magnetisches Moment von  $\mu_{FU_{Fe-Ni-02}} = 5,3 \mu_B/FU$ . Für Fe-Ni-03 sind die Schichtdicken  $d_{Fe-03} = 30,8$  nm und  $d_{Ni-03} = 22$  nm und man erhält ein magnetisches Moment von  $\mu_{FU_{Fe-Ni-03}} = 6,1 \mu_B/FU$ . Bei der letzten Probe Fe-Ni-04 sind die Schichtdicken  $d_{Fe-04} = 27,6$  nm und  $d_{Ni-04} = 44,1$  nm.

## 5.2 Untersuchung des Zweischichtsystems Magnetit/Nickeloxid auf Magnesiumoxid

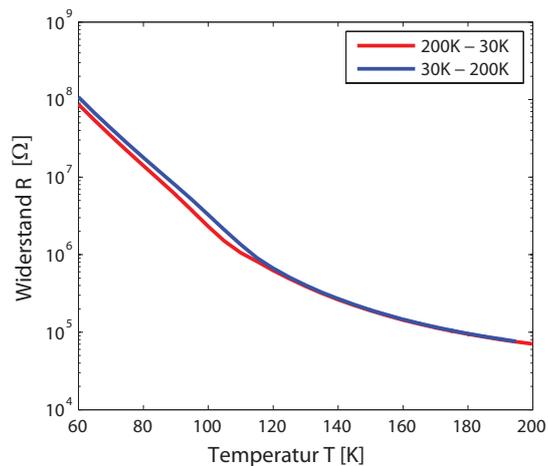
Das resultierende magnetische Moment ist  $\mu_{FU_{Fe-Ni-04}} = 3,7 \mu_B/FU$ .

Die berechneten magnetischen Momente sind in Abbildung 5.8 gegen die Nickeloxidschichtdicken aufgetragen. Mit zunehmender Schichtdicke des Nickeloxids nimmt auch das magnetische Moment im Bereich von  $5,3 \mu_B/FU$  bis  $6,1 \mu_B/FU$  zu. Die Probe mit einer Nickeloxidschichtdicke von  $44,1 \text{ nm}$  zeigt das kleinste Moment mit einem Wert von  $3,7 \mu_B/FU$ .

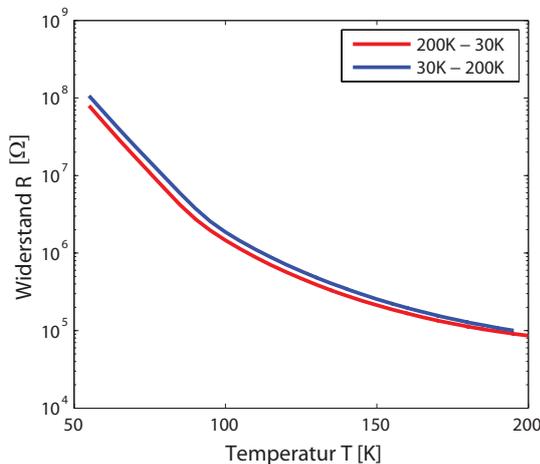
### 5.2.2. Leitfähigkeitsmessungen von Zweischichtsystemen bei tiefen Temperaturen



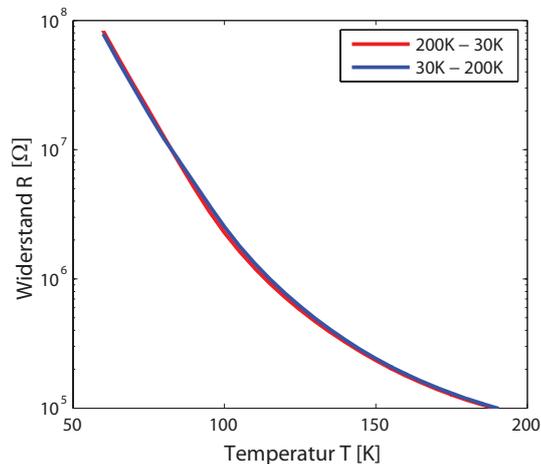
(a) Leitfähigkeitskurve der Probe Fe-Ni-01. Beginn der Hystereseschleife liegt bei 185 K.



(b) Leitfähigkeitskurve der Probe Fe-Ni-02. Beginn der Hystereseschleife liegt bei 115 K.



(c) Leitfähigkeitsmessung der Probe Fe-Ni-03. Verwey-Übergang erzeugt einen Knick bei 95 K. Der Anfang der Hystereseschleife könnte bei 210 K liegen.



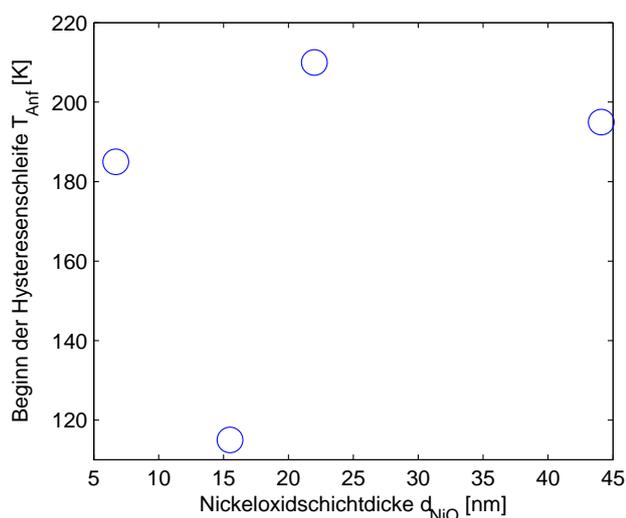
(d) Leitfähigkeitsmessung der Probe Fe-Ni-04. Verwey-Übergang nicht zu sehen, dafür eine kleine Hystereseschleife zwischen 195 K und 85 K.

### Abbildung 5.9

Es wurden Leitfähigkeitsmessungen für die Proben Fe-Ni-01 (Abbildung 5.9a), Fe-Ni-02 (Abbildung 5.9b), Fe-Ni-03 (Abbildung 5.9c) und Fe-Ni-04 (Abbildung 5.9d), wie in Kapitel 4.1.3 beschrieben, durchgeführt. Es fällt auf, dass die Form der Widerstandskurven in einem be-

stimmten Temperaturbereich davon abhängt, ob die Probe heruntergekühlt oder hochgeheizt wurde. In diesem Temperaturbereich bilden die Kurven eine Hystereseschleife. In Abbildung 5.9a und 5.9d ist diese Schleife geschlossen. Bei den anderen beiden Proben ist der Widerstand zu groß, um diesen Bereich messen zu können. Im Vergleich zu den in Abbildung 5.4 dargestellten Messungen ist in diesen Leitfähigkeitsmessungen der Verwey-Übergang nur schwach zu erkennen. Die Proben Fe-Ni-02 und Fe-Ni-03 weisen einen Knick bei 115 K bzw. bei 95 K auf. Dabei befindet sich dieser Knick bei unterschiedlichen Werten, abhängig davon, ob gekühlt oder geheizt wurde. Bei den anderen beiden Proben ist ein derartiger Übergang nicht zu erkennen.

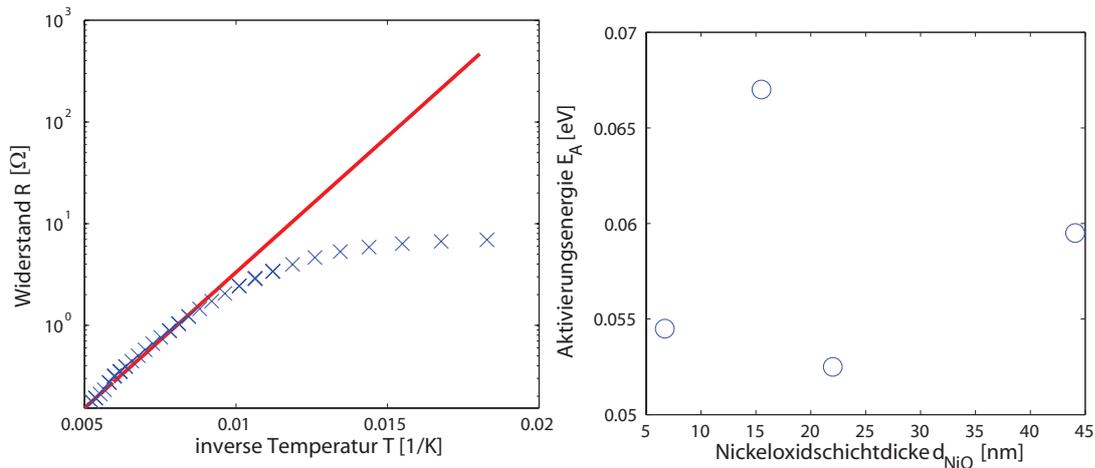
Wenn der Knick von Fe-Ni-01 bei 185 K und von Fe-Ni-02 bei 115 K als Verwey-Übergang gewertet werden kann, so zeigt sich, dass mit zunehmender Schichtdicke der Übergang bei kleineren Temperaturen liegt. Dieser Trend ist aber aufgrund der aktuellen Literatur nicht belegbar (vgl. Referenz (21)).



**Abbildung 5.10:** Beginn der Hystereseschleifen aufgetragen über die Nickeloxidschichtdicke.

In Abbildung 5.10 sind die Temperaturen bei denen die Hystereseschleife beginnt, über die jeweiligen Nickeloxidschichten geplottet worden. Die Werte der Proben Fe-Ni-01, Fe-Ni-03 und Fe-Ni-04 befinden sich in einem Intervall von  $\pm 15$  K. Bei der Probe Fe-Ni-02 ist mit  $T_{\text{Anf}} = 115$  K ein deutlicher Unterschied zu erkennen.

Betrachtet man die Leitfähigkeiten der Systeme, so lassen sich die Proben als schlechte Leiter mit Übergang zu Halbleitern beschreiben. Unter der Annahme, dass der Ladungstransport durch *nearest neighbour hopping* entsteht, können die Leitfähigkeitskurven mit der *Arrhenius* Gleichung (siehe Referenz (25)) angefitet und somit die Aktivierungsenergie  $E_A$  bestimmt werden. Dazu muss der Widerstand gegen die inverse Temperatur aufgetragen werden. In Abbildung 5.11a wurde exemplarisch der intrinsische Bereich der Probe Fe-Ni-01 angefitet.



(a) Leitfähigkeitskurve der Probe Fe-Ni-01 wurde im intrinsischen Bereich angefitet. Aus der Steigung der Gerade lässt sich die Aktivierungsenergie mit dem Boltzmann-Faktor berechnen. (b) Aktivierungsenergie aufgetragen über die Nickeloxidschichtdicke.

**Abbildung 5.11**

Die Gleichung des Fits ergibt sich aus

$$R = R_0 \exp\left(\frac{E_A}{k_B T}\right).$$

Logarithmiert man diese Gleichung, erhält man

$$\log(R) = \log(R_0) + \frac{E_A}{k_B} \frac{1}{T}$$

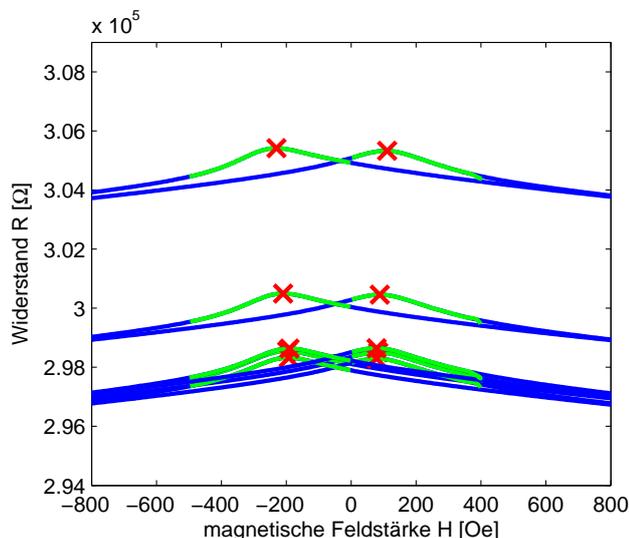
mit  $R$  als Widerstand bei der Temperatur  $T$  und dem Anfangswert  $R_0$  bei  $T = \infty$ . Der Faktor  $\exp\left(\frac{E_A}{k_B T}\right)$  entspricht dem Boltzmann-Faktor mit der Boltzmann-Konstanten  $k_B$  und der Aktivierungsenergie  $E_A$ . Damit lässt sich aus der Steigung  $m = \frac{E_A}{k_B}$  die Aktivierungsenergie mit

$$E_A = m k_B \tag{5.1}$$

bestimmen.

In Abbildung 5.11b wurden die berechneten Aktivierungsenergien über die jeweiligen Schichtdicken aufgetragen. Die Aktivierungsenergien befinden sich im Bereich zwischen 0,05 eV und 0,07 eV. Wie bereits in Abbildung 5.10 zeigen die Messwerte der Probe mit einer Nickeloxidschichtdicke von 15,5 nm im Vergleich zu den übrigen Messpunkten eine deutliche Abweichung.

### 5.2.3. Untersuchung und Auswertung des Trainingseffekts



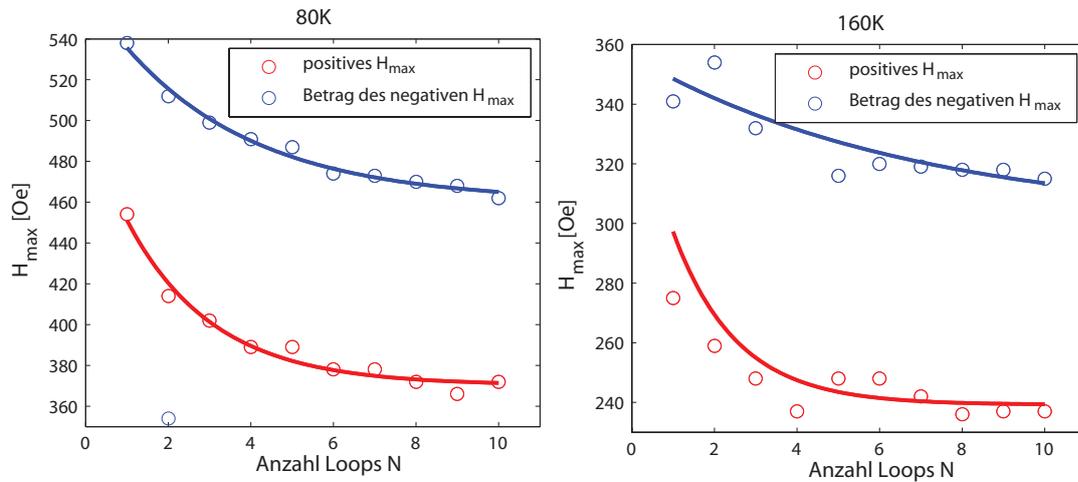
**Abbildung 5.12:** Fünf Widerstandskurven der Probe Fe-Ni-01 aufgenommen bei 160 K. Die Kurven werden angefittet (grün) und ihre Maxima ausgelesen (rote Kreuze). Die oberste Kurve bildet den ersten Loop.

Für die Untersuchung des Trainingseffektes wird eine Probe unter einem Magnetfeld parallel zum Längssteg der Hallbarstruktur auf eine bestimmte Temperatur gekühlt und dann das Magnetfeld im Bereich von -1500 Oe bis 1500 Oe zehn mal variiert. In Abbildung 5.12 sind fünf Magnetwiderstandskurven der Probe Fe-Ni-01 bei einer Temperatur von 160 K dargestellt. Bei näherer Betrachtung fällt auf, dass sich die globalen Maxima  $H_{max}$  (Kreuze) von Loop zu Loop verschieben. Sie nähern sich bei jedem Durchgang ein Stück weiter an. Dies ist der Trainingseffekt. Da dieser Effekt aber so nur schlecht zu vergleichen und festzustellen ist, werden die Maxima angefittet (grüne Linien) und ausgelesen.

In Abbildung 5.13 sind zwei Trainingseffekt-Plots der Probe Fe-Ni-02 zu sehen. Die magnetische Feldstärke der ausgelesenen Maxima  $H_{max}$  ist über die Anzahl der Loops geplottet. Die Werte in Abbildung 5.13a wurden bei 80 K aufgenommen und befinden sich somit unterhalb des Verwey-Übergangs. Die Werte in Abbildung 5.13b wurden bei 160 K aufgenommen und befinden sich oberhalb des Übergangs. Mit zunehmender Loopanzahl nimmt die durch den Exchange Bias verursachte Verschiebung ab und nähert sich einem konstanten Wert an. Die Probe wurde jeweils unter einem negativen Magnetfeld abgekühlt und daher ist hier auch die Vorzugsrichtung negativ. Diese Aussage lässt sich aber nicht verallgemeinern. Die Probe Fe-Ni-03 hat bei jeder Temperatur eine positive Vorzugsrichtung (vgl. Abbildung 5.14). Die Verschiebung bei 80 K ist deutlich größer als bei 160 K.

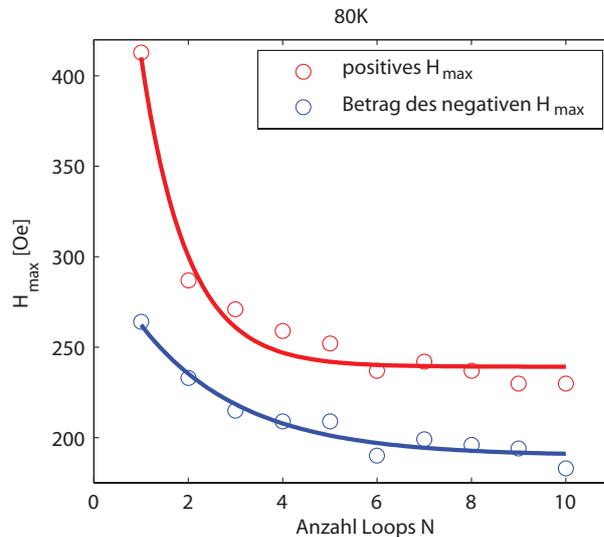
Die Trainingseffekt-Plots in den Abbildungen 5.13 und 5.14 werden mit der Exponentialgleichung

$$H_{max}(N) = A \exp(B(N - C)) + D \quad (5.2)$$



(a) Trainingseffekt der Probe Fe-Ni-02 bei 80K. (b) Trainingseffekt der Probe Fe-Ni-02 bei 160K.

**Abbildung 5.13:** Trainingseffekt-Plots der Probe Fe-Ni-02 bei einer Temperatur unterhalb und oberhalb des Verwey-Übergangs. Mit zunehmender Anzahl der Loops sinkt die durch den Exchange Bias verursachte Magnetfeldverschiebung bis sie einen konstanten Wert annimmt. Der Kurvenverlauf wurde jeweils mit der Gleichung 5.2 angefitet und mit einer durchgezogenen Linie dargestellt.

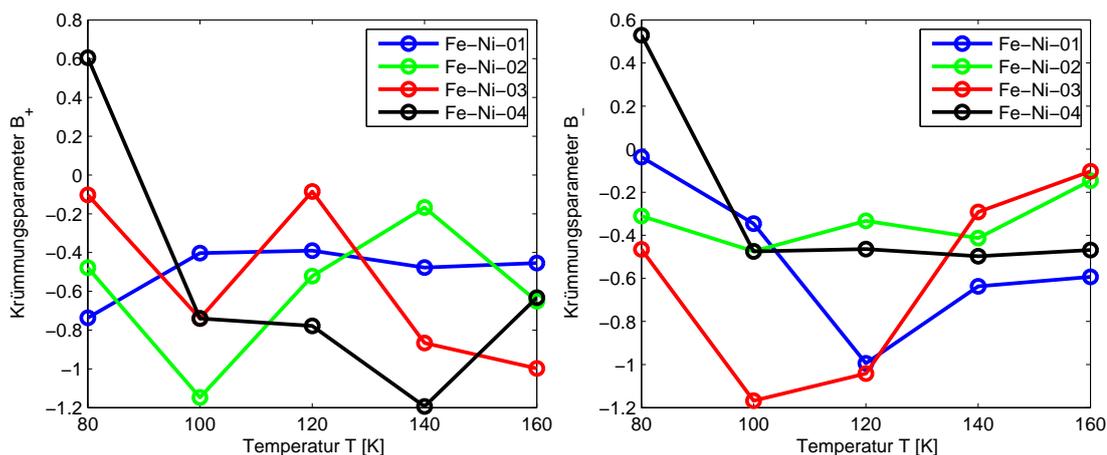


**Abbildung 5.14:** Trainingseffekt der Probe Fe-Ni-03 bei 80K. Die Probe weist als einziges eine positive Vorzugsrichtung auf. Der Kurvenverlauf wurde jeweils mit der Gleichung 5.2 angefitet und mit einer durchgezogenen Linie dargestellt.

angefittet. Der Koeffizient  $A$  beschreibt die Amplitude des Fits,  $B$  das Krümmungsverhalten und  $C$  die Verschiebung auf der Loop-Achse. Die Verschiebung  $D$  gibt den konstanten Wert an, an den sich der Fit annähert. Je größer  $D$  ist desto stärker wirkt der Exchange Bias. Für positives  $H_{max}$  werden die Fitparameter mit dem Index  $+$  gekennzeichnet, für negatives  $H_{max}$  mit  $-$ .

### 5.2.4. Stärke des Trainingseffekts

Aus der Exponentialgleichung 5.2 mit der die Plots in Abbildung 5.13 und Abbildung 5.14 angefüllt sind, lässt sich die Stärke des Trainingseffekts mit dem Krümmungsparameter  $B$  beschreiben. Dieser Parameter  $B$  beschreibt in welchem Maße der Exchange Bias abnimmt. Ein kleiner Wert deutet auf einen stärkeren Abfall des Exchange Bias hin.



(a) Krümmungsparameter  $B_+$  für positives  $H_{max}$  zur Beschreibung des Trainingseffekts aufgetragen gegen die Temperatur. Ein kleiner Wert deutet auf einen stärkeren Abfall des Exchange Bias hin.

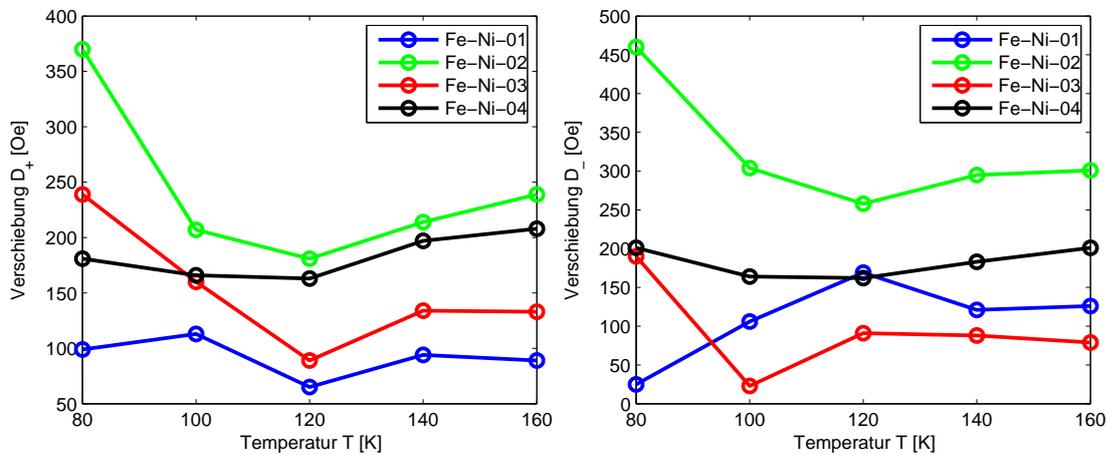
(b) Krümmungsparameter  $B_-$  für negatives  $H_{max}$  zur Beschreibung des Trainingseffekts aufgetragen gegen die Temperatur. Ein kleiner Wert deutet auf einen stärkeren Abfall des Exchange Bias hin.

Abbildung 5.15

In den Abbildungen 5.15a und 5.15b sind die positiven und negativen Krümmungsparameter ( $B_+$  und  $B_-$ ) abhängig von den jeweiligen Temperaturen aufgetragen. Es fällt auf, dass das Krümmungsverhalten sich im positiven und im negativen unterscheidet. Während  $B_+$  der Probe Fe-Ni-01 einen weitgehend konstanten Verlauf hat, zeigt  $B_-$  einen starken Ausschlag und damit sein globales Minimum bei 120 K. Die Probe Fe-Ni-02 hat im Gegensatz dazu ein weitgehend konstantes Krümmungsverhalten  $B_-$ . Der Verlauf für  $B_+$  hat hingegen ein globales Minima bei 100 K und ein Maxima bei 140 K. Für Fe-Ni-03 verhalten sich die Krümmungsparameter entgegengesetzt. Der negative Parameter  $B_-$  hat ein Minimum bei 120 K, während der positive Parameter  $B_+$  hier ein Maximum hat. Das Krümmungsverhalten der Probe Fe-Ni-04 zeigt jeweils ein Maximum bei 80 K. Darauf folgt bei  $B_-$  eine konstante Krümmung bei ca. -0,5. Das positive Krümmungsverhalten ist stärker und hat ein Minimum bei 140 K.

Keine der Proben zeigt eine besondere Dominanz in ihrem Krümmungsverhalten, sowohl im positiven als auch im negativen, gegenüber den anderen Proben. Es ist kein Trend der Abnahme des Exchange Bias in Abhängigkeit der Temperatur oder der Nickeloxidschichtdicke festzustellen.

## 5.2.5. Analyse des Exchange Bias und des Austauschfeldes



(a) Darstellung der Verschiebung  $D_+$  der Exponentialfits geplotet abhängig von der Temperatur. Der Parameter  $D_+$  ist die Verschiebung vom positiven  $H_{max}$ . Fe-Ni-02 zeigt die größte Verschiebung.

(b) Darstellung der Verschiebung  $D_-$  der Exponentialfits geplotet abhängig von der Temperatur. Der Parameter  $D_-$  ist die Verschiebung vom Betrag des negativen  $H_{max}$ . Fe-Ni-02 zeigt hier ebenfalls die größte Verschiebung.

Abbildung 5.16

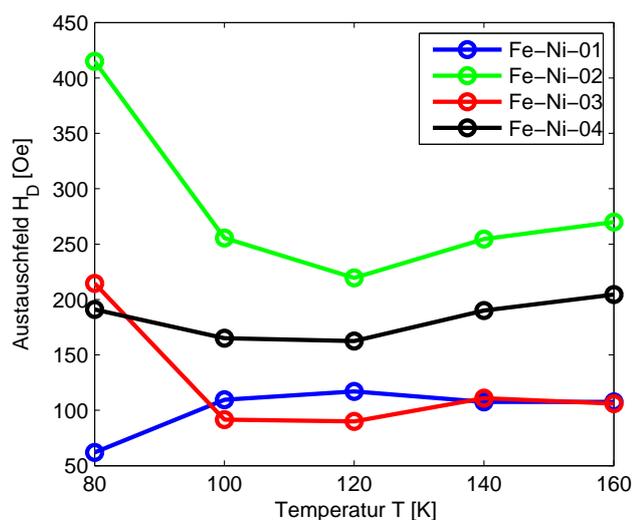
In Abbildung 5.16a wird die Verschiebung  $D_+$  für positives  $H_{max}$  gegen alle gemessenen Temperaturen geplotet. Fe-Ni-02 zeigt die größte Verschiebung, gefolgt von Fe-Ni-04 und Fe-Ni-03. Fe-Ni-01 zeigt die kleinste Verschiebung. Es fällt noch auf, dass Fe-Ni-01, Fe-Ni-02 und Fe-Ni-03 bei 120 K ihr globales Minimum haben, bei Fe-Ni-04 ist dies nicht der Fall. Die dickste Probe Fe-Ni-04 zeigt einen weitgehend konstanten Verlauf mit ansteigender Tendenz. Fe-Ni-02 hat die größte Änderung  $\Delta D$  zwischen 80 K und 160 K. In Abbildung 5.16b ist die Verschiebung  $D_-$  der Beträge der negativen  $H_{max}$  gegen alle gemessenen Temperaturen geplotet. Diese Grafik zeigt einen ähnlichen Kurvenverlauf wie in Abbildung 5.16a, bis auf dass die Kurve für Fe-Ni-01 bei 120 K nicht ihr globales Minimum hat, sondern ihr globales Maximum. Außerdem zeigt die Probe Fe-Ni-03 ab 100 K das kleinste Austauschfeld.

Die Verschiebung durch den Exchange Bias kann über das Austauschfeld dargestellt werden. Dies beschreibt die absolute Verschiebung der Magnetisierungskurve. Das Austauschfeld  $H_E$  lässt sich über das Koerzitivfeld  $H_C$  berechnen. In diesem Fall wurde aber nicht das Koerzitivfeld sondern die globalen Maxima  $H_{max}$  betrachtet. Darum wird hier ein Austauschfeld  $H_D$  definiert, das sich analog zu  $H_E$  verhält und die absolute Verschiebung der Magnetisierungskurve beschreibt.

Aus den Verschiebungen  $D_+$  und  $D_-$  wird das Austauschfeld  $H_D$  mit der Gleichung

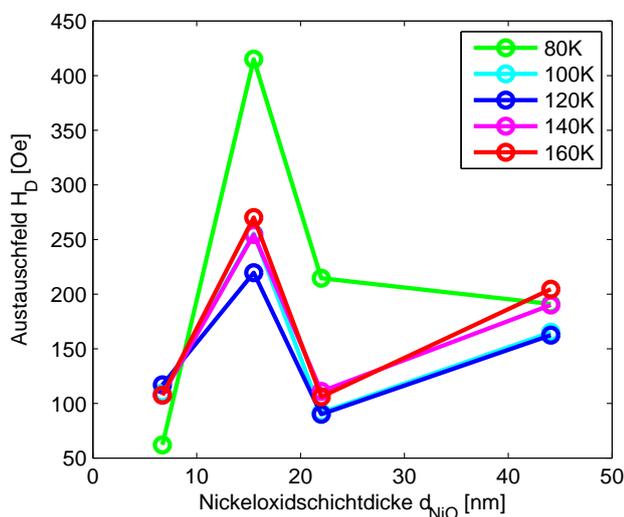
$$H_D = (D_+ + D_-)/2 \quad (5.3)$$

berechnet. Das Austauschfeld  $H_D$  wurde in Abbildung 5.17 gegen alle gemessenen Temperaturen geplotet. Auf dem ersten Blick unterscheiden sich Abbildung 5.16 und Abbildung



**Abbildung 5.17:** Austauschfeld  $H_D$  der Proben abhängig von der Temperatur geplottet. Je größer das Feld  $H_D$ , desto stärker wirkt der Exchange Bias auf die Probe. Fe-Ni-02 zeigt somit den stärksten Effekt.

5.17 nicht stark voneinander. Das Austauschfeld von Fe-Ni-02 zeigt die größten Werte, gefolgt von Fe-Ni-04, Fe-Ni-03 und Fe-Ni-01. Ein Unterschied zeigt sich bei Fe-Ni-01 und Fe-Ni-03. Bei 100 K und 120 K hat Fe-Ni-03 das kleinste Austauschfeld und ab 140 K haben die beiden Proben ein ähnliches Austauschfeld.



**Abbildung 5.18:** Austauschfeld  $H_D$  geplottet über die jeweiligen Nickeloxidschichtdicken. Bei 15,5 nm Dicke zeigt sich ein Ausschlag und bei 80 K das größte Austauschfeld.

Trägt man das Austauschfeld  $H_D$  über die Nickeloxidschichtdicke  $d_{NiO}$  bei der jeweiligen Temperatur auf, so ergeben sich die in Abb. 5.18 dargestellten Kurven. Es fällt sofort das Maximum bei allen Temperaturen auf. Dieses befindet sich bei  $d_{NiO} = 15,5$  nm und gehört zu

der Probe Fe-Ni-02. Weiterhin ist zu erkennen, dass das Austauschfeld im Bereich von 80 K bis 100 K kleiner und bei 120 K minimal wird. Im Temperaturbereich von 120 K bis 160 K nehmen die Werte für das Feld  $H_D$  wieder zu. Die größten Werte des Austauschfeldes  $H_D$  sind bei 80 K zu finden.

## 6. Diskussion

Die direkte Messung des Verwey-Übergangs erfolgt in dieser Arbeit über die Leitfähigkeitsmessung. Besonders bei den Einzelschichtsystemen (vgl. Abbildung 5.4) war der Übergang deutlich zu erkennen. Bei der Messung der Hallspannung (vgl. Abbildung 5.5) konnte der Verwey-Übergang ebenfalls gut beobachtet werden. Beim Überschreiten der Übergangstemperatur von 120 K verändert sich sehr deutlich die Spannungskurve von einer Hystereseschleife zu einer annähernd konstanten Kurve. Bei den Zweischichtsystemen war der Verwey-Übergang nicht so deutlich zu erkennen (vgl. Abbildung 5.9), obwohl die Magnetitschichten der Zweischichtsysteme und der Proben Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-01 und Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-02 ähnlich dick waren. Dies lässt sich auf die Nickeloxidschicht zurückführen, wobei es nicht sicher ist wie die Nickeloxidschichtdicke auf den Verwey-Übergang wirkt. In den Leitfähigkeitskurven in Abbildung 5.9 ist kein klarer Trend diesbezüglich zu erkennen. Leitfähigkeitsmessungen mit sehr dünnen Nickeloxidschichten könnten hier Aufschluss bringen, um zu untersuchen ab wann der Verwey-Übergang nicht mehr so deutlich zu erkennen ist.

Bei den Zweischichtsystemen ließ sich die Auswirkung des Verwey-Übergangs in den Magnetwiderstandsmessungen feststellen (vgl. Abbildung 5.18). Bei 120 K wurde bei allen Proben überwiegend das kleinste Austauschfeld  $H_D$  gemessen.

Der Trainingseffekt bzw. der Exchange Bias wurde auf seine Temperatur- und Schichtdickenabhängigkeit in Magnetitschichten mit unterschiedlich dicken Nickeloxidschichten untersucht. Bei der Stärke des Trainingseffekts lässt sich kein Trend feststellen. Sowohl für positive als auch für negative Magnetfelder zeigt der Effekt keine Tendenz bezüglich einer Schichtdickenabhängigkeit des Antiferromagneten oder einer Temperaturabhängigkeit. Die Messwerte  $H_{max}$  streuen bei manchen Proben sehr stark, sodass der Verlauf nicht eindeutig angefitet werden kann. Eine direktere Messmethode zur Messung des Koerzitivfeldes, wie zum Beispiel das AGM bei tiefen Temperaturen, könnte hier eine evtl. vorhandene Abhängigkeit nachweisen.

In Referenz (26) wurde wie in dieser Arbeit die Schichtdicke der antiferromagnetischen Schicht variiert. Der Exchange Bias zeigt dort eine Schichtdickenabhängigkeit bezogen auf die antiferromagnetische Schicht. Dabei nimmt das Austauschfeld bis zu einer bestimmten Dicke von ca. 4 nm stark zu und dann mit zunehmender Dicke ab, bis ein Austauschfeld von Null erreicht wird.

Betrachtet man die Ergebnisse dieser Arbeit, so lässt sich für das resultierende Austauschfeld  $H_D$  nach 10 Magnetfeldloops ein ähnlicher Trend erkennen (Abbildung 5.18). Das Austauschfeld  $H_D$  hat bei jeder Temperatur sein Minimum bei der Schichtdicke von 6,5 nm. Darauf folgt das globale Maximum bei einer Schichtdicke von 15,5 nm mit einem abschließenden abflachendem Verlauf. Im Vergleich zur Referenz (26) verschwindet das Austauschfeld  $H_D$  nicht. Die Messungen in dieser Arbeit zeigen, dass der Exchange Bias nach mehreren Magnetfelddurchläufen am stärksten bei der Probe mit einer Nickeloxidschichtdicke von 15,5 nm ist. Um ein genaueres Ergebnis zu erhalten, wäre eine feinere Nickeloxidschichtdickevariation von ca. 5 nm

---

notwendig. In Referenz (26) wurde ein anderes Materialsystem als Magnetit/Nickeloxid/MgO verwendet, weshalb sich das Maximum des Austauschfeldes  $H_{cb}$  bei einer Schichtdicke von ca. 4 nm befindet. Vergleicht man den Wert mit den Ergebnissen dieser Arbeit, lässt sich also beim Exchange Bias eine Materialabhängigkeit feststellen.

In den Abbildungen 5.17 und 5.18 lässt sich erkennen, dass das resultierende Austauschfeld  $H_D$  eine Temperaturabhängigkeit aufweist. Bei 80 K zeigt sich das größte Austauschfeld bei fast allen Schichtdicken. Bei 100 K und 120 K ist dieses jeweils kleiner. Jedoch nimmt das Austauschfeld  $H_D$  wieder bei 140 K und 160 K wieder zu. Der Trainingseffekt scheint von der Temperatur und vom Verwey-Übergang abhängig zu sein, denn obwohl bei allen Zweischichtsystem der Übergang nicht deutlich zu erkennen war, ist bei 120 K, dem theoretischen Verwey-Übergang, das Austauschfeld am kleinsten. Für weiterführende Messungen müssten kleinere Temperaturschritte gewählt werden von etwa 5 K. Damit ließe sich diese Abhängigkeit noch genauer auflösen und untersuchen.

In dieser Arbeit wurde zur Betrachtung des Exchange Bias und des Trainingseffekts anstelle des Koezitivfeldes  $H_C$  der Magnetisierungskurven die absoluten Maxima  $H_{max}$  der Magnetwiderstandskurven verwendet (vgl. Kapitel 5.1.2). Mit den absoluten Maxima lässt sich der Exchange Bias ausreichend gut darstellen (vgl. Abbildungen 5.13 und 5.14). Wie zuvor erwähnt streuten jedoch bei einigen Proben die  $H_{max}$  sehr stark, sodass das Verhalten des Trainingseffektes nicht gut angefitet werden konnte. Die Wahl der absoluten Maxima der Magnetwiderstandskurven bildet eine ausreichende Alternative zu den Koezitivfeldern und es lässt sich damit der Exchange Bias quantitativ bestimmen. Für eine detailliertere Aussage wie zum Beispiel für die Stärke des Trainingseffekts wären die Koerzitivfelder evtl. besser geeignet. In diesem Bereich wären Vergleichsmessungen mit einem Tieftemperatur-AGM interessant.

## 7. Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurde der Trainingseffekt auf seine Temperatur- und Schichtdickenabhängigkeit analysiert. Dafür wurden verschiedene Zweischichtsysteme mit einer ferrimagnetischen Magnetitschicht auf unterschiedlich dicken antiferromagnetischen Nickeloxidschichten hergestellt und untersucht. Als Substrat diente Magnesiumoxid.

Die Abhängigkeiten der Proben wurden mit Magnetwiderstandsmessungen untersucht. Die Schichtdicke und die magnetischen Eigenschaften wurden jeweils mit der Röntgenreflektometrie (XRR) und dem Alternating Gradient Magnetometer (AGM) bestimmt. Um den Einfluss der einzelnen Schichten im Zweischichtsystem besser vergleichen zu können, wurden zuvor Messungen an zwei Magnetitschichten mit unterschiedlichen Dicken auf Magnesiumoxid und eine auf Strontiumtitanat sowie eine Nickeloxidschicht auf Magnesiumoxid durchgeführt. Zu den Untersuchungsmethoden zählten Leitfähigkeitsmessung, Magnetwiderstandsmessung, AGM und XRR.

Die temperaturabhängigen Leitfähigkeitsmessungen zeigten, dass der Verwey-Übergang bei den Einzelschichten aus Magnetit deutlicher zu erkennen ist als bei den Zweischichtsystemen. Misst man die Leitfähigkeit beim Abkühlen und beim Hochheizen lässt sich ein Hystereseeffekt erkennen.

Bei den Magnetwiderstandsmessungen wurden die Proben unter dem Einfluss eines Magnetfeldes von -1500 Oe auf die Temperaturen 80 K, 100 K, 120 K, 140 K und 160 K abgekühlt, um anschließend den Widerstand zu messen. Durch die wiederholte Variation des Magnetfeldes bei der Magnetwiderstandsmessung verändert sich die Position  $H_{max}$  der auftretenden globalen Maxima auf Grund des Trainingseffekts. Diese wurden über die Anzahl der durchgeführten Messungen geplottet und der abnehmende Verlauf mittels einer Exponentialgleichung angefitet. Aus dem Fit ergaben sich charakteristische Parameter (wie das Krümmungsverhalten  $B$  oder die Verschiebung  $D$ ) zur Beschreibung des Trainingseffekts und des resultierenden Exchange Bias bei den jeweiligen Proben.

Für die Abnahme des Exchange Bias beim Trainingseffekt ließ sich keine Temperatur- oder Schichtdickenabhängigkeit feststellen. Da die Messwerte  $H_{max}$  bei manchen Messungen stark streuten konnte der Verlauf nicht immer eindeutig angefitet werden. Hier sollten direktere Messmethoden zur Messung des Koerzitivfeldes verwendet werden.

Bei einer Nickeloxidschichtdicke von 15,5 nm zeigte sich bei jeder Temperatur ein Maximum für das resultierende Austauschfeld  $H_D$ , dass die Verschiebung der Magnetwiderstandskurve vom Nullpunkt beschreibt. Mit zunehmender Schichtdicke wurde das Austauschfeld kleiner. Auch eine Temperaturabhängigkeit ließ sich feststellen. Bei 80 K konnte bei allen Proben das größte Austauschfeld festgestellt werden. Mit zunehmender Temperatur nahm es ab und fand bei 120 K sein Minimum. Die Temperaturen 140 K und 160 K hatten wieder ein größeres  $H_D$ . Das geringe Austauschfeld bei 120 K könnte eine Folge des Verwey-Übergangs sein.

Für weitere Untersuchungen des Trainingseffekts wäre eine feinere Nickeloxidschichtdickenvariation von ca. 5 nm oder kleiner sinnvoll. Damit könnte genauer bestimmt werden, bei

---

welcher Schichtdicke des Antiferromagneten der Exchange Bias am stärksten ist. Ähnliches gilt für die Schrittweite der Temperaturen. Eine Schrittweite von 5 K würde mehr Informationen zur Temperaturabhängigkeit liefern.

Bei den unterschiedlich dicken Zweischichtsystemen mit kleinerer Schrittweite in der Schichtdicke des Antiferromagneten sollten erneut Leitfähigkeitsmessungen durchgeführt werden. Es wäre interessant zu sehen, ob der Beginn der entstehenden Hystereseschleifen wirklich eine Schichtdickenabhängigkeit zeigt oder ob es sich um einen zufälligen Effekt handelt.

Für weitere Untersuchungen könnte ein Tieftemperatur-AGM verwendet werden. Damit könnten Magnetisierungskurven bei tiefen Temperaturen aufgezeichnet und die darin enthaltenen Koerzitivfelder ausgelesen werden. Es wäre interessant zu sehen, ob sich die daraus resultierenden Ergebnisse von den Ergebnissen dieser Arbeit unterscheiden. Damit ließe sich beurteilen, ob die Position  $H_{max}$  des Widerstandsmaximums in den Magnetwiderstandskurven den Trainingseffekt in gleicher Weise beschreibt wie das Koerzitivfeld  $H_C$  in den AGM-Magnetisierungskurven.

Mit der verwendeten Zweischichtkombination könnten auch TMR-Elemente hergestellt werden, sodass die Nickeloxidschicht zwischen der unteren Magnetitelektrode und dem Substrat platziert ist. Möglicherweise ließe sich dann der Trainingseffekt im Tunnelmagnetwiderstand messen.

## Literaturverzeichnis

- [1] CHEN, Y. Z. ; SUN, J. R. ; HAN, Y. N. ; XIE, X. Y. ; SHEN, J. ; RONG, C. B. ; HE, S. L. ; SHEN, B. G.: Microstructure and magnetic properties of strained Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> films. In: *Journal of Applied Physics* 103 (2008), S. 07D703
- [2] BRUNS, D.: *Structure and morphology of ultrathin iron and iron oxide films on Ag(001)*, Universität Osnabrück, Diss., 2012
- [3] ZIMMERMANN, B.: *Epitaktisches Wachstum und Charakterisierung ultradünner Eisenoxidschichten auf Magnesiumoxid(001)*, Universität Osnabrück, Diss., 2010
- [4] BERTRAM, F.: *The structure of ultrathin iron oxide films studied by x-ray diffraction*, Universität Osnabrück, Diss., 2012
- [5] SCHEMME, T.: *Oxidation von Eisenschichten auf MgO(001)-Substraten*, Universität Osnabrück, Masterarbeit, 2011
- [6] QIU, X. P. ; YANG, D. Z. ; ZHOU, S. M. ; CHANTRELL, R. ; O'GRADY, K. ; NOWAK, U. ; J. DU, X. J. B. ; SUN, L.: Rotation of the Pinning Direction in the Exchange Bias Training Effect in Polycrystalline NiFe/FeMn Bilayers. In: *Physical Review Letters* 101 (2008), S. 147207
- [7] TILLMANN, A. E. ; BLACHOWICZ, T.: Adjusting exchange bias and coercivity of magnetic layered systems with varying anisotropies. In: *Journal of Applied Physics* 109 (2011), S. 083923
- [8] MEIKLEJOHN, W. H. ; BEAN, C. P.: New Magnetic Anisotropy. In: *Physical Review* 102 (1956), S. 1413
- [9] KUSCHEL, T.: *Magnetic anisotropy of transition metal based thin films investigated by magneto-optic Kerr effect*, Universität Osnabrück, Diss., 2011
- [10] T. BLACHOWICZ ; TILLMANN, A. ; FRAUNE, M. ; GHADIMI, R. ; BESCHOTEN, B. ; GÜNTHERODT, G.: Exchange bias in epitaxial CoO/Co bilayers with different crystallographic symmetries. In: *Physical Review B* 75 (2007), S. 054425
- [11] GATEL, C. ; SNOECK, E. ; SERIN, V. ; FERT, A.R.: Epitaxial growth and magnetic exchange anisotropy in Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/NiO Bilayers grown on MgO(001) and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(0001). In: *The European Physical Journal B* 45 (2005), S. 157
- [12] HWANG, D. G. ; LEE, S. S. ; PARK, C. M.: Effect of Roughness Slope on Exchange Biasing in NiO Spin Valves. In: *Applied Physics Letters* 72 (1998), S. 2162
- [13] NOGUE, J. ; SCHULLER, I. K.: Exchange bias. In: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 192 (1999), S. 203

- [14] FUJIWARA, H. ; ZHANG, K. ; KAI, T. ; ZHAO, T.: Effect of direct exchange coupling between antiferromagnetic grains on magnetic behavior of ferro/antiferromagnetic exchange coupled polycrystalline layer systems. In: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 235 (2001), S. 319
- [15] HALL, E. H.: On a New Action of the Magnet on Electric Currents. In: *American Journal of Mathematics* 2 (1879), S. 287
- [16] MCGUIRE, T. R. ; POTTER, R. I.: Anisotropic magnetoresistance in ferromagnetic 3d alloys. In: *IEEE Transactions on Magnetics* 11 (2003), S. 1018
- [17] WITZIOK, M.: *Präparation und Charakterisierung von Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/NiO Schichten auf MgO(001)*, Universität Osnabrück, Bachelorarbeit, 2013
- [18] BERTRAM, F.: *Röntgenstrukturanalyse von Oxidschichten*, Universität Osnabrück, Masterarbeit, 2009
- [19] TOWLER, M. D. ; ALLAN, N. L. ; HARRISON, N. M. ; SAUNDERS, V. R. ; MACKRODT, W. C. ; APRÀ, E.: *Ab initio* study of MnO and NiO. In: *Physical Review B* 50 (1994), S. 5041
- [20] VERWEY, E. J. W.: Electronic conduction of Magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) and its transition point at low temperatures. In: *Nature* 144 (1939), S. 327
- [21] LI, X. W. ; GUPTA, A. ; XIAO, G. ; GONG, G.Q.: Transport and magnetic properties of epitaxial and polycrystalline magnetite thin films. In: *Journal of Applied Physics* 83 (1998), S. 7094
- [22] PARRATT, L. G.: Surface Studies of Solids by Total Reflection of X-Rays. In: *Physical Review* 95 (1954), S. 359
- [23] BERTRAM, F.: *Röntgenreflektometrie an ultradünnen Schichten*, Universität Osnabrück, Bachelorarbeit, 2007
- [24] KALLMAYER, M. ; HILD, K. ; ELMERS, H. J. ; ARORA, S. K. ; WU, Han-Chun ; SOFIN, R. G. S. ; SHVETS, I. V.: Magnetic moment investigations of epitaxial magnetite thin films. In: *Journal of Applied Physics* 103 (2008), S. 07D715
- [25] BHUTTA, K. M. ; REISS, G.: Magnetoresistance and transport properties of CoFeB/MgO granular systems. In: *Journal of Applied Physics* 107 (2010), S. 113718
- [26] K.ZHANG ; Z.ZHAO ; H.FUJIWARA: Training effect in ferro (F)/antiferromagnetic (AF) exchange coupled systems: Dependence on AF thickness. In: *Journal of Applied Physics* 91 (2002), S. 6902

## Abbildungsverzeichnis

2.1. Magnetisierungskurve eines Dia- und Paramagneten . . . . .	3
2.2. Magnetisierungskurve eines Ferromagneten . . . . .	4
2.3. Visualisierung der unterschiedlich großen entgegengesetzten Beiträge der magnetischen Momente in Ferrimagneten. . . . .	5
2.4. Visualisierung der entgegengesetzten Beiträge der magnetischen Momente in Antiferromagneten. . . . .	5
2.5. Magnetisierungskurven mit und ohne Exchange Bias. . . . .	6
2.6. Visualisierung des Trainingseffekts . . . . .	6
2.7. Standardbeispiel für eine Magnetwiderstandskurve beim AMR-Effekt. . . . .	8
3.1. MgO-Kristallgitter mit der (001)-Oberflächeneinheit. . . . .	9
3.2. Schemaskizze der Ionenanordnung beim NiO. . . . .	10
3.3. Magnetit-Einheit. . . . .	10
3.4. Widerstandskurven von zwei Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -Präparaten logarithmisch aufgetragen gegen 1/T. . . . .	11
4.1. Hallbarstruktur . . . . .	13
4.2. Schemaskizze des Chipcarriers mit gebondeter Probe. . . . .	14
4.3. Schemaskizze des Kryostataufbaus. . . . .	14
4.4. Schemaskizze des AGMs. . . . .	15
4.5. Beispiel Kurven einer AGM-Messung . . . . .	16
4.6. Zwei Magnetisierungskurven derselben Probe direkt nacheinander aufgenommen. . . . .	17
4.7. Schemaskizze: Reflexion und Transmission von Röntgenstrahlen . . . . .	19
4.8. Beispielkurve einer Magnetitschicht auf MgO-Substrat. . . . .	20
5.1. Magnetisierungskurve einer NiO/MgO-Probe (NiO-01) und des reinen Probenhalters. . . . .	21
5.2. XRR-Aufnahmen der Proben Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -01 und NiO-01. . . . .	22
5.3. Zwei Messkurven der Probe Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -02 bei 300 K. . . . .	23
5.4. Leitfähigkeitskurven der Proben Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -01, Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -02 und Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -03 bei 300 K. . . . .	24
5.5. Hallmessungen an der Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -01 Probe . . . . .	25
5.6. Magnetisierungskurven der Proben Fe-Ni-01 und Fe-Ni-04. . . . .	26
5.7. XRR-Fit der Probe Fe-Ni-01. . . . .	27
5.8. Die magnetischen Momente der Proben geplottet über die Nickeloxidschichtdicke. . . . .	27
5.9. Leitfähigkeitskurven der Zweischichtsysteme. . . . .	28
5.10. Beginn der Hystereseschleifen aufgetragen über die Nickeloxidschichtdicke. . . . .	29
5.11. Darstellung der Aktivierungsenergien abhängig von der Schichtdicke. . . . .	30
5.12. Fünf Widerstandskurven der Probe Fe-Ni-01 aufgenommen bei 160 K. . . . .	31
5.13. Trainingseffekt-Plots der Probe Fe-Ni-02 bei einer Temperatur unterhalb und oberhalb des Verwey-Übergangs. . . . .	32
5.14. Trainingseffekt der Probe Fe-Ni-03 bei 80K. . . . .	32

5.15. Krümmungsparameter für positives und negatives $H_{max}$ zur Beschreibung des Trainingseffekts aufgetragen gegen die Temperatur. . . . .	33
5.16. Darstellung der Verschiebungen der Exponentialfits abhängig von der Temperatur geplottet. . . . .	34
5.17. Austauschfeld $H_D$ der Proben abhängig von der Temperatur geplottet. . . . .	35
5.18. Austauschfeld $H_D$ geplottet über die jeweiligen Nickeloxidschichtdicken. . . . .	35

## A. Anhang

### Verwendete Proben

Abkürzung	Laborbezeichnung	Magnetit- schicht- dicke in nm	Nickel- oxid- schicht- dicke in nm	Menge des ver- dampften Materials in kHz	mag. Moment $\mu_{FU}$ Einheit: $\frac{\mu_B}{FU}$
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -01	FeOMgO130419	41,4	0	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> : 10	6,1
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -02	FeOMgO130422	218	0	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> : 25	3,0
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -03	FeOSTO130218	26,8	0	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> : 5	2,2
NiO-01	NiOMgO130417	0	26,5	NiO : 10	0,02
Fe-Ni-01	FeONiOMgO130429	21,0	6,7	NiO : 3,5	5,1
Fe-Ni-02	FeONiOMgO130514	33,9	15,5	NiO : 7	5,3
Fe-Ni-03	FeONiOMgO130515	30,8	22,0	NiO : 9,15	6,1
Fe-Ni-04	FeONiOMgO130521	27,6	44,1	NiO : 9 + 5	3,7

**Tabelle 1:** Tabelle enthält alle in dieser Arbeit verwendeten Proben mit der Laborbezeichnung, der verwendeten Abkürzung, den Magnetit- und Nickeloxidschichtdicken, sowie deren Aufdampfmengen und dem magnetischen Moment pro Formeleinheit. Die Aufdampfmenge von Magnetit bei den Bilayern ist jeweils 10 kHz Frequenzänderung eines im Verdampfer eingebauten Schwingquarzes, der parallel zum Substrat bedampft wird.



## Danksagung

Ein herzliches Dankeschön geht an alle, die mich bei der Erstellung meiner Bachelorarbeit unterstützt haben. Besonders möchte ich mich bei Dr. Timo Kuschel bedanken, denn ohne Deine Unterstützung in der Universität Osnabrück und der Universität Bielefeld wäre ich niemals fertig geworden. Vielen Dank auch an M.Sc. Tobias Schemme und M.Sc. Olga Schuckmann, die mir bei Problemen mit der Formulierung immer zur Seite stand.

Außerdem bedanke möchte ich mich noch bei der Arbeitsgruppe *Dünne Schichten und Physik der Nanostrukturen* der Universität Bielefeld bedanken, für die freundliche Aufnahme und Unterstützung bei meinen Messungen. Und ein herzliches Dankeschön an die Arbeitsgruppe *Dünne Schichten und Grenzflächen* und an Herrn Prof. J. Wollschläger für die interessante Aufgabenstellung und für das freundliche und angenehme Arbeitsklima.

Ich bedanke mich auch recht herzlich bei meinen Freunden, meinen Kommilitonen und meiner Freundin, denn alleine wäre für mich schon nach dem ersten Semester Schluss gewesen. Nicht zuletzt möchte ich mich auch bei meine Eltern bedanken, denn ohne sie wäre dieses Studium niemals möglich gewesen.

DANKE



## **Einverständniserklärung**

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

---

Ort/Datum

---

Unterschrift