

VSM-Untersuchung magnetischer Eigenschaften von epitaktischen Magnetitschichten

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

Matrikel-Nummer: 957094
Osnabrück, 21. November 2016

Autor: Kevin RUWISCH

Erstprüfender: Prof. Dr. Joachim WOLLSCHLÄGER

Zweitprüfender: Dr. Karsten KÜPPER

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Theoretische Grundlagen	3
2.1	Magnetismus	3
2.1.1	Grundlagen	3
2.1.2	Ferromagnetismus	4
2.1.3	Magnetische Anisotropie dünner Schichten	4
2.1.4	Magnetische Domänen	5
2.1.5	Magnetisierungskurven	6
2.2	VSM - Vibrationsmagnetometer	7
2.3	XPS - Röntgenphotoelektronenspektroskopie	8
2.4	LEED - Beugung niederenergetischer Elektronen	9
3	Materialsystem	11
3.1	Magnesiumoxid	11
3.2	Strontiumtitanat	11
3.3	Eisen	12
3.4	Eisenoxid	12
3.4.1	Wüstit	12
3.4.2	Magnetit	13
3.4.3	Hämatit und Maghemit	13
3.5	Nickeloxid	13
4	Experimentelle Grundlagen	15
4.1	Ultrahochvakuumkammer	15
4.2	Probenpräparation	15
4.3	XPS-Messanlage	16
4.4	LEED-Messanlage	17
4.5	Vibrating Sample Magnetometer (VSM)	18
4.5.1	Verarbeitung der Messdaten	20
4.5.2	Vergleich magnetischer Momente	21
5	Ergebnisse und Diskussion	23
5.1	Probenherstellung	23
5.1.1	Substratpräparation	23
5.1.2	Eisen- und Eisenoxidwachstum	23
5.2	Einfluss der Probengröße auf das magnetische Verhalten	25
5.2.1	Magnetit auf Magnesiumoxid	25
5.2.2	Eisen auf Magnesiumoxid	27
5.3	Vergleich von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MgO}$ und $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SrTiO}_3$	28

5.4	Einfluss der NiO-Zwischenschicht	29
5.4.1	Magnesiumoxid als Substrat	29
5.4.2	Strontiumtitanat als Substrat	30
5.5	Einfluss der Schichtdicke von Magnetit auf das magnetische Verhalten . . .	31
5.5.1	Auswertung von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}$ auf MgO	32
5.5.2	Auswertung von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}$ auf SrTiO_3	33
5.6	Out-of-plane-Messungen	36
5.6.1	MgO -Substrat	36
5.6.2	SrTiO_3 -Substrat	38
5.7	Diskussion	40
6	Zusammenfassung	45
	Literaturverzeichnis	47
	Abbildungsverzeichnis	51

1 Einleitung

Magnetische Eigenschaften von Materialien sind für eine Vielzahl von industriellen Anwendungen sehr interessant. Dabei werden vorwiegend ferro(i)magnetische Materialien wie beispielsweise Magnetit (Fe_3O_4) erforscht. Magnetit ist besonders wegen der theoretischen 100 % Spinpolarisation und der hohen CURIE-Temperatur von 858 K für die Forschung der Spintronik interessant [1].

Ein mögliches Einsatzgebiet sind die magnetischen Datenspeicher (en.: magnetoresistive random-access memory, kurz: MRAM). Dabei handelt es sich um sogenannte nichtflüchtige Speicherelemente, deren Zugriffszeiten im ns-Bereich liegen [2, 3]. Sie beruhen auf dem Effekt des Magnetwiderstandes, der in verschiedenen Formen vorliegt. Bedeutend sind die Effekte AMR (anisotropic magneto resistance), GMR (giant magneto resistance) sowie TMR (tunneling magneto resistance), wobei hauptsächlich der GMR- und TMR-Effekt genutzt wird [4].

Der TMR-Effekt tritt in sogenannten Tunnelementen auf. Dabei handelt es sich um eine Anordnung von zwei ferro(i)magnetischen Schichten, die eine isolierende Schicht (die Tunnelbarriere) umschließen. Sind die Magnetisierungen der beiden Schichten parallel zueinander ausgerichtet, so ist die Wahrscheinlichkeit für ein Hindurchtunneln der Elektronen durch die Isolatorschicht größer, als bei einer antiparallelen Ausrichtung. Bei der parallelen Ausrichtung entsteht ein großer Tunnelstrom, der bei einer antiparallelen Ausrichtung dementsprechend geringer wird, bzw. gar nicht auftritt. Zu diesen beiden Zuständen lässt sich jeweils ein Widerstandswert zuordnen - der Binärwert 0 oder 1. Um Materialien wie Magnetit für solche magnetischen Datenspeicher in der Industrie richtig anwenden zu können, ist es unter anderem notwendig diese magnetischen Eigenschaften zu kennen. Besonders interessant sind die charakteristischen Eigenschaften des Koerzitivfeldes und der Remanenz, wobei das Koerzitivfeld vor allem bei den oben genannten Tunnelementen essentiell ist. Möchte man eine unabhängige Ausrichtung der ferromagnetischen Schichten erreichen, sind hohe Koerzitivfelder nützlich, was durch die Verbindung von ferromagnetischen- mit antiferromagnetischen-Schichten (z.B. Nickeloxid) erreicht werden kann [5, 6].

Aus diesem Grund beschäftigt sich die vorliegende Arbeit mit der Untersuchung von Magnetit/Nickeloxid-Schichten auf Magnesiumoxid und Strontiumtitanat. Die Untersuchung wird mittels eines Vibrationsmagnetometers (VSM) durchgeführt. Der Fokus liegt dabei hauptsächlich auf den magnetischen Eigenschaften und damit einhergehend die magnetische Anisotropie der Materialien. Des Weiteren wird der Einfluss von Nickeloxid als Zwischenschicht auf die magnetischen Eigenschaften untersucht.

In Kapitel 2 wird dazu in die theoretischen Grundlagen eingeführt, bevor in Kapitel 3 das Materialsystem erläutert wird. Im vierten Kapitel werden die experimentellen Grundlagen vorgestellt. Das 5. Kapitel beschäftigt sich mit der Darstellung und Diskussion der Messergebnisse. Zum Schluss wird in Kapitel 6 eine Zusammenfassung gegeben.

2 Theoretische Grundlagen

In diesem Kapitel werden die theoretischen Grundlagen eingeführt. Es geht dabei im Folgenden um den Magnetismus sowie die Grundlagen für das VSM. Beim Magnetismus wird insbesondere auf Ferromagnetismus, magnetische Anisotropie und Magnetisierungskurven eingegangen. Abschließend werden die Messmethoden XPS und LEED dargestellt.

2.1 Magnetismus

Magnetismus ist ein materialspezifisches Phänomen. Je nachdem welches Material man betrachtet, unterscheidet man zwischen Dia-/Paramagnetismus, Ferro-/Ferrimagnetismus sowie dem Antiferromagnetismus. Im Folgenden werden nur ferromagnetische Materialien untersucht. In diesem Kapitel wird zunächst in die Grundlagen des Magnetismus eingeführt, um anschließend den Ferromagnetismus zu thematisieren. Des Weiteren werden die magnetische Anisotropie, magnetische Domänen und abschließend Magnetisierungskurven erläutert.

2.1.1 Grundlagen

Alle Materialien besitzen atomare magnetische Momente $\vec{m}$. Sie sind dafür verantwortlich, dass Stoffe magnetisch sind, bzw. magnetisch werden. Die magnetischen Momente sind entweder bereits im Material vorhanden und werden durch ein externes Magnetfeld $\vec{B}_{\text{ext}}$ ausgerichtet, oder lassen sich überhaupt erst durch das externe Magnetfeld erzeugen. Auf der Makroebene bezeichnet man die Summe aller magnetischen Momente pro Volumen als Magnetisierung $\vec{M}$. Es gilt

$$\vec{M} = \frac{1}{V} \sum_V \vec{m}. \quad (2.1)$$

Weiterhin ist die Magnetisierung proportional zur sogenannten magnetischen Erregung oder auch magnetischen Feldstärke $\vec{H}$, also

$$\vec{M} = \chi \vec{H}, \quad (2.2)$$

wobei mit χ die sogenannte magnetische Suszeptibilität bezeichnet wird. Dabei handelt es sich um eine materialabhängige Konstante, die mit wachsender Temperatur abnimmt. Um die Auswirkung der verschiedenen Umgebungsparameter zu berücksichtigen, definiert man die magnetische Induktion, bzw. magnetische Flussdichte $\vec{B}$. Sie ist proportional zur magnetischen Erregung $\vec{H}$. Im Vakuum gilt

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H}, \quad (2.3)$$

wobei der Proportionalitätsfaktor $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \text{ V s A}^{-1} \text{ m}^{-1}$ als Permeabilitätskonstante bezeichnet wird. Betrachtet man das Ganze in Materie, ergibt sich der Zusammenhang

$$\vec{B} = \mu\mu_0\vec{H} = \mu_0(1 + \chi)\vec{H}, \quad (2.4)$$

wobei μ die relative Permeabilitätszahl ist. Sie ist eine materieabhängige Konstante. Mit Gl. (2.2) wird Gl. (2.4) zu

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{M}). \quad (2.5)$$

Die Informationen für dieses Kapitel entstammen aus [7].

2.1.2 Ferromagnetismus

Die Besonderheit bei ferromagnetischen Materialien ist, dass sie spontan magnetisiert werden können, also ohne ein äußeres Feld magnetische Momente vorweisen. Von der Anordnung dieser magnetischen Momente ist dann auch abhängig, wie die Materialien bezeichnet werden. Wie oben erwähnt, wird hier zwischen ferro-, ferri- und antiferromagnetischen Stoffen differenziert. Die Anordnung der jeweiligen Momente für die verschiedenen Fälle ist schematisch in Abbildung 2.1 dargestellt. Sind alle magnetischen Momente in die gleiche Richtung orientiert, spricht man von Ferromagnetismus. Bei einer entgegengesetzten Ausrichtung mit unterschiedlichen Beträgen handelt es sich um ein ferrimagnetisches Material. Wenn alle Momente den gleichen Betrag haben, aber dennoch entgegengesetzt orientiert sind, dann liegt ein antiferromagnetischer Stoff vor [8].

Je nach Anordnung der magnetischen Momente ergeben sich dementsprechend auch unterschiedliche Suszeptibilitäten. So besitzen Ferromagneten eine Suszeptibilität von $|\chi| \ll 1$ mit $\chi > 0$. Bei Antiferromagneten hingegen liegt die Suszeptibilität zwischen $0 < |\chi| < 100$.

Eine weitere wichtige Materialkonstante ist die sogenannte CURIE-Temperatur. Sie gibt an, ab welcher Temperatur ein ferromagnetischer Stoff paramagnetisch wird. Der Grund dafür ist, dass die thermische Energie größer wird als die Wechselwirkung der atomaren magnetischen Momente. Daraus resultiert eine Zerstörung der Ordnung dieser Momente innerhalb der WEISSschen Bezirke (vgl. Kapitel 2.1.4). Dies hat zur Folge, dass das Material paramagnetisch wird [7].

2.1.3 Magnetische Anisotropie dünner Schichten

Werden Materialien einem Magnetfeld ausgesetzt, so lässt sich die Magnetisierung messen. Ändert sich die Magnetisierung in Abhängigkeit der Orientierung des Materials zum äußeren Magnetfeld, spricht man von magnetischer Anisotropie. Sie ist dabei diejenige Energie, die aufgewendet werden muss, um die Magnetisierung aus der günstigsten Position (magnetisch leichte Achse) in die ungünstigste Position (magnetisch schwere Achse) zu bringen. Liegt ein Stoff vor, der eine kleine Anisotropie besitzt, lässt sich die Magnetisierungsrichtung ohne Energieaufwand ändern.

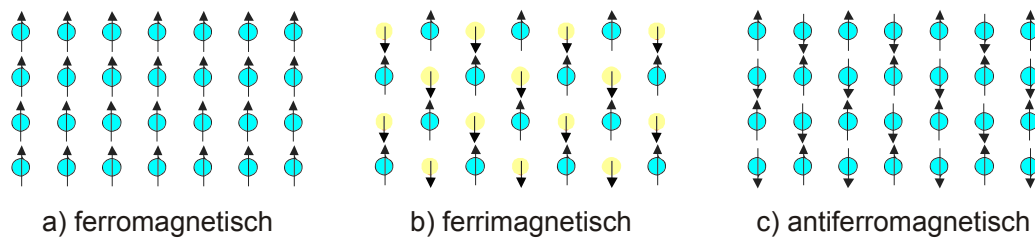


Abbildung 2.1: Grafische Darstellung der Ausrichtung der magnetischen Momente. a) ferromagnetisch: alle magnetischen Momente richten sich gleich aus. b) ferrimagnetisch: die magnetischen Momente sind entgegengerichtet, besitzen aber unterschiedliche Größen. c) antiferromagnetisch: die magnetischen Momente sind auch entgegengerichtet, aber gleich groß, was zu einer Kompensation führt. Entnommen aus [9] und bearbeitet.

Für die magnetische Anisotropie gibt es drei Ursachen. Zu nennen sind die magnetokristalline Anisotropie, die Formanisotropie und die induzierte Anisotropie. Bei der magnetokristallinen Anisotropie handelt es sich um eine intrinsische Materialeigenschaft, die von Kristallfeldern erzeugt wird. Diese Kristallfelder führen zu einer Vorzugsrichtung des Bahndrehimpulses, wodurch, bedingt durch die Spin-Bahn-Kopplung, auch der Spin eine Vorzugsrichtung erhält. Bei Eisen beispielsweise ist zwar hauptsächlich der Elektronenspin für das ferromagnetische Verhalten zuständig, jedoch kann das Kristallgitter durch die Spin-Bahn-Kopplung die Richtung des Spins beeinflussen.

Die besondere Form von Festkörpern führt zur sogenannten Formanisotropie, welche durch Entmagnetisierungsfelder verursacht wird. Diese Entmagnetisierungsfelder sind proportional zur Magnetisierung, wobei der Proportionalitätsfaktor als Entmagnetisierungsfaktor bezeichnet wird. Dieser hängt von der Form des Festkörpers ab.

Bei dünnen Filmen können Gitterfehlanspannungen mit dem Substrat dazu führen, dass es zu elastischen Verspannungen kommt. Daraus folgt dann die induzierte Anisotropie. Die Ursache hierfür ist die Verzerrung der Ladungsverteilung, die zu einer Vorzugsrichtung des Bahndrehimpulses führt. Zusätzlich wird auch die Vorzugsrichtung des Spins durch die vorliegende Spin-Bahn-Kopplung geändert.

Die Informationen für dieses Kapitel entstammen aus [2].

2.1.4 Magnetische Domänen

Normalerweise sollte sich bei ferromagnetischen Materialien unterhalb der CURIE-Temperatur bei einer Magnetisierungsmessung die Sättigungsmagnetisierung M_s ergeben. Im realen Experiment kommt es jedoch häufig vor, dass dies nicht der Fall ist. Der Grund dafür sind die sogenannten magnetischen Domänen oder auch WEISSsche Bezirke. Sie sind in Abbildung 2.2 schematisch dargestellt. In diesen magnetischen Domänen sind alle magnetischen Momente ausgerichtet. Die Ausrichtung entspricht zwar der Sättigungsmagnetisierung, allerdings können die Ausrichtungen der verschiedenen Domänen in unterschiedliche Richtungen zeigen. Betrachtet man die Magnetisierungen auf der Makroebene, so ist es möglich, dass sich die einzelnen Domänen aufheben können. Das Phänomen der

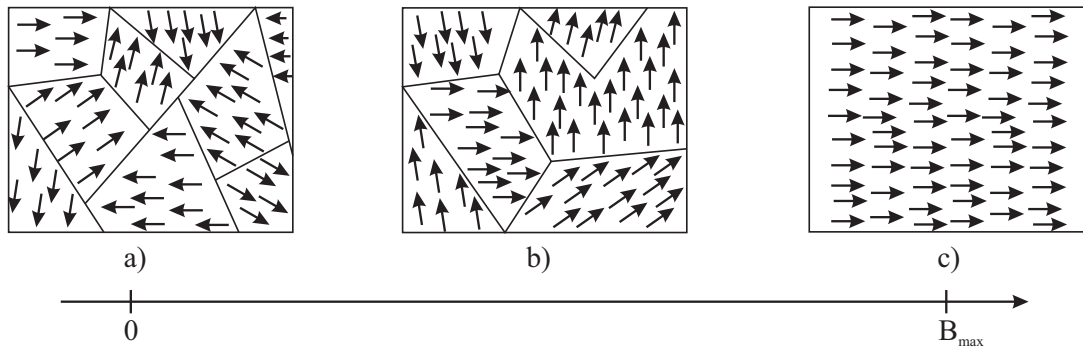


Abbildung 2.2: Darstellung der WEISS'schen Bezirke. Eine abgeschlossene Fläche wird als WEISS'scher Bezirk, deren Grenzen als BLOCH-, bzw. NEÉL-Wände bezeichnet. Durch Erhöhung des Magnetfeldes verschieben sich die Domänenwände und die WEISS'schen Bezirke vergrößern sich. a) zeigt den ursprünglichen Zustand der Magnetisierung des Materials ohne äußeres Magnetfeld. In b) liegt bereits ein äußeres Feld vor, wohingegen in c) die Sättigung der Magnetisierung erreicht ist und alle magnetischen Momente gleich ausgerichtet sind.

magnetischen Domänen tritt nicht nur bei Ferromagneten auf, sondern außerdem auch bei Ferri- und Antiferromagneten.

Zwischen zwei Domänen eines ferromagnetischen Materials, die unterschiedlich magnetisiert sind, gibt es einen Bereich in dem sich die Spin-Richtung ändert. Diese Änderung kann nicht sprunghaft zwischen Gitteratomen entstehen, sondern es bilden sich kleine Bereiche in denen die Änderung der Spin-Richtung vollzogen wird - sie werden Domänenwände genannt. Es wird dabei zwischen zwei verschiedenen Arten von Domänenwänden unterschieden. Zum einen gibt es die BLOCH-Wand und zum anderen die NEÉL-Wand. Der Unterschied hierbei liegt in der Orientierung der Ebene, in der die Spin-Änderung verläuft. Sie kann entweder parallel oder orthogonal zur Domänenwand verlaufen. Bei der Ebene, in der die Richtungsänderung des Spins parallel zur Domänenwand verläuft, spricht man von der sogenannten BLOCH-Wand. Aus Energiebetrachtungen geht hervor, dass die BLOCH-Wand idealerweise möglichst dünn ist. In diesem Fall sind Anisotropieenergie und Energiezuwachs der Austauschkopplung minimal. So ergibt sich für Eisen beispielsweise eine BLOCH-Wand-Dicke von ca. 40 nm.

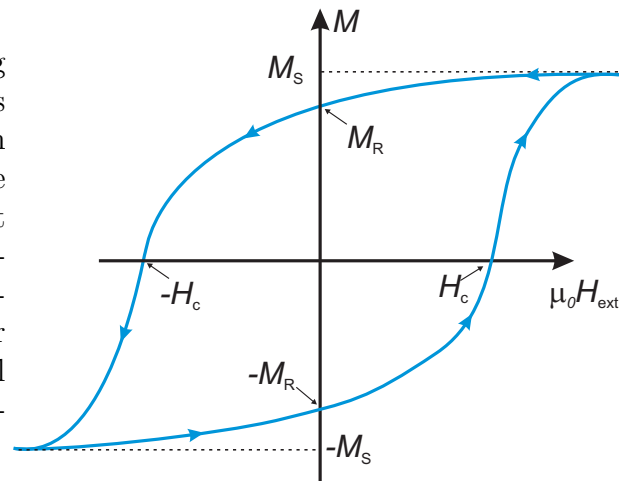
Findet die Richtungsänderung in einer Ebene statt, die orthogonal zur Domänenwand orientiert ist, spricht man von der NEÉL-Wand. Sie tritt vornehmlich bei dünnen Filmen auf, da eine Ausbildung von BLOCH-Wänden hier energetisch ungünstig wäre. Betrachtet man hingegen sehr dünne Filme, so kann es wegen der Oberflächenbeiträge zur magnetokristallinen Anisotropie dazu kommen, dass sich hier doch BLOCH-Wände ausbilden.

Die Informationen für dieses Kapitel wurden aus [2] entnommen.

2.1.5 Magnetisierungskurven

Misst man das magnetische Moment $\vec{M}$ ferro(i)magnetischer Materialien gegenüber dem externen Magnetfeld $B_{\text{ext}} = \mu_0 H_{\text{ext}}$, erhält man eine sogenannte Hystereseurve. Eine

Abbildung 2.3: Beispielhafte Darstellung einer Hysteresekurve. Aufgetragen wird das magnetische Moment M gegenüber dem externen Magnetfeld $B_{\text{ext}} = \mu_0 H_{\text{ext}}$. Die Schnittpunkte mit der Abszisse bezeichnet man als Koerzitivfeld H_c und die Schnittpunkte mit der Ordinate entsprechen der Remanenz M_R . Die horizontale Linie, in der sich die Hysteresekurve schließt und parallel zur Abszisse verläuft, kennzeichnet die Sättigungsmagnetisierung M_S .



beispielhafte Hysteresekurve ist in Abbildung 2.3 dargestellt. Charakteristische Punkte sind zum einen die Sättigungsmagnetisierung M_S , bei der alle Domänen in die selbe Richtung orientiert sind [10]. Eine weitere wichtige Kenngröße ist die sogenannte Remanenz M_R . Dabei handelt es sich um dasjenige magnetische Moment, welches in der Probe übrig bleibt, wenn das äußere Magnetfeld aus der Sättigung heraus auf $B_{\text{ext}} = 0$ zurückgefahren wird.

Der Remanenz gegenüber steht das Koerzitivfeld H_c , welches die Feldstärke angibt, die benötigt wird, um der remanenten Magnetisierung entgegenzuwirken und somit aufzuheben. Es wirkt immer in die entgegengesetzte Richtung der remanenten Magnetisierung [2]. Das Koerzitivfeld lässt sich bei ferromagnetischen Materialien am besten beeinflussen. Man unterscheidet zwischen weichen Materialien, welche ein geringes Koerzitivfeld besitzen und harte Materialien, die dementsprechend ein hohes Koerzitivfeld aufweisen. Das Koerzitivfeld kann aufgrund zweier Effekte abnehmen. Zum einen nimmt es ab, wenn der Gehalt an Verunreinigungen im Material abnimmt und zum anderen, wenn innere Spannungen durch langsames abkühlen kompensiert werden [11]. Für verschiedene magnetische Stoffe stellt sich der Verlauf der Hysteresekurve unterschiedlich dar. Wie oben beschrieben besitzen magnetisch weiche Materialien ein geringes Koerzitivfeld. Ihre Magnetisierungskurve verläuft dementsprechend schmal. Im Gegensatz dazu verläuft die Hysterese bei magnetisch harten Materialien breiter [12].

2.2 VSM - Vibrationsmagnetometer

Das Prinzip des Vibrationsmagnetometers (en.: vibrating sample magnetometer, kurz: VSM) basiert auf dem FARADAYSchen Induktionsgesetz, welches besagt, dass eine elektromagnetische Kraft in einer Spule erzeugt wird, sobald sich der magnetische Fluss in ihr ändert. Die magnetischen Grundlagen, die zum Verständnis benötigt werden, sind in Kapitel 2.1.1 dargelegt.

Der schematische Aufbau ist in Abbildung 4.4 dargestellt. Der Probenstab wird in der Mitte zwischen den beiden Aufnehmerspulen zentriert, um ein möglichst homogenes Ma-

gnetfeld zu erreichen. Durch die periodische Bewegung des Probenstabs mit der magnetischen Probe durch den Oszillator wird eine Spannung U_{ind} induziert. Es gilt

$$U_{\text{ind}} = -\frac{\partial \Phi}{\partial t}, \quad (2.6)$$

wobei mit Φ die magnetische Flussstärke bezeichnet wird. Für die Aufnehmerspulen mit der Fläche A und Anzahl der Windungen N ergibt sich Gl. (2.6) zu

$$U_{\text{ind}} = -NA \frac{\partial \vec{B}}{\partial t}. \quad (2.7)$$

Das äußere Magnetfeld hat keinen Einfluss auf die induzierte Spannung, es dient lediglich dazu, die Probe zu magnetisieren. Die Änderung der Flussdichte in den Spulen ist von vielen Faktoren abhängig. Zu nennen sind die Frequenz ω , mit der die Probe schwingt sowie deren Amplitude Z . Zudem hat das magnetische Moment $\vec{m}$ der Probe und der Abstand zu den Aufnehmerspulen y_0 einen Einfluss auf die Flussänderung und damit die induzierte Spannung. Diese kann erhöht werden, wenn die Anzahl der Spulenwindungen N vervielfacht wird. Eine weitere Erhöhung kann man dadurch erreichen, indem man die Zahl der Spulen n_c erweitert. Damit wird Gl. (2.7) zu

$$U_{\text{ind}} \propto -\vec{m}\omega Zy_0 N n_c G \cos(\omega t). \quad (2.8)$$

Bei G handelt es sich um einen Geometriefaktor, der die Form der Probe berücksichtigt. Die Informationen für dieses Kapitel stammen aus [13].

2.3 XPS - Röntgenphotoelektronenspektroskopie

Zur Bestimmung der elektronischen Struktur besetzter Zustände von Oberflächen nutzt man die sogenannte Röntgenphotoelektronenspektroskopie (en.: x-ray photoelectron spectroscopy, kurz: XPS). Das Prinzip beruht auf dem äußeren photoelektrischen Effekt, bei dem die Probe mit Photonen der Energie

$$E_{\text{Ph}} = \hbar\omega \quad (2.9)$$

bestrahlt wird. Die Elektronen befinden sich dabei in einem Grundzustand mit der Bindungsenergie E_{B} . Wenn die Elektronen durch die Anregung mit Photonen genügend Energie besitzen, um die Austrittsarbeit ϕ_{A} zu überwinden, so können sie, mit der kinetischen Energie E_{kin} , aus dem Festkörper ausgelöst werden. Es ergibt sich folgende Energiegleichung:

$$E_{\text{kin}} = \hbar\omega - E_{\text{B}} - \phi_{\text{A}}. \quad (2.10)$$

Dabei ist $\phi_{\text{A}} = E_{\text{vak}} - E_{\text{F}}$ die Differenz aus der Energie im Vakuum E_{vak} und der Fermi-Energie E_{F} .

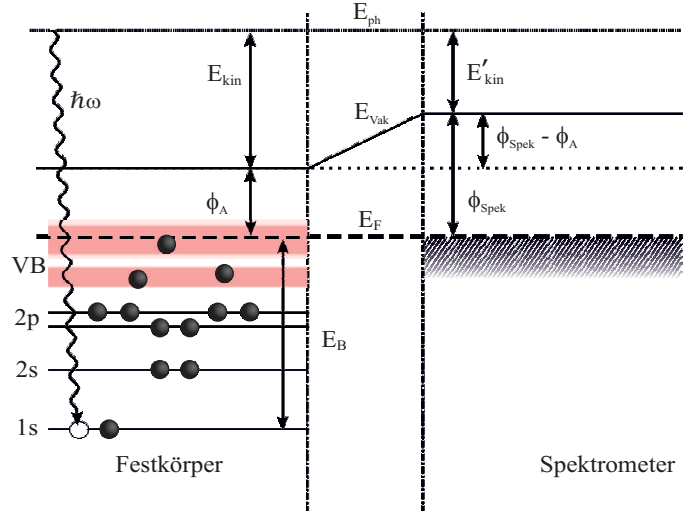
Sind E_{kin} , ϕ_{A} und E_{Ph} bekannt, so kann die Bindungsenergie experimentell bestimmt werden. Man misst die Anzahl der ausgelösten Elektronen in Abhängigkeit der kinetischen

Energie und erhält somit Auskunft über die besetzten Zustände im Festkörper. Wichtig hierbei ist, dass es sich bei der Photoelektronenspektroskopie um eine oberflächensensitive Methode handelt, da die Elektronen mit Gitteratomen wechselwirken und somit nur eine Austrittstiefe von wenigen Millimetern aufweisen. Daher müssen Verunreinigungen der Oberfläche durch den Einsatz von Ultrahochvakuum (vgl. Kapitel 4.1) verhindert werden. Es gilt zu beachten, dass das Spektrometer, welches die Elektronen detektiert, ebenfalls eine Austrittsarbeit ϕ_{Spek} besitzt. Die Energiebilanzgleichung Gl. (2.10) modifiziert sich damit zu

$$E'_{\text{kin}} = \hbar\omega - E_{\text{B}} - \phi_{\text{Spek}}. \quad (2.11)$$

Dabei bezeichnet E'_{kin} die kinetische Energie der Elektronen, mit der sie von dem Detektor erfasst werden (vgl. Abbildung 2.4).

Abbildung 2.4: Ein Elektron im 1s-Orbital wird durch ein Photon mit der Energie $\hbar\omega$ angeregt. Ist die angeregte Energie höher als die Bindungsenergie E_{B} befindet sich das Elektron über der Fermi Kante E_{F} . Ist die Energie zudem höher als die Austrittsarbeit ϕ_{A} des Festkörpers, kann das Elektron aus dem Festkörper ausgelöst werden. Es verlässt den Festkörper mit der kinetischen Energie E_{kin} . Die Austrittsarbeit des Spektrometers beträgt ϕ_{Spek} . Das Elektron wird letztendlich mit der reduzierten kinetischen Energie E'_{kin} detektiert. Entnommen und bearbeitet aus [14].



Die Energie der Röntgenstrahlen bei der Photoelektronenspektroskopie beträgt 100 eV – 10 keV. Dieser Energiebereich entspricht Wellenlängen von $\lambda = 100 - 1 \text{ \AA}$. Um ein Spektrum detektieren zu können, müssen einige Grundvoraussetzungen erfüllt werden. Die Energie der Elektronen muss groß genug sein, um aus dem Material herausgelöst zu werden. Dies bedeutet, dass sie keine inelastischen Stöße auf dem Weg zur Oberfläche mit anderen Elektronen ausführen dürfen, da dies zu einem Energieverlust führt.

Die Informationen für dieses Kapitel entstammen aus [2], [15] und [16].

2.4 LEED - Beugung niederenergetischer Elektronen

Für die Charakterisierung der Struktur von Kristalloberflächen nutzt man die Beugung niederenergetischer Elektronen (en.: low-energy electron diffraction, kurz: LEED). Die

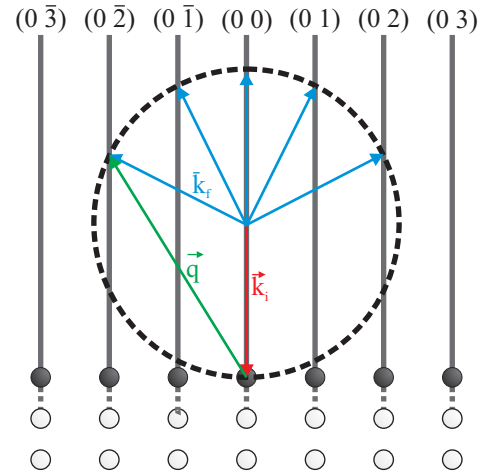
Messmethode beruht auf dem Prinzip der Elektronenbeugung, wobei man die durch Interferenz von Elektronenwellen entstehenden Beugungsmuster deutet. Durch die Intensitätsverteilung des gebeugten Elektronenstrahls erhält man Informationen über die Struktur der Flächenelementarzelle und die Ordnung an der Oberfläche.

Die LEED-Messmethode beruht auf zwei wichtigen Prinzipien. Auf der einen Seite besitzen die Elektronenwellen die DE-BROGLIE-Wellenlänge

$$\lambda_{\text{DB}} = \frac{h}{\sqrt{2mE}}. \quad (2.12)$$

Dabei ist es wichtig, dass die Wellenlänge der Elektronen ungefähr im Bereich der Abstände der Atome im Kristallgitter liegt ($\lambda_{\text{DB}} \leq d_{\text{At}}$). Daher werden üblicherweise Elektronen mit Wellenlängen um $\lambda \approx 1 - 2 \text{ \AA}$ benutzt. Daraus ergeben sich Energien von etwa $30 - 200 \text{ eV}$. Auf der anderen Seite ist die mittlere freie Weglänge der niederenergetischen

Abbildung 2.5: Schematische Zeichnung der EWALD-Kugel. Dargestellt sind die Beugungsstangen, die aus den unendlich nah aneinanderliegenden Gitterpunkten stammen. Von einem beliebigen Gitterpunkt aus wird der einfallende Vektor $\vec{k}_i$ abgetragen. Vom Ursprung dieses Vektors aus wird ein Kreis mit dem Radius $k = \frac{2\pi}{\lambda}$ konstruiert. Die Schnittpunkte der Kugel mit den Beugungsstangen ergeben die Beugungsreflexe. Die Schale der Kugel ist über die Schar aller gestreuten Wellenvektoren $\vec{k}_f$ definiert. Entnommen aus [14].



Elektronen in der Größenordnung um einige atomare Lagen. Dadurch wird garantiert, dass die meisten elastischen Stöße in den oberen Lagen der Probe auftreten und LEED somit eine sehr oberflächensensitive Messmethode ist. Um Beugungsreflexe zu sehen, müssen die Elektronenwellen konstruktiv interferieren. Dies ist bei der LAUE-Bedingung der Fall. Gefordert wird

$$\vec{q} = \vec{k}_{f,\parallel} - \vec{k}_{i,\parallel} = \vec{k}_{f,\parallel} = \vec{G}, \quad (2.13)$$

wobei mit $\vec{q}$ der Streuvektor bezeichnet wird. Des Weiteren sind $\vec{k}_i$ der einfallende Wellenvektor und $\vec{k}_f$ der Wellenvektor der gestreuten Welle.

Zur besseren Darstellung lässt sich die LAUE-Bedingung in 2D als sogenannte EWALD-Kugel veranschaulichen (vgl. Abbildung 2.5). Betrachtet wird dabei elastische Streuung, daher folgt aus der LAUE-Bedingung wegen der Energieerhaltung, dass $|\vec{k}_i| = |\vec{k}_f|$ ist. Der Radius der EWALD-Kugel beträgt damit $k_f = k_i = \frac{2\pi}{\lambda}$.

Beugungsreflexe treten gemäß der LAUE-Bedingung immer nur dann auf, wenn sich der Kreis der EWALD-Kugel mit einer Beugungsstange schneidet.

Die Informationen für dieses Kapitel entstammen aus [2], [15] und [16].

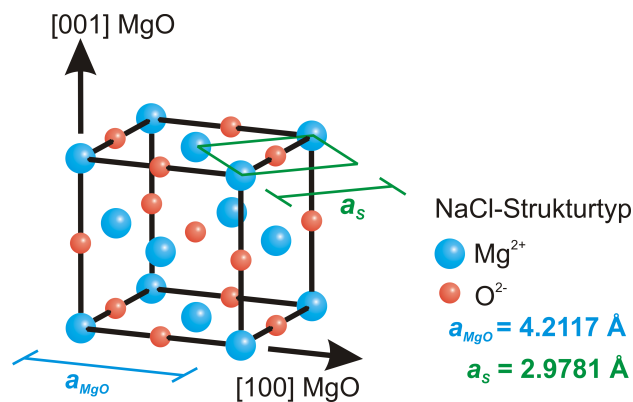
3 Materialsystem

Das folgende Kapitel befasst sich mit den in dieser Arbeit verwendeten Materialien. Dazu zählen unter anderem die Substrate Magnesiumoxid (MgO , Kapitel 3.1) und Strontiumtitanat (SrTiO_3 , Kapitel 3.2). Des Weiteren wird auf die aufgedampften Materialien Eisen (Fe), die möglichen Eisenoxidverbindungen und Nickeloxid (NiO) eingegangen. Ein Teil der verwendeten Proben wurde im Rahmen der Abschlussarbeit [17] hergestellt, ein anderer Teil selbst präpariert.

3.1 Magnesiumoxid

Magnesiumoxid ist ein Salz und besteht aus Magnesiumionen (Mg^{2+}) und Sauerstoffionen (O^{2-}). Es kristallisiert in einer Natriumchloridstruktur mit einer Gitterkonstanten von $a_{\text{MgO}} = 4.212 \text{ \AA}$. Betrachtet man die Struktur (vgl. Abbildung 3.1) genauer, erkennt man, dass sowohl die Magnesium- als auch Sauerstoffionen ein kubisch flächenzentriertes (en.: face-centered cubic, kurz: fcc) Kristallgitter bilden.

Abbildung 3.1: Magnesiumoxid kristallisiert in einer Natriumchloridstruktur. Die Gitterkonstante beträgt $a_{\text{MgO}} = 4.212 \text{ \AA}$. Entnommen aus [18].

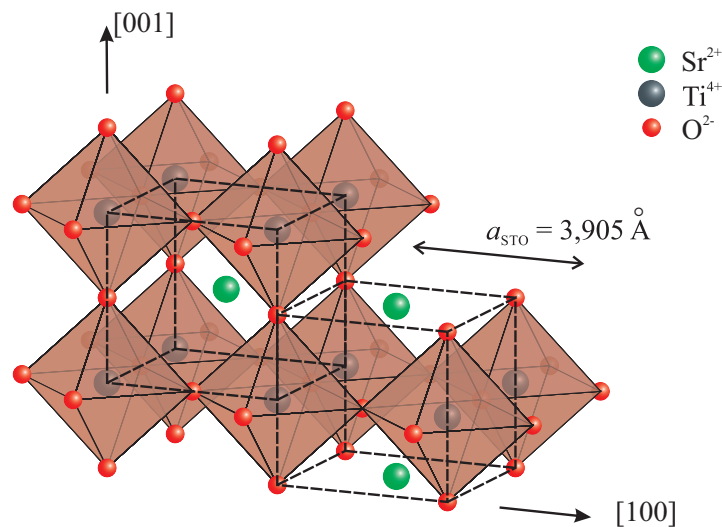


Bei der Oberflächeneinheitszelle von MgO handelt es sich um eine quadratische Einheitszelle, die eine Gitterkonstante von $a_{\text{OF}} = a_{\text{MgO}}/\sqrt{2}$ aufweist. Im Gegensatz dazu steht die Volumeneinheitszelle um 45° verdreht. Das MgO -Substrat der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Proben stammt von der Firma *Crystec*. Das Substrat hat die Abmessungen $(10 \times 10 \times 0.5) \text{ mm}^3$ bei einer $[001]$ -Ausrichtung des Kristalls bezüglich der Oberfläche.

3.2 Strontiumtitanat

Strontiumtitanat kristallisiert, mit einer kubischen Einheitszelle, in der Perowskitstruktur. Es ist diamagnetisch und die Gitterkonstante beträgt $a_{\text{SrTiO}_3} = 3.905 \text{ \AA}$. Eine schematische Skizze ist in Abbildung 3.2 dargestellt. Die kubische Struktur wird von den Sauer-

Abbildung 3.2: Strontiumtitanat kristallisiert in einer Perowskitstruktur. Die Gitterkonstante beträgt $a_{\text{SrTiO}_3} = 3.905 \text{ \AA}$. Entnommen aus [19].



stoffatomen erzeugt, die sich oktaedrisch um die Titanionen anordnen. In den Lücken der Sauerstoffoktaeder befinden sich die Strontiumionen. Bei endlichen Kristallen existiert eine konkrete Oberfläche. Es gibt zwei verschiedene Möglichkeiten, wie die Oberfläche von SrTiO₃ terminiert ist: SrO-terminiert und TiO₂-terminiert.

Das SrTiO₃-Substrat der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Proben stammt von der Firma *Crystec*. Das Substrat hat die Abmessungen $(10 \times 10 \times 0.5) \text{ mm}^3$ bei einer [001]-Ausrichtung des Kristalls bezüglich der Oberfläche.

3.3 Eisen

Bei Eisen handelt es sich um ein Übergangsmetall, das in den Formen α -, β - und γ -Eisen vorkommt. Die jeweilige Modifikation hängt von der Temperatur ab. α -Eisen kristallisiert in einer kubisch raumzentrierten Kristallstruktur (en.: body-centered cubic, kurz: bcc), wobei die Gitterkonstante $a_{\text{Fe}} = 2.87 \text{ \AA}$ beträgt.

3.4 Eisenoxid

Beim Aufdampfen von Eisen unter Sauerstoffatmosphäre können verschiedene Eisenoxidverbindungen auftreten. Im folgenden Kapitel werden die möglichen Verbindungen beschrieben. Allen gemein ist, dass der Sauerstoff immer zweifach negativ (O^{2-}) geladen vorliegt. Die möglichen Eisenoxidverbindungen sind Eisen(II)-oxid, Eisen(II,III)-oxid und Eisen(III)-oxid.

3.4.1 Wüstit

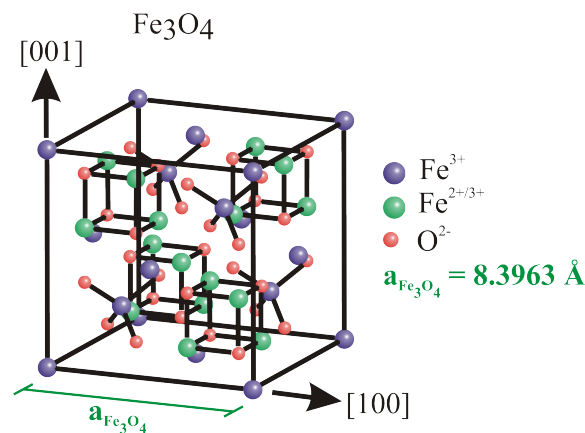
Eisen(II)-oxid, als Mineral besser bekannt als Wüstit, zählt zu den nicht-stöchiometrischen Verbindungen. Dementsprechend ist die Summenformel Fe_{1-x}O . Wüstit kristallisiert in

einer Steinsalzstruktur, wobei die Gitterkonstante $4.332 \text{ \AA}$ beträgt. Es liegt in einer kubischen Kristallstruktur vor und weist 4 Formeleinheiten pro Einheitszelle auf. Bis zu Temperaturen von $203 - 211 \text{ K}$ (NÉEL-Temperatur) ist Wüstit antiferromagnetisch, darüber paramagnetisch [20].

3.4.2 Magnetit

Bei Eisen(II,III)-oxid, also Magnetit, handelt es sich um eine Verbindung aus Eisen- und Sauerstoffionen mit der Stöchiometrie Fe_3O_4 . Es ist ein schwarzes, ferrimagnetisches Mineral, mit einer kubisch-flächenzentrierten (en.: face-centered cubic, kurz: fcc) Einheitszelle mit inverser Spinellstruktur. Die Gitterkonstante beträgt $a_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 8.3963 \text{ \AA}$, bei 8 Formeleinheiten pro Einheitszelle. Es ist die stabilste Eisenoxid-Verbindung. Die CURIE-Temperatur von Magnetit beträgt 858 K [21].

Abbildung 3.3: Schematische Darstellung der Einheitszelle von Magnetit. Die Gitterkonstante beträgt $a_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 8.3963 \text{ \AA}$. Entnommen aus [22].



3.4.3 Hämatit und Maghemit

Für Fe_2O_3 gibt es verschiedene Kristallstrukturen. Hämatit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) und Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) sind die wichtigsten Modifikationen. Aufgrund einer hohen Gitterfehlانpassung von Hämatit auf MgO und das damit verbundene nicht kristalline Aufwachsen, kann man davon ausgehen, dass Fe_2O_3 immer als Maghemit auftritt. Maghemit kristallisiert ebenso wie Magnetit in einer Spinellstruktur, mit einer Gitterkonstanten von $a_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = 8.3515 \text{ \AA}$.

3.5 Nickeloxid

Bei Nickel(II)-oxid handelt es sich um antiferromagnetisches Material, welches in einer Steinsalzstruktur auftritt. Es hat eine Gitterkonstante von $4.176 \text{ \AA}$ und besitzt eine Bandlücke zwischen $3.4 - 4.3 \text{ eV}$ [23], wodurch sich Halbleitereigenschaften ergeben. Nickeloxid liegt in einer fcc-Kristallstruktur mit zweiatomiger Basis vor und ist antiferromagnetisch.

4 Experimentelle Grundlagen

In diesem Kapitel werden die experimentellen Grundlagen, die zur Durchführung der Messungen notwendig sind, erläutert. Dabei wird unter anderem die Probenherstellung im Ultrahochvakuum (UHV) beschrieben und auf die Messanlagen für die Photoelektronenspektroskopie (XPS) und die Beugung niederenergetischer Elektronen (LEED) eingegangen. Abschließend wird die Messapparatur des Vibrationsmagnetometers (VSM) beschrieben.

4.1 Ultrahochvakuumkammer

Um Verschmutzungen bei der Probenherstellung zu vermeiden sind niedrige Umgebungsdrücke notwendig. Dies wird hier durch eine Ultrahochvakuumkammer (vgl. Abbildung 4.1) realisiert. Über ein System aus Vorpumpe, Turbomolekular- und Ionengetterpumpe können Drücke von bis zu 1×10^{-10} mbar realisiert werden. In der hier verwendeten Präparationskammer wird mit Hilfe von Turbomolekularpumpen ein Druck von ca. 1×10^{-8} mbar erzeugt. Die Reinigung der Probe wird unter diesem Druck durchgeführt, wohingegen bei den XPS- und LEED-Messungen ein Druck von 1×10^{-10} mbar herrscht. Die Probe wird dabei nicht aus dem Vakuum entfernt - man spricht dann von *in-situ*-Messungen. Ein weiterer Vorteil neben der verschmutzungsfreien Umgebung ist, dass sich durch den geringen Druck die mittlere freie Weglänge vom aufzubringenden Material (Probenherstellung) oder der zu detektierenden Elektronen (XPS, LEED) erhöht. Jeder Teil der Kammer besitzt ein eigenes Ventil, sodass die Kammern separat gepumpt werden können. Die Probe wird über die Schleuse in das System eingebracht und anschließend über den Transferweg im UHV bewegt.

4.2 Probenpräparation

Die Probenpräparation gliedert sich in zwei Teilschritte. Zuerst wird das Substrat gereinigt und anschließend das Material aufgedampft. Zur Reinigung wird das Substrat in die Präparationskammer I eingebracht (vgl. Abbildung 4.1) und bei ca. 400 °C für etwa eine Stunde geheizt. Dabei wird zusätzlich Sauerstoff mit einem Druck von 1×10^{-4} mbar in die Kammer eingebracht. Dadurch soll verhindert werden, dass Sauerstofffehlstellen entstehen und Kohlenstoff leichter von der Oberfläche desorbiert. Nach dem Reinigungsprozess wird mittels XPS überprüft, ob sich noch Adsorbate auf dem Substrat befinden und die Struktur der Oberfläche mit einer LEED-Messung kontrolliert.

Um das gewünschte Material auf das Substrat aufzubringen wird das Verfahren der Molekularstrahlepitaxie (en.: molecular beam epitaxy, kurz: MBE) genutzt. Dazu wird über einen Verdampfer Nickel und/oder Eisen aufgedampft. Im Inneren des Verdampfers befindet sich eine Patrone des jeweiligen Materials, welche von einem Wolframfilament umgeben

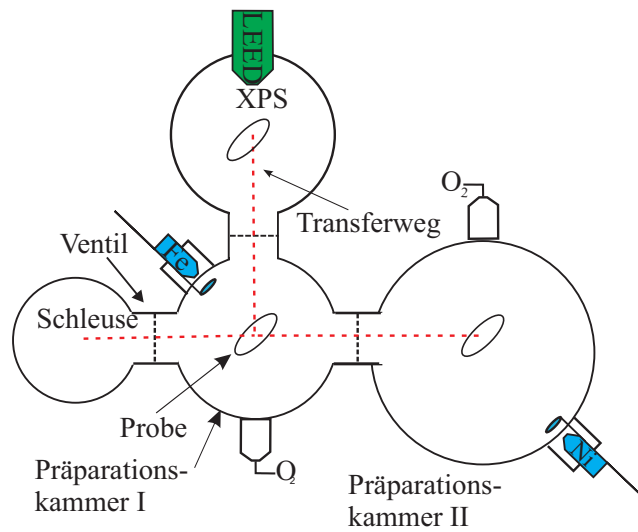


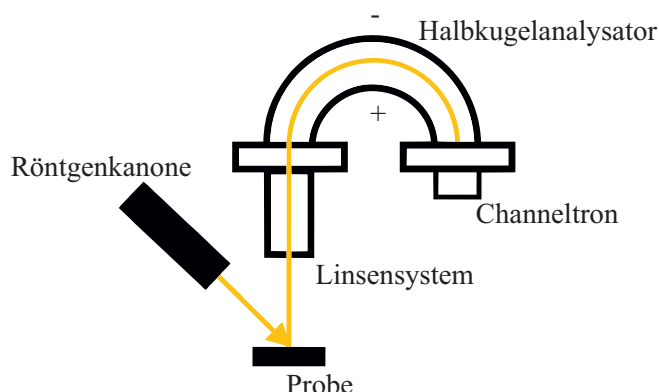
Abbildung 4.1: Schematischer Aufbau der UHV-Kammer. Dargestellt sind die Schleuse zum Einbringen der Probe, die beiden Präparationskammern sowie die Kammer zur LEED- und XPS-Messung. Die Kammern sind über Ventile voneinander separiert. Die Probe lässt sich innerhalb der Anlage über Transferstäbe bewegen. Entnommen aus [22] und angepasst.

ist. Über dieses Wolframfilament und das Anlegen einer Spannung an die Patrone wird diese solange geheizt, bis die Atome des jeweiligen Materials der Patrone in die Gasphase übergehen und aus dem Verdampfer austreten. Um den Aufdampfprozess besser regulieren zu können, befindet sich vorne am Verdampfer ein Abschirmblech. Für die Herstellung von Magnetit auf MgO wird das Substrat auf 250 °C aufgeheizt und ein Sauerstoffpartialdruck von 5×10^{-6} mbar eingestellt. Eine gewöhnliche Eisschicht wird hingegen ohne Sauerstoffzufuhr bei Raumtemperatur auf MgO aufgedampft.

4.3 XPS-Messanlage

Bei der hier verwendeten XPS-Messanlage handelt es sich um ein Gerät der Firma Specs. Sie befindet sich zusammen mit der LEED-Messanlage in einer durch ein Ventil abtrennbaren Kammer (vgl. Abbildung 4.1). Die Messungen werden *in-situ* durchgeführt. Die Messanlage besteht aus zwei Teilen: Zum einen der Röntgenquelle und zum anderen dem Halbkugelanalysator (vgl. Abbildung 4.2). Als Röntgenquelle stehen eine Magnesium- ($\text{Mg} : \hbar\omega(K_{\alpha 1,2}) = 1253.6 \text{ eV}$) oder Aluminiumanode ($\text{Al} : \hbar\omega(K_{\alpha 1,2}) = 1486.6 \text{ eV}$) zur Auswahl. Aus dieser Quelle werden Photonen der Energie $\hbar\omega$ emittiert, treffen anschließend auf die Probe, bevor sie durch ein Linsensystem fokussiert werden. Der Halbkugelanalysator besteht aus zwei konzentrischen Elektroden, zwischen denen eine Potentialdifferenz angelegt wird. Diese Potentialdifferenz lässt sich so einstellen, dass nur Elektronen mit bestimmter kinetischer Energie den Detektor (Channeltron) passieren können. Für die XPS-Messung werden die Elektronen auf eine feste kinetische Energie $E_{\text{pass}} = 50 \text{ eV}$ abgebremst und somit ein ganzes Energiespektrum aufgenommen.

Abbildung 4.2: Schematischer Aufbau der XPS-Messanlage. Eine Röntgenquelle emittiert Photonen, die auf die zu untersuchende Probe treffen. Von dort treten dann Photoelektronen in einen Halbkugelanalysator, bestehend aus zwei konzentrischen Elektroden, ein. Ein Linsensystem fokussiert zuvor die eintreffenden Elektronen und bremst diese auf eine bestimmte kinetische Energie ab. Die Detektion erfolgt über Channeltrons. Entnommen aus [24].



4.4 LEED-Messanlage

Die LEED-Messanlage befindet sich zusammen mit der XPS-Messanlage in einer eigenen Kammer (vgl. Abbildung 4.1). Die Messung wird hier ebenfalls *in-situ* durchgeführt. Der schematische Aufbau der LEED-Messanlage ist in Abbildung 4.3 dargestellt. Die Hauptelemente sind auf der einen Seite die Elektronenkanone und auf der anderen Seite der Fluoreszenzschirm. Durch Anlegen einer Beschleunigungsspannung an die Kathode werden Elektronen beschleunigt. Es entsteht ein Strahl von niederenergetischen Elektronen. Durch den Wehnelt-Zylinder und das Linsensystem wird der Elektronenstrahl fokussiert, bevor er auf die Probe trifft. Sie wird bei ca. 2.25 A betrieben und kann einen Elektronenstrahl von bis zu 1000 eV erzeugen. Der Fluoreszenzschirm, mit einer anliegenden Hochspannung von 6 kV, sowie mehrere Gitter machen das Beugungsbild der gebeugten Elektronen sichtbar. Die Gitter dienen dazu, Elektronen mit zu geringer Intensität abzufangen und nur diejenigen passieren zu lassen, die elastisch gestreut werden. Zur Visualisierung benutzt man eine CCD-Kamera.

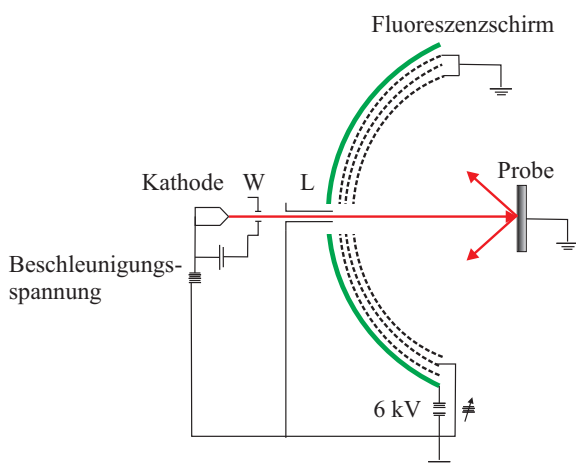


Abbildung 4.3: Schematischer Aufbau der LEED-Messanlage. Elektronenkanone, bestehend aus Kathode und Wehnelt-Zylinder W , erzeugt einen gebündelten Elektronenstrahl, der durch ein Linsensystem L fokussiert wird. Der Elektronenstrahl trifft auf die zu untersuchende Probe, wo elastische und inelastische Streuung stattfindet. Die gebeugten Elektronen werden durch die Verwendung eines Fluoreszenzschirms sichtbar gemacht. Entnommen aus [24] und angepasst nach [15].

4.5 Vibrating Sample Magnetometer (VSM)

Für die Messungen der magnetischen Eigenschaften wird ein Vibrationsmagnetometer (en.: Vibrating Sample Magnetometer, kurz: VSM) der Firma *LakeShore* vom Typ 7407 verwendet. Im Folgenden wird der grundlegende Aufbau und die Funktionsweise des VSM beschrieben. Dabei wird insbesondere auf die winkelabhängige Messung sowie auf die sogenannte out-of-plane-Messung eingegangen. Zusätzlich wird die vektorielle Messung des magnetischen Moments erläutert.

Das VSM besteht aus zwei Elektromagneten, Messspulen sowie einem Head-drive. Der schematische Aufbau ist in Abbildung 4.4 dargestellt. Die Probe wird an einem Quarzstab befestigt und durch den Head-drive in Schwingung versetzt. Durch die äußeren Elektromagneten wird die Probe anschließend magnetisiert. Der Abstand der Elektromagneten kann variabel geändert werden, dadurch sind Magnetfelder von bis zu 2.62 T möglich. Sie besitzen einen Durchmesser von 7 inch. Aus der Schwingung heraus und der damit einhergehenden Änderung des magnetischen Flusses wird in den Aufnehmerspulen anschließend eine Spannung U_{ind} induziert (vgl. Kapitel 2.2). Diese Spannung wird über einen Analog-Digital-Wandler in ein digitales Signal umgewandelt, welches mit der Messsoftware *IDEASVSM* am PC aufgezeichnet werden kann. Die Messung der Hysteresekurven (vgl. Kapitel 2.1.5) erfolgt ebenfalls mit Hilfe der Messsoftware.

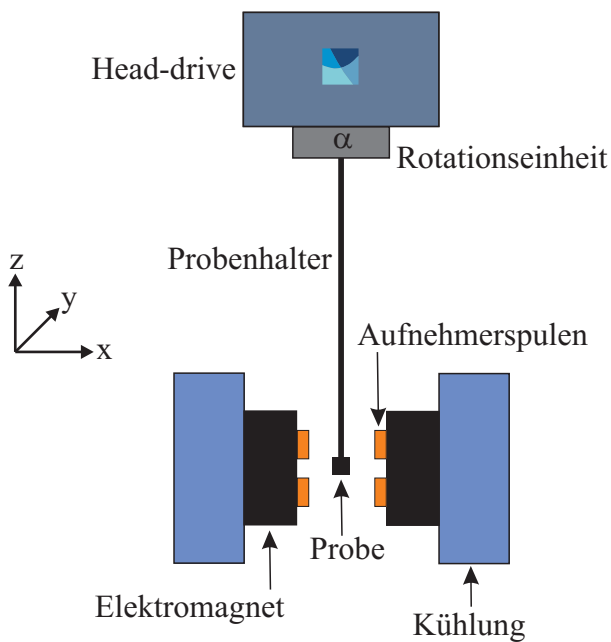


Abbildung 4.4: Schematischer Aufbau des VSM. Der Head-drive versetzt den Probenhalter in Schwingung. Über die Elektromagneten wird ein Magnetfeld erzeugt. Die entstehende Magnetisierung der Probe wird, aufgrund von Induktion, von den Aufnehmerspulen detektiert. Durch die Rotationseinheit lässt sich der Probenstab zwischen den Elektromagneten stufenlos drehen.

An dem Probenstab lassen sich verschiedene Aufsätze zur Befestigung von Proben anbringen. Diese werden mit einem Kleber am Aufsatz befestigt. Entweder orientiert man die Probe "in-plane", also die Oberfläche parallel zum Magnetfeld oder "out-of-plane", dementsprechend die Probenoberfläche orthogonal zum Magnetfeld. Mit der out-of-plane-Orientierung wird die Magnetisierung gemessen, die senkrecht zur Probenoberfläche entsteht. Der Unterschied von in-plane zu out-of-plane-Orientierung ist in Abbildung 4.5 gezeigt. Die Probe wird um 90° gekippt und anschließend so lange um den Winkel α

zwischen den Elektromagneten gedreht, bis die Probenoberfläche orthogonal zu den Elektromagneten ausgerichtet ist.

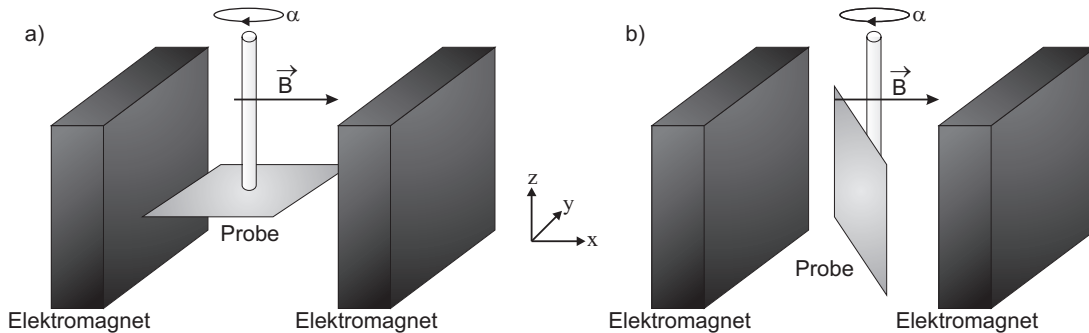
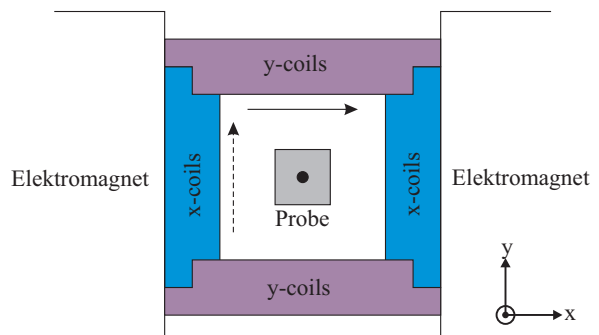


Abbildung 4.5: Schematische Darstellung zum Vergleich von in-plane und out-of-plane-Messung. In a) Darstellung der in-plane-Messung. Die Probenoberfläche befindet sich parallel zum angelegten Magnetfeld $\vec{B}$. In b) Darstellung der veränderten Orientierung der Probe. Sie wurde vertikal um 90° , im Vergleich zu a), gekippt. Ist die Probe so gedreht, dass das Magnetfeld orthogonal zur Probenoberfläche verläuft, spricht man von der out-of-plane-Orientierung.

Über die eingebaute Rotationseinheit kann der Probenstab zwischen den Elektromagneten gedreht werden. Dies geschieht über die Software, mit der sich die Rotationseinheit elektronisch ansteuern lässt. Der einstellbare Bereich beträgt $-10^\circ - 730^\circ$, bei einer Winkelauflösung von $< 1^\circ$.

Nach Einbringen des Probenhalters in das VSM muss eine Justage erfolgen, sodass sich die Probe im Zentrum des Magnetfeldes befindet. Dazu sind Stellschrauben am VSM angebracht, die es ermöglichen, die Probe in x -, y - und z -Richtung zu positionieren. Um die optimale Position zu finden, wird in y - und z -Richtung das maximale magnetische Moment und in x -Richtung das minimale magnetische Moment eingestellt, da entlang der x -Achse das Magnetfeld in der Mitte am geringsten ist. Für die vollständige Untersuchung der magnetischen Anisotropie ist es wichtig, das magnetische Moment in verschiedenen Richtungen durch die Probe zu messen. Um dies zu bewerkstelligen werden die sogenannten *vector-coils* genutzt. Dazu werden die ursprünglichen Aufnehmerspulen (in x -Richtung) durch Spulen in y -Richtung, also senkrecht zum Magnetfeld, ergänzt (vgl. Abbildung 4.6). Die magnetischen Momente der Probe können dadurch gleichzeitig sowohl in x - als auch in y -Richtung gemessen werden.

Abbildung 4.6: Schematische Darstellung der *vector-coils* in der Draufsicht. Die normale Anordnung, bestehend aus Spulen in x -Richtung vor den Elektromagneten, wird durch Spulen orthogonal dazu ergänzt. Es werden dadurch magnetische Momente gleichzeitig in x - und y -Richtung gemessen.



Außerdem ist es möglich, durch einen Kryostaten temperaturabhängige Messungen durchzuführen. Der verfügbare Temperaturbereich erstreckt sich dabei von 78 – 950 K. In dieser Arbeit werden keine Temperaturmessungen durchgeführt, daher wird hierauf im Folgenden nicht näher eingegangen.

4.5.1 Verarbeitung der Messdaten

Werden Hysteresen mit dem VSM gemessen so erhält man Verläufe wie in Abbildung 4.7 in Blau dargestellt. Das magnetische Moment ist in $\mu_B/f.u.$ angegeben (vgl. Kapitel 4.5.2).

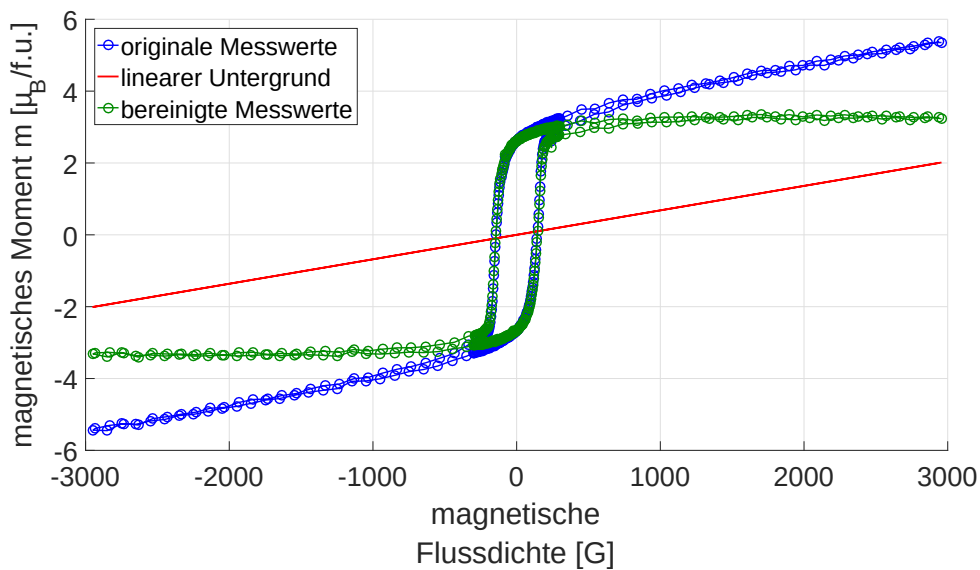


Abbildung 4.7: Abzug des linearen Untergrunds am Beispiel einer $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}/\text{MgO}$ -Probe. Die realen Messwerte, in blau dargestellt, werden nicht gesättigt, sondern sind hier noch durch paramagnetische Anteile vom Probenhalter und Substrat beeinflusst. Zur Bereinigung wird eine lineare Regression (rot) durchgeführt und von den ermittelten Messwerten abgezogen. Die entstehende Hysterese (grün) wird dann nur noch vom magnetischen Material der Probe erzeugt.

Wie man erkennt, gelangt die Probe nicht in Sättigung, sondern der Verlauf nimmt selbst bei hohen äußeren Magnetfeldern linear zu. Die Begründung hierfür ist, dass dem eigentlichen Messsignal der Einfluss von para- und diamagnetischen Anteilen vom Probenhalter und Substrat überlagert ist. Dies führt zu einem verfälschten Verlauf, da lediglich das magnetische Signal der zu untersuchenden Schicht (hier Fe_3O_4) interessant ist. Um nur dieses Signal zu erhalten, zieht man den linearen Untergrund, verursacht von Probenhalter und Substrat, von den gemessenen Hysteresen ab. Dazu wird in dem linearen Teil der Hysteresen eine Regression durchgeführt und die entstehende Gerade (rot) von den Messwerten subtrahiert. Dadurch erhält man einen Verlauf wie in Abbildung 4.7 in Grün dargestellt.

4.5.2 Vergleich magnetischer Momente

Um einen Vergleich der Proben zu gewährleisten, bietet es sich an, das magnetische Moment in $\mu_B/f.u.$ (f.u. = formula units, Formeleinheit) umzurechnen. Durch diese Umrechnung wird die Menge des magnetischen Materials auf der Probe berücksichtigt und nicht nur die absolute Sättigung. Zwischen magnetischem Moment in Formeleinheiten m_{fu} und dem gemessenen magnetischen Moment m in emu gilt der Zusammenhang

$$m_{fu} = m \frac{V_{fu}}{V_S}, \quad (4.1)$$

wobei V_{fu} das Volumen der Formeleinheit und V_S das Volumen der magnetischen Schicht ist. Das Volumen der Einheitszelle V_{EZ} von Magnetit besteht aus $8V_{fu}$. Es lässt sich über die Gitterkonstante a mit $V_{EZ} = a^3$ berechnen. Daraus folgt für das magnetische Moment

$$m_{fu} = m \frac{a^3}{8V_S}. \quad (4.2)$$

Das Volumen der Schicht V_S ist für jede Probe individuell. Es hängt von der aufgedampften Schichtdicke d des magnetischen Materials sowie von der aufgedampften Fläche A ab. Es lässt sich also über

$$V_S = Ad \quad (4.3)$$

berechnen. Damit ergibt sich Gl.(4.2) zu

$$m_{fu} = m \frac{a^3}{8Ad}. \quad (4.4)$$

Bei Eisen besteht das Volumen der Einheitszelle aus $2V_{fu}$, wonach die Gl. 4.4 entsprechend angepasst wird. Wichtig hierbei ist, dass nur das reine magnetische Moment m der Schicht berücksichtigt wird und nicht der Anteil des Substrates inklusive Probenhalter. Eine Bereinigung der Messwerte (vgl. Kapitel 4.5.1) ist damit unabdingbar.

Es ergibt sich für die Sättigungsmagnetisierung von Fe_3O_4 ein Literaturwert von $4 \mu_B/f.u.$ [25] und für Fe entsprechend $2.2 \mu_B/f.u.$ [26].

5 Ergebnisse und Diskussion

Im folgenden Kapitel werden die Messergebnisse vorgestellt und diskutiert. Zunächst wird die Herstellung von Fe_3O_4 - und Fe-Schichten auf MgO qualitativ ausgewertet. Anschließend untersucht man den Einfluss der Probengröße auf das magnetische Verhalten - dazu werden die zuvor hergestellten Proben zerkleinert. Danach wird die Auswirkung des Substrates auf die magnetische Anisotropie analysiert. Dabei wird jeweils das Verhalten von Fe_3O_4 auf MgO und SrTiO_3 verglichen. Des Weiteren beschäftigt sich dieses Kapitel mit der Anisotropieuntersuchung unter dem Einfluss von NiO als Zwischenschicht. Hier wird auch wieder zwischen den beiden Substraten MgO und SrTiO_3 unterschieden. Zudem wird die Auswirkung von verschiedenen Magnetit-Schichtdicken auf das magnetische Verhalten ausgewertet, um anschließend den Effekt der Drehung von der in-plane zur out-of-plane-Orientierung darzustellen. Abschließend werden die Messergebnisse diskutiert.

5.1 Probenherstellung

Dieses Kapitel beschäftigt sich mit der qualitativen Auswertung der Probenherstellung. Dazu werden zunächst LEED-Bilder und XP-Spektren der Substrate betrachtet, um anschließend jeweils genauer auf das Eisen- und Eisenoxidwachstum einzugehen. Dort werden ebenfalls die angeführten Messmethoden XPS und LEED ausgewertet.

5.1.1 Substratpräparation

Die Reinigung der Substrate wird in Kapitel 4.2 beschrieben. Abbildung 5.1 zeigt zum einen das LEED-Bild und zum anderen das XP-Spektrum eines der gereinigten MgO-Substrate. Das LEED-Bild zeigt relativ scharfe Reflexe, die auf eine gut geordnete Struktur an der Oberfläche hindeuten. Weiterhin erkennt man die erwartete (1×1) -Struktur, von der um 45° zur Volumeneinheitszelle gedrehten Oberflächeneinheitszelle. In dem exemplarischen XP-Spektrum des Substrates erkennt man jeweils die Signale vom Sauerstoff ($1s$) und Magnesium ($1s$, $2s$ und $2p$). Des Weiteren sind die AUGER-Peaks Mg KLL und O KLL erkennbar. Die Signale vom Kohlenstoff sind im Substrat nicht zu erkennen, daher kann man davon ausgehen, dass das Substrat gereinigt ist.

5.1.2 Eisen- und Eisenoxidwachstum

Auf die gereinigten Substrate sind Eisen- und Eisenoxidschichten aufgebracht worden. Die Herstellung wird in Kapitel 4.2 beschrieben. Im Anschluss an die Herstellung findet eine Überprüfung mittels LEED und XPS *in-situ* statt. Die jeweiligen LEED-Bilder und XP-Spektren sind in Abbildung 5.2 dargestellt. In dem LEED-Bild von Magnetit kann man

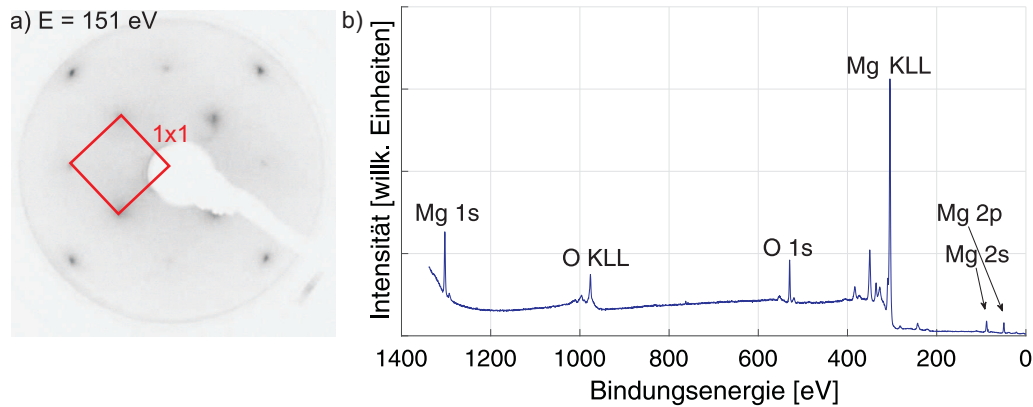


Abbildung 5.1: Exemplarisches LEED-Bild eines gereinigten MgO-Substrates bei 151 eV in a). Eingezeichnet ist die (1×1) -Struktur des Magnesiumoxids (rot). b) Exemplarisches Beispiel des XP-Spektrums eines der verwendeten Substrate. Neben den Signalen von Magnesium und Sauerstoff sind außerdem die AUGER-Peaks von Sauerstoff und Magnesium zu erkennen.

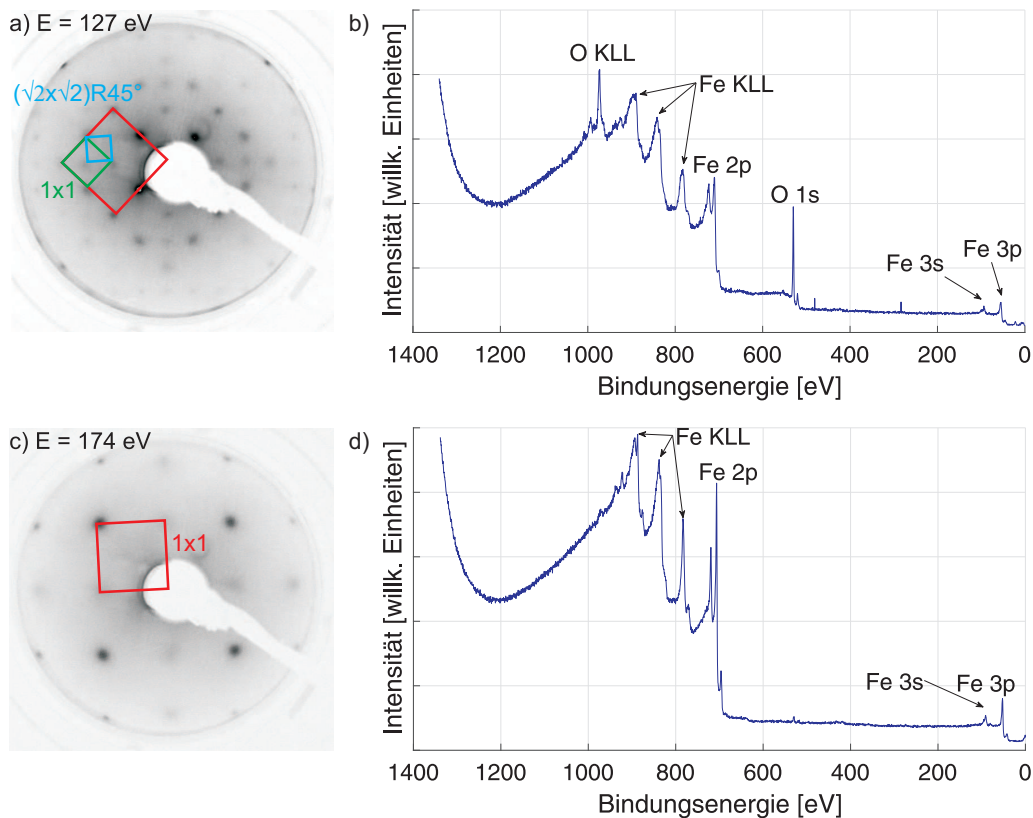


Abbildung 5.2: LEED-Bilder und XP-Spektren der hergestellten Eisen- und Magnetitschichten. In a) Darstellung der LEED-Aufnahme der Magnetitschicht bei $E = 127$ eV. Das zugehörige XP-Spektrum ist in b) gezeigt. Für die Eisenschicht ist in c) das LEED-Bild bei $E = 174$ eV abgebildet. Das zugehörige XP-Spektrum findet sich in d).

eine (1×1) -Struktur mit einer $(\sqrt{2} \times \sqrt{2})R45^\circ$ -Überstruktur erkennen. Das XP-Spektrum zeigt die zu erwartenden Peaks. Es zeigen sich die Signale von Eisen ($2s, 2p, 3s$ und $3p$) sowie das $1s$ -Signal von Sauerstoff. Außerdem sind die AUGER-Peaks (KLL) von Sauerstoff und Eisen zu erkennen.

Für die Eisenschicht zeigt sich in dem LEED-Bild eine (1×1) -Struktur. Das XP-Spektrum ist ähnlich dem von Magnetit, die zum Eisen gehörigen Signale sind identisch und gut zu erkennen. Die Sauerstoff-Signale fehlen, wodurch gezeigt wird, dass es sich bei der Schicht um reines Eisen handelt.

5.2 Einfluss der Probengröße auf das magnetische Verhalten

In diesem Abschnitt wird der Einfluss der Probengröße auf die magnetischen Eigenschaften der Sättigungsmagnetisierung, des Koerzitivfeldes und der Remanenz untersucht. Dazu werden die in Kapitel 5.1 beschriebenen Proben ausgewertet. Für den Vergleich werden die Proben in zwei Größen gemessen, jeweils in der Größe nach dem Aufdampfprozess sowie in zerkleinerter Form. Beide MgO-Substrate haben Abmessungen von 10×10 mm, die Unterschiede in der Fläche der großen Proben entstehen durch die unterschiedlichen Probenhalter. Magnetit wurde auf das ganze Substrat aufgedampft, Eisen kreisförmig, wodurch nicht bedampfte Flächen in den Ecken entstehen.

5.2.1 Magnetit auf Magnesiumoxid

Für die Magnetitschicht ergeben sich die Hysteresen, wie in Abbildung 5.3 zu sehen. Dargestellt ist jeweils die magnetisch leichte (easy axis) und schwere Richtung (hard axis). Man erhält für die große Probe eine Sättigungsmagnetisierung von 7.4 memu bei einer Fläche von 100 mm^2 . Die kleine Probe besitzt hingegen eine Sättigungsmagnetisierung von 0.863 memu bei einer Fläche von 10.4 mm^2 . Die Schichtdicke der Probe konnte nicht bestimmt werden, sie besitzt aber einen Wert von $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} > 200 \text{ nm}$. Das Verhältnis von großer zu kleiner Probe ergibt für die Fläche einen Wert von $r_A = \frac{A_{\text{groß}}}{A_{\text{klein}}} \approx 9.62$. Für die Sättigungsmagnetisierung erhält man ein Verhältnis von $r_S = \frac{M_{S,\text{groß}}}{M_{S,\text{klein}}} \approx 8.57$. Es zeigt sich somit eine Abweichung von 11 % zwischen dem Flächen- und Sättigungsmagnetisierungsverhältnis. Auf der anderen Seite lassen sich außerdem die Koerzitivfeldstärke sowie die Remanenz in Abhängigkeit der Probengröße vergleichen. Man erhält bei Auftragung gegenüber dem Drehwinkel α der Probe Verläufe wie in Abbildung 5.4 dargestellt. Wie zu sehen ist, hat die Probengröße keinen Einfluss auf die Anisotropie, lediglich die Absolutwerte unterscheiden sich. Für das Verhältnis vom Koerzitivfeld in magnetisch leichter Richtung ergibt sich ein Wert von $r_c = \frac{H_{c,\text{groß}}}{H_{c,\text{klein}}} \approx 1.14$. Dieser steht im deutlichen Gegensatz zum Flächenverhältnis (Faktor 9.62). Da er sehr nahe an 1 liegt, lässt es die Vermutung zu, dass das Koerzitivfeld annähernd unabhängig von der Probengröße ist.

Bezüglich der magnetisch leichten Richtung unterscheiden sich die beiden Proben bei der Remanenz im Mittel um den Faktor $r_R \approx 9.72$. Verglichen mit $r_A \approx 9.62$ zeigt sich hier eine gute Übereinstimmung - die Abweichung beträgt 1 %. Die Remanenz steigt also etwa im gleichen Maße wie die Fläche. Betrachtet man die Anisotropie nicht unter dem Aspekt

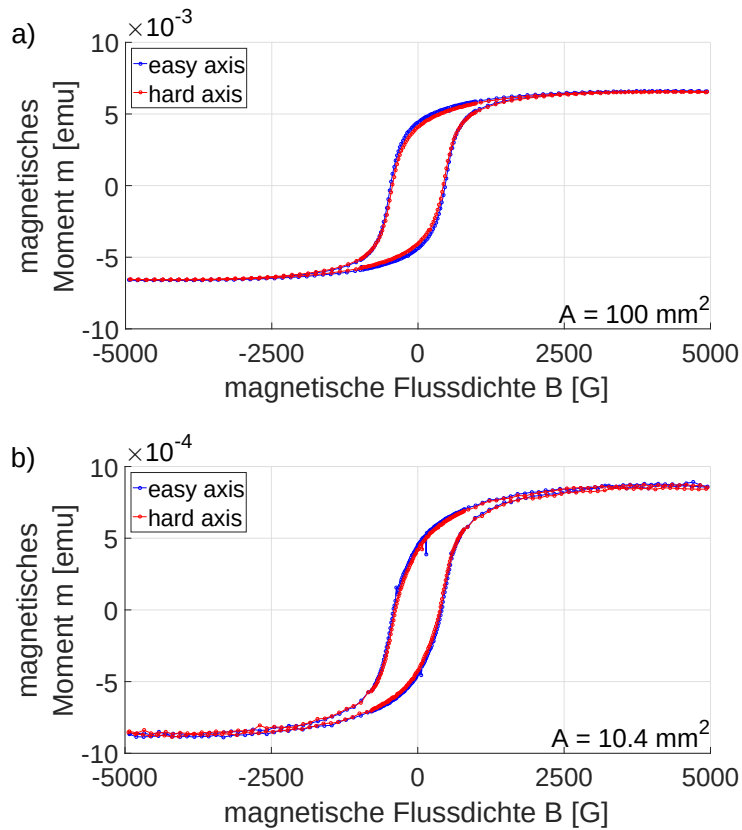


Abbildung 5.3: Hysteresen für die leichte und schwere Richtung von großer a) und kleiner b) Magnetitprobe. Die Probenfläche der großen Probe beträgt 100 mm^2 , für die verkleinerte Probe beträgt die Fläche 10.4 mm^2 . Die Schichtdicke beträgt $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} > 200 \text{ nm}$.

des Einflusses der Probengröße, so lässt sich hier eine Besonderheit erkennen. Für die große und kleine Probe ist die magnetisch leichte Achse in $\langle 100 \rangle$ - und $\langle 010 \rangle$ -Richtung orientiert und nicht wie zu erwarten in $\langle 110 \rangle$ - und $\langle \bar{1}10 \rangle$ -Richtung [27].

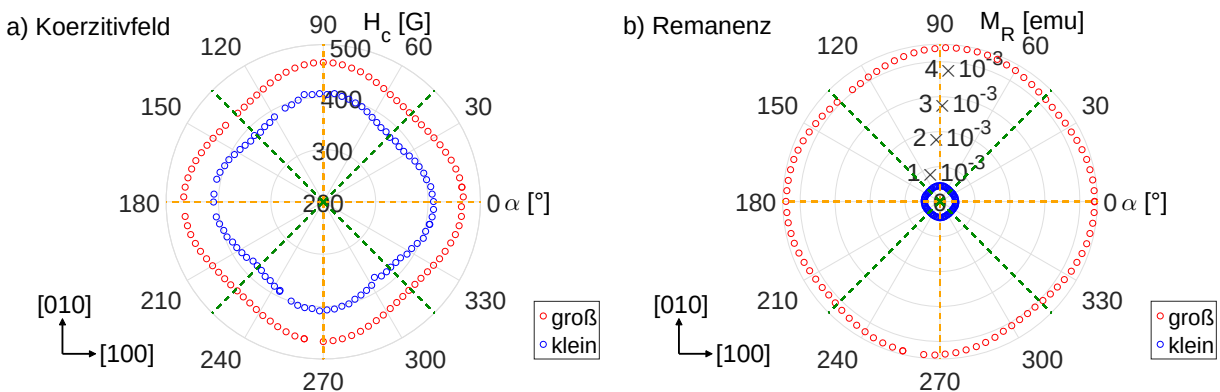


Abbildung 5.4: Vergleich von großer (rot) und kleiner (blau) Magnetitprobe. Dargestellt sind in a) das Koerzitivfeld und in b) die Remanenz, jeweils aufgetragen gegenüber dem Drehwinkel α der Probe. Zusätzlich sind in Grün die magnetisch schweren und in Gelb die magnetisch leichten Achsen eingezeichnet.

5.2.2 Eisen auf Magnesiumoxid

Analog zum vorherigen Abschnitt werden im Folgenden Proben mit einer Eischicht in zwei unterschiedlichen Größen untersucht. Messungen ergeben Hysteresen wie in Abbildung 5.5 gezeigt. Dargestellt sind jeweils Hysteresen für die magnetisch leichte (easy axis, e.a.) und schwere Richtung (hard axis, h.a.). Mit Hilfe von Schichtdicke und Probenfläche

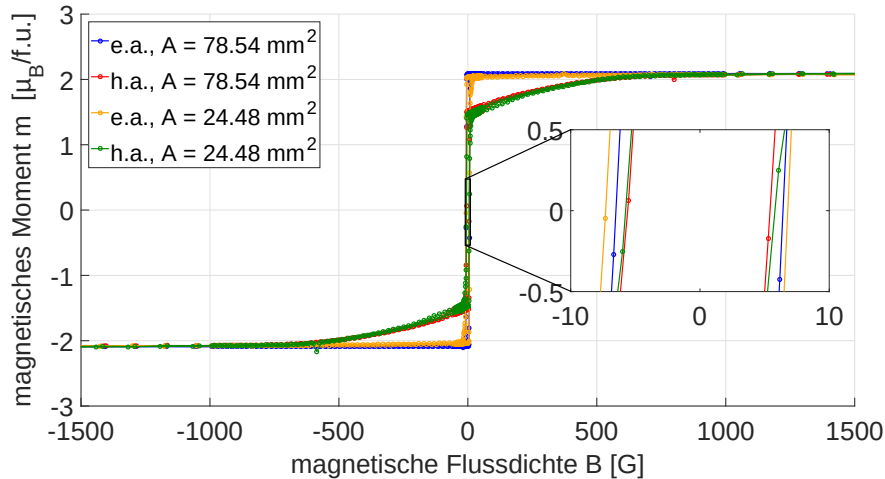


Abbildung 5.5: Hysteresen für die leichte (e.a.) und schwere Richtung (h.a.) von großer und kleiner Eisenprobe. Die Fläche der großen Probe beträgt 78.54 mm^2 , für die kleine Probe ergibt sich eine Fläche von 24.48 mm^2 .

lässt sich das magnetische Moment durch die für Eisen angepasste Gl. 4.4 berechnen. Die berechnete Sättigungsmagnetisierung von $2.1 \mu_B/f.u.$ entspricht in etwa dem Literaturwert von $2.2 \mu_B/f.u.$.

Das Flächenverhältnis beträgt hier etwa $r_A \approx 3.21$. Für die Sättigungsmagnetisierung ergibt sich ein Wert von $r_S \approx 2.92$, was einer geringen Abweichung der beiden Verhältnissen von ca. 9 % entspricht. Diese Abweichung liegt in der gleichen Größenordnung wie für die Magnetitprobe (11 %).

Trägt man das Koerzitivfeld und die Remanenz gegenüber dem Drehwinkel α der Probe auf, ergeben sich Verläufe wie in Abbildung 5.6 gezeigt. Man erkennt, dass das Koerzitivfeld für beide Probengrößen in etwa gleich ist. Es lässt sich ein Koerzitivfeldverhältnis für die magnetisch leichte Achse von $r_K \approx 0.93$ berechnen. Auch hier liegt wieder eine Abweichung vom Flächenverhältnis vor, wobei der Wert ungefähr 1 beträgt, wie schon zuvor bei Magnetit beobachtet werden konnte. Daraus folgt, dass das Koerzitivfeld scheinbar nicht von der Probengröße abhängig ist.

Bei der Remanenz zeigt sich eine vierzählige Anisotropie in beiden Probengrößen. Außerdem lässt sich erkennen, dass die Remanenz der kleinen Probe auch insgesamt deutlich geringer ausfällt. Man berechnet für die magnetisch leichte Achse ein Remanenzverhältnis von großer zu kleiner Probe von $r_R \approx 3.28$. Verglichen mit dem Flächenverhältnis von 3.21 ergibt sich eine Abweichung von 2.2 %. Man kann daraus schlussfolgern, dass sich die Remanenz proportional zur Fläche verhält, so wie zuvor bei Magnetit.

Für die große und kleine Probe verläuft die magnetisch leichte Achse in $\langle 110 \rangle$ - und $\langle \bar{1}10 \rangle$ -

Richtung. Die magnetisch harte Achse hingegen verläuft in $\langle 100 \rangle$ - und $\langle 010 \rangle$ -Richtung. Das heißt, dass die magnetischen Achsen von Eisen um 45° zu denen von Magnetit verschoben sind.

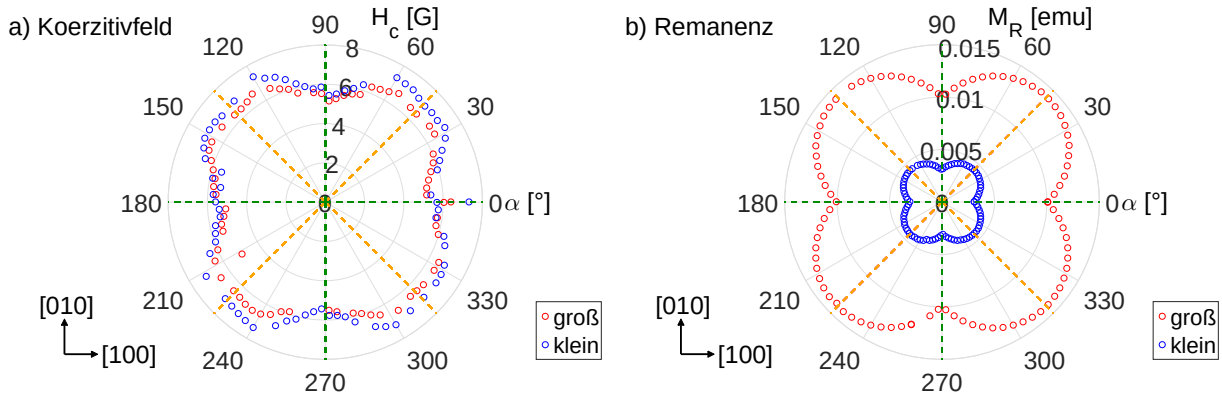


Abbildung 5.6: Vergleich von großer und kleiner Eisenprobe. Dargestellt sind in a) das Koerzitivfeld und in b) die Remanenz, jeweils aufgetragen gegenüber dem Drehwinkel α der Probe. Zusätzlich sind in Grün die magnetisch schweren und in Gelb die magnetisch leichten Achsen eingezeichnet.

5.3 Vergleich von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MgO}$ und $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SrTiO}_3$

Dieser Abschnitt beschäftigt sich mit dem Vergleich des Verhaltens von Magnetit auf den beiden Substraten Magnesiumoxid und Strontiumtitanat. Um die Auswirkungen des Substrates auf die magnetischen Eigenschaften analysieren zu können, werden in etwa gleiche Schichtdicken von Magnetit untersucht. Für $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MgO}$ beträgt die Schichtdicke $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 22 \text{ nm}$, bei der entsprechenden Probe auf SrTiO_3 beträgt die Schichtdicke $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 21.5 \text{ nm}$.

Verglichen werden im Folgenden das Koerzitivfeld und die Remanenz. Die entsprechenden Verläufe sind in Abbildung 5.7 dargestellt. Dabei wurden die Messwerte für das Koerzitivfeld von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MgO}$ mit dem Faktor 2.5 skaliert, um die charakteristischen Merkmale im Vergleich zu $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SrTiO}_3$ hervorzuheben. Bei Betrachtung des Koerzitivfeldes fällt auf, dass die leichten Achsen der Magnetitprobe auf MgO nicht mit denen von Magnetit auf SrTiO_3 übereinstimmen. Sie liegen bei $45^\circ, 135^\circ, 225^\circ$ und 315° und stimmen damit mit der $\langle 110 \rangle$ - und $\langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$ -Richtung des Substrates überein. Beim SrTiO_3 -Substrat liegen die leichten Achsen hingegen bei $0^\circ, 90^\circ, 180^\circ$ und 270° , also um 45° zum MgO verschoben und damit in $\langle 100 \rangle$ - und $\langle 010 \rangle$ -Richtung orientiert. Des Weiteren ist auffällig, dass sich bei Magnetit auf beiden Substraten schärfere Maxima in magnetisch schwerer Achse ausbilden, welche auf Domänenzerfälle zurückgeführt werden können [28].

Analog dazu wird auch die Remanenz betrachtet. Die Maxima und Minima verhalten sich ähnlich wie bei dem Koerzitivfeld, allerdings sind hier keine lokalen Maxima in magnetisch schwerer Richtung zu erkennen. Bei dem SrTiO_3 -Substrat befinden sich die Maxima wieder bei $0^\circ, 90^\circ, 180^\circ$ und 270° sowie beim MgO-Substrat bei $45^\circ, 135^\circ, 225^\circ$ und 315° und kennzeichnen damit die magnetisch leichten Achsen.

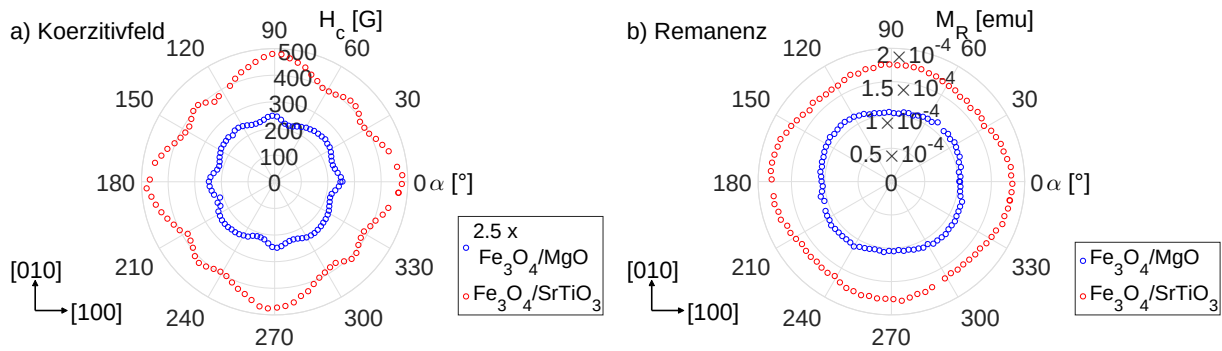


Abbildung 5.7: Darstellung von Koerzitivfeld und Remanenz von Magnetit, jeweils auf MgO und SrTiO₃. In a) ist das Koerzitivfeld und in b) die Remanenz aufgetragen, jeweils gegenüber dem Drehwinkel α der Probe. $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MgO}$ ist in Blau und $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SrTiO}_3$ in Rot dargestellt. Die Messwerte des Koerzitivfeldes von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MgO}$ sind mit dem Faktor 2.5 skaliert.

Zusammenfassend lässt sich daher sagen, dass bei der Aufbringung von Magnetit auf MgO eine Verschiebung der leichten Achse um 45° im Vergleich zum SrTiO₃-Substrat stattfindet. Dieses Verhalten lässt sich sowohl in der Remanenz, als auch im Koerzitivfeld wiederfinden.

Des Weiteren lassen sich auch hier für die jeweiligen Substrate die Absolutwerte von Koerzitivfeld und Remanenz in magnetisch leichter Richtung vergleichen. Für das Koerzitivfeld ergibt sich im Mittel für die leichte Richtung ein Wert von $\frac{H_{c,\text{Fe}_3\text{O}_4}}{H_{c,\text{MgO}}} = 4.9$. Für die Remanenz hingegen erhält man im Mittel einen Wert von $\frac{M_{R,\text{SrTiO}_3}}{M_{R,\text{MgO}}} = 1.59$.

Wie sich das magnetische Verhalten verändert, wenn Nickeloxid zwischen Substrat und Magnetitschicht aufgetragen ist, wird im nächsten Abschnitt untersucht.

5.4 Einfluss der NiO-Zwischenschicht

In diesem Kapitel soll der Einfluss der NiO-Zwischenschicht auf das magnetische Verhalten von Magnetit untersucht werden. Dazu werden vier Proben untersucht, je zwei auf MgO und zwei auf SrTiO₃. Die Proben auf den verschiedenen Substraten unterscheiden sich dahingehend, dass einmal eine NiO-Zwischenschicht vorhanden ist und sich einmal das Material direkt auf dem Substrat befindet. Um eine Vergleichbarkeit zu gewährleisten beträgt die Schichtdicke bei allen Proben zwischen 20.8 – 22 nm.

5.4.1 Magnesiumoxid als Substrat

Im Folgenden wird das Verhalten der $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}$ -, bzw. Fe_3O_4 -Schichten auf Magnesiumoxid untersucht. Die Schichtdicke von Magnetit beträgt bei der $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}/\text{MgO}$ -Probe $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 21.6$ nm, für die Probe ohne NiO ergibt sich eine Schichtdicke von $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 22$ nm. Man erhält für das Koerzitivfeld und die Remanenz, bei Darstellung gegenüber dem

Drehwinkel der Probe, folgende Abbildung 5.8. Für das Koerzitivfeld zeigt sich, dass

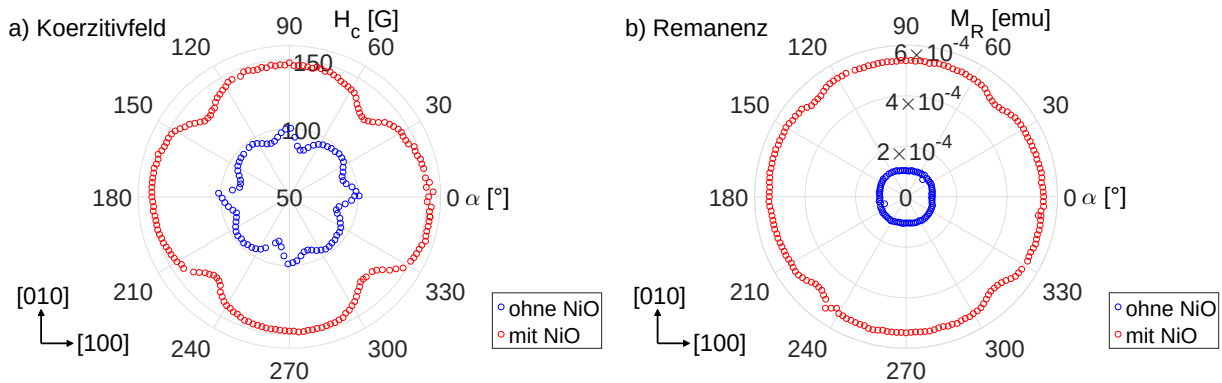


Abbildung 5.8: Koerzitivfeld und Remanenz von Magnetit auf Magnesiumoxid über den Drehwinkel aufgetragen. Jeweils mit (rot) und ohne Nickeloxid (blau). Unter a) Darstellung der Koerzitivfeldstärke und in b) die Darstellung der Remanenz.

die Maxima der Probe mit NiO-Zwischenschicht nicht mit den breiten Hauptmaxima der Probe ohne NiO übereinstimmen. Die Maxima von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}/\text{MgO}$ liegen etwa bei $0^\circ, 90^\circ, 180^\circ$ und 270° , bei der Probe ohne NiO finden sich die Maxima etwa bei $45^\circ, 135^\circ, 225^\circ$ und 315° und damit 45° zueinander verdreht. Ein weiterer Unterschied zwischen den beiden Schichten ist das Auftreten von schmalere, lokalen Maxima. Diese treten lediglich bei der Probe ohne Nickeloxid in der magnetisch schweren $\langle 100 \rangle$ - und $\langle 010 \rangle$ -Richtung auf und befinden sich in der gleichen Richtung, wie die magnetisch leichte Achse der Probe mit Nickeloxid. Auch hier könnten Domänenzerfälle die Ursache für die Nebenmaxima sein. Vergleicht man die Absolutwerte des mittleren Koerzitivfeldes in magnetisch leichter Richtung, so ergibt sich ein Wert von $\frac{H_{c,\text{mit}}}{H_{c,\text{ohne}}} = 1.54$.

Bei der Remanenz erkennt man ein ähnliches Verhalten. Dort wo die Probe mit Nickeloxid ihre Maxima besitzt, bilden sich bei der Probe ohne Nickeloxid Minima aus. Dementsprechend stehen den Minima der Probe mit NiO die Maxima der Probe ohne NiO gegenüber. Die Ausbildung von lokalen Maxima ist in der Remanenz im Gegensatz zum Koerzitivfeld nicht zu beobachten. Auch hier lassen sich die Absolutwerte vergleichen. Gemittelt wird die Remanenz jeweils in magnetisch leichter Richtung. Es ergibt sich ein Wert von $\frac{M_{R,\text{mit}}}{M_{R,\text{ohne}}} = 4.86$.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass sowohl Minima als auch Maxima bei der Probe mit NiO um ca. 45° gegenüber der Probe ohne Nickeloxid verschoben sind. Es hat also eine Verschiebung der leichten Richtung von Magnetit um 45° von $\langle 110 \rangle$ - bzw. $\langle \bar{1}10 \rangle$ zur $\langle 100 \rangle$ - und $\langle 010 \rangle$ -Richtung, durch das Hinzufügen einer NiO-Schicht, stattgefunden.

5.4.2 Strontiumtitanat als Substrat

Im Folgenden wird das magnetische Verhalten der $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}$ -, bzw. Fe_3O_4 -Schichten auf SrTiO_3 untersucht. Die $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}/\text{SrTiO}_3$ -Probe besitzt für Magnetit eine Schichtdicke von $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 20.8 \text{ nm}$. Für die Probe ohne NiO ergibt sich auf der anderen Seite eine Schichtdicke von $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 21.5 \text{ nm}$.

Der Verlauf des Koerzitivfeldes und der Remanenz, in Abhängigkeit des Drehwinkels, sowohl mit als auch ohne Nickeloxid-Zwischenschicht, ist in der folgenden Abbildung 5.9 dargestellt.

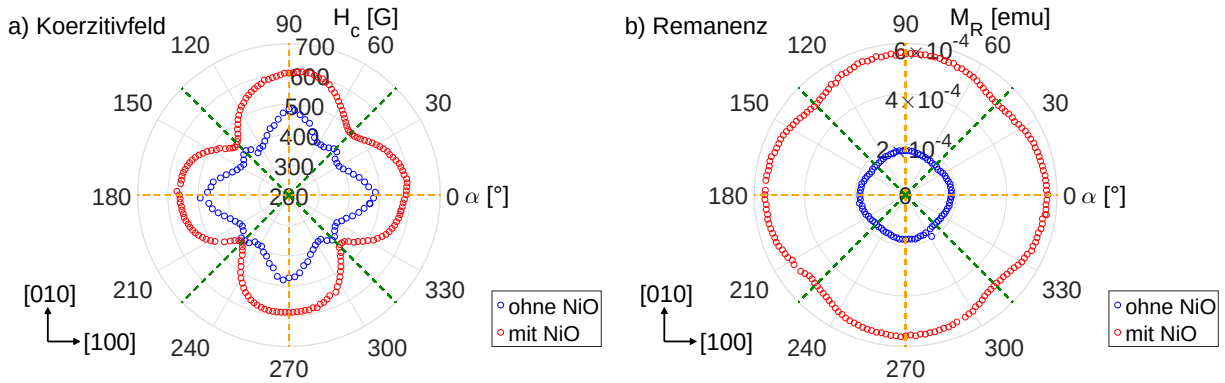


Abbildung 5.9: Koerzitivfeld und Remanenz von Magnetit auf Strontiumtitanat über den Drehwinkel aufgetragen. Jeweils mit (rot) und ohne Nickeloxid (blau). Unter a) Darstellung des Koerzitivfeldes und in b) die Darstellung der Remanenz. Zusätzlich sind in Grün die magnetisch schweren und in Gelb die magnetisch leichten Achsen eingezeichnet.

Betrachtet man das Koerzitivfeld genauer, so erkennt man, dass die Maxima beider Proben übereinstimmen. Sie treten bei 0° , 90° , 180° und 270° auf, also in $\langle 100 \rangle$ - und $\langle 010 \rangle$ -Richtung. Weiterhin fällt auf, dass sich auch hier lokale Maxima bei der $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SrTiO}_3$ -Probe ausbilden. Die Begründung könnte hier wieder ein etwaiger Domänenzerfall sein. Wie schon beim Magnesiumoxid-Substrat lassen sich auch hier die Absolutwerte für die magnetisch leichte Achse vergleichen. Es ergibt sich im Mittel ein Wert von $\frac{H_{c,\text{mit}}}{H_{c,\text{ohne}}} = 1.21$. Ein ähnliches Verhalten lässt sich auch bei der Remanenz beobachten. Hier stimmen die Minima und Maxima beider Proben ebenfalls überein. Das Auftreten von lokalen Maxima kann nicht beobachtet werden. Ein Vergleich von Absolutwerten in magnetisch leichter Richtung ergibt einen Wert von $\frac{M_{R,\text{mit}}}{M_{R,\text{ohne}}} = 3.14$.

Zusammenfassend kann man daher sagen, dass hier keine Verschiebung der leichten Achse um 45° , anders als beim MgO -Substrat, stattfindet. Das heißt, dass die Anisotropie von Magnetit auf SrTiO_3 unabhängig vom Einfluss der Nickeloxid-Schicht ist. Anders verhält es sich bei den Absolutwerten in magnetisch leichter Richtung. Hier kann sehr wohl eine Abhängigkeit festgestellt werden.

5.5 Einfluss der Schichtdicke von Magnetit auf das magnetische Verhalten

Im folgenden Kapitel wird der Einfluss der Schichtdicke von Magnetit auf das magnetische Verhalten untersucht. Bei den verwendeten Materialien handelt es sich um $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}$ -Schichten. Analysiert werden je zwei Proben auf MgO und je drei Proben auf SrTiO_3 .

5.5.1 Auswertung von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}$ auf MgO

Dieser Abschnitt beschäftigt sich mit der Untersuchung von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}$ -Schichten auf MgO . Insbesondere wird dabei auf den Einfluss der Schichtdicke auf die Messergebnisse eingegangen. Hier werden zwei Proben untersucht, die jeweils unterschiedliche Größen und Schichtdicken aufweisen. Auf der einen Seite handelt es sich um eine kleine Probe der Größe $3 \times 3 \text{ mm}$ mit den Schichtdicken von Nickeloxid $d_{\text{NiO}} = 5.3 \text{ nm}$ und von Magnetit $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 6.1 \text{ nm}$. Die andere Probe besitzt eine Größe von $10 \times 10 \text{ mm}$, mit den Schichtdicken $d_{\text{NiO}} = 8.1 \text{ nm}$ und $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 21.6 \text{ nm}$ (vgl. [17]).

Für den winkelabhängigen Verlauf des Koerzitivfeldes erhält man folgende Abbildung 5.10. Man erkennt, dass bei der kleinen Probe mit 6.1 nm lediglich ein deutliches Rauschen zu

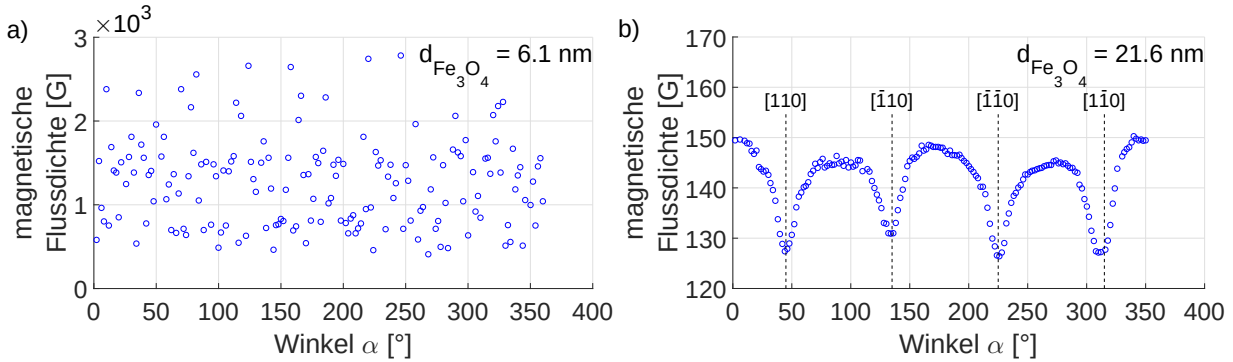


Abbildung 5.10: Vergleich der Koerzitivfelder von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}$ auf MgO in Abhängigkeit des Drehwinkels α der Probe. In a) ist die Probe mit der geringen Schichtdicke von $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 6.1 \text{ nm}$ von Magnetit dargestellt, wohingegen die Probe in b) eine deutlich höhere Schichtdicke mit $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 21.6 \text{ nm}$ aufweist.

messen ist. Es lässt sich hier keine Regelmäßigkeit im Verlauf des Koerzitivfeldes erkennen, die Messwerte streuen zwischen $400 - 2800 \text{ G}$. Bei der großen Probe mit der dickeren Magnetitschicht zeigt sich hingegen eine vierzählige Anisotropie mit Minima und damit magnetisch schweren Achsen entlang der $\langle 110 \rangle$ - und $\langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$ -Richtung.

Bei Darstellung der Remanenz (Abbildung 5.11) zeigt sich ebenfalls bei der Probe mit geringer Magnetitschichtdicke ein deutliches Rauschen. Im Gegensatz dazu steht die Probe mit höherer Schichtdicke. Dort kann man wiederum eine Vierzähligkeit beobachten, deren Minima wie zu erwarten mit denen im Koerzitivfeld übereinstimmen und jeweils in $\langle 110 \rangle$ - und $\langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$ -Richtung liegen. Auf einen Vergleich von Schichtdickenverhältnis zu Koerzitivfeld- und Remanenzverhältnis wird hier, aufgrund des sehr starken Rauschens der Probe mit $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 6.1 \text{ nm}$, verzichtet. Das Rauschen ist durch die Auflösung des VSM bedingt, da sich zu wenig magnetisches Material auf der Probe befindet.

Für die Veranschaulichung des Rauschens sind für die Probe mit $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 6.1 \text{ nm}$ zwei beispielhafte Hysteresen in der folgenden Abbildung 5.12 dargestellt.

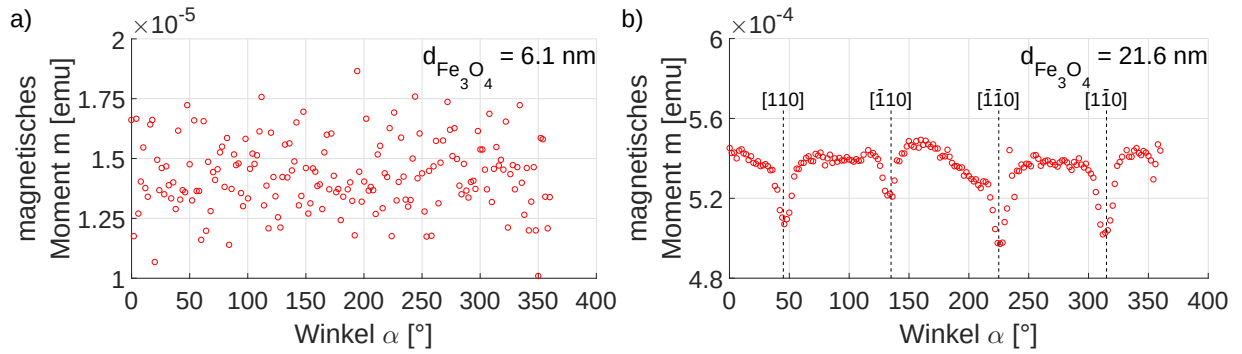


Abbildung 5.11: Vergleich der Remanenz von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}$ auf MgO in Abhängigkeit des Drehwinkels der Probe. a) zeigt die Probe mit der geringen Schichtdicke $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 6.1 \text{ nm}$ von Magnetit. Im Gegensatz dazu weist die Probe in b) eine deutlich höhere Schichtdicke von $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 21.6 \text{ nm}$ auf.

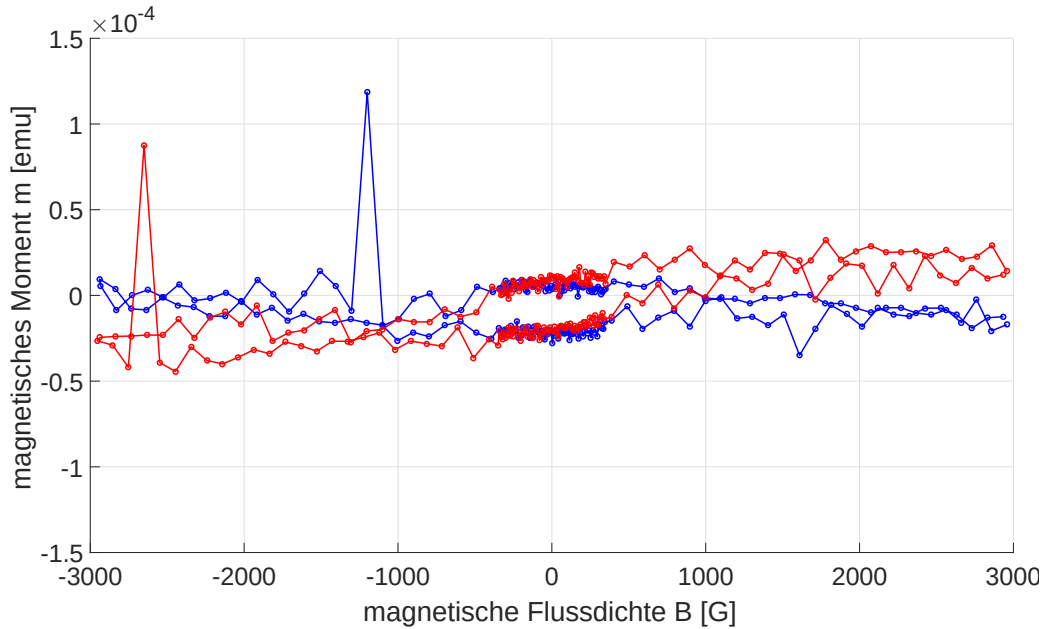


Abbildung 5.12: Zwei beispielhafte Hysteresen für die Probe mit einer Schichtdicke von $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 6.1 \text{ nm}$ zur Veranschaulichung des hohen Rauschens.

5.5.2 Auswertung von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}$ auf SrTiO_3

Der folgende Abschnitt befasst sich mit der Untersuchung von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}$ -Schichten auf SrTiO_3 . Dabei werden drei Proben unterschiedlicher Schichtdicken, aber gleicher Größe von $10 \times 10 \text{ mm}$ analysiert. Bei der ersten Probe handelt es sich um eine Schicht mit vergleichsweise wenig Material. Die Schichtdicken betragen hier $d_{\text{NiO}} = 5.0 \text{ nm}$ und $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 6.2 \text{ nm}$. Die Probe mit den nächsthöheren Schichtdicken weist Folgendes auf: $d_{\text{NiO}} = 9.8 \text{ nm}$ und $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 9.6 \text{ nm}$. Die letzte Probe besitzt die größten Schichtdicken - sie betragen $d_{\text{NiO}} = 10.4 \text{ nm}$ und $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 20.8 \text{ nm}$ (vgl. [17]).

Für die Magnetit/Nickeloxid-Doppelschicht auf Strontiumtitanat erhält man folgende win-

kelabhängige Verläufe für das Koerzitivfeld (vgl. Abbildung 5.13) und die Remanenz (vgl. Abbildung 5.14).

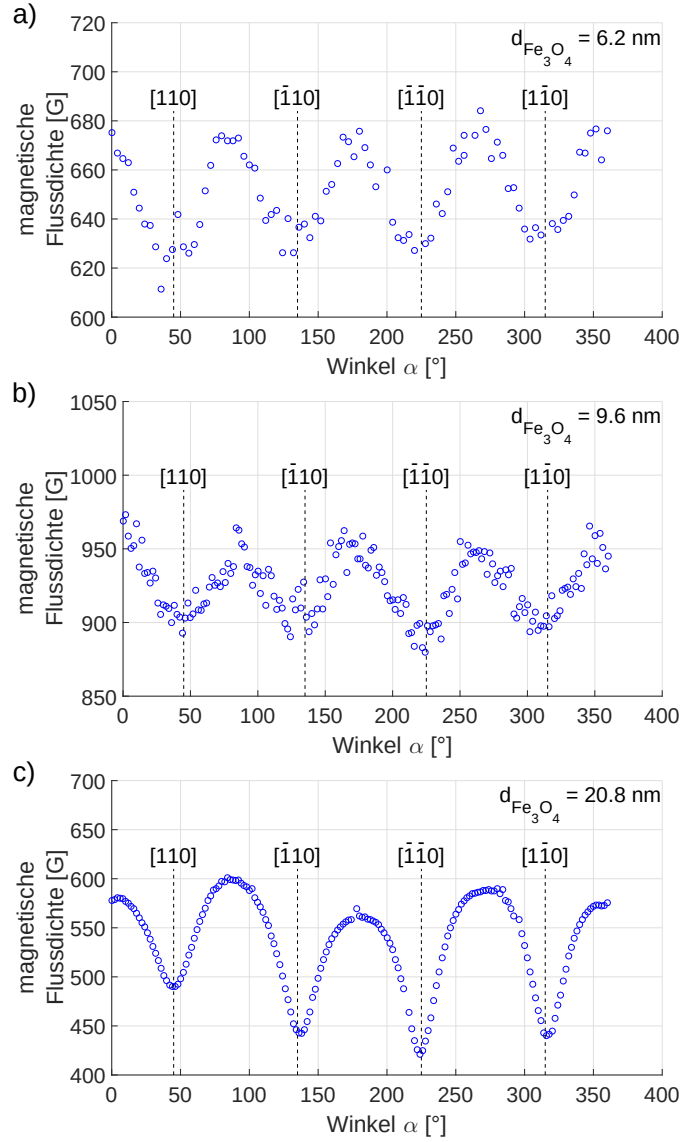


Abbildung 5.13: Vergleich der Koerzitivfelder von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}$ auf SrTiO_3 in Abhängigkeit des Drehwinkels der Probe. Die Schichtdicken betragen in a) $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 6.2 \text{ nm}$, in b) $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 9.6 \text{ nm}$ und in c) $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 20.8 \text{ nm}$.

Für das Koerzitivfeld zeigt sich, dass bei den Proben mit wenig magnetischem Material, also geringer Schichtdicke von Magnetit, deutliches Rauschen in den Messwerten zu erkennen ist. Obwohl die dünnste Probe eine vergleichbare Schichtdicke wie die Probe auf MgO besitzt, ist hier das Rauschen geringer, da die Probenfläche größer ist, als auf Magnesiumoxid. Dem gegenüber steht die Probe mit einer Schichtdicke von $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 20.8 \text{ nm}$, bei der kein Rauschen mehr vorliegt. Bei allen drei Proben kann man dennoch eine vierzählige Anisotropie, mit magnetisch leichten und schweren Achsen, in gleichen kristallografischen Richtungen erkennen.

Für den Vergleich der Abhängigkeit von Schichtdicke zu Koerzitivfeld, werden Schichtdicken- und Koerzitivfeldverhältnis in magnetisch leichter Richtung berechnet. Die beiden Proben mit den vergleichsweise geringen Schichtdicken unterscheiden sich um den Faktor $r_d \approx 1.55$. Für das mittlere Koerzitivfeldverhältnis ergibt sich ein Wert von $r_K \approx 1.41$. Daraus folgt, dass das Koerzitivfeld in etwa im gleichen Maße steigt, wie die Schichtdicke zunimmt. Zwischen der mittleren und der großen Schichtdicke beträgt das Schichtdickenverhältnis $r_d \approx 2.17$. Das Koerzitivfeldverhältnis in magnetisch leichter Richtung steht allerdings im Kontrast dazu. Die beiden Proben unterscheiden sich hierbei um den Faktor $r_K \approx 0.61$. Für das Koerzitivfeld lässt sich festhalten, dass für geringe Schichtdicken die Verhältnisse korrelieren - bei der großen Schichtdicke findet allerdings eine Abnahme statt.

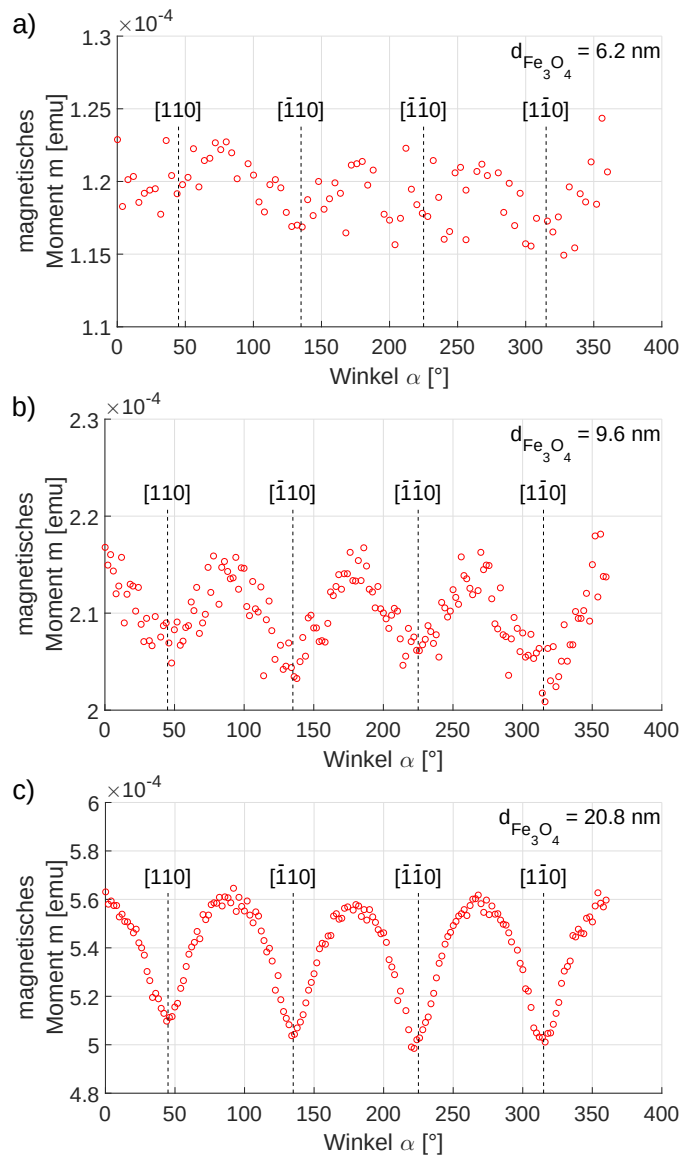


Abbildung 5.14: Vergleich der Remanenz von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}$ auf SrTiO_3 in Abhängigkeit des Drehwinkels der Probe. Die Schichtdicken betragen in a) $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 6.2$ nm, in b) $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 9.6$ nm und in c) $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 20.8$ nm.

Bei der Probe mit geringer Schichtdicke lässt sich für die Remanenz keine eindeutige Vierzähligkeit ausmachen. Bei den dickeren Schichten kann man hingegen die Vierzähligkeit gut erkennen - bei der 20.8 nm-Schicht mit geringerem Rauschen als bei der 9.6 nm-Schicht. Auch hier kann man die Verhältnisse der Schichtdicken mit den mittleren Remanenzverhältnissen vergleichen. Wie oben bereits erwähnt, beträgt das Schichtdickenverhältnis von kleiner zu mittlerer Schichtdicke $r_d \approx 1.55$. Für die mittlere Remanenz in magnetisch leichter Richtung ergibt sich ein Verhältnis von $r_R \approx 1.77$. Das heißt, dass die Remanenz, unter Berücksichtigung des relativ großen Rauschens und des damit verbundenen Fehlers, im gleichen Maße zunimmt wie die Schichtdicke. Zwischen der mittleren und der dicken Schicht beträgt das mittlere Remanenzverhältnis in magnetisch leichter Achse etwa $r_R \approx 2.59$, bei einem Schichtdickenverhältnis von $r_d \approx 2.17$. Im Gegensatz zum Koerzitivfeld zeigt sich bei der Remanenz, dass sie näherungsweise mit der Schichtdicke skaliert, das heißt, dass bei zunehmender Schichtdicke auch die Remanenz zunimmt - und das etwa im gleichen Verhältnis. Zusammenfassend lässt sich daher festhalten, dass eine lineare Korrelation zwischen Schichtdicke und der Remanenz gegeben ist. Beim Koerzitivfeld hingegen besteht eine Diskrepanz, da bei der 20.8 nm-Schicht eine Abnahme des Koerzitivfeldes zu verzeichnen ist.

Man erkennt weiterhin, dass die Schichtdicke von Magnetit ausschlaggebend für die Qualität der Messung ist. Die vorliegende Vierzähligkeit lässt sich sowohl bei den Grafiken für das Koerzitivfeld, als auch der Remanenz, bei den Schichtdicken 9.6 nm und 20.8 nm, gut erkennen, wobei die Messung der 20.8 nm dicken Probe von deutlich geringerem Rauschen überlagert ist. Bei einer Schichtdicke von 6.2 nm lässt sich die Vierzähligkeit in der Remanenz nur noch erahnen, da das Rauschen stark zunimmt, welches durch die Auflösung des VSM (vgl. Kapitel 5.5.1) zustande kommt.

5.6 Out-of-plane-Messungen

Dieses Kapitel beschäftigt sich mit dem Einfluss der out-of-plane-Orientierung bezüglich der magnetischen Eigenschaften. Insbesondere wird die Veränderung der Hysteresen und die Auswirkung auf Koerzitivfeld und Remanenz untersucht. Es wird hier zwischen den beiden Substraten MgO und SrTiO₃ unterschieden. Auf MgO werden Eisen- und Magnetitschichten und auf SrTiO₃ Magnetit/Nickeloxid-Schichten untersucht. Der Einbau der Probe bei der out-of-plane-Messung ist in Abschnitt 4.5 dargestellt.

5.6.1 MgO-Substrat

Der beispielhafte Verlauf zweier Hysteresen, jeweils für die in-plane- und out-of-plane-Richtung ist in Abbildung 5.15 dargestellt. Die in-plane Messung erfolgt bei 0°, die out-of-plane Messung hingegen bei 90°. Dabei wird α ab hier nun als Drehwinkel der Probe zwischen in-plane- und out-of-plane-Richtung bezeichnet.

Es zeigt sich eine deutliche Veränderung der Hysteresekurve. Bei der in-plane-Richtung verläuft sie wie bspw. in Abbildung 5.3 gezeigt. Für die out-of-plane-Richtung sieht man hingegen einen veränderten Verlauf. Die Hysteresekurve verläuft viel flacher, dafür aber

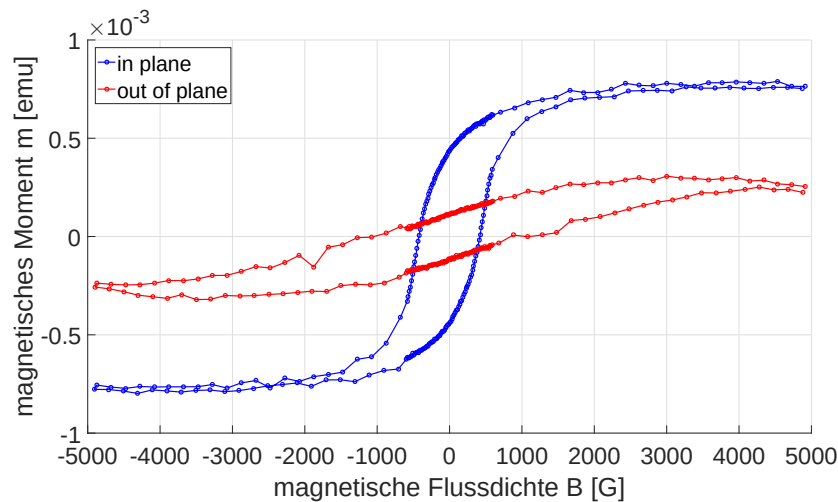
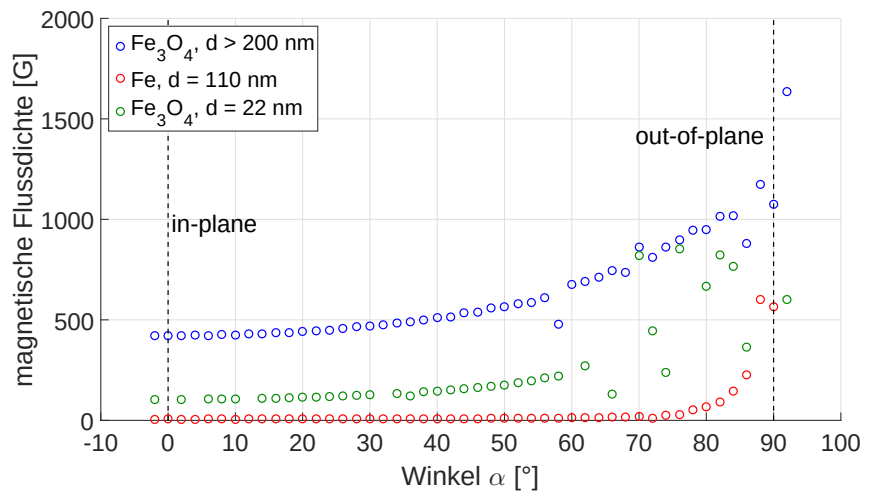


Abbildung 5.15: Hysteresen für die in-plane- (0°) und out-of-plane-Orientierung (90°) von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MgO}$.

auch deutlich breiter. Anzumerken ist, dass die Probe bei der out-of-plane-Messung nicht vollständig gesättigt wird. Der Verlauf des Koerzitivfeldes der verschiedenen Proben, gegenüber dem Drehwinkel α , ist in Abbildung 5.16 dargestellt.

Abbildung 5.16: Vergleich der winkelabhängigen Koerzitivfelder verschiedener Eisen- und Magnetitschichten auf MgO. Die Probe wird von in-plane (0°) zu out-of-plane (90°) gedreht. Der Winkel α ist für die in-plane-Richtung bei 0° festgelegt.



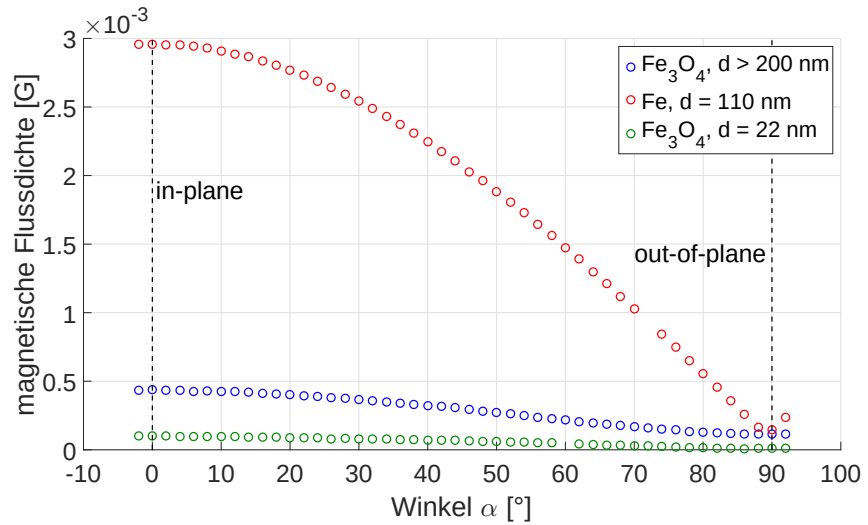
Bei der Auswertung der Graphen für das Koerzitivfeld fällt auf, dass der tendenzielle Verlauf bei allen Proben übereinstimmt. In der in-plane-Richtung ist das Koerzitivfeld noch verhältnismäßig gering und nimmt dann, mit steigendem Drehwinkel, immer weiter zu. Für die Magnetitschicht mit $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 22$ nm, in Abbildung 5.16 in Grün dargestellt, zeigt sich ab ca. 60° eine deutliche Streuung.

Für die Remanenz lassen sich die Grafiken ähnlich darstellen. Man erhält Verläufe wie in Abbildung 5.17 gezeigt.

Offensichtlich ist der Verlauf aller drei Proben ähnlich. Es fällt dabei auf, dass die Remanenz der Eisenprobe über den ganzen Winkelbereich deutlich größer ist, als bei den Magnetitschichten. Die Probe mit der geringsten Schichtdicke weist dementsprechend die geringste Remanenz auf. Bei der Drehung von in-plane zu out-of-plane-Orientierung findet

Abbildung 5.17:

Vergleich der winkelabhängigen Remanenz verschiedener Eisen- und Magnetitschichten auf MgO. Die Probe wird von in-plane (0°) zu out-of-plane (90°) gedreht. Der Winkel α ist für die in-plane-Richtung bei 0° festgelegt.



ein Abfall der Remanenz statt, was darauf hindeutet, dass die magnetischen Momente in out-of-plane-Richtung schwieriger auszurichten sind.

5.6.2 SrTiO₃-Substrat

In diesem Kapitel wird das magnetische Verhalten von Fe₃O₄/NiO/SrTiO₃-Proben, bei der Drehung von einer in-plane- zur out-of-plane-Orientierung untersucht. Zwei beispielhafte Hysteresen, je eine für die in-plane ($\alpha = 0^\circ$) und out-of-plane-Richtung ($\alpha = 90^\circ$), sind in Abbildung 5.18 gezeigt.

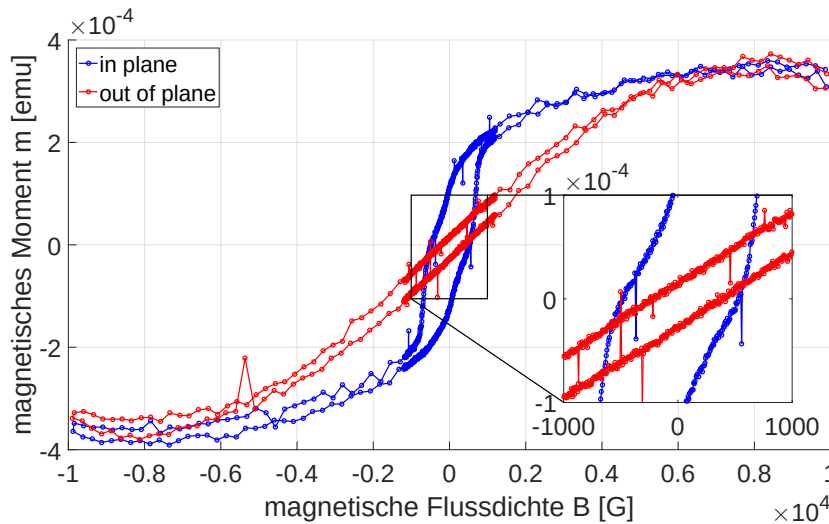


Abbildung 5.18: Hysteresen für die in-plane- (0°) und out-of-plane-Orientierung (90°) von Fe₃O₄/NiO/SrTiO₃.

Eine erste Betrachtung legt nahe, dass sich die Hysteresen für die verschiedenen Orientierungen deutlich unterscheiden. Für die in-plane-Richtung stellt sich die Hysterese so wie in den vorherigen Kapiteln dar. Bei der out-of-plane-Orientierung lässt sich wieder erkennen, dass die Hysterese deutlich flacher verläuft.

Für das Koerzitivfeld erhält man die Verläufe, wie in Abbildung 5.19 dargestellt.

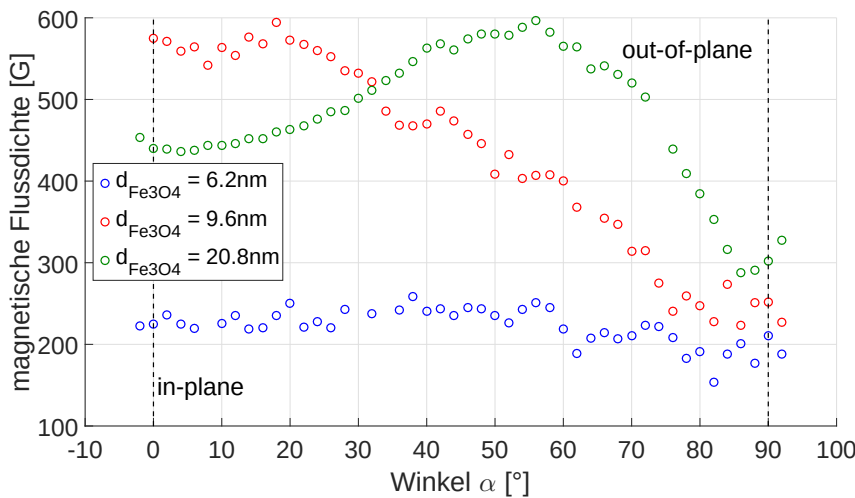


Abbildung 5.19: Darstellung des Koerzitivfeldes in Abhängigkeit des Drehwinkels bei Drehung von in-plane- zu out-of-plane-Orientierung. Eingetragen sind $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}$ -Schichten verschiedener Dicken auf SrTiO_3 .

Im Gegensatz zu den Magnetitschichten auf MgO stellt sich für $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}/\text{SrTiO}_3$ ein anderer Verlauf dar. Die beiden dünnsten Filme zeigen einen Verlauf, der tendenziell mit zunehmendem α abnimmt. Betrachtet man hingegen die dickste Schicht erkennt man, dass das Koerzitivfeld zunächst ansteigt, dann ein Maximum erreicht (56°) und anschließend wieder abnimmt. Man muss dabei beachten, dass die Qualität der Messungen wiederum von der Schichtdicke abhängt. Bei der dicksten Schicht ist die Streuung der Messwerte am geringsten, wohingegen bei der dünnsten Schicht ein deutliches Rauschen zu verzeichnen ist. Dies stimmt mit den Beobachtungen aus Kapitel 5.5.2 überein.

Die Verläufe der Remanenz sind in Abbildung 5.20 dargestellt.

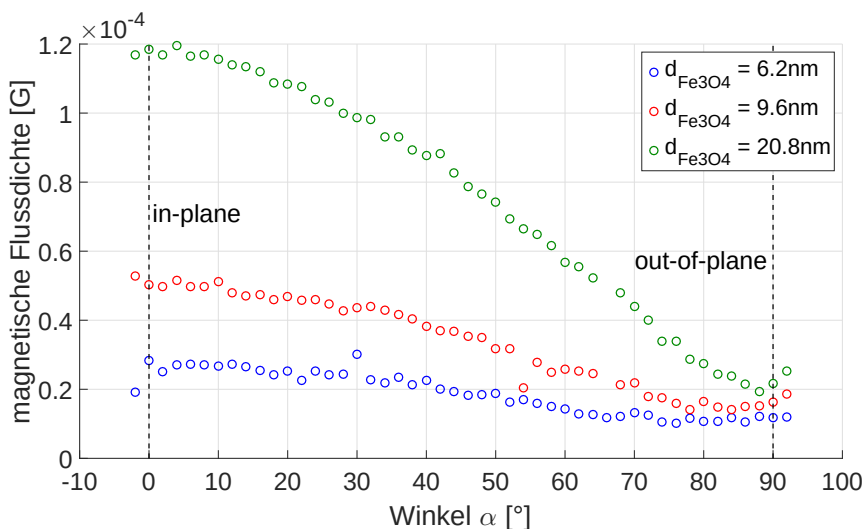


Abbildung 5.20: Darstellung der Remanenz in Abhängigkeit des Drehwinkels bei Drehung von in-plane- zu out-of-plane-Orientierung. Eingetragen sind $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}$ -Schichten verschiedener Schichtdicken auf SrTiO_3 .

Für die Remanenz zeigt sich ein ähnliches Verhalten wie für Fe_3O_4 auf MgO . Man beobachtet eine stetige Abnahme, wenn die Probe von in-plane zu out-of-plane gedreht wird. Auch hier besitzt die dickste Schicht die größte Remanenz und dementsprechend wird die geringste Remanenz bei der dünnsten Schicht beobachtet.

5.7 Diskussion

Im folgenden Abschnitt werden die Messergebnisse in Anlehnung der Reihenfolge der vorherigen Kapitel diskutiert.

Probenherstellung

Nach der Herstellung der Eisen- und Eisenoxidschichten auf Magnesiumoxid wurde eine *in-situ* Untersuchung mittels XPS und LEED durchgeführt. Die LEED-Messung der Eisenschicht zeigt eine (1×1) -Struktur mit scharfen Reflexen, was auf eine gute kristalline Ordnung an der Oberfläche zurückzuführen ist. Bei der Magnetitschicht zeigt sich hingegen eine (1×1) -Struktur mit einer zusätzlichen $(\sqrt{2} \times \sqrt{2})R45^\circ$ -Überstruktur, die charakteristisch für Magnetit ist [29]. Da die Reflexe aber relativ unscharf sind, ist diese Schicht an der Oberfläche nicht so gut geordnet wie die Eisenschicht. Die XP-Spektren zeigen jeweils ein charakteristisches Spektrum für Magnetit und Eisen. Daraus lässt sich schließen, dass es sich bei den hergestellten Proben um reine Eisen- und Magnetitschichten ohne Verunreinigungen handelt.

Probengröße

Bei der Untersuchung des Einflusses der Probengröße auf das magnetische Verhalten fällt auf, dass das Verhältnis von Sättigungsmagnetisierung mit 9 % (Fe), bzw. 11 % (Fe_3O_4) vom Flächenverhältnis abweicht. Eine mögliche Ursache für die Abweichung könnte sein, dass, bedingt durch die Größe der Probe, sich nicht die komplette Fläche der Schichten im homogenen Magnetfeld befindet und die Randbereiche der Probe damit einem kleineren magnetischen Feld ausgesetzt sind. Dadurch könnten diese Randbereiche bei dem angelegten Feld noch nicht vollständig gesättigt sein, das heißt es gibt noch magnetische Momente in der Schicht, die nicht komplett in Richtung des angelegten Magnetfeldes ausgerichtet sind. Die kleinen Proben hingegen könnten bereits so klein sein, dass die magnetischen Momente komplett von einem homogenen Magnetfeld umgeben sind.

Für das Verhältnis von Probenfläche zu Koerzitivfeld ergeben sich sowohl für die Eisen- als auch die Magnetitschicht Werte nahe 1. Das heißt, dass das Koerzitivfeld für beide Schichten unabhängig von der Probengröße ist. Dieses Verhalten entspricht dem, was man erwarten würde, wenn man davon ausgeht, dass das Koerzitivfeld linear von der lateralen Defektdichte abhängt, wie es in Referenz [30] gezeigt wird. Geht man weiterhin von homogen verteilten Defekten in der Schicht aus, ist die Defektdichte für die große und kleine Probe und damit das Koerzitivfeld konstant. Dazu nimmt man an, dass die Korngröße mit der magnetischen Domänengröße korreliert.

Nach Auswertung der Remanenz beider Proben erkennt man, dass hier eine Abhängigkeit von der Probengröße vorliegt. Man kann sagen, dass die Remanenz in etwa dem gleichen Maße steigt, wie die Probengröße. Der Grund hierfür ist das vorhandene magnetische Material der Proben. Bei der kleinen Probe ist die aufgedampfte Fläche deutlich geringer, was dazu führt, dass weniger magnetisches Material vorhanden ist und somit die Restmagnetisierung geringer sein muss. Analog dazu sollte sich auch die Sättigungsmagnetisierung so verhalten, wenn sich die gesamte Probe vollständig in einem homogenen Magnetfeld befinden würde. Die Abweichung zur Sättigung lässt sich, wie oben bereits beschrieben,

dadurch erklären, dass die große Probe nicht vollständig von einem homogenen Magnetfeld umgeben ist.

Des Weiteren kann man Erkenntnisse über die leichte und schwere Richtung der Proben gewinnen. Für die unterschiedlichen Materialien und Probengrößen gilt, dass jeweils die Hysteresen der schweren Achse eine kleinere Fläche aufweisen, als für die leichte Richtung. Das heißt, dass das Koerzitivfeld und die Remanenz in schwerer Richtung geringer sind als in leichter Richtung. Den Grund dafür liefert die Betrachtung der magnetischen Momente für Feldstärken kleiner der Feldstärke, bei der die Sättigungsmagnetisierung erreicht wird. Befindet sich die Probe in magnetisch schwerer Richtung, so klappt ein Großteil der magnetischen Momente in die leichten Richtungen um. Daher ist die resultierende Remanenz gemessen in magnetisch schwerer Richtung kleiner.

Für die Auswertung der Anisotropie stellt sich keine Abhängigkeit von der Probengröße dar. Die Ausrichtung von Koerzitivfeld und Remanenz bezüglich der magnetischen Achsen ist daher für beide Probengrößen, jeweils von Eisen und Magnetit, identisch. Dies ist auch zu erwarten, da eine Verkleinerung der Probengröße keine Drehung der Anisotropie hervorrufen sollte. Es zeigt sich bei der Betrachtung allerdings eine Besonderheit. Die magnetisch leichte Achse von Magnetit ist in $\langle 100 \rangle$ -Richtung orientiert. Dies widerspricht den Aussagen in den Referenzen [27, 31], wonach die leichte Achse für Magnetit in-plane typischerweise in $\langle 110 \rangle$ -Richtung orientiert ist. Es ist nicht davon auszugehen, dass die hohe Schichtdicke ($d > 200 \text{ nm}$) von Magnetit die Ursache hierfür ist. In Referenz [27] wird gezeigt, dass die Anisotropie für hohe Schichtdicken abnimmt oder gar komplett verschwindet und sich ein isotropes Verhalten einstellt. Es wäre daher eigenartig, wenn die Anisotropie bei noch höheren Schichtdicken wieder auftauchen würde. Das LEED-Bild der Probe zeigt eine geringe kristalline Ordnung an der Oberfläche. Wenn man annimmt, dass daher auch die gesamte Schicht eine geringe Ordnung besitzt, ist es möglich, dass dies ursächlich für die Drehung der Anisotropie ist.

Möchte man zwei Probengrößen eines Schichtmaterials vergleichen, so bietet es sich an, die Remanenz als vergleichendes Attribut zu wählen. Wie gezeigt wurde, spiegelt sich die Proportionalität in ihr am besten wieder, da bei der Sättigungsmagnetisierung das Problem von nicht vollständig ausgerichteten magnetischen Momenten besteht. Vergleicht man Eisen und Magnetit zeigt sich, dass man eine Eischicht schneller sättigen kann, als bspw. eine Magnetitschicht. Dies spiegelt sich im Koerzitivfeld wieder, das bei Eisen als Ferromagnet kleiner ist als bei Ferrimagneten.

Vergleich von Magnetit auf MgO und SrTiO₃

Nach Auswertung der Messergebnisse von Magnetit, jeweils auf Magnesiumoxid und Strontiumtitanat, zeigt sich, dass sowohl die Richtung als auch der Betrag der Anisotropie abhängig vom jeweiligen Substrat ist. Die magnetisch leichte Achse dreht sich zwischen beiden Substraten um 45° , was im Koerzitivfeld und der Remanenz beobachtet werden kann. Dieses Verhalten wurde bereits in Referenz [32] dargestellt. Außerdem ist das Auftreten von lokalen Maxima in magnetisch schwerer Richtung im Koerzitivfeld beider Proben zu beobachten. Die Begründung hierfür könnte, wie bereits erwähnt, an Domänenzerfällen in der magnetisch schweren Richtung liegen [27, 31]. Beim Vergleich der Absolutwerte ist zu beobachten, dass zum einen das Koerzitivfeld und zum anderen die Remanenz,

jeweils auf Strontiumtitanat größer ist als auf Magnesiumoxid. Ein ähnliches Verhalten für das Koerzitivfeld wird in [33] beobachtet. Hier ist das Verhältnis von Strontiumtitanat zu Magnesiumoxid für das Koerzitivfeld größer ($\frac{H_{c,SrTiO_3}}{H_{c,MgO}} = 4.9$), als für die Remanenz ($\frac{M_{R,SrTiO_3}}{M_{R,MgO}} = 1.59$). Der Unterschied in den Absolutwerten des Koerzitivfeldes kann durch die verschiedenen Gitterfehlanpassungen auf den Substraten entstehen. Für Fe_3O_4/MgO beträgt die Gitterfehlanpassung 0.3 %, wohingegen für $Fe_3O_4/SrTiO_3$ ein höherer Wert von -7.5 % vorliegt. Dadurch entstehen auf dem Strontiumtitanat-Substrat mehr Kristalldefekte, wie bspw. Korngrenzen oder Versetzungslinien, die zu einem höheren Koerzitivfeld führen können. Da die Proben eine leicht unterschiedliche Fläche besitzen ($\frac{A_{SrTiO_3}}{A_{MgO}} = 1.82$), kann man davon ausgehen, dass die Abweichungen in der Remanenz darauf zurückzuführen sind.

Einfluss der NiO-Zwischenschicht

Weiterhin wurde der Einfluss von Nickeloxid als Zwischenschicht auf das magnetische Verhalten von Magnetit auf den Substraten Magnesiumoxid und Strontiumtitanat untersucht. Bei dem Magnesiumoxid-Substrat tritt wieder eine Verschiebung der magnetisch leichten Achse um 45°, zu der normalerweise zu beobachteten $\langle 110 \rangle$ -Richtung auf [31, 27]. Die Drehung findet sowohl beim Koerzitivfeld als auch bei der Remanenz statt. Im Gegensatz dazu verhält sich Magnetit auf Strontiumtitanat anders. Hier stimmen die magnetisch leichten und schweren Richtungen jeweils mit und ohne Nickeloxid-Zwischenschicht überein [32, 34]. Es gibt also keine Verschiebung der magnetisch leichten Achse.

Eine mögliche Ursache für die Drehung könnten Grenzflächenbeiträge an der Oberfläche zwischen Magnetit und Nickeloxid sein. Das heißt, dass durch die tetragonale Verspannung der Schicht die Spin-Bahn-Kopplung beeinflusst wird, welche wiederum zu anderen Parametern der magnetokristallinen Anisotropie führt. Des Weiteren könnte das Aufwachsen von Magnetit auf einer Pufferschicht aus Eisen zu einer in-plane Anisotropie führen, die um 45° gedreht ist [35]. Zudem ist es möglich, dass durch die Kopplung der Magnetitschicht an den Antiferromagneten (hier NiO) die Drehung verursacht wird.

Zudem fällt auf, dass die Absolutwerte für die magnetisch leichte Achse von Koerzitivfeld und Remanenz, bei der Probe mit Nickeloxid-Zwischenschicht, deutlich größer sind. Für die Remanenz ergibt sich ein Verhältnis von Probe mit Nickeloxid zu Probe ohne Nickeloxid von $\frac{M_{R,mit}}{M_{R,ohne}} = 4.86$. Dies entspricht auch näherungsweise dem Verhältnis der untersuchten Probengrößen ($\frac{A_{mit}}{A_{ohne}} = 4.81$), sodass man davon ausgehen kann, dass die Abweichung hiermit zu begründen ist. Analog zu der Remanenz ergibt sich beim Koerzitivfeldverhältnis ein Wert von $\frac{H_{c,mit}}{H_{c,ohne}} = 1.54$. Wie in Kapitel 5.2 gezeigt wurde, ist das Koerzitivfeld unabhängig von der Probengröße. Daher kann man davon ausgehen, dass die hier entstehende Abweichung durch die Nickeloxid-Zwischenschicht verursacht wird. Dies stützt die These, dass die Kopplung der antiferromagnetischen Nickeloxid-Schicht mit einer ferromagnetischen Schicht höhere Koerzitivfelder erzeugt.

Einfluss der Schichtdicke

Für die Untersuchung des Einflusses der Schichtdicke von Magnetit/Nickeloxid-Schichten auf das magnetische Verhalten erhält man folgende Ergebnisse: Unabhängig vom Substrat

gewinnt man die Erkenntnis, dass die Menge an magnetischem Material ausschlaggebend für die Qualität der Messung ist. Das heißt, je dicker die Magnetitschicht ist, desto geringer ist das Verhältnis vom Rauschen zum Signal. Bei einer Schichtdicke von 6.1 nm von Magnetit auf Magnesiumoxid wird das Signal so stark vom Rauschen überlagert, dass keine aussagekräftige Messung mehr möglich ist. Das führt dazu, dass hier kein Vergleich verschiedener Schichtdicken von Magnetit/Nickeloxid auf Magnesiumoxid erfolgen kann. Auf der anderen Seite ist es sehr wohl möglich, diesen Vergleich beim Strontiumtitanat-Substrat zu ziehen. Hier kann man zusätzlich zwischen Koerzitivfeld und Remanenz differenzieren. Für geringe Schichtdicken (6.2 nm und 9.6 nm) ist das Koerzitivfeld in etwa proportional zur Schichtdicke von Magnetit, wohingegen bei größeren Schichtdicken (20.8 nm) eine Abnahme des Koerzitivfeldes festzustellen ist. Ein ähnliches Verhalten, allerdings auf $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3(0001)$, wird in [36] beobachtet. Dort findet die Zunahme des Koerzitivfeldes bis 25 nm statt und nimmt bei 50 nm wieder ab. Nimmt man wieder an, dass die magnetischen Domänenwände mit den Kristalldefekten korrelieren, folgt daraus, dass durch eine Gitterfehlanpassung von -7.5% , bei Magnetit auf Strontiumtitanat, die Kristalldefekt- und damit auch Domänenwanddichte bis zu einer gewissen Schichtdicke steigen (hier zwischen 10 nm – 20 nm). Dies hat wiederum zur Folge, dass auch das Koerzitivfeld zunimmt. Wenn genügend Defekte vorhanden sind relaxiert die Verspannung, woraus eine Abnahme der Kristalldefektdichte, bzw. der Domänenwände resultiert, was gleichzeitig eine Abnahme des Koerzitivfeldes bewirkt.

Die Remanenz ist für den kompletten, hier untersuchten Schichtdickenbereich, in etwa proportional. Der Grund dafür ist, dass eine Zunahme von magnetischem Material ein größeres magnetisches Moment zur Folge hat. Das heißt, dass die Sättigungsmagnetisierung und die Remanenz proportional mit der Menge des magnetischen Materials steigen.

Out-of-plane-Messungen

Zum Schluss wurde die Drehung der Proben von der in-plane- zur out-of-plane-Richtung untersucht. Bei der in-plane-Orientierung zeigt sich, bei einer Verkipfung um 90° zu vorherigen in-plane-Messungen, keine Änderungen in den Messerwerten. Wird die Probe allerdings in die out-of-plane-Orientierung gebracht, verkleinert sich die Remanenz und das Koerzitivfeld nimmt zu. Dieses Verhalten wurde bereits in Referenz [37] beobachtet. Die Untersuchung des Koerzitivfeldes von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MgO}$ über den gesamten Drehwinkelbereich zeigt einen stetig zunehmenden Verlauf. Dies würde bedeuten, dass wenn das Koerzitivfeld mit zunehmender Anzahl an Domänenwänden steigt, die Dichte von Domänenwänden in out-of-plane-Richtung größer ist als in lateraler Richtung. Die $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}/\text{SrTiO}_3$ -Proben Verhalten sich genau entgegengesetzt zu den Proben auf MgO. Hier nimmt, für die beiden dünnen Schichtdicken, das Koerzitivfeld über den gesamten Messbereich von in-plane- zu out-of-plane-Orientierung ab. Mit der oben getätigten Annahme ergibt sich daraus, dass die Dichte der Domänenwände in lateraler Richtung größer ist, als in vertikaler Richtung. Die dickste Schicht wiederum zeigt eine noch andere Charakteristik. Hier steigt das Koerzitivfeld zunächst an, bis ein Maximum bei 56° erreicht wird, bevor das Koerzitivfeld wieder abnimmt. Daraus kann man schließen, dass die Domänenwände in dieser Schicht um diesen Winkel versetzt angeordnet sind.

Bei Betrachtung der Hysteresen fällt auf, dass bei der out-of-plane-Orientierung, bei glei-

chem Magnetfeld wie in in-plane-Richtung, die Probe nicht gesättigt wird. Das heißt, dass das Magnetfeld in out-of-plane-Richtung größer sein muss um die Schicht zu sättigen, als bei der in-plane-Orientierung. Daraus kann man schlussfolgern, dass sich die magnetischen Momente schwieriger aus der Ebene herausdrehen lassen. Dies hat wiederum Auswirkungen auf die Remanenz. Ist die Probe in Sättigung und wird das Magnetfeld reduziert, richten sich die magnetischen Momente vorzugsweise wieder in der Ebene aus, als weiterhin aus der Oberflächenebene heraus orientiert zu sein, was zu einer geringeren Remanenz in out-of-plane-Richtung führt.

6 Zusammenfassung

Gegenstand dieser Arbeit war die VSM-Untersuchung der magnetischen Eigenschaften von Magnetit und Magnetit/Nickeloxid jeweils auf Magnesiumoxid und Strontiumtitanat. Dazu wurden, zusätzlich zu den vorhandenen Proben, Eisen- und Magnetitschichten auf Magnesiumoxid durch Molekularstrahlepitaxie hergestellt und anschließend mittels XPS und LEED charakterisiert.

Die XPS- und LEED-Messungen zeigen ein kristallines und epitaktisches Wachstum von Magnetit und Eisen auf Magnesiumoxid. Die LEED-Bilder für Eisen lassen eine (1×1) -Struktur erkennen, wohingegen bei der Magnetitschicht eine zusätzliche $(\sqrt{2} \times \sqrt{2})R45^\circ$ -Überstruktur beobachtet wird.

Weiterhin wurde der Einfluss der Probengröße jeweils von Eisen und Magnetit auf Magnesiumoxid in Bezug auf das magnetische Verhalten untersucht. Hier zeigt sich, dass die Sättigungsmagnetisierung zwischen 9 %-11 % vom Flächenverhältnis abweicht. Die Koerzitivfelder hingegen sind jeweils unabhängig von der Probengröße, was einer gleichen Defektdichte für beide Probengrößen entsprechen würde, wenn die Korngröße mit der magnetischen Domänengröße korreliert. Eine proportionale Skalierung mit der aufgedampften Fläche kann man bei der Remanenz erkennen. Bei der magnetischen Anisotropie kann man keine Abhängigkeit von der Probenfläche beobachten, magnetisch leichte und schwere Achse sind in der gleichen Richtung orientiert. Dennoch zeigt sich bei der hergestellten Magnetitschicht eine Ausrichtung der leichten Achse in $\langle 100 \rangle$ -Richtung, was der eigentlichen Ausrichtung (in $\langle 110 \rangle$ -Richtung) widerspricht.

Außerdem wurde die Auswirkung des Substrates auf das magnetische Verhalten von Magnetit untersucht. Hier zeigt sich, dass sowohl die magnetische Anisotropie, als auch die Absolutwerte von Koerzitivfeld und Remanenz abhängig vom verwendeten Substrat sind. Für die Anisotropie lässt sich eine Verschiebung der magnetisch leichten Achse um 45° erkennen. Zudem sind die Absolutwerte für das Koerzitivfeld und die Remanenz auf Strontiumtitanat deutlich größer als auf Magnesiumoxid. Bei der Remanenz könnte eine unterschiedliche Probengröße ursächlich für die Abweichung sein. Die Unterschiede im Koerzitivfeld können durch eine höhere Gitterfehlpassung und damit zunehmende Kristalldefekte, die ein höheres Koerzitivfeld bewirken, erklärt werden.

Bringt man eine Nickeloxid-Schicht zwischen Substrat und Magnetit auf, so findet auf dem Magnesiumoxid-Substrat eine Drehung der magnetisch leichten Achse um 45° statt. Diese Drehung kann durch Grenzflächenbeiträge an der Oberfläche zwischen Nickeloxid- und Magnetitschicht entstehen. Auf dem Strontiumtitanat-Substrat hingegen ändert sich die Richtung der Anisotropie nicht. Zusätzlich lässt sich zeigen, dass die Nickeloxid-Schicht einen vergrößernden Einfluss auf die Absolutwerte vom Koerzitivfeld hat. Die Abweichung der Absolutwerte der Remanenz lässt sich durch die unterschiedlichen Probengrößen erklären, wohingegen die Erhöhung des Koerzitivfeldes auf die bereits oben genannten Kristalldefekte zurückzuführen ist.

Nach Untersuchung verschiedener Schichtdicken von Magnetit auf Magnesiumoxid und Strontiumtitanat kann man feststellen, dass die Schichtdicke maßgebenden Einfluss auf die Qualität der Messung hat. Bei geringen Schichtdicken zeigt sich ein hohes Verhältnis vom Rauschen zum magnetischen Signal. Zudem lässt sich bei den Magnetit/Nickeloxid-Schichten auf Strontiumtitanat erkennen, dass das Koerzitivfeld für kleine Schichtdicken mit dem Schichtdickenverhältnis skaliert und für größere Schichtdicken wieder abnimmt. Die Begründung hierfür könnte eine mögliche Korrelation zwischen Kristalldefekten und magnetischen Domänenwänden sein, die bis zu einer bestimmten Schichtdicke zunehmen und anschließend durch Relaxation von Verspannungen wieder abnehmen. Dieses Verhalten lässt sich im Gegensatz dazu für die Remanenz nicht beobachten - sie ist proportional zur Schichtdicke.

Zum Schluss wurde die Veränderung der Hysteresen von der in-plane zur out-of-plane-Richtung untersucht. Es zeigt sich für die Eisen- und Magnetitschichten auf Magnesiumoxid, dass das Koerzitivfeld über den gesamten Messbereich hin zunimmt. Das gegensätzliche Verhalten zeigt sich bei der Remanenz, hier findet eine stetige Abnahme statt. Betrachtet man die Magnetit/Nickeloxid-Schichten auf Strontiumtitanat, so lassen sich hier zwei Fälle identifizieren. Auf der einen Seite findet bei den beiden dünnen Schichten eine Abnahme des Koerzitivfeldes statt, wohingegen auf der anderen Seite für die dicke Schicht zwischen in-plane- und out-of-plane-Orientierung ein Maximum im Koerzitivfeld beobachtet wird, bevor das Koerzitivfeld wieder abnimmt. Für die Remanenz zeigt sich auf beiden Substraten das gleiche Verhalten. Hier findet immer eine Abnahme bei Drehung von in-plane- zu out-of-plane-Orientierung statt, was darauf hindeutet, dass sich die magnetischen Momente schwieriger aus der Ebene herausdrehen lassen.

Literaturverzeichnis

- [1] Y. Z. Chen, J. R. Sun, Y. N. Han, X. Y. Xie, J. Shen, C. B. Rong, S. L. He, and B. G. Shen. Microstructure and magnetic properties of strained Fe_3O_4 films. *Journal of Applied Physics*, 103(7), 2008.
- [2] R. Gross and A. Marx. *Festkörperphysik*. Oldenbourg Verlag, 2012.
- [3] S. Ikeda, J. Hayakawa, Y. M. Lee, F. Matsukura, Y. Ohno, T. Hanyu, and H. Ohno. Magnetic Tunnel Junctions for Spintronic Memories and Beyond. *IEEE Transactions on Electron Devices*, 54(5):991–1002, May 2007.
- [4] K. Inomata, Y. Saito, K. Nakajima, and M. Sagoi. Double tunnel junctions for magnetic random access memory devices. *Journal of Applied Physics*, 87(9):6064–6066, 2000.
- [5] J. Juraszek, J. Fassbender, S. Poppe, T. Mewes, B. Hillebrands, D. Engel, A. Kronenberger, A. Ehresmann, and H. Schmoranz. Tuning exchange bias and coercive fields in ferromagnet/antiferromagnet bilayers with ion irradiation. *Journal of Applied Physics*, 91(6896), 2002.
- [6] S. S. P. Parkin, K. P. Roche, M. G. Samant, P. M. Rice, R. B. Beyers, R. E. Scheuerlein, E. J. O’Sullivan, S. L. Brown, J. Bucchigano, D. W. Abraham, Yu Lu, M. Rooks, P. L. Trouilloud, R. A. Wanner, and W. J. Gallagher. Exchange-biased magnetic tunnel junctions and application to nonvolatile magnetic random access memory (invited). *Journal of Applied Physics*, 85(5828), 1999.
- [7] W. Demtröder. *Experimentalphysik 2*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2013.
- [8] S. Hunklinger. *Festkörperphysik*. De Gruyter Studium. De Gruyter, 2014.
- [9] Universität Kiel. Zugriff am: 04.07.16. URL: http://www.tf.uni-kiel.de/matwis/amat/mw_for_et/kap_7/backbone/r7_1_2.html.
- [10] D. Ginacoli. *Physik*. Pearson Studium, 2010.
- [11] C. Kittel. *Einführung in die Festkörperphysik*. Oldenbourg, 2006.
- [12] H. Kuchling. *Taschenbuch der Physik*. Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG, 2011.
- [13] Universität Kiel. Vibrating Sample Magnetometry. *Basic Laboratory - Materials Science and Engineering*, 2015.
- [14] O. Schuckmann. Plasmamodifizierung von Praseodym- und Ceroxidschichten. *Masterarbeit, Universität Osnabrück*, 2012.
- [15] K. Oura, V.G. Lifshits, A.A. Saranin, A.V. Zotov, and M. Katayama. *Surface Science - An Introduction*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 2003.
- [16] J.C. Vickerman and I.S. Gilmore. *Surface Analysis - The Principal Techniques*. Wiley,

2009.

- [17] N. Pathé. Herstellung und Charakterisierung magnetischer Oxidschichtsysteme auf MgO (001) und STO (001). *Masterarbeit, Universität Osnabrück*, 2014.
- [18] T. Schemme. Oxidation von Eischichten auf MgO(001)-Substraten. *Masterarbeit, Universität Osnabrück*, 2011.
- [19] W. Spieß. Synchrotronbasierte XRD Untersuchungen zur Epitaxie von ultradünnen Magnetischichten auf reinen und NiO bedeckten SrTiO₃ (001) Kristallen. *Masterarbeit, Universität Osnabrück*, 2015.
- [20] R.M. Cornell and U. Schwertmann. *The Iron Oxides*. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2003.
- [21] M. Ziese, R. Höhne, H.C. Semmelhack, H. Reckentin, N.H. Hong, and P. Esquinazi. Mechanism of grain-boundary magnetoresistance in Fe₃O₄ films. *The European Physical Journal B*, 28:415–422, 2002.
- [22] T. Nordmann. Anfangsstadium des epitaktischen Wachstums von MgO auf Fe₃O₄(001)-Schichten. *Bachelorarbeit, Universität Osnabrück*, 2014.
- [23] M. D. Irwin, D. B. Buchholz, A. W. Hains, R. P. H. Chang, and T. J. Marks. p-Type semiconducting nickel oxide as an efficiency-enhancing anode interfacial layer in polymer bulk-heterojunction solar cells. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 105(8):2783–2787, 2007.
- [24] J. Thien. Strukturelle und magnetooptische Eigenschaften von epitaktischen Fe-Schichten auf MgO(001). *Bachelorarbeit, Universität Osnabrück*, 2015.
- [25] Z. Zhang and S. Satpathy. Electron states, magnetism, and the Verwey transition in magnetite. *Physical Review B*, 44(24), 1991.
- [26] A. Ayuela and N. H. March. The magnetic moments and their long range ordering for Fe atoms in a wide variety of metallic environments. *International Journal of Quantum Chemistry*, 110(15):2725–2733, 2010.
- [27] T. Schemme, N. Pathé, G. Niu, F. Bertram, T. Kuschel, K. Kuepper, and J. Wollschläger. Magnetic anisotropy related to strain and thickness of ultrathin iron oxide films on MgO(001). *Materials Research Express*, 2(1), 2015.
- [28] J. Hamrle, S. Blomeier, O. Gaier, B. Hillebrands, R. Schäfer, and M. Jourdan. Magnetic anisotropies and magnetization reversal of the Co₂Cr_{0,6}Fe_{0,4}Al Heusler compound. *Journal of Applied Physics*, 100(103904), 2006.
- [29] B. Stanka, W. Hebenstreit, U. Diebold, and S.A. Chambers. Surface reconstruction of Fe₃O₄ (001). *Surface Science*, 448(1):49–63, 1999.
- [30] T. Kuschel. *Magnetic anisotropy of transition metal based thin films investigated by magnetooptic Kerr effect*. PhD thesis, Universität Osnabrück, 2011.
- [31] D. T. Margulies, F. T. Parker, and A. E. Berkowitz. Magnetic anomalies in single crystal Fe₃O₄ thin films. *Journal of Applied Physics*, 75(6097), 1994.
- [32] M. Monti, M. Sanz, M. Oujja, E. Rebollar, M. Castillejo, F.J. Pedrosa, A. Bollero,

- J. Camarero, J.L.F. Cuñado, N.M. Nemes, F.J. Mompean, M. Garcia-Hernández, S. Nie, K.F. McCarty, A.T. N'Diaye, G. Chen, A.K. Schmid, J.F. Marco, and J. de la Figuera. Room Temperature In-plane $\langle 100 \rangle$ Magnetic Easy Axis for $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SrTiO}_3$ (001):Nb Grown by Infrared PLD. *Journal of Applied Physics*, 114(223902), 2013.
- [33] X. W. Li, A. Gupta, G. Xiao, and G. Q. Gong. Transport and magnetic properties of epitaxial and polycrystalline magnetite thin films. *Journal of Applied Physics*, 83(11), 1998.
- [34] J. Cheng, G.E. Sterbinsky, and B.W. Wessels. Magnetic and magneto-optical properties of heteroepitaxial magnetite thin films. *Journal of Crystal Growth*, 310(16):3730–3734, 2008.
- [35] T. Schemme. Modifying magnetic properties of ultra-thin magnetite films by growth on Fe pre-covered MgO(001). *Journal of Applied Physics*, 118(113904), 2015.
- [36] J.-B. Moussy, S. Gota, A. Bataille, M.-J. Guittet, M. Gautier-Soyer, F. Delille, B. Dieny, F. Ott, T. D. Doan, P. Warin, P. Bayle-Guillemaud, C. Gatel, and E. Snoeck. Thickness dependence of anomalous magnetic behavior in epitaxial Fe_3O_4 (111) thin films: Effect of density of antiphase boundaries. *Physical Review B*, 70(17), 2004.
- [37] W. Kaiser. Spinabhängiger Transport in Magnetit. *Diplomarbeit, Technische Universität München*, 2006.

Abbildungsverzeichnis

2.1	Magnetische Momente bei Ferro-, Ferri- und Antiferromagneten	5
2.2	Darstellung der WEISSschen Bezirke	6
2.3	Beispielhafte Hysterese mit Kennzeichnung von M_S , H_C und M_R	7
2.4	Energiediagramm eines XPS-Prozesses	9
2.5	Darstellung der EWALD-Kugel	10
3.1	Einheitszelle von Magnesiumoxid	11
3.2	Einheitszelle von Strontiumtitanat	12
3.3	Einheitszelle von Magnetit	13
4.1	Schematischer Aufbau der UHV-Kammer	16
4.2	Prinzipskizze der XPS-Messanlage	17
4.3	Schematischer Aufbau der LEED-Messanlage	17
4.4	Aufbau des Vibrationsmagnetometers	18
4.5	Unterschied zwischen in-plane- und out-of-plane-Orientierung	19
4.6	Messaufbau bei Verwendung von vector-coils	19
4.7	Abzug des linearen Untergrundes bei Hysteresen	20
5.1	LEED-Bild und XP-Spektrum vom gereinigten MgO-Substrat	24
5.2	LEED-Bilder und XP-Spektren von Fe- und Fe_3O_4 -Schichten	24
5.3	Hysteresen von Fe_3O_4 -Probe (groß,klein) für leichte und schwere Richtung	26
5.4	Koerzitivfeld und Remanenz von großer und kleiner Fe_3O_4 -Probe	26
5.5	Hysteresen von Fe-Probe (groß,klein) für leichte und schwere Richtung	27
5.6	Koerzitivfeld und Remanenz von großer und kleiner Fe-Probe	28
5.7	Koerzitivfeld und Remanenz von Fe_3O_4 jeweils auf MgO und SrTiO_3	29
5.8	Koerzitivfeld und Remanenz von Fe_3O_4 und $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}$ auf MgO	30
5.9	Koerzitivfeld und Remanenz von Fe_3O_4 und $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}$ auf SrTiO_3	31
5.10	Koerzitivfelder von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}/\text{MgO}$ mit $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 6.1 \text{ nm}$ und 21.6 nm	32
5.11	Remanenz von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}/\text{MgO}$ mit $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 6.1 \text{ nm}$ und 21.6 nm	33
5.12	Beispielhafte Hysteresen für $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 6.1 \text{ nm}$	33
5.13	Koerzitivfelder von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}/\text{SrTiO}_3$, $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 6.2 \text{ nm}, 9.6 \text{ nm}$ und 20.8 nm	34
5.14	Remanenz von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}/\text{SrTiO}_3$, $d_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 6.2 \text{ nm}, 9.6 \text{ nm}$ und 20.8 nm	35
5.15	Hysteresen für in-plane- und out-of-plane-Richtung von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MgO}$	37
5.16	Koerzitivfelder für Drehung von in-plane zu out-of-plane von Fe_3O_4 , Fe auf MgO	37
5.17	Remanenz für Drehung von in-plane zu out-of-plane von Fe_3O_4 , Fe auf MgO	38
5.18	Hysteresen für in-plane- und out-of-plane-Richtung von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SrTiO}_3$	38
5.19	Koerzitivfelder für Drehung von in-plane zu out-of-plane von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}/\text{MgO}$	39
5.20	Remanenz für Drehung von in-plane- zu out-of-plane von $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{NiO}/\text{MgO}$	39

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

Osnabrück, 21. November 2016

Kevin Ruwisch

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich allen Menschen danken, die es mir ermöglicht haben, diese Arbeit zu verfassen.

Zunächst möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr. Joachim Wollschläger für die Ermöglichung dieser Arbeit und die interessante Aufgabenstellung bedanken. Er hat sich stets die Zeit genommen, meine Fragen ausgiebig zu beantworten. Seine lockere Art hat sehr dazu beigetragen, sich in der Arbeitsgruppe immer wohl zu fühlen. Außerdem möchte ich an dieser Stelle Herrn Dr. Karsten Küpper dafür danken, dass er die Position des Zweitprüfers übernommen hat.

Ein besonderer Dank gilt meinem Betreuer Jari Rodewald für die ausgezeichnete Betreuung dieser Arbeit sowohl im Labor als auch am Schreibtisch. Außerdem bedanke ich mich für das aufmerksame Korrekturlesen dieser Arbeit. Ihm lag stets das Gelingen der Arbeit am Herzen und stellte sich unentwegt meinen Fragen.

Ebenfalls bedanken möchte ich mich bei Dr. Jörg Schröter, der mich über weite Strecken meines Studiums begleitet hat und jederzeit ein offenes Ohr für meine Fragen hatte.

Außerdem danke ich der gesamten Arbeitsgruppe "Dünne Schichten und Grenzflächen" für die hervorragende Atmosphäre und vielen netten Gespräche während der Arbeit.

Ein ganz großer Dank gilt meinen Eltern für die uneingeschränkte Unterstützung in allen Lebenslagen. Ohne dessen Rückhalt wäre mir das Studium nicht möglich gewesen. Zuletzt möchte ich meiner Freundin Maria danken, die mir in dieser Zeit immer zur Seite stand.