

Magnetische Kristallanisotropie epitaktischer, ultradünner Magnetit- und Eisenschichten

Bachelorarbeit vorgelegt im Rahmen der Prüfung
für den Studiengang Physik

Matrikel-Nummer: 954429
Osnabrück, 07. Dezember 2016

Autorin: Kristina SPRENGER

Erstprüfender: Prof. Dr. Joachim WOLLSCHLÄGER

Zweitprüfender: Dr. Timo KUSCHEL

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Theoretische Grundlagen	3
2.1	Magnetismus	3
2.1.1	Ferromagnetismus	4
2.1.2	Ferrimagnetismus	5
2.1.3	Antiferromagnetismus	5
2.2	LEED - Low Energy Electron Diffraction	6
2.3	XPS - Röntgenphotoelektronenspektroskopie	7
2.4	MOKE - Magnetooptischer KERR-Effekt	7
2.5	FMR - Ferromagnetische Resonanz	10
2.6	VSM - Vibrating Sample Magnetometer	11
3	Materialsysteme	13
3.1	Magnesiumoxid	13
3.2	Magnetit	13
3.3	Eisen	14
4	Experimentelle Grundlagen	15
4.1	Ultrahochvakuumkammer	15
4.2	Vibrating Sample Magnetometer	16
4.3	Ferromagnetische Resonanz	17
4.4	Magnetooptischer KERR-Effekt	19
5	Ergebnisse und Diskussion	21
5.1	Probenherstellung	21
5.1.1	XPS-Ergebnisse	22
5.1.2	LEED-Ergebnisse	23
5.2	XRR-Ergebnisse	24
5.3	VSM-Ergebnisse	25
5.3.1	Magnetit-Proben	26
5.3.2	Eisen-Proben	29
5.3.3	VSM-Messungen im Vergleich	30
5.4	Ergebnisse der MOKE-Messungen	32
5.4.1	Magnetit-Proben	32
5.4.2	Eisen-Proben	35
5.4.3	MOKE-Messungen im Vergleich	37
5.5	Ergebnisse der FMR-Messungen	37
5.6	Diskussion	42

6 Zusammenfassung	49
Literaturverzeichnis	51

1 Einleitung

Magnetische Eigenschaften von verschiedenen Elementen und Elementverbindungen und deren Effekte finden heutzutage Anwendung in unzähligen Bereichen des alltäglichen Lebens. Hierzu ist es nicht nur nötig, diese zu kennen, sondern auch, sie kontrollieren zu können. Ein Anwendungsgebiet ultradünner, magnetischer Schichten, welches in den letzten Jahren immer mehr an Bedeutung gewonnen hat, ist die Spintronik. Diese basiert darauf, das magnetische Moment eines Elektrons zur Informationsspeicherung und -verarbeitung zu nutzen. Durch die Kontrolle der Spins in bestimmten Materialien kann eine Steigerung der Leistung und der energetischen Effizienz und gleichzeitig eine Miniaturisierung von entsprechenden elektronischen Bauteilen vorangetrieben werden.

Spinabhängige Materialeigenschaften sind beispielsweise der Riesenmagnetowiderstand (Giant Magneto Resistance, GMR) und der Tunnelmagnetowiderstand (Tunneling Magneto Resistance, TMR). Den GMR kann man ausnutzen, wenn man ein Bauteil aus zwei ferro(i)magnetischen Lagen herstellt, welche eine nichtmagnetische, leitfähige Schicht umgeben. Um nun den elektrischen Widerstand des Bauteils zu regeln, werden die beiden äußeren Schichten parallel oder antiparallel magnetisiert.

Eisenoxide, genauer Magnetit (Fe_3O_4), sind für solche Anwendungen besonders geeignet, da hier eine vollständige Spinpolarisation am Fermi-niveau vorhanden ist. Um die Eigenschaften von Magnetit möglichst umfassend ausnutzen und manipulieren zu können, muss das Verhalten von Eisen- und Eisenoxidschichten in Magnetfeldern eingehend studiert und verstanden werden. Aus diesem Grund werden in dieser Arbeit die magnetischen Eigenschaften von Eisen- und Magnetitschichten verschiedener Schichtdicken untersucht. Dies geschieht mittels der drei verschiedenen Messmethoden des Magneto-optischen KERR-Effektes (MOKE), der Ferromagnetischen Resonanz (FMR) und der Vibrating Sample Magnetometry (VSM), deren Effizienz und Messergebnisse anhand der verwendeten Proben verglichen werden sollen.

In Kapitel 2 werden die theoretischen Grundlagen dargelegt, auf denen diese Bachelorarbeit beruht. Im Anschluss findet sich in Kapitel 3 eine Vorstellung der verwendeten Materialien und ihrer Struktur. In Kapitel 4 werden die experimentellen Grundlagen der Messmethoden vorgestellt. Zusätzlich dazu findet sich eine Beschreibung der UHV-Anlage, in welcher die Proben hergestellt wurden. Kapitel 5 befasst sich mit den Messergebnissen der unterschiedlichen Messmethoden und deren Auswertung und Diskussion, unterteilt in die verschiedenen Untersuchungsmethoden. Den Abschluss bildet eine Zusammenfassung der Ergebnisse in Kapitel 6.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Magnetismus

Im Zuge dieser Arbeit geht es darum, die magnetischen Eigenschaften von Eisen- und Magnetitschichten genauer zu untersuchen. Für das Magnetfeld (genauer: die Induktion) \vec{B} gilt allgemein

$$\vec{B} = \vec{B}_a + \mu_0 \vec{M} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M}) \quad (2.1)$$

mit $\vec{H} = \frac{\vec{B}_a}{\mu_0}$ als äußeres Magnetfeld, \vec{M} als magnetisches Moment m pro Volumeneinheit und $\vec{M} = \chi \vec{H}$. Die magnetischen Eigenschaften einer Probe werden durch die *magnetische Suszeptibilität* χ bestimmt.

Bei *ferro-* und *ferrimagnetischen* Festkörpern sind durch spontane Magnetisierung M_S die magnetischen Momente bereits ohne äußeres Feld ausgerichtet und in Kristallen regelmäßig angeordnet.

Abhängig von der Ausrichtung der magnetischen Momente unterscheidet man zwischen *ferro-*, *antiferro-* und *ferrimagnetischen* Systemen. (siehe Abbildung 2.1). Ferromagnetische Systeme besitzen magnetische Momente, welche parallel ausgerichtet sind und den gleichen Betrag besitzen. Bei ferri- wie bei antiferromagnetischen Materialien findet sich eine Struktur der magnetischen Momente, welche aus mindestens zwei Untergittern zusammengesetzt ist. Deren Spinnmomente sind entgegengesetzt ausgerichtet. Kompensieren sich die magnetischen Momente gerade gegenseitig, so wird von einem antiferromagnetischen Festkörper gesprochen. Ist dies nur teilweise der Fall, so spricht man von ferrimagnetischen Eigenschaften.

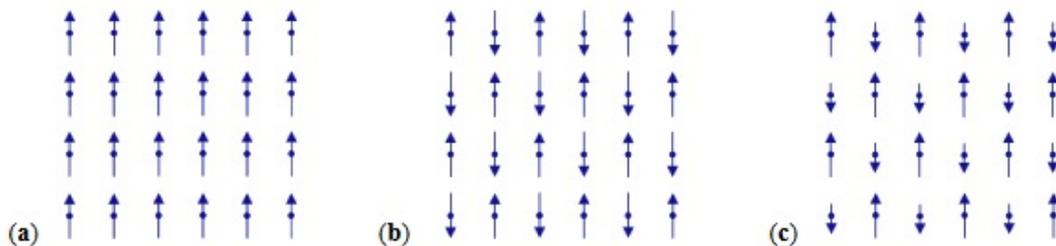


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der drei Grundformen magnetischer Ordnung. (a) Ferromagnetismus: Alle magnetischen Momente sind gleich gerichtet. (b) Antiferromagnetismus: Die Magnetisierung der Untergitter hebt sich auf. (c) Ferrimagnetismus: Die magnetischen Momente der beiden Untergitter unterscheiden sich in ihrer Größe. Diese Abbildung ist entnommen aus [1].

2.1.1 Ferromagnetismus

Ferromagnetismus wird als kollektives Phänomen betrachtet, bei dem die einzelnen magnetischen Momente nicht unabhängig voneinander betrachtet werden können. Als Hauptursache für die Ausrichtung der magnetischen Momente wird die *Austauschwechselwirkung* angesehen, welche auch als *Austauschfeld* B_E bezeichnet wird. Dieser ordnenden Kraft steht die Wärmebewegung entgegen, welche bei höheren Temperaturen die Spinordnung stört.

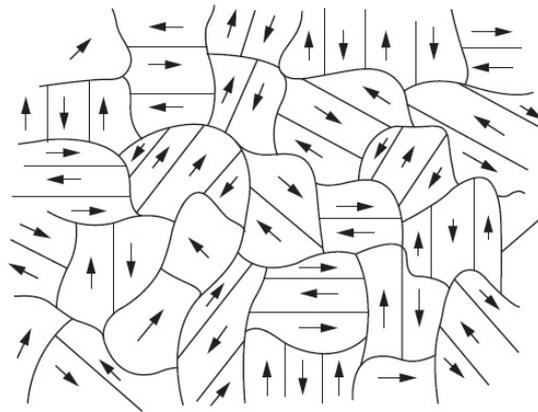


Abbildung 2.2: Ein ferromagnetisches Material, welches nicht extern magnetisiert wurde. Die magnetischen Momente richten sich in ferromagnetischen Domänen aus. In der Regel sind die Bereiche parallel zur leichten Magnetisierungsrichtung der Probe ausgerichtet. Entnommen aus [2].

Ferromagnetische Domänen

Ferromagnetische Materialien weisen zwar eine spontane Magnetisierung auf, trotzdem ist auch ohne äußeres Feld das Dipolfeld einer makroskopischen Probe meist vernachlässigbar klein. Die Proben bilden Bereiche aus, deren Magnetisierung in verschiedene Richtungen weist. Es treten bestimmte Richtungen leichter Magnetisierung auf, da die Austauschenergie in Kristallen nicht isotrop, sondern richtungsabhängig ist (siehe Kapitel 2.1.2). Bei kubisch-raumzentrierten Kristallen wie dem Eisen sind die $[100]$ -Richtungen bevorzugt. Die sogenannten Domänengrenzen sind keine scharfen Abgrenzungen zwischen den einzelnen Domänen, sondern verlaufen fließend. Sie werden auch Bloch-Wände genannt und besitzen üblicherweise Ausdehnungen von mehreren nm. Auf dieser Breite dreht sich die Magnetisierungsrichtung der magnetischen Momente sukzessiv, bis die Magnetisierung vollständig gedreht ist. Zwei benachbarte magnetische Momente haben also eine leicht unterschiedliche Magnetisierungsrichtung. Beim Anlegen eines äußeren Magnetfeldes verschieben sich die Domänengrenzen und somit entsteht eine makroskopische Magnetisierung. Die Domänen, welche in Richtung des äußeren Magnetfeldes gerichtet sind,

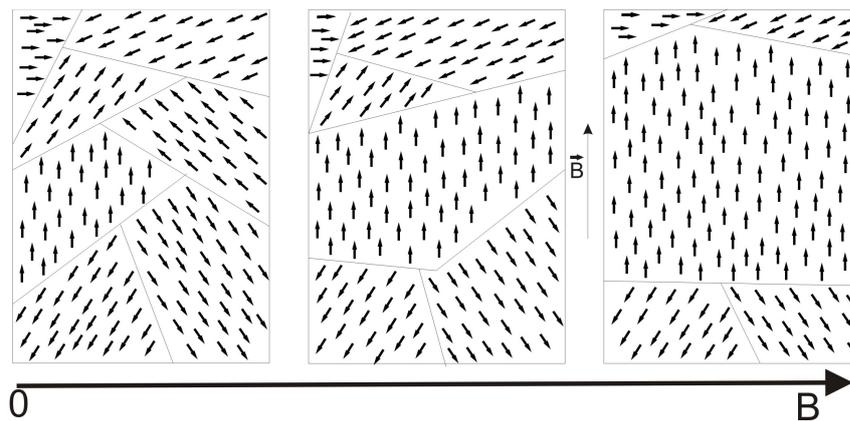


Abbildung 2.3: Ferromagnetische Domänen und Einfluss eines externen Magnetfeldes. Links ohne externes Magnetfeld, nach rechts wird das angelegte Magnetfeld immer größer. Die Domänen mit Spinausrichtung parallel zum Magnetfeld wachsen.

nehmen dementsprechend nun mehr Raum ein (siehe Abbildung 2.3). Die Entstehung von ferromagnetischen Domänen ist in der Minimierung der Energie begründet.

Doch auch die Ausbildung von Bloch-Wänden kostet Energie. Dies ist auch der Fall, wenn die Blochwände sehr dick und somit die Winkel zwischen den benachbarten Magnetisierungsrichtungen klein sind. Die Spins der Domänenwand zeigen nicht in die Richtung der leichten Magnetisierung. Die freie Energie wird also sowohl durch die Bildung von Domänen als auch durch das Einstellen von optimalen Winkeln zwischen benachbarten Spins und somit einer optimalen Wandstärke bestimmt [1].

2.1.2 Ferrimagnetismus

Der Wortteil *ferr-* stammt von der Bezeichnung **Ferrite** für Materialien mit der bestimmten Struktur XFe_2O_4 . Hierbei steht das X für ein zweiwertiges Metall, zu denen auch Eisen gehört. Setzt man also Fe ein, erhält man Magnetit, welches zwei- und dreiwertiges Eisen enthält. Die recht kompliziert aufgebaute Einheitszelle basiert auf der Struktur des Minerals Spinell, die verschiedenen Ionen sitzen auf nicht äquivalenten Gitterplätzen. Die Spins des einen Untergitters sind bei tiefen Temperaturen parallel zu einer der Würfelkanten ausgerichtet, die Spins des anderen Untergitters dem entgegengerichtet. Die Struktur des Magnetits wird im Kapitel 3 weiter behandelt [1]. Ferrimagnetismus tritt dann auf, wenn die *Austauschkonstante* τ_{AB} zwischen zwei nächsten Nachbarn A und B mit magnetischen Momenten negativ ist. Dann sind die Spins der beiden Ionensorten entgegengesetzt und besitzen einen unterschiedlichen Betrag.

2.1.3 Antiferromagnetismus

Bei diesem Phänomen sind die magnetischen Momente des betrachteten Materials mit einem konstanten, von null verschiedenen Drehwinkel zueinander ausgerichtet. Über das gesamte Material betrachtet kompensieren sie sich gegenseitig. Im einfachsten Fall haben die benachbarten Momente einen Winkel von 180° zueinander. Aufbauend auf das Kapitel

2.1.2 gehen wir nun davon aus, dass die beiden Untergitter A und B aus den gleichen Atomen zusammengesetzt sind. Ohne angelegtes äußeres Magnetfeld sollen auch diese den einfachsten Fall erfüllen und die Momente der A-Atome antiparallel zu denen der B-Atome stehen.

2.2 LEED - Low Energy Electron Diffraction

Die ersten Experimente mit Elektronenstreuung wurden bereits 1927 von Davisson und Germer durchgeführt. Die Methode des LEED (Low Energy Electron Diffraction) ist eine oberflächensensitive Standardmethode der Oberflächenphysik und bedient sich der Beugung eines Elektronenstrahls mit Elektronen niedriger Energie, hier von etwa 50 – 300eV ($\lambda = 1 - 2\text{\AA}$).

Hiermit kann die Oberflächenstruktur von kristallinen Festkörpern bis zu einer Eindringtiefe von wenigen Monolagen charakterisiert werden.

Zur Auswertung des LEED betrachtet man die Beugungsmuster, welche von der Probenoberfläche reflektiert und anschließend auf einem Schirm detektiert werden. Als Wellenlänge wird hier die entsprechende de Broglie-Wellenlänge der Elektronen mit

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2mE}} \quad (2.2)$$

verwendet. Um die Beugungsphänomene auszuwerten wird hier der reziproke Raum verwendet. In diesem Modell werden die Punkte im zweidimensionalen reziproken Raum durch die zugehörigen Gittervektoren G mit den MILLER'schen Indizes $h, k \in (0, \pm 1, \pm 2..)$ und den Richtungsvektoren \vec{a}^*, \vec{b}^* wie folgt beschrieben:

$$G_{hk} = h\vec{a}^* + k\vec{b}^*. \quad (2.3)$$

Die reziproken Gittervektoren können aus den realen dreidimensionalen Gittervektoren und deren Normalenvektor errechnet werden. Die Bedingung für konstruktive Interferenz im reziproken Raum wird durch die Laue-Gleichungen definiert:

$$\vec{q} \cdot \vec{a} = 2\pi h \quad (2.4)$$

$$\vec{q} \cdot \vec{b} = 2\pi k. \quad (2.5)$$

Hierbei entspricht $\vec{q} = \vec{k}_i - \vec{k}_f$ dem Streuvektor als Verbindungsvektor/Differenz zwischen den Wellenvektoren der einfallenden und der reflektierten Welle.

Aufgrund der verringerten Dimensionalität des Beugungsgitters im Vergleich zu einem dreidimensionalen Gitter entfällt die Interferenzbedingung senkrecht zur Oberfläche. In Richtung des Volumens gibt es zwar weitere Streuzentren, aber in Richtung des Vakuums liegen diese in Näherung unendlich weit entfernt, weswegen die Reflexe unendlich nah zusammenrücken und sogenannte Beugungsstangen entstehen. Die Gitterpunkte der Beugung in drei Dimensionen werden also im Zweidimensionalen zu Beugungsstangen. Dies lässt sich wie in Abbildung 2.4 gezeigt darstellen.

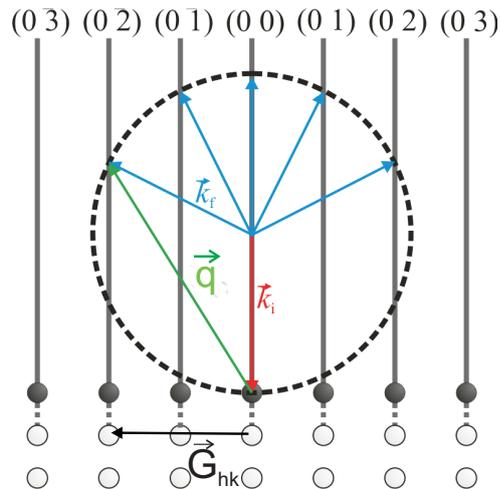


Abbildung 2.4: 2D-Konstruktion der Ewaldkugel im reziproken Raum. Der reziproke Gittervektor G_{hk} ergibt sich aus dem einfallenden Wellenvektor \vec{k}_i und dem Wellenvektor der reflektierten Welle \vec{k}_f . Der Rand der Ewaldkugel ergibt sich aus allen möglichen Richtungen des Wellenvektors des gestreuten Reflexes, ihr Radius aus dem Betrag des Vektors $|\vec{k}_i| = |\vec{k}_f|$. Dort, wo der Wellenvektor \vec{k}_f Beugungsstangen schneidet ($k_{f,\parallel} = G_{hk}$) finden sich im LEED Beugungsreflexe [3]

2.3 XPS - Röntgenphotoelektronenspektroskopie

XPS (X-Ray Photoelectron Spectroscopy = Röntgenphotoelektronenspektroskopie) beruht auf dem Photoelektrischen Effekt und der Tatsache, dass die Bindungsenergie E_b spezifisch für eine bestimmte Elektronenkonfiguration eines Materials ist. Die Messung dieser Bindungsenergien kann damit der Identifikation der untersuchten Elemente und ihrer Konfigurationen dienen.

XPS ist eine oberflächenanalytische Methode, bei der sich der Photoelektrische Effekt zur Nutze gemacht wird. Die zu bestimmende Oberfläche wird mit Röntgenstrahlen beschossen und diese lösen so Elektronen aus. Die kinetische Energie

$$E_{kin} = h\nu - E_b - \Phi \quad (2.6)$$

der Elektronen kann gemessen werden und somit Aufschluss über die Bindungsenergie E_b geben. Hierbei bezeichnet $h\nu$ die Energie des verwendeten Röntgenlichtes und Φ die Austrittsarbeit des Materials. Anders als bei Licht im ultravioletten Bereich ist es so auch möglich, nicht nur Elektronen in der Nähe der FERMI-Energie auszulösen, sondern auch kernnähere, stärker gebundene Elektronen.

2.4 MOKE - Magnetooptischer Kerr-Effekt

Im Folgenden soll die Proportionalität zwischen dem KERR-Winkel Φ_K und der Magnetisierung M beim magnetooptischen KERR-Effekt mittels der klassischen Physik dargestellt

werden. Es wird ausschließlich der Versuchsaufbau des LMOKE betrachtet, bei dem die Probenoberfläche parallel zu den Feldlinien des angelegten Magnetfeldes liegt (siehe Abbildung 2.5).

Mittels der Dielektrizitätskonstante ϵ lässt sich der Zusammenhang zwischen der dielektrischen Verschiebung \vec{D} im Dielektrikum und dem elektrischen Feld \vec{E} beschreiben. Diese lässt sich aber auch durch die elektrische Suszeptibilität χ_e ausdrücken. ϵ_0 stellt die Dielektrizitätskonstante des Vakuums dar. Es gilt

$$\vec{D} = \epsilon_0 \epsilon \vec{E} = \epsilon_0 \vec{E} + \epsilon_0 \chi_e \vec{E} = \epsilon_0 (1 + \chi_e) \vec{E}. \quad (2.7)$$

Man erhält also für ϵ folgende Entsprechung:

$$\epsilon = (1 + \chi_e). \quad (2.8)$$

Bei einem anisotropen Medium ist ϵ kein Skalar, sondern ein zweistufiger Tensor

$$\hat{\epsilon} = \begin{pmatrix} \epsilon_{xx} & \epsilon_{xy} & \epsilon_{xz} \\ \epsilon_{yx} & \epsilon_{yy} & \epsilon_{yz} \\ \epsilon_{zx} & \epsilon_{zy} & \epsilon_{zz} \end{pmatrix}, \quad (2.9)$$

dessen Form abhängig ist von angelegten elektrischen und magnetischen Feldern und der Frequenz des eingestrahlenen Lichtes.

Enthält dieser Tensor Nichtdiagonal-Elemente, so liegen \vec{D} und \vec{E} nicht parallel zueinander und ϵ verhält sich wie eine Drehmatrix. Speziell auf den Fall des LMOKE ergibt sich der Epsilontensor

$$\hat{\epsilon} = \begin{pmatrix} \epsilon_{xx} & 0 & -\epsilon_{xz} \\ 0 & \epsilon_{yy} & 0 \\ \epsilon_{xz} & 0 & \epsilon_{zz} \end{pmatrix}. \quad (2.10)$$

Auch hier finden sich Nichtdiagonalelemente. Diese bewirken, dass eingestrahlichtes Licht bei der Reflexion seine lineare Polarisation verändert und elliptisch wird. Tritt dieser Effekt bei einem angelegten magnetischen Feld auf, nennt man ihn magnetooptischen KERR-Effekt. Dies lässt sich auch rechnerisch nachweisen.

Zur Bestimmung der Nichtdiagonalelemente des Dielektrizitätstensors muss man die hier wirkenden Kräfte berücksichtigen. Diese entsprechen im Wesentlichen

1. dem als harmonisch angenommenen Gitterpotential
2. der zur Geschwindigkeit proportionalen Dämpfungskraft
3. der vom \vec{E} -Feld ausgeübten elektrischen Kraft und
4. der LORENTZ-Kraft.

Hieraus lässt sich die Bewegungsgleichung für das System aufstellen und lösen. Es ergibt sich eine Lösung der Form

$$\hat{\epsilon} = \begin{pmatrix} A + 1 & 0 & \frac{iA\omega B}{a} \\ 0 & A + 1 & 0 \\ -\frac{iA\omega B}{a} & 0 & A + 1 \end{pmatrix}. \quad (2.11)$$

Der Lösungsweg findet sich in [4]. Hierbei sind A und a Konstanten, ω die Frequenz und B die y -Komponente des angelegten B-Feldes. Hieran ist zu sehen, dass die Nichtdiagonalelemente des LMOKE-Epsilon-tensors proportional zu B sind. Ohne resultierendes Magnetfeld mit der magnetischen Flussdichte B existieren diese also nicht. Vorausgesetzt wird hier, dass andere, nicht auf Magnetismus beruhende Effekte, ausgeschlossen werden. Die Lage des Koordinatensystems ist in Abbildung 2.5 zu sehen.

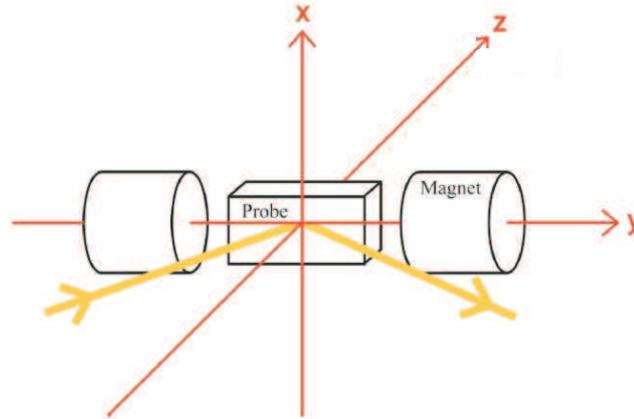


Abbildung 2.5: Achsenausrichtung beim LMOKE. Im Zuge dieser Arbeit wurde ausschließlich der Aufbau des LMOKE verwendet, bei dem die Probenoberfläche parallel zum Magnetfeld liegt.

Die hier im MOKE-Experiment ermittelten Größen sind der KERR-Winkel Φ bzw. die KERR-Elliptizität e_K . Unter gewissen Bedingungen sind diese proportional zu M . Inwiefern dies so ist, wird im Folgenden genauer erläutert.

Wir gehen davon aus, dass für Ferromagneten näherungsweise B proportional zu M ist. Erläutert wird dies in [4]. Diese magnetische Flussdichte B erzeugt wie oben erläutert die Nichtdiagonalelemente ϵ_{xz} . Hier wurde ebenso gezeigt, dass diese (für kleine Magnetfelder) proportional zu B sind. Unter der Annahme, dass Φ_K und e_K relativ klein sind, können wir auch hier von einer Proportionalität zwischen diesen beiden Größen ausgehen (siehe [4]). Zusammengefasst ergibt sich

$$\Phi_K \propto \epsilon_{xz} \propto B \propto M. \quad (2.12)$$

Im Rahmen der Näherungen und Annahmen sind KERR-Winkel und KERR-Elliptizität also proportional zur Magnetisierung.

Die Proportionalität zwischen dem KERR-Winkel und der Magnetisierung lässt sich außerdem auf Nicht-Klassischem Weg herleiten. Auf die quantenmechanische Betrachtung wird im Folgenden aber nicht weiter eingegangen. Dies findet sich in [4].

Der Inhalt dieses Kapitels basiert auf [4].

2.5 FMR - Ferromagnetische Resonanz

Die Prinzipien der ferromagnetischen Resonanz (im Folgenden FMR genannt) sind vergleichbar mit der Elektronenspinresonanz (ESR). Bei der Messmethode des FMR werden aber speziell ferromagnetische Materialien untersucht, nicht paramagnetische. Um jedoch die Theorie zur FMR herzuleiten, ist es sinnvoll, zuerst den paramagnetischen Fall zu betrachten. Das bedeutet, es existieren keine ausgedehnten internen Felder innerhalb der Probe ($H_{int} = 0$) und keine Anisotropiefelder $H_K = 0$. Wirkt nun auf die Probe ein äußeres Magnetfeld, so wird auf die einzelnen magnetischen Momente der Probenmaterialien ein Drehmoment ausgeübt, welches in einer Präzessionsbewegung der Momente um die Achse des Magnetfeldes H_0 resultiert. Dies wird LARMOR-Präzession genannt. Die Bewegungsgleichung der als ungedämpft angenommenen Bewegung lautet

$$\frac{\partial \vec{\mu}}{\partial t} = -\gamma [\vec{\mu} \times \vec{H}_0] \quad \text{mit} \quad \gamma = \frac{g\mu_B}{\hbar} = g \frac{e}{2mc} \quad (2.13)$$

und ist in Abbildung 2.6 dargestellt.

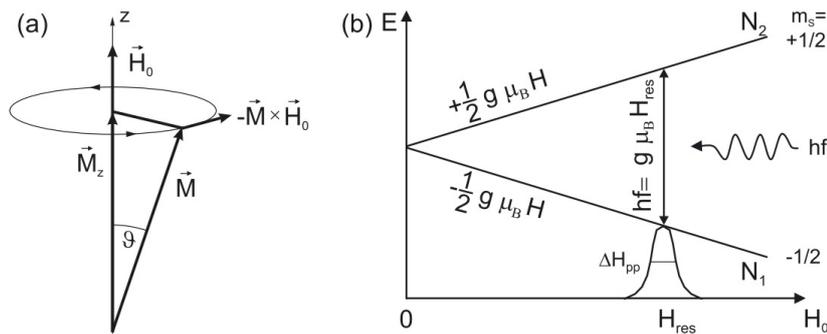


Abbildung 2.6: Abbildungen zur Theorie der ferromagnetischen Resonanz. (a) Präzessionskegel des magnetischen Momentes bei angelegtem externen Magnetfeld \vec{H}_0 mit stark vergrößertem Öffnungswinkel ϑ . (b) Schematisches Prinzip von ESR und FMR. Das externe Magnetfeld löst den Zeeman-Effekt aus, das Spin-Niveau spaltet sich in zwei Niveaus mit $m_s = \pm \frac{1}{2}$ auf. Die Dipolübergänge werden mittels Mikrowellenstrahlung angeregt. Entnommen aus [5].

Hierbei entspricht g dem LANDÉ-Faktor und γ dem *gyromagnetischen Verhältnis*. In dünnen, ferromagnetischen Filmen sind nun alle magnetischen Momente in eine Richtung ausgerichtet, so dass die Gesamtmagnetisierung durch \vec{M} als physikalische Größe zur Beschreibung verwendet werden kann. Löst man die Bewegungsgleichung, so ergibt sich die LARMOR-Frequenz $\omega = \gamma H_0$, mit der sich \vec{M} um die z-Achse des Systems dreht.

Bei quantenmechanischer Betrachtung stößt man auf die Aufspaltung der Energieniveaus, beschrieben durch den ZEEMAN-Effekt. Dies ist in Abbildung 2.6(b) dargestellt. Dipolübergänge zwischen diesen beiden Niveaus lassen sich von außen anregen. Hierzu müssen die Auswahlregeln für magnetische Übergänge ($\Delta m = \pm 1$) beachtet werden. Dies bedeutet, dass die anregende elektromagnetische Welle in einer Ebene senkrecht zum statischen

Feld polarisiert ist. In unserem Fall liegen die benötigten Frequenzen im Mikrowellenbereich von 1 GHz bis 100 GHz. Die Resonanzbedingung ist unter dieser Bedingung erfüllt, wenn

$$hf = g\mu_B(H + h_{rf}) \quad (2.14)$$

gilt. Hierbei ist f die Frequenz der eingestrahlten Mikrowelle und h_{rf} ihre Magnetfeldkomponente. Unter dieser Bedingung kann Absorption stattfinden. Das Magnetfeld im Resonanzfall wird mit H_{res} bezeichnet.

Wird nun die Resonanz an ferromagnetischen Materialien betrachtet, treten zusätzlich noch innere Felder auf. Diese sind vor allem jene durch die Austauschkopplung H_{int} hervorgerufene und Anisotropiefelder H_K . LANDAU und LIFSCHITZ haben gezeigt, dass der Ausdruck für das Feld durch das effektive Magnetfeld $\vec{H}_{eff} = \vec{H}_0 + h_{rf} + \vec{H}_K$ ersetzt werden muss. Die Präzession hat nun ihre Achse geändert und die Magnetisierung präzediert um das effektive Feld.

Als neue Lösung der Bewegungsgleichung unter Übergang in ein sphärisches Koordinatensystem und der Annahme, dass $M_S = const$ ist, ergibt sich

$$\frac{d\theta}{dt} = \gamma H_\phi \quad \text{und} \quad \frac{d\phi}{dt} \sin\theta = -\gamma H_\theta. \quad (2.15)$$

Im thermodynamischen Gleichgewicht stehen \vec{M} und H_{eff} parallel zueinander, und über die Freie Energiedichte F kann die Gleichgewichtsorientierung von \vec{M} ermittelt werden. Es werden hier die Winkel ϕ und γ gesucht, bei denen F minimal wird. Wird diese in Abhängigkeit der Winkelkoordinaten entwickelt, erhält man ein homogenes Gleichungssystem mit periodischen Lösungen. Es ergibt sich eine Resonanzgleichung nach der Form von SMIT und BELJERS:

$$\omega = \gamma H_{res} = \frac{\gamma}{M \sin\theta} \{F_{\theta\theta} F_{\phi\phi} - F_{\gamma\phi}^2\}^{\frac{1}{2}}. \quad (2.16)$$

Eine detaillierte Herleitung findet sich unter [5]. Je nach untersuchtem System können bestimmte Energiebeiträge von F auch vernachlässigt werden.

Dieses Kapitel basiert auf Referenz [5].

2.6 VSM - Vibrating Sample Magnetometer

Die Theorie des VSM beruht auf dem FARADAY'schen Gesetz, welches besagt, dass in einer Spule ein elektromagnetisches Feld entsteht, wenn sich der magnetische Fluss durch diese ändert [6].

Beim Versuchsaufbau des VSM wird durch einen Oszillator ein Sinussignal generiert. Dieses Signal wird in eine mechanische Schwingung umgewandelt und auf Probenhalter und Probe übertragen. Die Frequenz beträgt hierbei zwischen 60 und 80 Hz, die Amplitude der Vibration beträgt ca. 1 mm. Die Pole des Elektromagneten erzeugen ein möglichst homogenes Magnetfeld, die Aufnehmerspulen sind auf diesen montiert. Der Mittelpunkt der Spulen liegt auf Höhe der Probe.

Die Änderung des magnetischen Flusses, welche durch die vertikale Bewegung der Probe hervorgerufen wird, induziert eine Spannung U_{ind} in den Aufnehmerspulen. Hierbei hat das externe Magnetfeld H_0 keinen Einfluss auf die Spannung, da es konstant gehalten wird und nur für die grundsätzliche Magnetisierung der Probe nötig ist.

Für die Spannung in einer Spule mit n_W Wicklungen und A als Durchmesser gilt (abgeleitet von FARADAY)

$$U_{ind} = -n_W A \frac{\partial \vec{B}}{\partial t}. \quad (2.17)$$

Für die Magnetisierung \vec{M} in der Probe gilt

$$\vec{M} = \int \frac{d\vec{m}}{dV} dV \quad (2.18)$$

mit \vec{m} als gemessenes magnetisches Moment. Die magnetische Flussdichte im Bereich der Probe beträgt nun

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H}_0 + \vec{M}). \quad (2.19)$$

Da H_0 hier als konstant angesehen wird, gilt

$$\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} = \frac{\partial \vec{M}}{\partial t}. \quad (2.20)$$

Wobei die zeitliche Änderung des magnetischen Flusses lediglich durch die vertikale Bewegung der Probe zwischen den Spulen hervorgerufen wird. Die Änderung des magnetischen Flusses, welcher von den Pickup-Spulen detektiert wird, ist somit proportional zu der Frequenz der Vibration ω , der zugehörigen Amplitude Z , dem magnetischen Moment der Probe \vec{m} und dem Abstand zu den Pickup-Spulen y_0 . Die induzierte Spannung kann außerdem durch die Anzahl der Spulenwindungen n_W und die Anzahl der Aufnehmerspulen n_C verändert werden. Die geometrischen Eigenschaften G haben ebenfalls einen Einfluss auf das Ergebnis. Es gilt also

$$U_{ind}(t) \propto -\frac{\vec{m}\omega n_W n_C G \cos(\omega t)}{y_0}. \quad (2.21)$$

Diese Messmethode ist auch für geringe magnetische Momente bis zur Größenordnung von einigen μemu verwendbar.

Dieses Kapitel ist angelehnt an Referenz [7].

3 Materialsysteme

Im Folgenden werden die im Rahmen dieser Bachelorarbeit behandelten Materialien beschrieben. Die verwendeten Proben bestehen immer aus Magnesiumoxid als Substrat, auf welches die zu untersuchende Schicht aufgedampft wurde. Hier wurden vor allem Eisen und Magnetit aufgedampft.

3.1 Magnesiumoxid

Magnesium(Mg^{2+})- und Sauerstoff(O^{2-})-Ionen bilden jeweils kubisch flächenzentrierte (fcc) Gitter aus und besitzen somit die typische Steinsalzstruktur des Magnesiumoxids (MgO)[8] im stöchiometrischen Verhältnis 1:1. Die beiden fcc-Gitter sind jeweils um eine halbe Gitterkonstante a verschoben. Diese beträgt $4,212 \text{ \AA}$. Die Oberfläche der hier verwendeten Substrate orientiert sich in $[001]$ -Richtung. MgO ist ein isolierendes, unmagnetisches und für sichtbares Licht transparentes Material, dessen Bandlücke bei $7,8 \text{ eV}$ liegt.

3.2 Magnetit

Magnetit ist das stabilste Eisenoxid, besitzt die chemische Formel Fe_3O_4 und wird zu den ferrimagnetischen Materialien gezählt. Das Eisenoxid besitzt eine Curietemperatur von 858 K und bildet ein Eisen-Untergitter aus, welches zu einem Drittel aus Fe^{2+} -Ionen und zu zwei Dritteln aus Fe^{3+} -Ionen besteht. Die Struktur, in der Magnetit kristallisiert, wird auch als inverse Spinell-Struktur bezeichnet. Dies bedeutet, sie kann nach der allgemeinen Formel für Spinelle AB_2O_4 als $Fe^{3+}[Fe^{3+}Fe^{2+}]O_4$ geschrieben werden. Die Bezeichnung invers trägt dem Umstand Rechnung, dass ein Drittel der Fe^{3+} -Ionen tetraedrisch und

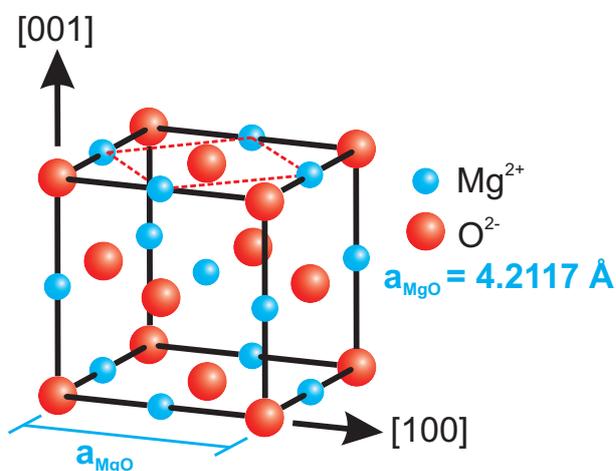


Abbildung 3.1: Gitterstruktur von Magnesiumoxid - Schematische Darstellung. Die Oberflächeneinheitszelle wird in $[0\ 0\ 1]$ und $[1\ 0\ 0]$ -Richtung aufgespannt. Die Gitterkonstante von MgO beträgt $a_{MgO} = 4.2117 \text{ \AA}$. Die blauen Punkte stellen Magnesium(2+)-Ionen dar, die kleineren roten Punkte symbolisieren Sauerstoff(2-)-Ionen. Entnommen und abgewandelt aus [9].

zwei Drittel der Fe^{2+} - und Fe^{3+} -Ionen im Verhältnis 1:1 oktaedrisch vom Sauerstoff angeordnet sind, was gerade invers zum normalen Spinell ist. Die Gitterkonstante beträgt $a_{Fe_3O_4} = 8,396 \text{ \AA}$ und ist somit ca. doppelt so groß wie die Gitterkonstante von MgO.

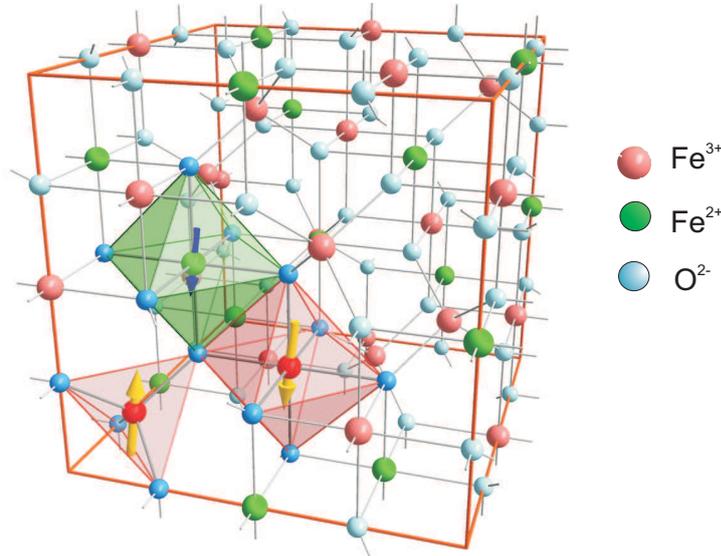


Abbildung 3.2: Spinellstruktur von Magnetit Fe_3O_4 ; $Fe^{(2+)}$ und Fe^{3+} -Ionen befinden sich auf Oktaederplätzen, die $Fe^{(3+)}$ -Ionen nehmen hierzu auch noch Gitterplätze in einer Tetraederstruktur ein. Angelehnt an [10].

3.3 Eisen

Bei Raumtemperatur liegt reines Eisen in Ferrit- bzw. α -Eisen-Form vor und ist ferromagnetisch. Diese Form wird durch die kubisch-raumzentrierte (bcc) Kristallstruktur definiert, welche die Gitterkonstante $a_{Fe} = 2,87 \text{ \AA}$ und zwei Atome pro Einheitszelle besitzt.

4 Experimentelle Grundlagen

In diesem Kapitel werden die experimentellen Grundlagen vorgestellt, welche dieser Abschlussarbeit zugrunde liegen. Hergestellt wurden alle verwendeten Proben in einer Ultrahochvakuumkammer, womit sich der erste Abschnitt der experimentellen Grundlagen beschäftigt. Anschließend werden die verwendeten Messmethoden vorgestellt. Dies sind das Vibrating Sample Magnetometer und die Messaufbauten zur Ausnutzung der Ferromagnetischen Resonanz und des Magnetooptischen KERR-Effektes. Die beiden letzten Methoden wurden bereits in Kapitel 2 theoretisch vorgestellt, sollen aber nun praktisch erläutert werden. Die Herstellung der Proben und alle Messungen wurden an der Universität Osnabrück durchgeführt.

4.1 Ultrahochvakuumkammer

Die Anordnung der verschiedenen Bestandteile der Ultrahochvakuumkammer sind in Abbildung 4.1 dargestellt.

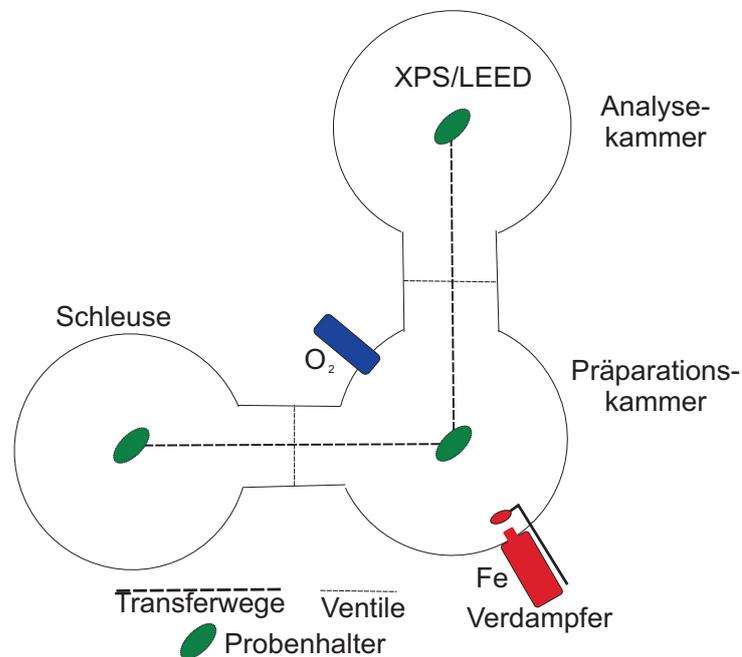


Abbildung 4.1: Aufbau der Ultrahochvakuumkammer zur Herstellung der verwendeten Proben. Die UHV-Kammer besteht aus einer Schleuse, um die Proben ein- und auszusleusen, der Präparationskammer zum Aufdampfen der Schichten und der Kammer, in der XPS und LEED als direkte UHV-Untersuchungsmethoden durchgeführt werden können. Angelehnt an [11]

Der Versuchsaufbau besteht aus drei Kammern, welche manuell durch Ventile getrennt werden können. Die Substrate werden durch die Schleuse in die Präparationskammer eingeschleust, wo ein Druck von ca. 10^{-8} mbar herrscht. Außerdem werden im UHV in-situ-Charakterisierungen der Oberfläche durch LEED und XPS-Untersuchungen vorgenommen. Dies geschieht zur Überprüfung der industriell gefertigten Substrate und der präparierten Schichten.

Der niedrige Druck ist notwendig, damit bei dem Vorgang des Aufdampfens keine Verunreinigungen auftreten. Bei höheren Drücken würden zu viele Fremdatome während der Präparation an der Oberfläche adsorbieren und damit die gesamte aufgedampfte Schicht verunreinigen. Jede Kammer besitzt ihr eigenes Pumpensystem, welches aus einer Drehschieber- oder Scrollpumpe und einer Turbomolekularpumpe besteht. Durch erstere kann ein Vordruck von ca. 10^{-3} mbar erreicht werden, letztere führt dann zum gewünschten Druck von 10^{-8} mbar. Für Drücke von bis zu 10^{-10} mbar in der Analysechamber mit XPS und LEED wird eine Ionengetterpumpe verwendet. Weitere Informationen zu den verwendeten Pumpen finden sich unter [12].

Mit dem Transfersystem, welches aus Transferstäben besteht, werden die Proben zwischen den Kammern transportiert. In der Präparationskammer befindet sich ein Manipulator mit Probenhalterung, welcher um 360° gedreht werden kann und außerdem die Probe aufheizen kann. Dies geschieht durch ein hinter der Probe befindliches Filament, zwischen dem und der Probe eine Hochspannung angelegt werden kann. Außerdem befindet sich am Manipulator ein Thermoelement, über welches die Probentemperatur überprüft werden kann. Über ein Feindosierventil kann sehr kontrolliert Sauerstoff in die Präparationskammer eingelassen und somit der Sauerstoffgehalt der Aufdampfumgebung sehr genau reguliert werden. Der Wichtigste Bestandteil der Präparationskammer jedoch ist ein Eisen-Verdampfer. Dieser enthält eine Eisenpatrone, deren Atome ausgelöst und auf der Oberfläche der Probe adsorbiert werden.

4.2 Vibrating Sample Magnetometer

Das Vibrating Sample Magnetometer (kurz: VSM), also ein Magnetometer mit vibrierender Probe, wurde erstmals 1959 von Simon Foner beschrieben. [13] Bei dieser Messmethode vibriert der Probenstab mit angebrachter Probe senkrecht zu einem angelegten externen Magnetfeld, welches möglichst homogen gehalten werden soll. Hierfür wird lediglich ein Elektromagnet verwendet. Foner beschreibt, dass mit diesem Instrument Änderungen der Magnetisierung der Probe von 10^{-5} bis 10^{-6} emu nachgewiesen werden konnten. Durch diese Messmethode konnten viele bis dahin bestehende Fehlerquellen eliminiert oder eingedämmt werden. Mit dem VSM können Abhängigkeiten von Temperatur, äußerem Magnetfeld und kristallographischer Orientierung ermittelt werden.

Eine Skizze des Versuchsaufbaus findet sich in Abbildung 4.2.

Die Probe wird im Zuge dieser Arbeit ausschließlich in-plane gemessen. Die Probenoberfläche befindet sich also parallel zum Magnetfeld, welches von den beiden Polkappen des Elektromagneten erzeugt wird. Es wird in Näherung davon ausgegangen, dass dieses

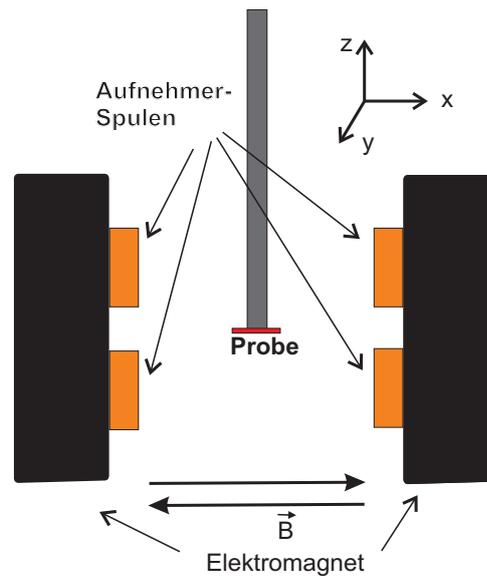


Abbildung 4.2: Aufbau eines Vibrating Sample Magnetometers. Der Elektromagnet erzeugt ein Magnetfeld, welches in Näherung homogen in der Probenposition ist. Der Probenstab samt Probe vibriert in z-Richtung. Die induzierte Spannung wird von Aufnehmerspulen detektiert.

in der Umgebung der Probe homogen ist. Die Ansteuerung geschieht durch eine externe Steuereinheit, welche über ein PC-Programm angesteuert wird.

Sowohl der Probenhalter als auch das dem zu untersuchenden Material zugrunde liegende Substrat sollen eine möglichst geringe Magnetisierungsfähigkeit aufweisen, um die Messergebnisse des ferro(i)magnetischen Films nicht zu verfälschen. Um dies auszuschließen, wird zusätzlich eine Bereinigung der Messdaten vorgenommen. Dies bedeutet, dass ein paramagnetischer Untergrund, welcher von Stab und Substrat herrührt, von den Messdaten abgezogen wird.

Im Zuge dieser Arbeit werden lediglich winkelabhängige Messungen der Proben bei Raumtemperatur durchgeführt.

4.3 Ferromagnetische Resonanz

Die Messungen zur Ferromagnetischen Resonanz wurden mit einem herkömmlichen Messaufbau zur Aufnahme von ESR-Spektren durchgeführt.

Der Aufbau ist in Abbildung 4.3 dargestellt. Das Magnetfeld wird durch zwei Spulen erzeugt, welche mit einer Wasserkühlung gekühlt werden. Mittig zwischen diesen Spulen befindet sich ein Hohlraumresonator, an dem ein Goniometer zur manuellen Einstellung der Position befestigt ist. Hieran wird die zu untersuchende Probe befestigt. Die Oberfläche befindet sich parallel zur Ausrichtung des Magnetfeldes.

Über eine Mikrowellenbrücke ist ein Mikrowellengenerator mit dem Resonator verbunden. Durch einen zwischengeschalteten Abschwächer lässt sich erreichen, dass lediglich ein Teil

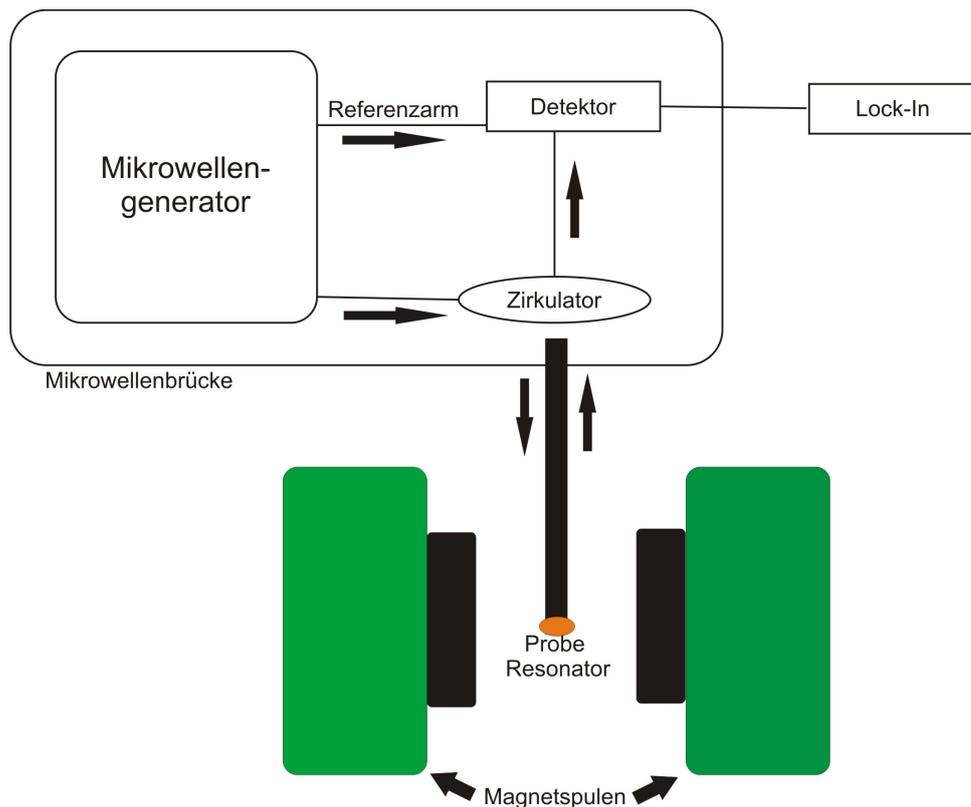


Abbildung 4.3: Aufbau einer Messapparatur zur Ferromagnetischen Resonanz. Durch einen Mikrowellengenerator wird eine Schwingung erzeugt, welche im Resonanzfall vollständig ausgelöscht wird. Ändert sich allerdings das durch die Magnetspulen erzeugte Magnetfeld, verschiebt sich auch die Resonanzfrequenz der Probe, und es kann mittels des Lock-In-Verstärkers ein Signal detektiert werden. Entnommen und abgewandelt aus [14].

der erzeugten Mikrowellen auch in den Resonator gelangt. Die maximale Einstellung erlaubt hier einen Durchlass von 60 dB, bei den hier durchgeführten Messungen wird eine Abschwächung auf 16 dB verwendet.

Eine Diode wandelt die Mikrowelle in ein Spannungssignal um. Hierfür benötigt sie eine bestimmte Vorspannung, um den Arbeitspunkt in den idealen linearen Bereich zu verschieben. Ein Teil der Welle wird hierfür über den Referenzarm in die Detektordiode geleitet, um Frequenzmodulation (AFC) vorzunehmen. [5]. Um die Resonanzfrequenz anzupassen, wird ein Oszilloskop verwendet. Bei ca. 9,5 GHz stimmt die verwendete Frequenz mit der Resonanzfrequenz überein und die eingestrahelte Energie wird im Resonator absorbiert.

Ändert sich nun das Magnetfeld, so ändert sich die Resonanzfrequenz der Probe und ein Teil der Mikrowellenstrahlung wird nun doch reflektiert. Das reflektierte Signal interferiert mit dem Signal im Referenzarm und gelangt in die Detektordiode. Hier wird das gewünschte Signal mittels eines Lock-In-Verstärkers gefiltert.

Das ausgegebene Signal entspricht der Ableitung der ursprünglichen Absorption [15].

4.4 Magnetooptischer Kerr-Effekt

Im Folgenden wird der Versuchsaufbau zur Messung des Magnetooptischen KERR-Effektes beschrieben. Hierzu wird eine Methode verwendet, welche als Intensitätsmethode bezeichnet wird. Dabei wird ein Polarisator mit fester Winkeleinstellung verwendet und die Intensität nach der Reflexion gemessen. Für kleine KERR-Drehungen ist die Intensität hierbei proportional zum gesuchten KERR-Winkel.

Es werden ausschließlich Messungen mit dem LMOKE durchgeführt. Hierbei ist die Oberfläche der Probe parallel zu den Feldlinien des Magnetfeldes justiert. Der Laser trifft in einem Winkel von 45° auf die Probenoberfläche und fällt unter dem gleichen Winkel in den Detektor. Des Weiteren ist beim Einsetzen der Probe beachtet worden, dass die Proben immer in gleicher kristallographischer Ausrichtung eingebaut wurden. Die Grundeinstellungen des MOKE wurden für alle Proben gleich gehalten. Weitere Informationen zur vorangegangenen Optimierung des Messaufbaus finden sich unter [4].

Eine schematische Skizze des Versuchsaufbaus findet sich in Abbildung 4.4.

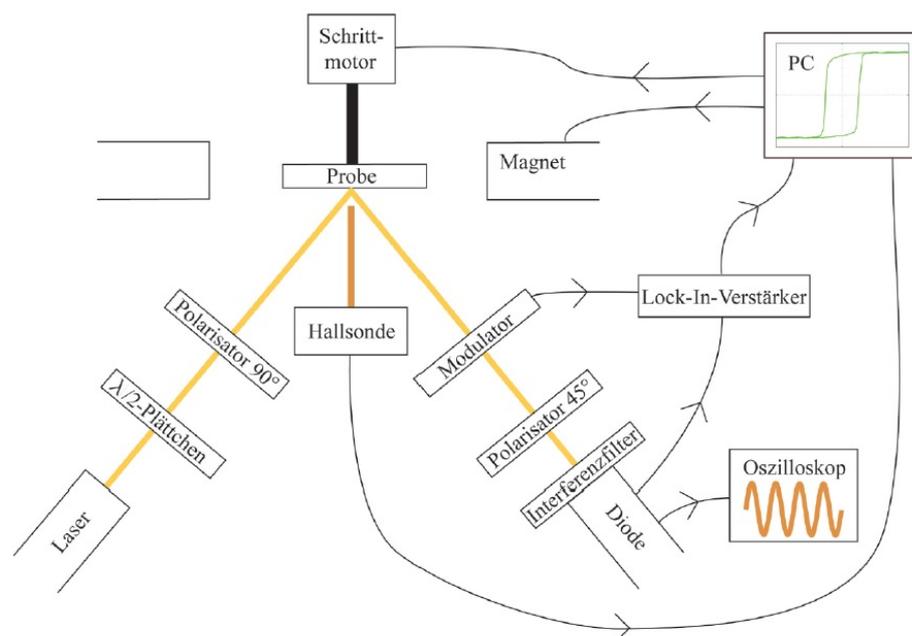


Abbildung 4.4: Aufbau einer Messapparatur zur Messung des Magnetooptischen KERR-Effektes. Entnommen aus [4].

Zur Charakterisierung der Proben werden Magnetisierungskurven aufgenommen. Das Magnetfeld wird hierbei mit der in Abbildung 4.4 dargestellten Hallsonde gemessen. Mittels Computeransteuerung wird ebenfalls der Spulenstrom variiert und aufgezeichnet.

Im einfallenden Lichtstrahl befinden sich ein $\lambda/2$ -Plättchen und ein Polarisator in 90° -Stellung für s-polarisiertes Licht. Dies bedeutet, dass das E-Feld senkrecht zu der Einfallsebene des Lichtes steht. Hier ist bei einem Einfallswinkel von ca. 55° der größtmögliche KERR-Effekt zu erwarten. Um die auftretenden, sehr kleinen KERR-Winkel messen zu

können, wird Lock-In-Technik als Verstärkung verwendet. Mit einem Schrittmotor kann die Probe 360° um ihre Oberflächennormale gedreht werden.

Die mit dem Messprogramm aufgenommenen Hysteresen wurden mit dem Java-Programm "MOKE-Analyzer 1.0" ausgewertet. Es werden pro Winkel vier Hysteresen aufgenommen und über diese gemittelt. Das Auswerteprogramm gibt die Absolutwerte für Remanenz und Koerzitivfeld. Bei der Messung wird im Bereich des Koerzitivfeldes kleinschrittiger gemessen als im Bereich der Sättigungen. Die Schrittweiten sind ebenfalls für alle Proben identisch einprogrammiert.

5 Ergebnisse und Diskussion

Für diese Arbeit wurden fünf Fe_3O_4 -Schichten unterschiedlicher Schichtdicke hergestellt. Als Substrat dient in allen Fällen $\text{MgO}(001)$ (siehe Kapitel 3). Es wurde mit der Herstellung der dicksten Schicht begonnen, woraufhin für die folgenden Proben die Aufdampfdauer jeweils halbiert wurde.

In diesem Kapitel werden die erhaltenen Messergebnisse ausgewertet. Zuerst wurde die Qualität der Magnetitschichten *in situ* überprüft. Hierzu dienen die Messmethoden der *Low Energy Electron Diffraction* (LEED, Kapitel 5.1.2) und der *Röntgenphotoelektronenspektroskopie* (XPS, Kapitel 5.1.1). Diese liefern Informationen über die kristalline Struktur und die Reinheit an der Oberfläche der hergestellten Schichten und werden jeweils lediglich exemplarisch für eine der Magnetitproben dargestellt. Anschließend werden die Ergebnisse der magnetischen Messmethoden aufgeführt. Zuerst sind dies jene, welche mit dem *Vibration Sample Magnetometer* (VSM, Kapitel 5.3) aufgenommen wurden. Weiterhin werden die Ergebnisse der Messungen mit den Messapparaturen dargestellt, welche jeweils auf dem *Magnetooptischen Kerr-Effekt* (MOKE, Kapitel 5.4) und der *Ferromagnetischen Resonanz* (FMR, Kapitel 5.5) beruhen.

5.1 Probenherstellung

Die Magnetitproben wurden im Laufe dieser Arbeit selbst hergestellt. Bevor die Messungen der magnetischen Eigenschaften der Proben vorgenommen wurden, wird die Qualität der Proben im UHV mittels XPS und LEED überprüft. Die theoretischen Grundlagen dieser Messungen finden sich in Kapitel 2, eine Beschreibung der experimentellen Voraussetzungen findet sich in Kapitel 4.

Die Aufdampftemperatur beträgt bei allen Magnetitproben ca. 250°C bei einem Druck von $5 \cdot 10^{-6}$ mbar, was in den Referenzen [11] und [16] als optimale Herstellungsparameter für Magnetitschichten angegeben wird. Vor dem Aufdampfen wurde das Substrat ein bis zwei Stunden lang bei 400°C und einem Sauerstoffpartialdruck von $1 \cdot 10^{-4}$ mbar geheizt, um die Oberfläche der Proben von Adsorbaten zu reinigen. Die Aufdampfzeit wurde bei jeder Probe nach und nach halbiert, begonnen mit 10 Minuten bei der ersten bis zu 37 Sekunden für die letzte Probe.

Die Eisenschichten wurden nicht im Zuge dieser Arbeit hergestellt, sie wurden bereits zuvor bei Raumtemperatur im UHV aufgedampft. Als Hinweis auf die Schichtdicken sind lediglich die Frequenzunterschiede des Schwingquarzes im Eisenverdampfer von 5.000 Hz bzw. 10.000 Hz bekannt, welche proportional zur aufgedampften Menge des Eisens sind.

5.1.1 XPS-Ergebnisse

Abbildung 5.1 zeigt die Aufnahme eines kompletten XP-Spektrums einer Magnetitprobe. In diesem Fall handelt es sich hier um jene mit der dicksten Magnetitschicht ($d = 150\text{nm}$). In der Abbildung ist die Intensität der detektierten Photoelektronen in "counts per second" (cps) gegenüber ihrer Bindungsenergie in eV dargestellt. Im Spektrum zeigen sich verschiedene Signale, welche bestimmten Elementen und ihren Bindungszuständen zugeordnet werden können. Es finden sich die 2p- (711 eV), 3p- (56 eV) und 3s-Linien (95 eV) von Eisen und das 1s-Signal von Sauerstoff bei 530 eV. Zusätzlich zu diesen Signalen finden sich auch Auger-Peaks (KLL-Übergänge) von Sauerstoff und Eisen. Diese sind wie alle anderen aufgezählten Peaks in der Abbildung gekennzeichnet. Verunreinigungen wie Kohlenstoff (C1s: 285 eV) sind nicht erkennbar.

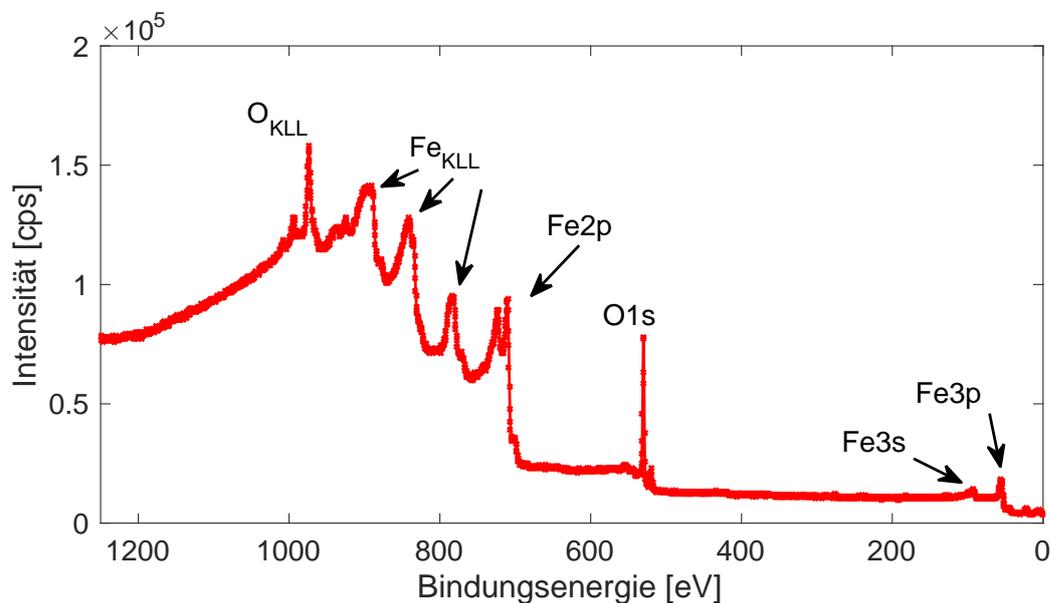


Abbildung 5.1: XP-Spektrum der Magnetitprobe mit $d = 150\text{ nm}$. Es sind Eisen- und Sauerstoffsignale in verschiedenen Bindungszuständen zu erkennen. Verunreinigungen durch Kohlenstoff (C1s: 285 eV) sind nicht zu erkennen.

Es wurde also durch das Spektrum bestätigt, dass die richtigen Elemente, nämlich Eisen und Sauerstoff, auf der betrachteten Probe vorhanden sind. Nun bleibt allerdings noch zu zeigen, ob diese auch in der richtigen Konfiguration bestehen, also nicht Eisen(II)-Oxid FeO oder Eisen(III)-Oxid Fe_2O_3 vorliegen. Besonders geeignet hierzu ist die Betrachtung der Eisen 2p-Signale. Diese sind in Abbildung 5.2 dargestellt.

Das Fe_{2p} -Signal ist durch die Spin-Bahn-Kopplung in $Fe_{2p_{\frac{1}{2}}}$ und $Fe_{2p_{\frac{3}{2}}}$ aufgespalten. Bei FeO liegt Eisen lediglich in Fe^{2+} -Konfiguration vor, wodurch im 2p-Spektrum ein Satellit bei 714,7 eV zu erkennen ist. Bei Fe_2O_3 hingegen liegen lediglich Fe^{3+} -Ionen vor, weshalb ein Satellit bei 718,8 eV entsteht. In Magnetit sind sowohl Fe^{2+} - als auch Fe^{3+} -Ionen vorhanden, so dass durch Überlagerung der Signale keine einzelnen Satelliten im Fe_{2p} -Spektrum von Fe_3O_4 erkennbar sind. Der Verlauf der Messwerte gleicht jenem des

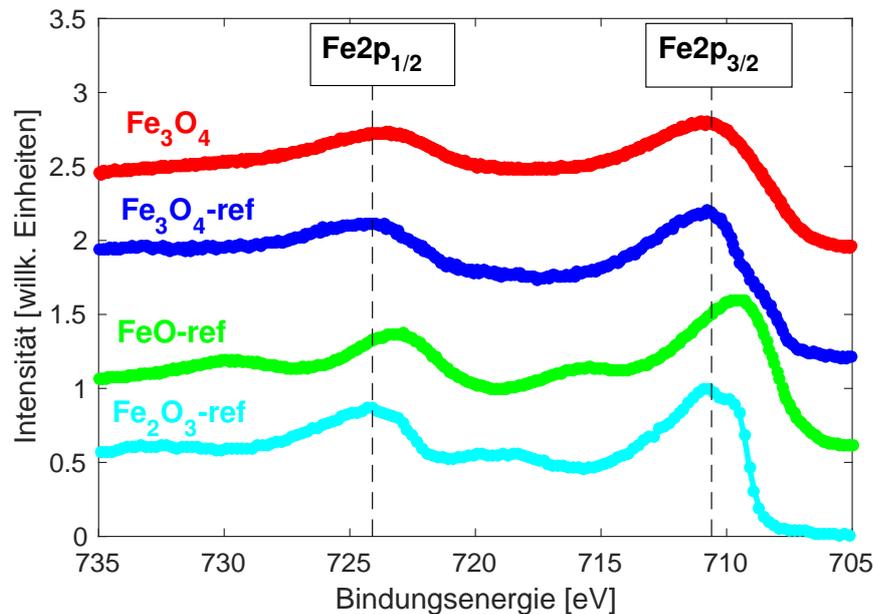


Abbildung 5.2: Fe2p-Signale der Magnetitprobe mit einer Schichtdicke von $d = 150\text{nm}$. Zum Vergleich sind Referenzspektren von FeO, Fe_2O_3 und Fe_3O_4 dargestellt. Durch die Spin-Bahn-Aufspaltung sind die $2p_{1/2}$ und $2p_{3/2}$ -Signale vorhanden. Das Referenzspektrum von Magnetit zeigt den gleichen Verlauf und die gleiche Position der Maxima wie die Messwerte. Die Referenzwerte der Bindungsenergien von $\text{Fe}2p_{1/2}$ ($724,1\text{eV}$) und $\text{Fe}2p_{3/2}$ ($710,6\text{eV}$) für Magnetit sind durch Linien gekennzeichnet [17]. Es ist zu sehen, dass die Bindungsenergien der Signale der hergestellten und der Referenz-Magnetitprobe miteinander übereinstimmen. Das Referenzspektrum von Fe_2O_3 zeigt einen Satelliten bei $718,8\text{ eV}$, das von FeO bei $714,7\text{ eV}$.

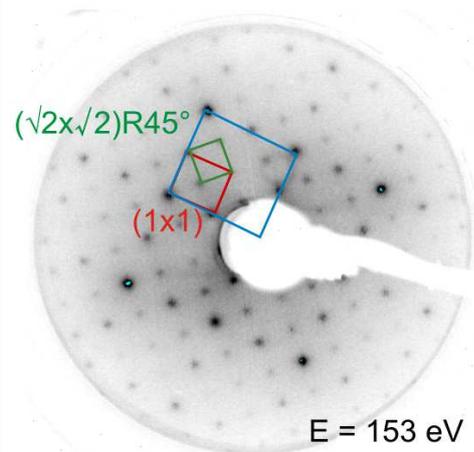
Magnetit-Referenzspektrums und die Bindungsenergien der $2p_{1/2}$ - ($724,1\text{ eV}$) und $2p_{3/2}$ -Signale ($710,6\text{ eV}$) stimmen überein.

5.1.2 LEED-Ergebnisse

Bei der LEED-Messung werden Bilder der Magnetitoberfläche im reziproken Raum ausgewertet. Diese Daten liegen für die Eisenproben nicht vor und können auch nicht nachgeholt werden, da sich die Proben bereits außerhalb des UHV befinden und sich demnach bereits Adsorbate auf der Oberfläche befinden. Beispielhaft für alle Magnetitproben ist in Abbildung 5.3 das LEED-Bild der Magnetitprobe mit $d = 19\text{ nm}$ bei einer Elektronenenergie von 153 eV zu sehen. In den LEED-Messungen aller weiteren Magnetitproben sind identische Strukturen mit vergleichbarer kristalliner Ordnung zu sehen. In der Abbildung sind die verschiedenen Strukturen gekennzeichnet, welche durch die Reflexe im reziproken Raum gebildet werden.

Im LEED-Bild sind beide Strukturen erkennbar, welche für Magnetit erwartet werden. Es finden sich sowohl die (1×1) -Oberflächeneinheit zelle als auch die um 45° dazu versetzte

Abbildung 5.3: LEED-Bild der Magnetitprobe mit $d=19\text{nm}$ bei einer Elektronenenergie von $E = 153\text{ eV}$. Die rote Struktur kennzeichnet die (1×1) -Oberflächeneinheit von Magnetit, in grün ist die $(\sqrt{2}\times\sqrt{2})R45^\circ$ -Überstruktur markiert. Die blaue Zelle entspräche der Oberflächenstruktur von MgO im reziproken Raum. Aufgrund der großen Schichtdicke sind hier allerdings keine Reflexe des Substrates mehr erkennbar.



$(\sqrt{2}\times\sqrt{2})R45^\circ$ -Überstruktur. Die Reflexe sind zudem scharf und von geringem Untergrund überlagert, was auf eine gut geordnete kristalline Oberfläche zurückzuführen ist.

5.2 XRR-Ergebnisse

Die hergestellten Proben unterscheiden sich anhand der Dicken der aufgedampften Schichten. Bei der Herstellung wurde darauf geachtet, dass die experimentellen Bedingungen wie die Temperatur, der Sauerstoffpartialdruck, die Leistung des Verdampfers und somit der Teilchenfluss aus der Patrone identisch waren. Die Aufdampfzeit wurde von Probe zu Probe halbiert, begonnen mit 10 Minuten bei der ersten bis zu 37 Sekunden für die letzte Probe. Um die Schichtdicken zu bestimmen, wurde eine Probe mittels XRR an der Universität Bielefeld vermessen. Die Messwerte und deren Auswertung sind in Abbildung 5.4 dargestellt.

Die dargestellten Messwerte der Magnetitprobe zeigen deutliche sogenannte KIESSIG-Fringes. Zur Auswertung wurden verschiedene Parameter verwendet, um einen bestmöglichen Fit zu erhalten. Hierzu gehören unter anderem die Brechungsindizes, die Rauheit an den Grenzflächen und die Schichtdicke d .

Für die gemessene Probe ergibt sich ein Wert von $d = 38\text{ nm}$. Da die Aufdampfzeit für zwei aufeinanderfolgende Proben halbiert wurde, wird davon ausgegangen, dass das Verhältnis der Dicken zweier nacheinander hergestellten Schichten ca. 2:1 beträgt. Somit ergeben sich folgende Schichtdicken (in Reihenfolge der Herstellung der Proben):

- Fe_3O_4/MgO $d = 150\text{ nm}$
- Fe_3O_4/MgO $d = 76\text{ nm}$
- Fe_3O_4/MgO $d = 38\text{ nm}$
- Fe_3O_4/MgO $d = 19\text{ nm}$
- Fe_3O_4/MgO $d = 10\text{ nm}$

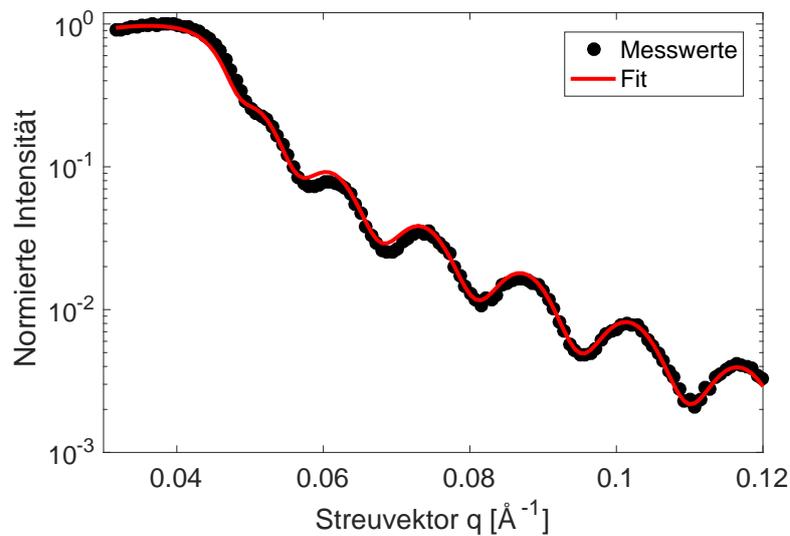


Abbildung 5.4: XRR-Auswertung der Magnetitprobe mit $d = 38$ nm. Die normierte Intensität ist gegen den Streuvektor q aufgetragen. Es sind deutliche KIESSIG-Fringes zu erkennen und der Fit ergibt eine Schichtdicke von $d = 38$ nm.

5.3 VSM-Ergebnisse

Der grundsätzliche Versuchsaufbau des Vibrating Sample Magnetometers ist in Kapitel 4 dargestellt, die theoretischen Grundlagen zu dieser Messmethode finden sich in Kapitel 2.

Zu Beginn jeder Messung wird die Probe mit einem Kleber am Aufsatz für In-Plane-Messungen am VSM angebracht. Hiernach erfolgt eine Justage in alle drei Raumrichtungen, um die Probe im Zentrum des extern angelegten Magnetfeldes zu positionieren. Beim Einsetzen der Probe wird versucht, ihre Position bezüglich ihrer kristallinen Struktur bei allen Proben identisch zu halten. Dies bedeutet, dass die Kanten der Probe, welche der $\langle 100 \rangle$ -Richtung des Substrates entsprechen, parallel zum Magnetfeld zu halten sind.

Es wird außerdem eine Referenzmessung mit dem reinen Substrat durchgeführt, um einen möglichen Einfluss der Halterung, bestehend aus einem Quartzstab, einem Probenhalter aus flourcarbonbasiertem Polymer und dem Substrat auf das gemessene magnetische Moment zu ermitteln.

Im Folgenden werden zuerst die Ergebnisse der Magnetit-Proben betrachtet, anschließend die der Eisenproben.

Eine Beispielhysterese von Magnetit ist in Abbildung 5.5 dargestellt. Diese legt nahe, dass keine Sättigung einzutreten scheint. Da allerdings auch Messungen bis 10.000 G keine Abhilfe schaffen, ist davon auszugehen, dass es einen Untergrundeinfluss unter dem eigentlichen Signal gibt, welcher von Substrat, Probenstab und -halter stammt. Um dies zu bestätigen, wurde eine Referenzmessung mit Substrat durchgeführt und ein linear ansteigender Untergrund bestätigt, welcher dem Verlauf der gemessenen Hysteresen bei hohen Magnetfeldern entspricht.

Zum Bereinigen wurden durch jede Hysterese am unteren und am oberen Ende bis zur

Aufspaltung zwei Geraden gelegt. Über diese Geraden wurde gemittelt und der damit erhaltene lineare Untergrund von der Ursprungshysterese abgezogen. Dies ist vergleichbar mit einer Bereinigung der Messwerte durch die Referenzmessung mit dem reinen Substrat.

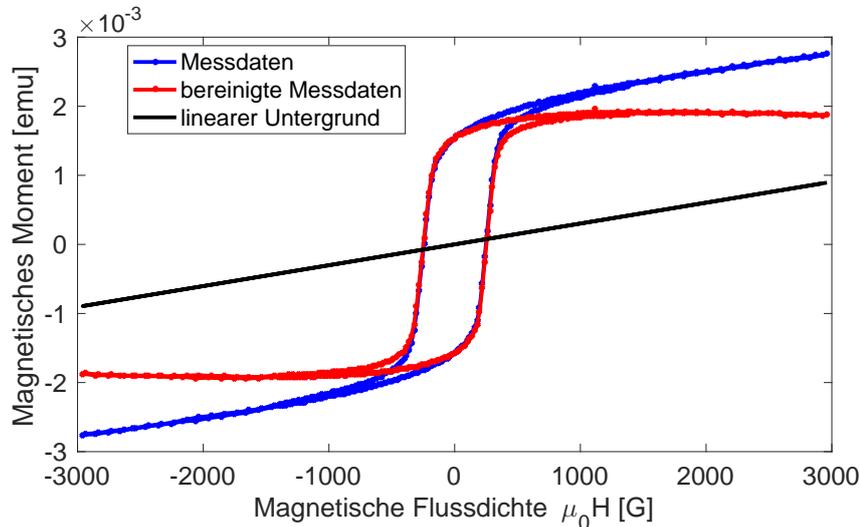


Abbildung 5.5: Bereinigung einer Hysterese mit Fit am Beispiel einer Magnetitschicht von $d = 150$ nm. Die gemessene Hysterese ist in blau dargestellt. Die in schwarz dargestellte Gerade ergibt sich durch lineare Regression der Bereiche von -3000 G bis -1000 G und 1000 G bis 3000 G. Durch Subtraktion des damit erhaltenen linearen Untergrunds von den Messdaten ergibt sich die bereinigte Hysterese (rot).

5.3.1 Magnetit-Proben

Die fünf Magnetitproben wurden im VSM mit einer Auflösung von 2° - bzw. 4° -Schritten vermessen. Das von außen angelegte Magnetfeld beträgt hier ebenfalls immer 3000 G bis -3000 G. Die Werte der Remanenzen sind gesammelt in Abbildung 5.6 dargestellt. Die Messwerte für die Koerzitivfelder der Magnetitproben finden sich in Abbildung 5.7.

$\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MgO}$, $d = 150\text{nm}$

Sowohl im Koerzitivfeld als auch in der Remanenz ist eine Vierzähligkeit zu erkennen. Deren magnetisch leichte Richtungen liegen bei 0° , 90° , 180° und 270° , die schweren Richtungen entsprechend bei 45° , 135° , 225° und 315° . Die magnetisch leichten Richtungen entsprechen folglich den $[0\ 1\ 0]$ -, $[\bar{1}\ 0\ 0]$ -, $[0\ \bar{1}\ 0]$ - und $[1\ 0\ 0]$ - Richtungen des Kristalls. Die Koerzitivfeldwerte erstrecken sich in etwa über eine Spanne von 50 G, die Remanenz über knapp $2,5 \frac{\mu\text{B}}{\text{f.u.}}$.

$\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MgO}$, $d = 76\text{nm}$

Eine vierzählige Anisotropie ist in den Messwerten der Remanenz und des Koerzitivfeldes der Magnetitprobe mit Schichtdicke $d = 76$ nm deutlich erkennbar, welche in leichter magnetischer Richtung bei 0° , 90° , 180° und 270° liegt. Dies entspricht der kristallographischen Ausrichtung in $[0\ 1\ 0]$ -, $[\bar{1}\ 0\ 0]$ -, $[0\ \bar{1}\ 0]$ - und $[1\ 0\ 0]$ -Richtung. Zwei der Maxima und

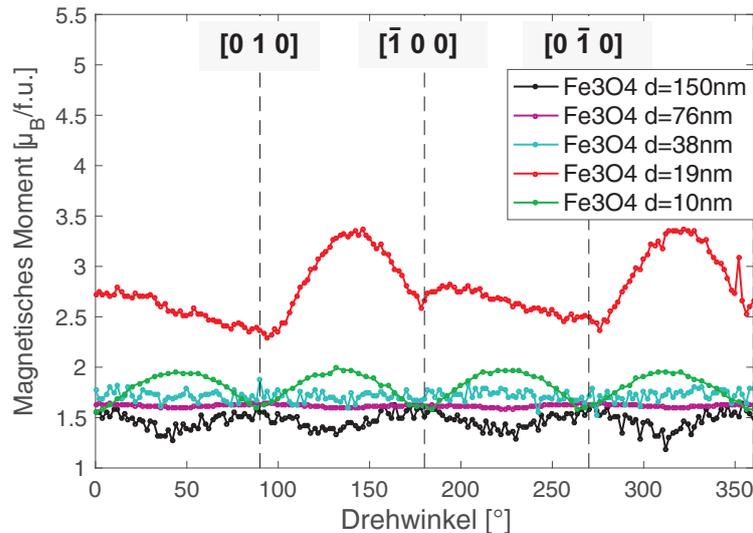


Abbildung 5.6: Vergleich der Remanenzen aller Magnetitproben. Die Kristallrichtungen sind mit gestrichelten Linien eingezeichnet. Für die beiden dicksten Magnetitproben ($d=150$ nm und $d=76$ nm) befinden sich die magnetisch leichten Richtungen in $[0 1 0]$, $[\bar{1} 0 0]$, $[0 \bar{1} 0]$ und $[1 0 0]$ - Richtung. Die mittlere Magnetitschicht mit $d = 38$ nm zeigt ein isotropes Verhalten. Die beiden Proben mit den dünnsten Schichtdicken $d = 19$ nm und $d = 10$ nm zeigen ihre magnetisch leichten Richtungen in $[1 1 0]$ -, $[\bar{1} 1 0]$ -, $[\bar{1} \bar{1} 0]$ - und $[1 \bar{1} 0]$ -Richtung des Kristalles. Die Richtung der vierzähligen magnetischen Anisotropie verschiebt sich also zwischen den beiden dünnen und den beiden dicken Schichten um 45° .

Minima des Koerzitivfeldes liegen jeweils bei einem höheren Koerzitivfeldwert als die anderen beiden, in abwechselnder Reihenfolge. Es ist also ebenfalls eine uniaxiale Anisotropie vorhanden.

$\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MgO}$, $d = 38$ nm

Die Magnetitprobe mit einer mittleren Schichtdicke $d=38$ nm zeigt in der Remanenz und im Koerzitivfeld keine vierzählige Anisotropie. Die Messwerte sind im Koerzitivfeld um ca. 8 G gestreut, die Remanenz zeigt eine unregelmäßige Streuung um einen Wert von $1,7 \frac{\mu_B}{f.u.}$.

$\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MgO}$, $d = 19$ nm

Im Koerzitivfeld der zweitdünnsten Magnetitprobe mit $d = 19$ nm sind sehr eindeutig die Maxima und Minima zu erkennen, welche die Vierzähligkeit darstellen. Zusätzlich hierzu sind bei dieser Probe erstmalig scharfe, lokale Maxima in den schweren Richtungen bei ca. 90° , 180° , 270° und 360° des Drehwinkels bzw. den Kristallrichtungen $[0 1 0]$, $[\bar{1} 0 0]$, $[0 \bar{1} 0]$ und $[1 0 0]$ zu erkennen. Es ist keine uniaxiale Anisotropie festzustellen. Die Remanenz hingegen zeigt ein anderes Verhalten. Hier sind lediglich bei ca. 135° und 315° zwei deutliche Maxima erkennbar. 90° versetzt dazu existieren hier nun allerdings keine Minima. Vielmehr scheint es, als läge unter diesen beiden Hauptmaxima eine weitere Zweizähligkeit, dessen geringere Maxima bei 180° und 360° liegen. Somit erscheint das Bild der

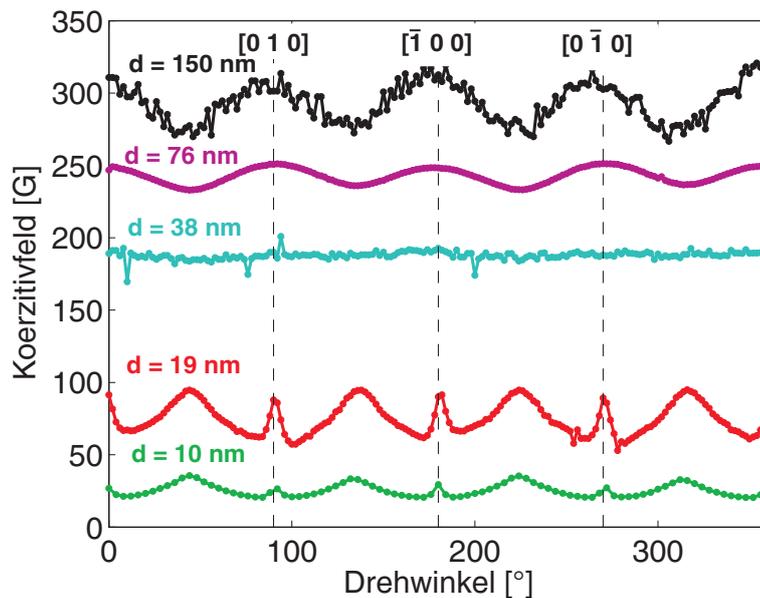


Abbildung 5.7: Vergleich der Koerzitivfelder aller Magnetitproben. Es ist zu erkennen, dass die Absolutwerte des Koerzitivfeldes für die Magnetitproben mit sinkender Schichtdicke ebenfalls absinken. Die Anisotropien sind dabei unterschiedlich stark ausgeprägt. Für die beiden dicksten Schichten befinden sich die magnetisch leichten Richtungen in der $[0\ 1\ 0]$ -, $[\bar{1}\ 0\ 0]$ -, $[0\ \bar{1}\ 0]$ - und $[1\ 0\ 0]$ - Richtung des Kristalls. Für die mittlere Schichtdicke $d = 38\text{ nm}$ ist wie in der Remanenz auch hier keine magnetische Anisotropie zu erkennen. Die beiden Proben mit der dünnsten Magnetitschichten zeigen eine Verschiebung der magnetisch leichten Achsen um 45° . Diese befinden sich nun in $[1\ 1\ 0]$ -, $[\bar{1}\ 1\ 0]$ -, $[\bar{1}\ \bar{1}\ 0]$ - und $[1\ \bar{1}\ 0]$ -Richtung des Kristalls.

unterliegenden uniaxialen Anisotropie, wobei das magnetische Moment der unterliegenden Struktur lediglich bei etwa 85% der Hauptmaxima liegt.

$\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MgO}$, $d = 10\text{ nm}$

Die Probe mit der dünnsten aufgedampften Magnetit-Schicht mit $d = 10\text{ nm}$ zeigt in Remanenz und Koerzitivfeld den eindeutigen Verlauf einer vierzähligen magnetischen Anisotropie. Die Maxima des Koerzitivfeldes laufen sehr spitz zusammen wie bei der Probe mit $d = 19\text{ nm}$. Auch in diesem Graphen sind wieder scharfe, lokale Nebenmaxima erkennbar. Es ist erkennbar, dass sie noch spitzer als die Hauptmaxima zusammenlaufen und nicht deren Koerzitivfeldhöhe erreichen. Die Maxima befinden sich bei 45° , 135° , 225° und 315° , die Nebenmaxima um 45° dazu versetzt. Die breiten Hauptmaxima entsprechen auch hier den magnetisch leichten Richtungen der Probe. Die Remanenz dieser Probe zeigt ebenfalls eine sehr gleichmäßige Vierzähligkeit, deren Minima und Maxima jeweils in den gleichen Kristallrichtungen wie beim Koerzitivfeld liegen. In der Remanenz zeigen sich in den schweren Achsen keine scharfen, lokalen Maxima sondern Minima.

5.3.2 Eisen-Proben

Im Folgenden werden die VSM-Messergebnisse der beiden Fe/MgO-Proben ausgewertet. Die Remanenzwerte finden sich in Abbildung 5.8, die zu den Eisenproben zugehörigen Koerzitivfeldwerte sind in Abbildung 5.9 dargestellt.

Beide Eisenproben wurden bereits im Vorfeld dieser Bachelorarbeit angefertigt, weswegen über die genauen Bedingungen ihrer Herstellung oder mögliche danach entstandene Verunreinigungen keine Aussage getroffen werden kann.

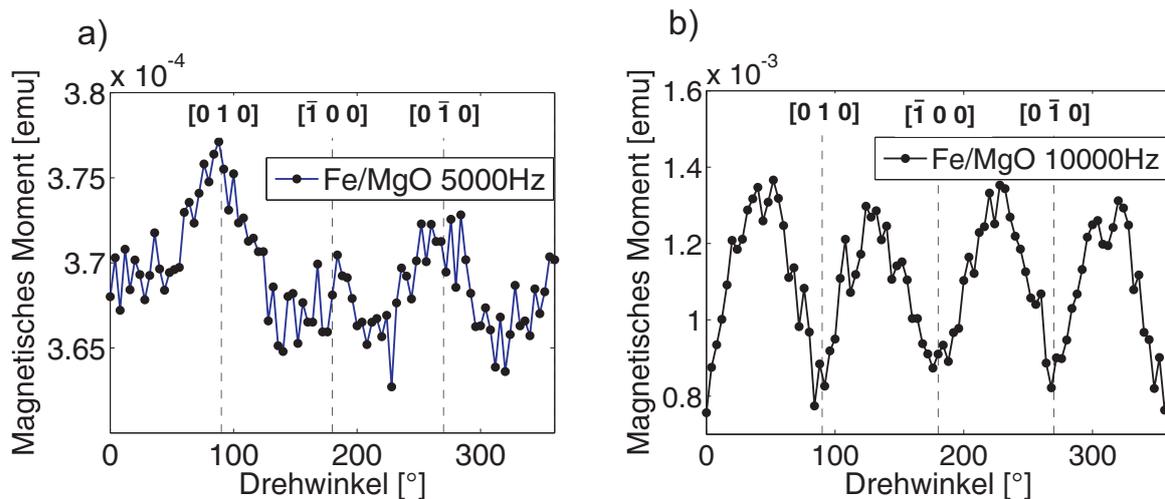


Abbildung 5.8: Remanenzwerte der beiden Eisenschichten im Vergleich. In a) ist die dünnere Eisenschicht $\Delta f = 5000 \text{ Hz}$ aufgetragen, in b) die dickere Schicht mit $\Delta f = 10000 \text{ Hz}$. Bei der dickeren der beiden Eisenschichten zeigt sich eine deutliche vierzählige Anisotropie. Deren magnetisch schweren Richtungen liegen entlang der Kristallrichtungen $\langle 100 \rangle$ und $\langle 010 \rangle$ des Substrats. Die magnetisch leichten Richtungen liegen um 45° versetzt dazu. Die dünnere Probe zeigt eine uniaxiale Anisotropie mit deutlich geringerer Amplitude und Maxima entlang der $\langle 010 \rangle$ Kristallachse des Substrats.

Fe/MgO - 5000Hz

Die Messwerte für Koerzitivfeld und Remanenz der Probe mit dünnerer Eisenschicht $\Delta f = 5000 \text{ Hz}$ in Abbildung 5.8 a) und 5.9 a) zeigen, dass in der Remanenz eine uniaxiale Anisotropie entlang der $\langle 010 \rangle$ -Kristallachse des Substrats vorhanden ist. Die Amplitude ist deutlich geringer als jene der dickeren Eisenprobe. Das Koerzitivfeld zeigt hingegen isotropes Verhalten.

Fe/MgO - 10.000Hz

Die Messergebnisse der zweiten Eisenprobe, welche die dickere Eisenschicht mit $\Delta f = 10.000 \text{ Hz}$ besitzt, sind in den Abbildungen 5.8 b) und 5.9 b) dargestellt. In Remanenz und Koerzitivfeld dieser Probe zeigt sich jeweils deutlich eine Vierzähligkeit. Die Maxima der Messwerte liegen bei $45^\circ, 135^\circ, 225^\circ$ und 315° , also in $[1\ 1\ 0]$ -, $[\bar{1}\ 1\ 0]$ -, $[\bar{1}\ \bar{1}\ 0]$ - und $[1\ \bar{1}\ 0]$ -Richtung des Substrates. Hier finden sich folglich auch die magnetisch leichten Richtungen der Kristallanisotropie der Probe.

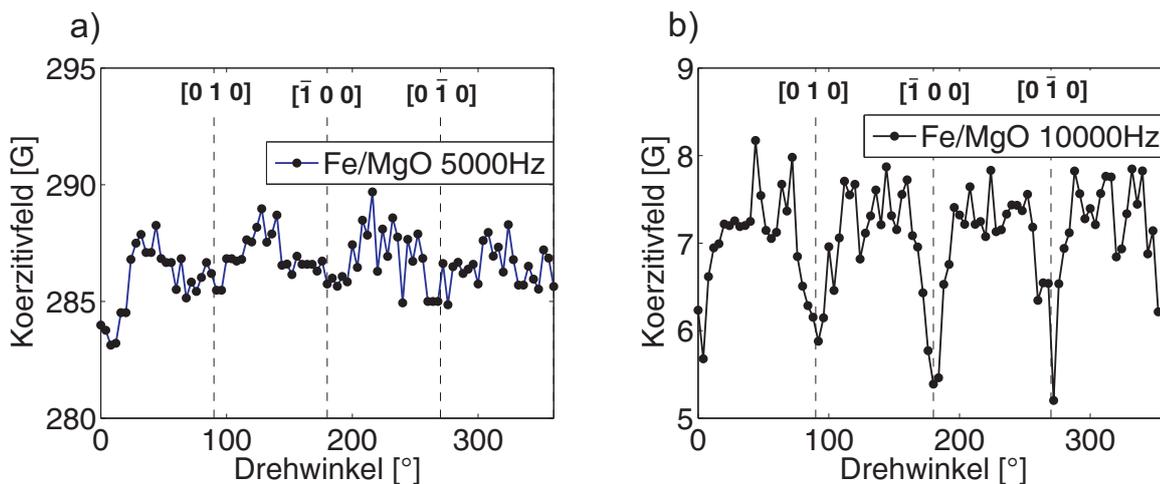


Abbildung 5.9: Vergleich der Koerzitivfelder der beiden Eisenproben. In der dünneren Eisenprobe in a) zeigt sich keine eindeutige Anisotropie. Das mittlere Koerzitivfeld liegt bei ca. 287 G. Die dickere von beiden Eisenproben in b) zeigt eine deutlich ausgeprägte vierzählige magnetische Anisotropie. Die magnetisch schweren Achsen liegen hier entlang der $\langle 100 \rangle$ und $\langle 010 \rangle$ Richtungen des Substrats. Das mittlere Koerzitivfeld beträgt ca. 7 G.

Hauptsächlich bei der Eisenprobe $\Delta f = 10.000$ Hz ist eine Anisotropie in Remanenz und Koerzitivfeld vorhanden. Vergleicht man die Absolutwerte der beiden Proben, so fällt auf, dass die Remanenz der Eisenprobe mit geringerer Schichtdicke ein um eine Größenordnung kleineres Signal als die zweite Eisenprobe aufweist. Im Koerzitivfeld hingegen zeigen sich hier deutlich höhere Werte, der Unterschied beträgt über eine Größenordnung. Die Werte der dünneren Eisenprobe liegen hier im Bereich von 285 G. Dies ist sehr ungewöhnlich für Eisen, was normalerweise eine sehr schmale, geschlossene Hysterese aufweist.

5.3.3 VSM-Messungen im Vergleich

Betrachtet man die Messergebnisse für das Koerzitivfeld und die Remanenz der Magnetit-Proben, so fällt auf, dass bis auf jene mit $d = 38$ nm immer eine Vierzähligkeit zu erkennen ist. Es hebt sich lediglich die Magnetitprobe mit einer Schichtdicke von $d = 19$ nm ab. Bei Magnetit ist mit zunehmender Schichtdicke eine Drehung der magnetischen Achsen um 45° bezüglich der lateralen Kristallachsen zu erkennen. Dies lässt sich sowohl im Koerzitivfeld als auch in der Remanenz beobachten.

Weiterhin lässt sich erkennen, dass das Koerzitivfeld mit zunehmender Schichtdicke steigt, was deutlich in Abbildung 5.7 zu erkennen ist. Die mittlere Remanenz bleibt hingegen konstant, bis auf die 19 nm dicke Magnetitschicht, welche eine größere Remanenz aufweist.

In Abbildung 5.10 wird für jede Magnetitschicht beispielhaft eine Hysterese in jeweils magnetisch leichter Richtung dargestellt. Die Zunahme des Koerzitivfeldes mit steigender Schichtdicke, sowie die Konstanz in der Remanenz (ausgenommen die Schicht mit $d = 19$ nm) lassen sich gut erkennen. Auch die Sättigungsmagnetisierungen bleiben für die

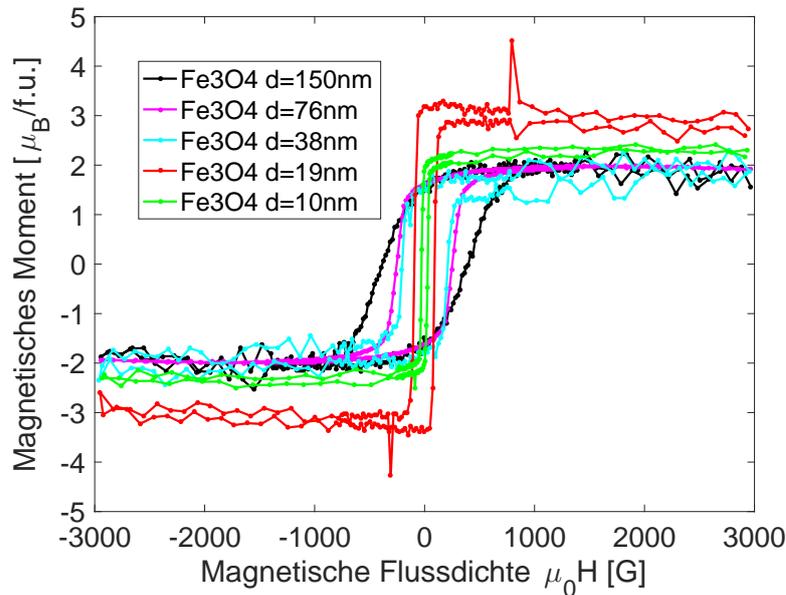


Abbildung 5.10: Vergleich der Hysterese der Magnetischen Schichten in magnetisch leichter Richtung, gemessen mit dem VSM. Je größer die Schichtdicke ist, desto stärker spaltet die Hysterese auf. Es zeigt sich für $d = 19 \text{ nm}$ die größte Sättigungsmagnetisierung von $3 \mu_B/\text{f.u.}$

verschiedenen Schichten mit $m_{\text{sat}} \approx 2 \pm 0,3 \frac{\mu_B}{\text{f.u.}}$ konstant. Eine Ausnahme stellt alleine die 19 nm dicke Magnetische Schicht mit einer Sättigungsmagnetisierung von $3 \frac{\mu_B}{\text{f.u.}}$ dar.

Um die unterschiedliche Menge an magnetischem Material, bedingt durch Probengröße und Schichtdicke, zu berücksichtigen, wurde das magnetische Moment auf $\frac{\mu_B}{\text{f.u.}}$ skaliert. Die Schichtdicken wurden der XRR-Messung entnommen.

Die Hysterese der beiden Eisenfilme in magnetisch leichter Richtung sind in Abbildung 5.11 dargestellt.

Für die dünnere Eisenschicht ($\Delta f = 5000 \text{ Hz}$) ist die Hysterese mit einem Koerzitivfeld von 285 G sehr weit aufgespalten. Im Kontrast dazu steht die Hysterese für die dickere Eisenschicht ($\Delta f = 10000 \text{ Hz}$), welche eine geringe Aufspaltung mit einem Koerzitivfeld von 7 G und einer größeren Sättigungsmagnetisierung von $1,2 \cdot 10^{-3} \text{ emu}$ aufweist, wobei die Probengröße identisch ist. Der Verlauf ähnelt eher einer Hysterese von Magnetit als der von Eisen mit geringerer Aufspaltung. Vermutlich haben an der Probenoberfläche bereits Verunreinigungen stattgefunden. Es besteht die Möglichkeit, dass es sich nicht (mehr) um eine Eisen- aber um eine Magnetische Schicht handelt.

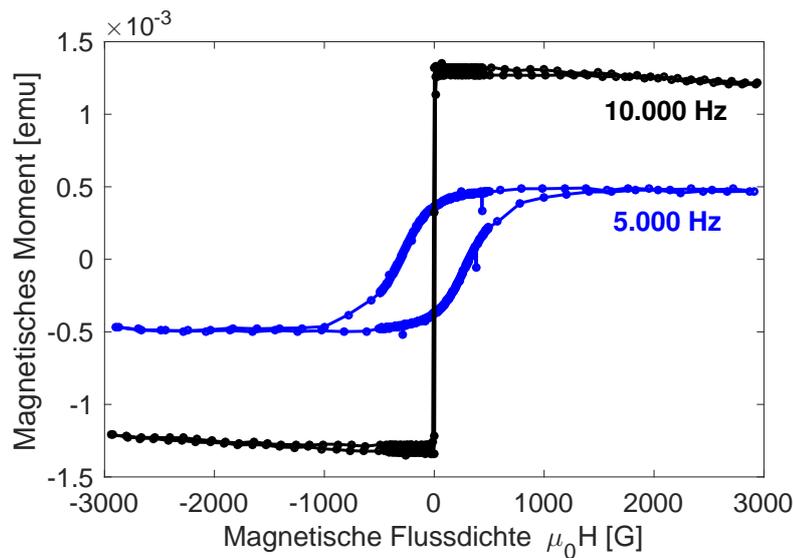


Abbildung 5.11: Vergleich der Hysterese von Eisen in magnetisch leichter Richtung. Es ist auffällig, dass die Hysterese der dickeren Eisenschicht ($\Delta f = 10000$ Hz) eine deutlich schmalere Hysterese besitzt als die dünnere Schicht. Die Hysterese der Probe mit geringerer Eisenschichtdicke hingegen zeigt nicht die typisch schmale Hysterese wie von Eisen erwartet.

5.4 Ergebnisse der MOKE-Messungen

In diesem Kapitel werden die Messergebnisse vorgestellt, welche mit dem MOKE-Aufbau ermittelt wurden. Eine ausführliche Beschreibung des Messaufbaus findet sich in Kapitel 4, die entsprechende Theorie in Kapitel 2.

Es werden die Remanenz und das Koerzitivfeld in Abhängigkeit des Drehwinkels dargestellt. Die Remanenz erlaubt lediglich qualitative Vergleiche der magnetischen Probeneigenschaften. Eine Aussage über absolute Werte ist hier nicht möglich, da die Schichten nicht vollständig homogen vom Laser ausgeleuchtet werden und der Anteil des zum KERR-Effekt beitragenden Materials nicht bekannt ist. Lediglich das Koerzitivfeld erlaubt einen direkten Vergleich der unterschiedlichen Proben.

5.4.1 Magnetit-Proben

In diesem Kapitel werden die aus den gemessenen Hysterese ermittelten Werte der Remanenz und des Koerzitivfeldes für die fünf hergestellten Magnetit-Proben dargestellt.

Die Remanenzwerte aller Magnetitproben finden sich in Abbildung 5.12. Dabei sind die Messwerte der verschiedenen Proben aus Gründen der Übersichtlichkeit und zur besseren Vergleichbarkeit vertikal gegeneinander verschoben. Die Messergebnisse der MOKE-Messungen zu den Koerzitivfeldern dieser Proben sind in Abbildung 5.13 dargestellt.

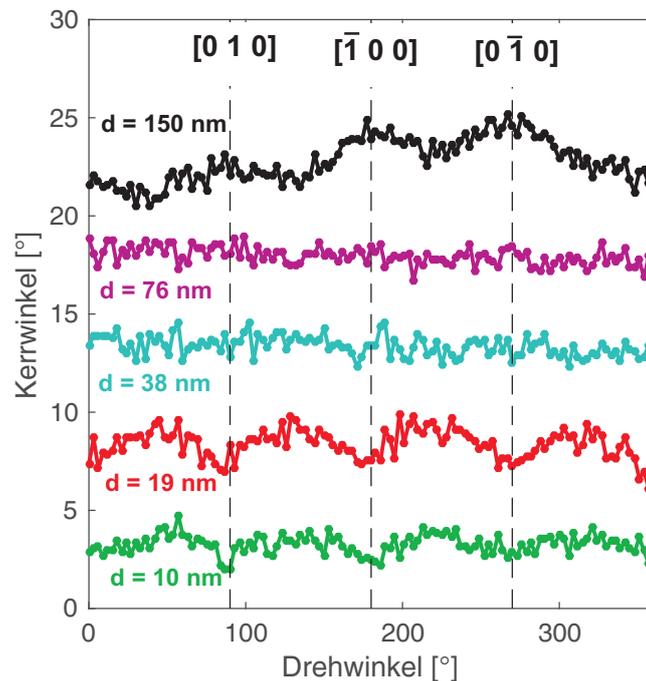


Abbildung 5.12: Vergleich der Remanenzen aller Magnetitproben aus den MOKE-Messungen. Die Messkurven sind aus Gründen der besseren Übersichtlichkeit und Vergleichbarkeit vertikal gegeneinander verschoben. Die Probe mit der dicksten Schicht $d=150\text{nm}$ zeigt eine Vierzähligkeit mit magnetisch leichten Richtungen in den $\langle 100 \rangle$ und $\langle 010 \rangle$ -Kristallrichtungen. Die Proben mit Schichtdicken von $d = 76\text{ nm}$ und $d = 38\text{ nm}$ zeigen in der Remanenz keine Anisotropie. Die beiden Proben mit geringerer Magnetit-schichtdicke zeigen die leichten Achsen der vierzähligen Anisotropie in $\langle 110 \rangle$ - und $\langle \bar{1}10 \rangle$ -Richtung, welche somit um 45° zu der magnetischen Anisotropie der dicksten Probe gedreht sind.

$\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MgO}$, $d=150\text{ nm}$

Bei der dicksten Magnetitschicht mit $d = 150\text{ nm}$ ist sowohl in der Remanenz als auch im Koerzitivfeld eine Vierzähligkeit in Abhängigkeit vom Drehwinkel zu erkennen, welche ihre Maxima bei ca. 90° , 180° , 270° und $0^\circ/360^\circ$, also in den Kristallrichtungen $[0\ 1\ 0]$, $[\bar{1}\ 0\ 0]$, $[0\ \bar{1}\ 0]$ und $[1\ 0\ 0]$ besitzt. Diese entsprechen somit den magnetisch leichten Richtungen. Um 45° versetzt dazu finden sich die schweren Achsen, an denen Koerzitivfeld und Remanenz Minima aufweisen.

Sowohl die Minima als auch die Maxima im Koerzitivfeld und der Remanenz besitzen nicht konstant den gleichen Betrag. Hier ist die Tendenz mit steigendem Drehwinkel ebenfalls steigend. Der KERR-Winkel steigt im Verlauf der Remanenz von 0° zu 270° kontinuierlich an und sinkt dann zu $0^\circ/360^\circ$ hin wieder ab. Die Spanne des KERR-Winkels in der Messung der Remanenz liegt bei etwa $2,3^\circ$. Der vierzähligen magneto-kristallinen Anisotropie ist demnach eine schwache uniaxiale Anisotropie überlagert.

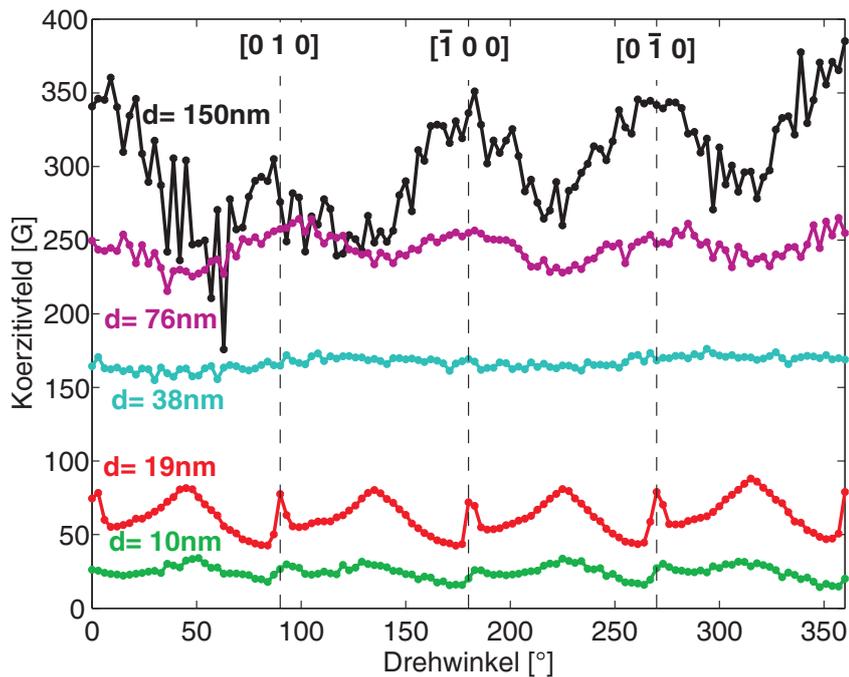


Abbildung 5.13: Vergleich der Koerzitivfelder aller Magnetitproben, welche sich aus den MOKE-Messungen ergeben. Die beiden Proben mit der dicksten Magnetitschicht weisen eine Vierzähligkeit auf. Die Maxima, daraus folgend auch die leichten Richtungen, liegen in den kristallographischen Richtungen $[0\ 1\ 0]$, $[\bar{1}\ 0\ 0]$, $[0\ \bar{1}\ 0]$ und $[1\ 0\ 0]$. Die mittlere Magnetitprobe zeigt isotropes Verhalten. Für die beiden dünnsten Schichten finden sich die leichten Achsen in den Kristallrichtungen $[1\ 1\ 0]$, $[\bar{1}\ 1\ 0]$, $[\bar{1}\ \bar{1}\ 0]$ und $[1\ \bar{1}\ 0]$. Es zeigt sich also eine Verschiebung der leichten Achsen um 45° , wenn man die beiden dicksten Schichten ($d = 150\text{ nm}$, $d = 76\text{ nm}$) mit den beiden dünnsten ($d = 19\text{ nm}$, $d = 10\text{ nm}$) vergleicht.

$\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MgO}$, $d = 76\text{ nm}$

Die Remanenz der zweitdicksten Magnetitprobe mit $d = 76\text{ nm}$ zeigt keine bemerkbaren magnetischen Anisotropien. Aus der Grafik lässt sich keine Aussage über eine Kristallanisotropie der Schicht machen. Die Werte des KERRwinkels streuen um $\pm 0,5^\circ$, weshalb der Winkel gegebenenfalls nahezu als konstant angesehen werden kann.

Im Gegensatz zur Remanenz findet sich im Koerzitivfeld eine Vierzähligkeit, bei der wie bei der Magnetitprobe mit $d = 150\text{ nm}$ die Minima und Maxima jeweils im Abstand von 90° zu erkennen sind. Die Maxima und damit die magnetisch leichten Richtungen befinden sich auch hier bei 90° , 180° , 270° und 360° . Diese entsprechen den Kristallrichtungen $[0\ 1\ 0]$, $[\bar{1}\ 0\ 0]$, $[0\ \bar{1}\ 0]$ und $[1\ 0\ 0]$. Die Höhe der Minima und Maxima ist annähernd konstant. Die Minima und damit die magnetisch schweren Achsen sind wiederum um 45° zu den leichten Richtungen versetzt.

Fe₃O₄/MgO, d = 38 nm

Die Messwerte der Remanenz lassen keine Aussage über eine Kristallanisotropie der Schicht mit $d = 38$ nm zu. Die Messwerte streuen um ca. 2° des KERR-Winkels. Die in Abbildung 5.13 dargestellten Messwerte des Koerzitivfeldes zeigen nicht das für dickere Schichten beobachtete Verhalten. Hier ist lediglich eine schwach ausgeprägte Zweizähligkeit mit Maxima bei ca. 135° und 315° zu erkennen. Somit liegt eine uniaxiale Anisotropie entlang der $\langle \bar{1}10 \rangle$ -Achse des Substrats vor.

Fe₃O₄/MgO, d = 19 nm

Das Koerzitivfeld und die Remanenz der zweitdünnsten Probe mit $d = 19$ nm zeigen eine deutliche Vierzähligkeit mit Maxima bei 45° , 135° , 225° und 315° . Die magnetisch leichten Richtungen liegen also in den $\langle 110 \rangle$ - und $\langle \bar{1}10 \rangle$ -Achsen. Die Minima sind um 45° hierzu versetzt. Die Minima und Maxima liegen hier jeweils näherungsweise einen konstanten Wert. Eine Überlagerung mit einer anderen, beispielsweise uniaxialen Anisotropie lässt sich hier somit nicht erkennen.

Im Koerzitivfeld finden sich neben den Maxima in den magnetisch leichten Richtungen erstmalig auch scharfe, lokale Nebenmaxima in den magnetisch schweren $\langle 100 \rangle$ und $\langle 010 \rangle$ -Achsen.

Fe₃O₄/MgO, d = 10 nm

In den Messwerten des Koerzitivfeldes und der Remanenz der Probe mit einer Schichtdicke von $d = 10$ nm findet sich eine Vierzähligkeit mit den magnetisch leichten Richtungen in den $\langle 110 \rangle$ - und $\langle \bar{1}10 \rangle$ -Achsen. Auch hier ist die magnetokristalline Anisotropie damit um 45° gedreht im Vergleich zu den beiden dicksten Proben. Zwar ist die beobachtete Anisotropie nicht mehr so stark ausgeprägt wie bei der Probe mit doppelt so großer Schichtdicke mit $d = 19$ nm, jedoch sind im Koerzitivfeld auch hier erneut lokale Nebenmaxima in den magnetisch schweren Richtungen zu beobachten.

Selbst die dünnste Magnetitschicht ist also nicht zu dünn, um noch ein deutlich sichtbares, magnetisches Signal mittels MOKE zu detektieren.

5.4.2 Eisen-Proben

Die Remanenzwerte, welche sich aus dem MOKE-Messungen der Eisenproben ergeben, finden sich in Abbildung 5.14, die Koerzitivfelder in Abbildung 5.15.

Fe/MgO - 5000Hz

Die Remanenz der dünnen Eisenschicht zeigt eine sehr schwache vierzählige Anisotropie, die von einem hohen Rauschen überlagert ist. Das Koerzitivfeld lässt hingegen keine Aussage über magnetisches Anisotropieverhalten der Probe zu. Auch diese Messwerte sind, hier allerdings von stärkerem Rauschen, überlagert.

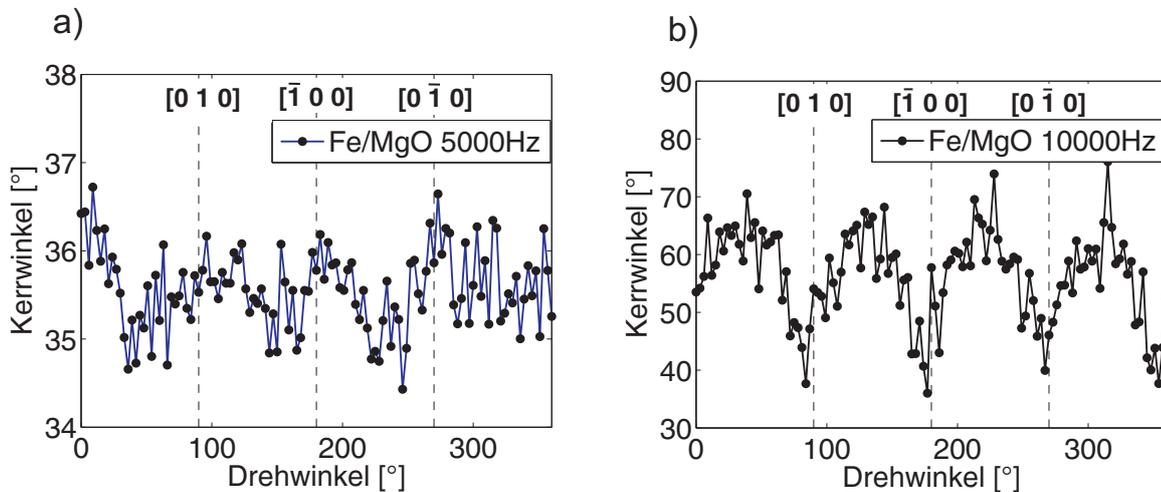


Abbildung 5.14: Vergleich der Remanenzen der beiden Eisenproben. Bei der dünneren Eisenprobe in a) ist eine schwache Vierzähligkeit erkennbar. Bei der Probe mit dickerer Eisenschicht in b) ist eine deutliche Vierzähligkeit vorhanden. Die leichten Achsen liegen in den Kristallrichtungen $[1\ 1\ 0]$, $[\bar{1}\ 1\ 0]$, $[\bar{1}\ \bar{1}\ 0]$ und $[1\ \bar{1}\ 0]$.

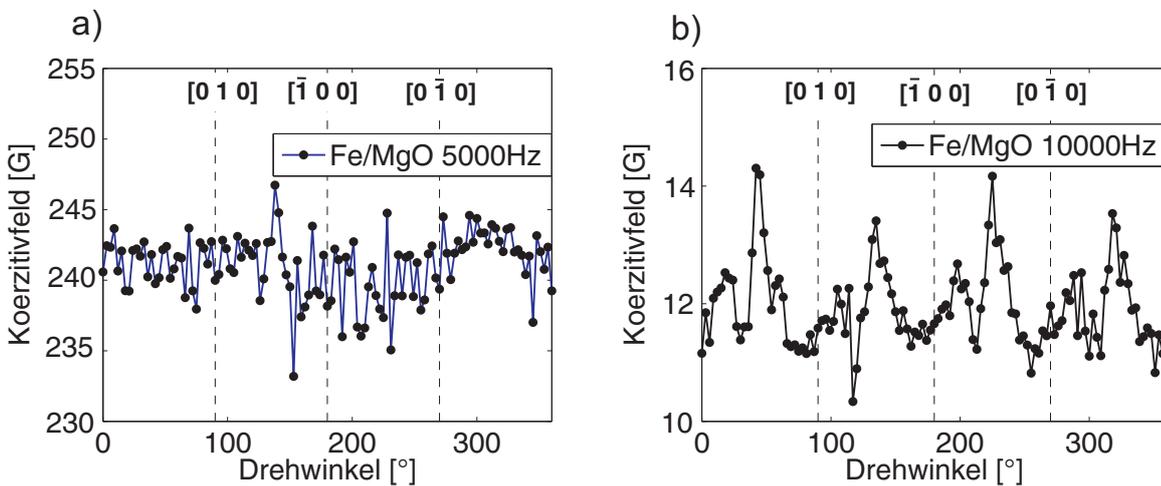


Abbildung 5.15: Vergleich der Koerzitivfelder der beiden Eisenproben. Bei der dünneren Eisenschicht in a) ist keine Anisotropie erkennbar. Bei der Probe mit größerer Schichtdicke in b) ist eine vierzählige Anisotropie mit leichten Achsen in den Kristallrichtungen $[1\ 1\ 0]$, $[\bar{1}\ 1\ 0]$, $[\bar{1}\ \bar{1}\ 0]$ und $[1\ \bar{1}\ 0]$ zu sehen, welche in jeder Richtung jeweils zwei Maxima mit unterschiedlicher Amplitude aufweist.

Fe/MgO - 10000Hz

Remanenz- und Koerzitivfeldwerte der MOKE-Messung der dickeren Eisenschicht mit $\Delta f = 10000$ Hz zeigen erneut eine Vierzähligkeit. Die Maxima liegen in Koerzitivfeld und Remanenz bei ca. 45° , 135° , 225° und 315° , die Minima jeweils etwa um 45° dazu versetzt.

Die Werte zeigen in Remanenz und Koerzitivfeld eine eindeutige Vierzähligkeit, deren Maxima bei ca. 45° , 135° , 225° und 315° liegen. Die magnetisch leichten Achsen befinden sich damit in den $\langle 110 \rangle$ - und $\langle \bar{1}10 \rangle$ -Achsen des Kristalls.

Als Besonderheit tritt hier in der Vierzähligkeit des Koerzitivfeldes der dickeren Eisenprobe nicht ein Maximum pro magnetischer Richtung der vierzähligen Anisotropie auf, sondern zwei Maxima unterschiedlicher Amplitude.

5.4.3 MOKE-Messungen im Vergleich

Bei den Magnetitproben zeigt sich, dass die Proben mit den beiden dicksten Schichten (mit $d = 150$ nm und $d = 76$ nm) ihre magnetisch leichten Achsen in $\langle 100 \rangle$ und $\langle 010 \rangle$ -Richtung besitzen, wobei die Messung des Koerzitivfeldes hier eindeutigere Ergebnisse liefert. Die mittlere Probe mit einer Schichtdicke von $d = 38$ nm zeigt keine magnetische Anisotropie. Wird die Schichtdicke nun weiter verkleinert, dreht sich die Magnetisierungsrichtung und die magnetischen Achsen verschieben sich um 45° . Nun befinden sich die leichten Achsen in Richtung der $\langle 110 \rangle$ - und $\langle \bar{1}10 \rangle$ -Achsen des Kristalls. Für die beiden dünnsten Schichten sind in den magnetisch schweren Achsen erstmals auch Nebenmaxima in der Messung des Koerzitivfeldes zu erkennen (siehe Abbildung 5.13).

Zwischen den Richtungen der vierzähligen Anisotropien der beiden Eisenproben ist ebenfalls eine Verschiebung um 45° bezüglich der Kristallachsen zu erkennen. Für die dünnere Eisenschicht ist die Vierzähligkeit nur in der Remanenz zu erkennen, im Koerzitivfeld findet sich lediglich eine uniaxiale Anisotropie. Im Koerzitivfeld der dickeren Eisenschicht ist zusätzlich dazu noch eine Überlagerung durch eine achtzählige Anisotropie zu erkennen.

Die Absolutwerte der Kerrwinkel der Remanenz der Eisenschichten sind deutlich höher als jene der Magnetitproben, die Koerzitivfeldwerte der dünneren Eisenprobe liegen im gleichen Bereich wie jene der Magnetitschichten. Das Koerzitivfeld der dickeren Eisenschicht besitzt deutlich geringere Absolutwerte.

5.5 Ergebnisse der FMR-Messungen

In diesem Kapitel werden die Messungen ausgewertet, welche mittels Ferromagnetischer Resonanz aufgenommen wurden. Bei der FMR-Methode werden mit einem Computerprogramm die Resonanzkurven der Schichten mit einer Messwertdichte von $\Delta\mu_0 H = 10$ G aufgenommen. Mit leichten Abweichungen je gemessener Probe liegt die Spanne der verwendeten magnetischen Flussdichte zwischen 200 G und 4000 G.

Die Mikrowellenfrequenz, welche zum Erzeugen der Resonanz verwendet wird, liegt mit leichten Abweichungen bei 9,5 GHz. Die Probe wird per Goniometer wie im VSM und

MOKE um die Probennormale gedreht, hier allerdings manuell. Der Drehwinkel wurde bei allen Messungen in 5° -Schritten variiert.

Mit dieser Methode konnten lediglich Messungen an den Magnetit-Proben durchgeführt werden. Vor dem Messen der Eisenschichten im FMR trat ein Defekt in der Ansteuerung des Elektromagneten auf, weswegen die Messungen im Rahmen dieser Bachelorarbeit nicht mehr nachgeholt werden konnten.

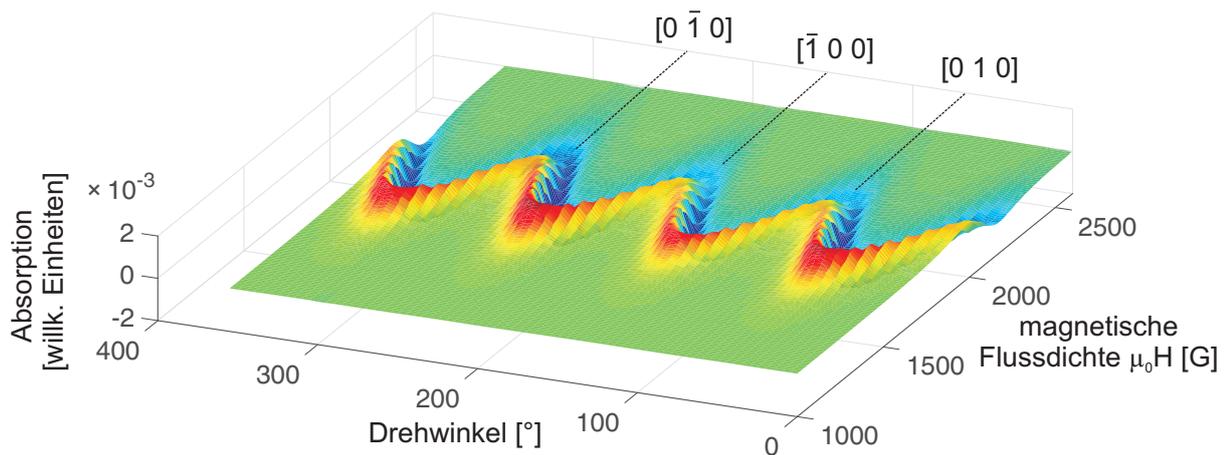


Abbildung 5.16: Resonanzkurven der Magnetitschicht mit einer Schichtdicke von $d = 19$ nm.

In Abbildung 5.16 sind beispielhaft die sich ergebenden Resonanzkurven für die Magnetitschicht mit Schichtdicke $d = 19$ nm in Abhängigkeit des Drehwinkels aufgetragen. Es ist zu beachten, dass die hier dargestellten Kurven das abgeleitete Signal der Absorption darstellen. Die maximale Absorption und damit die Erfüllung der Resonanzbedingung ist in den hier dargestellten Resonanzkurven somit im Nulldurchgang zu finden. Für die hier dargestellte Probe ist deutlich eine vierzählige magnetokristalline Anisotropie im Resonanzfeld zu erkennen. Weiterhin nimmt die Amplitude des Signals für höhere Resonanzfelder ab.

Um die Resonanzkurven bestmöglich auswerten zu können, wurden diese jeweils mit einer Gaussfunktion angefitet. Diese erwies sich als geeigneter als eine Lorentz-Funktion. In Abbildung 5.17 ist beispielhaft eine Resonanzkurve mit Fit dargestellt. Die Abweichung der Gaussfunktion von den Messwerten zeigt sich vor allem darin, dass die Gaussfunktion einen steileren Anstieg zeigt als die Messwerte, wodurch die differenzierte Absorptionskurve zu Beginn und zum Ende des Signals nicht korrekt wiedergegeben wird. Entscheidende Größen, welche aus den Kurven entnommen werden können, sind das Resonanzfeld, welches das Maximum der Absorption darstellt (dies entspricht der magnetischen Flussdichte im Nulldurchgang der abgeleiteten Resonanzkurve) und die Halbwertsbreite, welche durch den Abstand der Extrema im differenzierten Signal gegeben ist. Da diese Werte hinreichend gut durch den Fit wiedergegeben werden, wird die Gaussfunktion für die Anpassung der Messwerte in dieser Auswertung verwendet.

Die Resonanzfelder, welche durch den Fit der Gaussfunktion ermittelt werden konnten, wurden anschließend in Abhängigkeit vom Drehwinkel dargestellt und angepasst (siehe

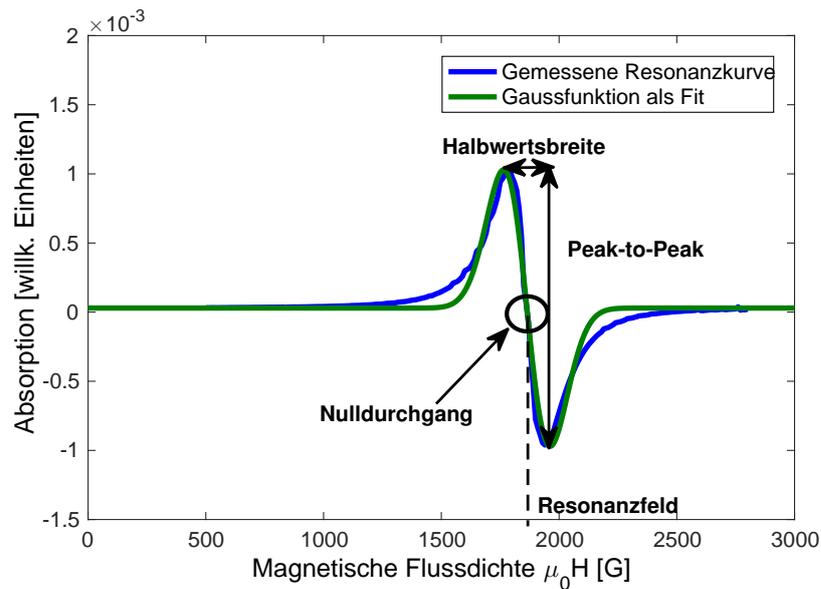


Abbildung 5.17: Beispielresonanzkurve mit einer abgeleiteten Gaussfunktion als Fit. Die Positionen der Extrema und des Nulldurchgangs und die Messwerte der Halbwertsbreite und des Resonanzfeldes werden hinreichend gut durch den Fit beschrieben.

Abbildung 5.18). Die Simulation dieser Messwerte berücksichtigt Parameter wie eine vierzählige, achtzählige und uniaxiale Anisotropie in verschiedenen starken Ausprägungen. Die hierfür zugrunde liegende Theorie findet sich in [18].

Die sich ergebenden Resonanzfeldwerte für die verschiedenen dicken Magnettschichten sind mit Fit in Abbildung 5.18 dargestellt. Es ist zu beachten, dass sich im FMR im Gegensatz zu VSM und MOKE die magnetisch leichten Achsen in den Minima der Messwerte befinden. Die Absolutwerte der Resonanzfelder steigen mit sinkender Schichtdicke an. Weiterhin ist eine Vierzähligkeit in den Resonanzfeldern der Magnettschichten zu erkennen, lediglich die dünnste Probe mit $d = 10$ nm zeigt isotropes Verhalten mit einer Streuung von ± 5 G.

In den Kristallrichtungen der $\langle 100 \rangle$ und $\langle 010 \rangle$ -Achsen besitzen die beiden Magnettschichten mit $d = 19$ nm und $d = 38$ nm ihre magnetisch schwere Richtung. Die magnetisch leichten Achsen der beiden dicksten Schichten mit $d = 150$ nm und $d = 76$ nm liegen ebenfalls in diesen Richtungen. Die Position der magnetischen Achsen relativ zu den lateralen Kristallachsen dreht folglich für Magnettschichten mit Schichtdicken zwischen $d = 38$ nm und $d = 76$ nm um 45° .

Aus dem Fit der Messdaten lässt sich je Probe unter anderem die magnetokristalline Anisotropiekonstante K_4 ermitteln, welche eine Aussage über die Ausprägung der vierzähligen Anisotropie gibt und in Abbildung 5.19 dargestellt ist.

Die dünnste Schicht mit $d = 10$ nm weist eine verschwindend geringe Anisotropiekonstante auf. Für die Schicht mit $d = 19$ nm ist ein maximaler Absolutwert erkennbar, was auf eine starke Ausprägung der vierzähligen Anisotropie hinweist. Mit steigender Schichtdicke nimmt der Betrag der Anisotropiekonstanten vorerst ab, bis zwischen den Schichten mit

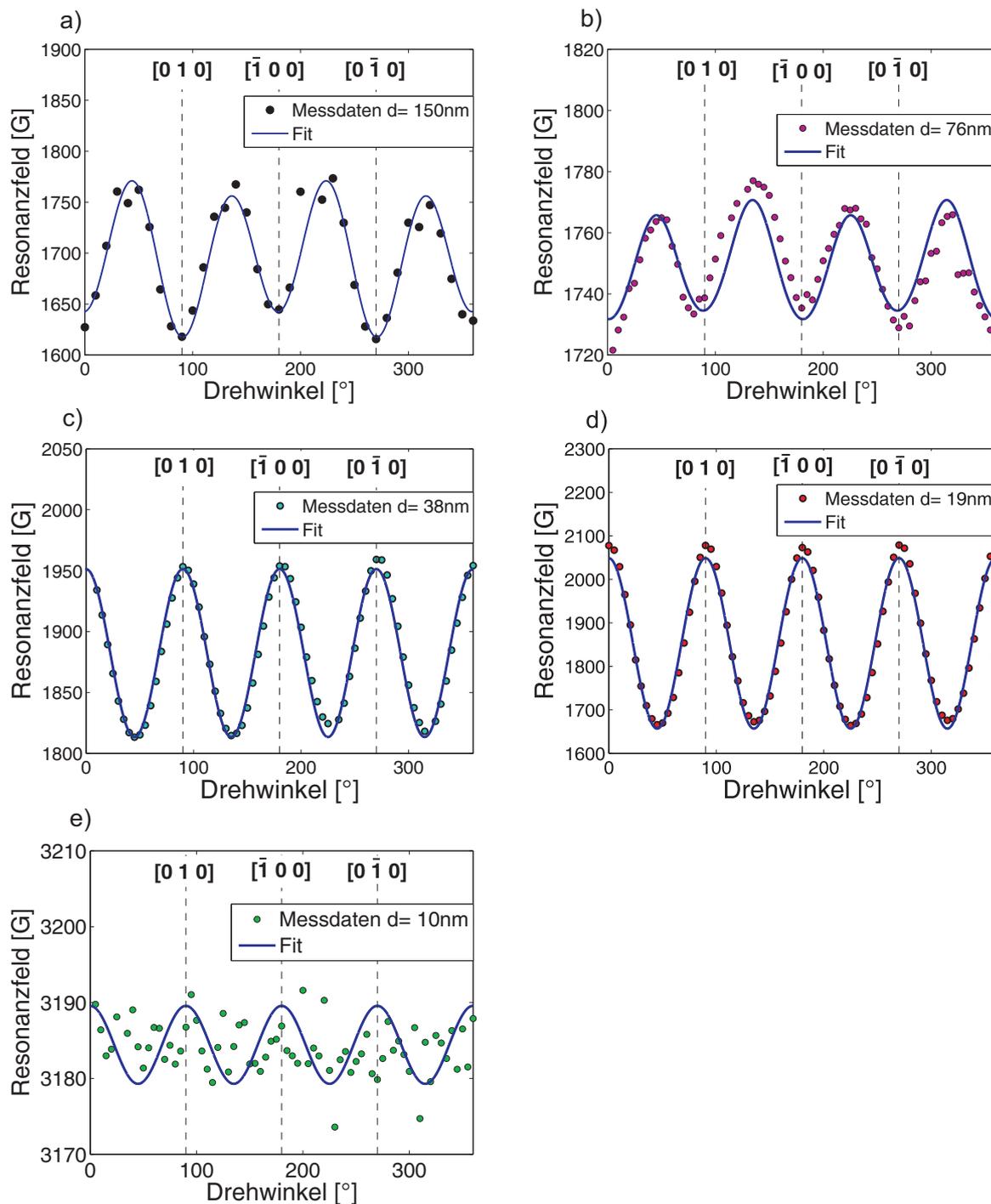


Abbildung 5.18: Resonanzfelder der fünf Magnetitproben mit zugehörigen Fits. Die Graphen zeigen den Verlauf der Resonanzfelder in Abhängigkeit vom Drehwinkel. Die beiden Proben mit den dicksten Magnetitschichten $d = 150\text{ nm}$ und 76 nm in a) und b) zeigen eine vierzählige Anisotropie mit magnetisch leichten Achsen in den Kristallrichtungen $\langle 100 \rangle$ und $\langle 010 \rangle$. Die Magnetitschichten mit einer Schichtdicke von 38 nm und 19 nm in c) und d) weisen magnetisch schwere Achsen in diesen Richtungen auf. Die dünnste Probe mit $d = 10\text{ nm}$ in e) zeigt isotropes Verhalten. Erhöht sich die Schichtdicke, so ist eine Drehung der magnetischen Achsen zwischen $d = 38\text{ nm}$ und $d = 76\text{ nm}$ um 45° relativ zu den lateralen Kristallachsen zu erkennen. Es gilt außerdem, dass mit sinkender Schichtdicke das mittlere Resonanzfeld ansteigt.

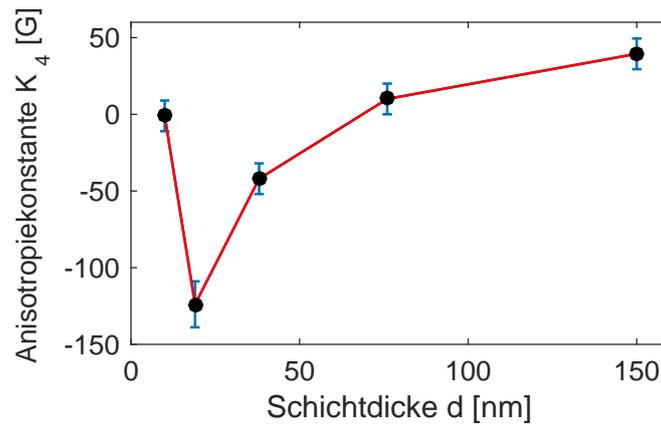


Abbildung 5.19: Anisotropiekonstanten K_4 aus dem Fit der FMR-Messwerte mit Fehlerbalken in Abhängigkeit der Schichtdicke d . Der Fehler wurden nach maximaler noch zulässiger Fitfunktion bestimmt. Die Anisotropiekonstante gibt die Ausprägung der vierzähligen magnetokristallinen Anisotropie in der jeweiligen Probe an. Es zeigt sich ein maximaler Absolutwert bei der zweitdünnsten Probe ($d = 19$ nm), worauf ein asymptotischer Anstieg folgt. Zwischen den Schichten mit $d = 38$ nm und $d = 76$ nm findet ein Vorzeichenwechsel der Anisotropiekonstanten statt, welcher die Rotation um 45° der magnetokristallinen Anisotropie wiedergibt.

$d = 38$ nm und $d = 76$ nm ein Vorzeichenwechsel stattfindet. Dieser drückt die Drehung der vierzähligen magnetokristallinen Anisotropie um 45° aus. Wird die Schichtdicke weiter erhöht, steigt auch die Ausprägung der Anisotropie und es zeigt sich ein asymptotisches Verhalten.

Eine weitere nutzbare Größe, welche aus den Messergebnissen der FMR-Messung ermittelt werden kann, ist die Halbwertsbreite der Absorption. Diese sind für die Magnetitproben in Abbildung 5.20 aufgetragen.

Diese Abbildung zeigt, dass sich in der Halbwertsbreite (Full Width at Half Maximum, FWHM) ebenfalls eine vierzählige Anisotropie erkennen lässt. Lediglich die dünnste Probe mit einer Schichtdicke von $d = 10$ nm lässt keinen Rückschluss darauf zu. Für die beiden dicksten Schichten mit $d = 150$ nm und $d = 76$ nm liegen die Minima der Halbwertsbreite in den magnetisch leichten Kristallachsen $\langle 100 \rangle$ und $\langle 010 \rangle$. Diese Ausrichtung ändert sich bei den beiden dünneren Proben mit $d = 38$ nm und $d = 19$ nm. Die Verschiebung der magnetischen Anisotropie um 45° relativ zu den lateralen Kristallachsen ist auch hier festzustellen. Die dünnste Probe besitzt vermutlich eine zu dünne Magnetitschicht und somit zu wenig magnetisierbares Material, um eine Anisotropie festzustellen. Die Messmethode der Ferromagnetischen Resonanz ist für Proben mit einer Schichtdicke von $d = 10$ nm möglicherweise nicht sensitiv genug.

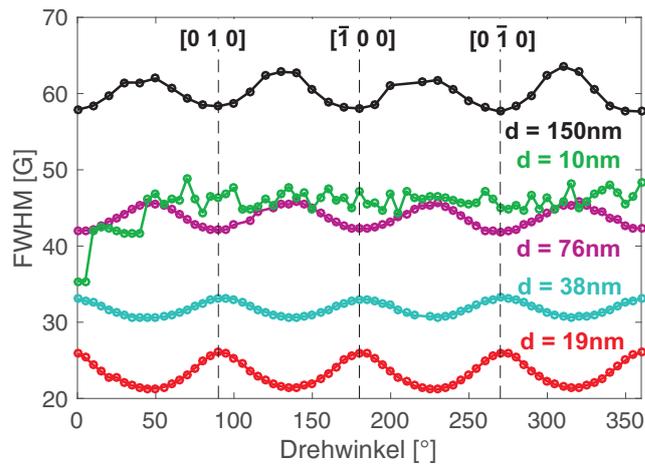


Abbildung 5.20: Halbwertsbreiten der Absorptionskurven der Magnetitschichten aus den FMR-Messungen. Die beiden Proben mit den größten Schichtdicken $d = 150\text{ nm}$ und $d = 76\text{ nm}$ zeigen ihre magnetisch leichte Richtung in den Kristallachsen $\langle 100 \rangle$ und $\langle 010 \rangle$. Betrachtet man nun die beiden nachfolgenden Proben mit $d = 38\text{ nm}$ und $d = 19\text{ nm}$, so fällt eine Verschiebung der magnetischen Richtungen um 45° auf. Die dünnste Magnetitschicht mit $d = 10\text{ nm}$ zeigt isotropes Verhalten.

5.6 Diskussion

In diesem Kapitel werden die im vorherigen Abschnitt dargestellten Messergebnisse diskutiert. Hierzu werden erst die einzelnen Messmethoden gesondert betrachtet und die zugehörigen Messergebnisse diskutiert, im Anschluss findet ein allgemeiner Vergleich der drei Messmethoden im Bezug auf die erhaltenen Ergebnisse statt.

Durch die Überprüfung der Magnetitproben in LEED und XPS konnte bestätigt werden, dass es sich bei den hergestellten Schichten um Magnetit mit gut geordneter kristalliner Oberflächenstruktur handelt.

Zur Schichtdickenbestimmung wurde eine XRR-Messungen an einer der Schichten durchgeführt. Da die Aufdampfparameter für alle weiteren Proben während der Deposition konstant geblieben sind, kann die Dicke dieser Schichten auf Grundlage der verwendeten Aufdampfzeit abgeschätzt werden. Für die Eisenproben gelang diese Auswertung nicht, da die Schichten sehr rau waren und deren XRR-Messungen keine KIESSIG-Fringes zeigten.

VSM

In den VSM-Messungen der Magnetitprobe mit mittlerer Schichtdicke $d = 38\text{ nm}$ ist keine magnetokristalline Anisotropie erkennbar. Bei den Magnetitschichten mit $d = 150\text{ nm}$ und 76 nm Schichtdicke befinden sich die magnetisch leichten Richtungen in den $\langle 100 \rangle$ - und $\langle 010 \rangle$ -Achsen der Kristallstruktur des Substrats. Für die beiden Magnetitproben mit geringster Schichtdicke $d = 10\text{ nm}$ und $d = 19\text{ nm}$ liegen die leichten Richtungen in $\langle 110 \rangle$ - und $\langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$ -Richtung, also genau um 45° verschoben. Die magnetokristalline Anisotropie wird folglich mit steigender Schichtdicke um 45° verschoben. Dies ist sowohl in der Remanenz als auch im Koerzitivfeld zu erkennen.

Die Werte der Remanenz wurden auf $\frac{\mu_B}{f.u.}$ skaliert, sodass eine Vergleichbarkeit der Absolutwerte gewährleistet ist. Die Werte liegen für die Schichten mit $d = 10$ nm, 38 nm, 76 nm und 150 nm im Mittel zwischen $1,4 \frac{\mu_B}{f.u.}$ und $1,7 \frac{\mu_B}{f.u.}$. Lediglich die Probe mit einer Schichtdicke von $d = 19$ nm zeigt eine Abweichung mit einer mittleren Remanenz von etwa $2,8 \frac{\mu_B}{f.u.}$. Der Verlauf der Remanenz für diese Schicht weicht deutlich von dem der anderen Magnetitschichten ab und kann durch zwei gegeneinander verschobene uniaxiale Anisotropien mit verschiedenen Amplituden charakterisiert werden. Als Ursache von uniaxialen Anisotropien kann zum einen die Ausrichtung der Substratoberfläche relativ zum Verdampfer während des Aufdampfprozesses angeführt werden. Da jedoch für alle Proben die Aufdampfbedingungen gleich gehalten wurden (Substrat wurde senkrecht zum Verdampfer ausgerichtet), sollten solche Effekte auch bei den anderen Schichten zu sehen sein. Da dies nicht der Fall ist, kann ausgeschlossen werden, dass die Ausrichtung des Substrates zum Verdampfer während der Deposition zu dieser uniaxialen Anisotropie führte. Zum anderen könnten auch Verspannungen des Films, möglicherweise hervorgerufen durch Verspannungen im Substrat, hierfür verantwortlich sein. Dies ist jedoch ebenfalls auszuschließen, da alle Substrate mit der gleichen kristallinen Qualität, insbesondere an der Oberfläche, geliefert wurden. Es wäre noch interessant zu untersuchen, ob dieser doppelten, gegeneinander verschobenen Anisotropie eine strukturelle Ursache zugrunde liegt.

Im Koerzitivfeld zeigt sich ein klarer Zusammenhang: Je größer die Schichtdicke der aufgedampften Schicht, desto größer ist der Absolutwert des Koerzitivfeldes. Ein bestimmender Faktor für die Absolutwerte des Koerzitivfeldes können Antiphasengrenzen in der Schicht sein. Aufgrund der doppelten Einheitszellengröße von Magnetit im Vergleich zu MgO können solche Antiphasengrenzen während des Wachstums entstehen und sich durch den ganzen Film ziehen. Die Dichte der Antiphasengrenzen im Film wäre demnach unabhängig von der Schichtdicke, sofern diese nur durch das Substrat hervorgerufen werden. Ein höheres Koerzitivfeld mit zunehmender Schichtdicke kann demnach nur durch einen Anstieg der Dichte der Antiphasengrenzen oder auch Defekten wie z.B. Versetzungslinien erklärt werden. Eigentlich wäre mit zunehmender Schichtdicke eine Abnahme von Defekten und somit ein sinkendes Koerzitivfeld zu erwarten. Dies widerspricht dem hier beobachteten Verhalten. Um daher genauere strukturelle Informationen bezüglich der Antiphasengrenzen und Defekte zu erhalten, sind weitere Untersuchungen, beispielsweise durch Grazing Incidence X-Ray Diffraction (GIXRD), nötig.

Des Weiteren sind im Verlauf des Koerzitivfeldes der beiden dünnsten Schichten $d = 10$ nm und $d = 19$ nm in den magnetisch schweren Achsen scharfe lokale Maxima zu sehen, welche auf einen Zerfall der magnetischen Domänen zurückgeführt werden können. Das Verhalten der Schicht mit $d = 19$ nm, welches sich in der Remanenz zeigt, ist im Koerzitivfeld nicht wiederzufinden. Hier ist die Ausprägung der vierzähligen magnetischen Anisotropie am deutlichsten zu erkennen. Für die drei Magnetitproben mit den größten Schichtdicken ist das Verhalten des Koerzitivfeldes identisch zur Remanenz. Die Schicht mit $d = 38$ nm ist isotrop, die beiden Schichten mit $d = 76$ nm und $d = 150$ nm zeigen eine vierzählige Anisotropie, wie sie ebenfalls in der Remanenz beobachtet wurde.

Die Absolutwerte der Eisenproben in Remanenz und Koerzitivfeld gehen sehr stark auseinander. Für die dickere Eisenschicht $\Delta f = 10000$ Hz ist in der Remanenz und im Koerzitivfeld eine vierzählige Anisotropie erkennbar. Die dünnere Eisenschicht $\Delta f = 5000$

Hz hingegen zeigt im Koerzitivfeld isotropes Verhalten mit einer Streuung von ± 3 G. In der Remanenz findet sich eine uniaxiale Anisotropie in der $\langle 010 \rangle$ -Achse des Kristalls. Die Koerzitivfeldwerte der dickeren Eisenschicht sind mit einem Mittel von 7 G sehr gering, wie es für reines Eisen zu erwarten ist. Die Werte der dünneren Eisenschicht liegen hier jedoch mit einem Mittel von 287 G vergleichsweise hoch. Betrachtet man das Verhältnis von Remanenz zu Sättigung (*Squareness*) in leichter Richtung der dünneren Eisenschicht $\frac{M_R}{M_S} = \frac{0,374 \text{ memu}}{0,5 \text{ memu}} = 0,75$ mit jener der dickeren Eisenschicht $\frac{M_R}{M_S} = \frac{1,3 \text{ memu}}{1,35 \text{ memu}} = 0,96$, so ist eine starke Abweichung zu verzeichnen. Für die dickste Magnetitschicht $d = 150$ nm erhält man ein Verhältnis von $\frac{M_R}{M_S} = \frac{1,5 \mu_B / f.u.}{2 \mu_B / f.u.} = 0,75$. Dies lässt vermuten, dass die dünnere Eisenschicht bereits oxidiert ist und kein reines Eisen mehr vorhanden ist. Somit ist es nicht mehr sinnvoll, diese Schicht mit der dickeren Eisenschicht zu vergleichen.

MOKE

Bei den MOKE-Messungen werden keine Absolutwerte des magnetischen Momentes gemessen, sondern der hierzu proportionale KERR-Winkel (siehe Kapitel 5.4). Zur Ermittlung der magnetokristallinen Anisotropie in der Remanenz der Proben mittels MOKE-Messung wird also die Veränderung des Kerrwinkels in Abhängigkeit des Drehwinkels betrachtet. Die beiden Magnetitproben mit den größten Schichtdicken $d = 150$ nm und $d = 76$ nm weisen ihre magnetisch leichten Richtungen in $\langle 100 \rangle$ und $\langle 010 \rangle$ -Achsen der Kristallstruktur auf. Für die zweitdickste Schicht mit $d = 76$ nm ist diese Vierzähligkeit allerdings nur im Koerzitivfeld zu erkennen. Die Remanenz deutet hingegen auf isotropes Verhalten hin, was jedoch durch das starke Rauschen der Hysterese bei niedrigen Magnetfeldern begründet werden kann.

Die Probe mit $d = 38$ nm zeigt hingegen isotropes Verhalten im Koerzitivfeld und in der Remanenz. Eine Begründung dieser Beobachtung in der Sensitivität der Messmethode kann ausgeschlossen werden, da sich für die noch dünneren Magnetitschichten mit einer Dicke von $d = 10$ nm und $d = 19$ nm in Remanenz und Koerzitivfeld eine Anisotropie feststellen lässt. Eine weitere Möglichkeit besteht darin, dass die Oberfläche der Probe zu stark verunreinigt ist (Kleberückstände) und damit die Reflektivität eingeschränkt ist.

Die dünnsten Schichten mit $d = 19$ nm und $d = 10$ nm besitzen ihre magnetisch leichten Richtungen entlang der $\langle 110 \rangle$ - und $\langle \bar{1}10 \rangle$ -Achsen, was in der Remanenz und im Koerzitivfeld zu erkennen ist. Mit ansteigender Schichtdicke steigt auch das Koerzitivfeld. Im Verlauf des Koerzitivfeldes der dünnen Proben mit $d = 10$ nm und $d = 19$ nm sind scharfe, lokale Maxima in magnetisch schwerer Richtung zu erkennen, welche auf einen etwaigen Domänenzerfall hinweisen.

Die Eisenprobe mit größerer Schichtdicke zeigt in der Remanenz ebenso wie im Koerzitivfeld eine deutliche Vierzähligkeit. Im Koerzitivfeld besteht diese Vierzähligkeit nicht wie sonst lediglich aus einem Maximum, es finden sich hier zwei Maxima unterschiedlicher Amplitude. Ein ähnliches Verhalten wurde in [19] beobachtet. Dabei wurde eine Eisenschicht nach der Deposition oxidiert, so dass eine Fe_3O_4 -Doppelschicht entstand, welche im Koerzitivfeld ebenfalls eine modifizierte Vierzähligkeit aufwies. Im Gegensatz dazu besitzen die Maxima in der Messung im Rahmen dieser Arbeit unterschiedliche Amplituden, die Periodizität ist jedoch vergleichbar. Daher deutet diese Messung auf einen teilweise

oxidierten Eisenfilm hin, wobei der physikalische Ursprung der beobachteten Anisotropie noch nicht bekannt ist.

Für die dünnere Eisenprobe ist in der Remanenz und im Koerzitivfeld keine eindeutige Anisotropie zu erkennen. Die Absolutwerte des Koerzitivfeldes sind im Vergleich zur dickeren Eisenprobe außerdem ungewöhnlich hoch.

FMR

In der Methode des FMR wird die Resonanzkurve jeder Winkeleinstellung aufgenommen und deren Ableitung dargestellt. Aus den Resonanzkurven der Magnetitproben wurden die Größen der Halbwertsbreite und des Resonanzfeldes ausgewertet.

Im den Messwerten des FMR ist für die vier Proben mit höherer Schichtdicke deutlich ein vierzähliger Verlauf erkennbar, an welche die Fitfunktionen gut angepasst werden können. Lediglich die Magnetitprobe mit geringster Schichtdicke zeigt im FMR keine magnetokristalline Anisotropie. Mit einer geringeren Schichtdicke geht auch eine geringere Menge an ferrimagnetischem Material einher, welches zur Gesamtmagnetisierung der Probe beiträgt. Für diese Probe ist die Sensitivität der Messmethode wahrscheinlich zu gering, um eine mögliche Anisotropie in den Signalen der dünnsten Schicht noch zu detektieren.

Für die beiden Proben mit größter Schichtdicke $d = 150$ nm und $d = 76$ nm ergeben sich Verläufe der Resonanzfelder und Halbwertsbreiten mit magnetisch schweren Achsen in $\langle 110 \rangle$ - und $\langle \bar{1}10 \rangle$ -Richtung. Zwischen den Proben mit der Schichtdicke von $d = 76$ nm und $d = 38$ nm findet eine Verschiebung der magnetischen Achsen um 45° gegenüber den lateralen Kristallachsen statt. Für $d = 38$ nm und $d = 19$ nm liegen die magnetisch schweren Achsen in $\langle 100 \rangle$ - und $\langle 010 \rangle$ -Richtung der Kristallstruktur.

Um Aussagen über die Ausprägung der vierzähligen magnetokristallinen Anisotropie zu treffen, kann die Anisotropiekonstante K_4 betrachtet werden, welche sich aus dem angewandten Fit ergibt und Aufschluss über die Intensität der vierzähligen Oszillation im Resonanzfeld gibt. Betrachtet man die Anisotropiekonstante in Abhängigkeit der Schichtdicke d , so zeigt sich ein Verlauf, in dem der Graph zu Beginn stark abfällt. Für $d = 19$ nm ist ein Minimum (maximaler Betrag) zu verzeichnen. In Richtung höherer Schichtdicken nimmt der Betrag der Anisotropiekonstanten kontinuierlich ab, bis zwischen den beiden Schichten mit $d = 38$ nm und $d = 76$ nm ein Vorzeichenwechsel stattfindet. Dieser korreliert mit der Drehung der Anisotropie um 45° . Anschließend scheint die Ausprägung der Anisotropie asymptotisch mit der Schichtdicke zu steigen. Um dies weiter zu untersuchen sind aber deutlich mehr Proben mit unterschiedlicher Schichtdicke erforderlich.

Gesamtvergleich

Abschließend werden alle drei verwendeten Messmethoden verglichen. Zunächst ist zu bemerken, dass in allen drei Messmethoden vierzählige magnetische Kristallanisotropien auftreten. Eine direkte Aussage über Absolutwerte des magnetischen Momentes lassen sich lediglich durch VSM-Messungen durchführen. Die MOKE-Messung liefert mit dem KERR-Winkel eine hierzu proportionale Größe, die Methode des FMR macht Aussagen über Anisotropien mittels der aufgenommenen Resonanzkurven. Die magnetisch leichten Achsen lassen sich im VSM und MOKE durch die Maxima im winkelabhängigen Verlauf

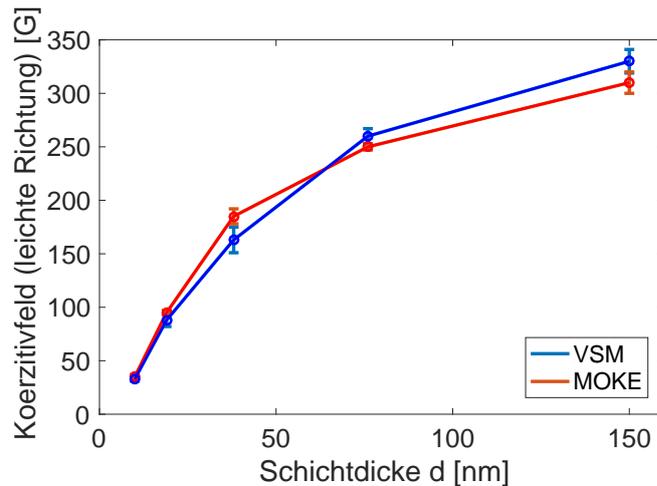


Abbildung 5.21: Koerzitivfelder in magnetisch leichter Richtung in MOKE- und VSM-Messungen abhängig von der Schichtdicke d . Es ist ein kontinuierlicher Anstieg des Koerzitivfeldes mit zunehmender Schichtdicke zu erkennen. Die Werte der beiden Messmethoden stimmen im Rahmen des Fehlers überein.

der Remanenz und des Koerzitivfeldes identifizieren. Im FMR hingegen liegen die magnetisch leichten Achsen in den im Resonanzfeld erkennbaren Minima - die Relation ist also genau um 45° verschoben. Liegen bei den dicksten Magnetitschichten in VSM und MOKE die Maxima und somit auch die leichten Achsen in $\langle 100 \rangle$ und $\langle 010 \rangle$ -Richtung, so liegen die Maxima im FMR für diese Proben in den Kristallrichtungen $\langle 110 \rangle$ und $\langle \bar{1}10 \rangle$, bezeichnen aber hier auch die schweren Achsen.

In Abbildung 5.21 sind die mit MOKE und VSM gemessenen Koerzitivfelder in magnetisch leichter Richtung in Abhängigkeit von der Schichtdicke d zum Vergleich aufgetragen. In beiden Messungen ist ein kontinuierlicher Anstieg des Koerzitivfeldes mit zunehmender Schichtdicke zu beobachten. Die Absolutwerte der beiden Messmethoden stimmen im Rahmen des Fehlers miteinander überein. Daher kann von einer Vergleichbarkeit von MOKE und VSM in der Analyse des Koerzitivfeldes ausgegangen werden.

Im VSM und im MOKE ist für alle Magnetitproben bis auf die mittlere Schicht mit $d = 38$ nm die magnetische Kristallanisotropie zu verzeichnen. Für die Proben mit den größten Schichtdicken $d = 150$ nm und $d = 76$ nm liegen die leichten Achsen im VSM und MOKE in den Richtungen $\langle 100 \rangle$ und $\langle 010 \rangle$ des Kristalls. Durch beide Messmethoden wird gezeigt, dass diese Ausrichtung sich zwischen den dicksten Schichten und den beiden dünnen Proben mit $d = 19$ nm und $d = 10$ nm dreht. Die leichten Achsen liegen nun in $\langle 110 \rangle$ und $\langle \bar{1}10 \rangle$ -Richtung. Im Übergang (um $d = 38$ nm) zeigen VSM und MOKE ein isotropes Verhalten, während im FMR weiterhin eine deutliche Vierzähligkeit im Resonanzfeld und der Halbwertsbreite zu erkennen ist. Für die Messung im FMR wurde die Probe aufgrund des Messaufbaus im Vergleich zu VSM und MOKE verkleinert. Da nicht gewährleistet werden kann, dass eine homogene Schicht über die gesamte Oberfläche des Substrats aufgedampft wurde, können die Schichtdicken zwischen den Messungen variieren. Wurde ein Stück mit einer geringeren als der mittleren Schichtdicke $d = 38$ nm im

FMR vermessen, so kann erklärt werden, dass hier das gleiche anisotrope Verhalten wie für die dünnere Schicht mit $d = 19$ nm beobachtet wird.

Das FMR zeigt sich nicht sensitiv genug für die dünnste der Magnetitproben mit $d = 10$ nm. In dieser Schicht ist aufgrund ihrer geringen Schichtdicke vermutlich zu wenig magnetisches Material, also zu wenig magnetische Momente vorhanden, um ein ausreichend hohes Signal zu erzeugen. Es ist so gering, dass es für die Messmethode des FMR nicht geeignet ist und die im MOKE und VSM beobachtete Anisotropie von Rauschen höherer Amplitude überlagert wird. Da die Probe mit einer Schichtdicke von $d = 19$ nm noch ein ausreichend hohes Signal liefert, muss die kritische Schichtdicke zwischen 10 nm und 19 nm für diese Probengröße von ca. $3,5 \times 3,5$ mm² liegen. Dass diese Grenze existiert, wurde auch in [20] bestätigt.

Ungewöhnlich ist der Verlauf der Remanenz der Probe mit einer Schichtdicke von $d = 19$ nm im VSM. Die Remanenz in $\frac{\mu_B}{f.u.}$ liegt im Mittel etwa um einen Faktor 2 höher als jene der anderen Proben. Auch die Sättigungsmagnetisierung von $3 \frac{\mu_B}{f.u.}$ zeigt eine deutliche Abweichung zu den anderen Magnetitschichten ($M_S = 2 \pm 0,3 \frac{\mu_B}{f.u.}$). Dieses Verhalten korreliert mit der betragsmäßig größten Anisotropiekonstante im FMR. Zusätzlich dazu ist in der im VSM gemessenen Remanenz vor allem eine uniaxiale Anisotropie mit unterliegender, verschobener, zweiter uniaxialer Anisotropie zu erkennen. Dies ist jedoch nicht in den Messungen des MOKE und FMR zu erkennen, was darauf hindeutet, dass diese Beobachtung spezifisch bei dieser Messmethode auftritt. Eine mögliche Ursache für den Verlauf der Remanenz ist eine Verschiebung der Probenposition aus dem Zentrum des Magnetfeldes während der Drehung im VSM. In diesem Fall würde das Koerzitivfeld diese Entwicklung ebenfalls aufweisen. Da dies hier jedoch nicht der Fall ist, kann diese Ursache ausgeschlossen werden.

In allen drei Messmethoden zeigt sich eine Verschiebung der magnetischen Achsen zwischen den beiden Proben mit der größten Schichtdicke und den nachfolgenden beiden Proben mit $d = 38$ nm und $d = 19$ nm. Es kann also davon ausgegangen werden, dass mit zunehmender Schichtdicke, vermutlich zwischen $d = 38$ nm und $d = 76$ nm eine Drehung der magnetokristallinen Anisotropie um 45° stattfindet. Dies wurde durch alle drei Messmethoden bestätigt.

Für die dünnere Eisenprobe ist keine Aussage über die magnetischen Achsen möglich, da sich hier lediglich in der im VSM gemessenen Remanenz eine uniaxiale Anisotropie findet. Des Weiteren zeigen Remanenz und Koerzitivfelder ausschließlich isotropes Verhalten. Hierbei ist zu beachten, dass die Schicht möglicherweise bereits oxidiert ist und somit keine reine Eisenschicht mehr darstellt (siehe VSM-Diskussion).

Die im VSM gemessene Hysterese der dickeren Eisenschicht ist sehr schmal, sodass sich im Koerzitivfeld des VSM und MOKE für Eisenschichten typisch geringe Absolutwerte ergeben. Die von der VSM-Messung abweichende Anisotropie, welche im Koerzitivfeld der MOKE-Messung erkennbar ist, kann von der Periodizität mit einer Fe₃O₄-Doppelschicht verglichen werden (siehe [19]). Es liegt die Vermutung nahe, dass die Schicht bei der MOKE-Messung ebenfalls bereits oxidiert ist und nicht mehr aus reinem Eisen besteht. Da die VSM-Messung ca. einen Monat vorher durchgeführt wurde, bestand zu diesem Zeitpunkt ein geringerer Oxidationsgrad, sodass hierdurch die Abweichungen in den Messungen des Koerzitivfeldes erklärt werden können.

6 Zusammenfassung

Im Zuge dieser Arbeit wurden Magnetit- und Eisenschichten verschiedener Schichtdicken untersucht. Die verwendeten Magnetitschichten wurden zusätzlich dazu auch im Zusammenhang dieser Arbeit hergestellt. Für alle Schichten wurde als Substrat Magnesiumoxid MgO(001) verwendet. Die Magnetitschichten wurden mittels reaktiver Molekularstrahl-epitaxie von Eisen in einer Sauerstoffatmosphäre mit einem Sauerstoffpartialdruck von $5 \cdot 10^{-6}$ mbar und einer Temperatur von 250°C hergestellt. Nach dem Aufdampfen wurde jede Probe in-situ mittels XPS und LEED auf ihre Zusammensetzung und Struktur an der Oberfläche untersucht. Die LEED-Messungen ergaben für alle Magnetitproben ein für Magnetit charakteristisches LEED-Bild mit einer $(\sqrt{2} \times \sqrt{2})R45^\circ$ -Überstruktur. Auch die XPS-Ergebnisse bestätigen, dass es sich bei den hergestellten Filmen um reines Magnetit handelt. Zu den Eisenproben liegen keine XPS- und LEED-Messungen vor.

Von einer Magnetitprobe wurde mittels XRR die Schichtdicke ($d = 38$ nm) bestimmt. Da die Aufdampfzeiten der anderen Schichten jeweils halbiert bzw. verdoppelt wurden, kann deren Schichtdicke abgeschätzt werden. Insgesamt wurde der Schichtdickenbereich von 10 nm bis 150 nm untersucht.

Das Ziel dieser Arbeit war es, den Einfluss der Dicken der jeweiligen Schichten auf das magnetische Verhalten zu untersuchen. Es wurden Messungen mit dem Vibrating Sample Magnetometer, einem Versuchsaufbau zum Magnetooptischen KERR-Effekt und zur Ferromagnetischen Resonanz durchgeführt.

In den MOKE- und VSM-Messungen wurden die Remanenz und das Koerzitivfeld, im FMR das Resonanzfeld und die Halbwertsbreite der Absorption in Abhängigkeit von der Ausrichtung der Probe relativ zum magnetischen Feld untersucht. Bei allen Messungen wurde die Probe um ihre Oberflächennormale gedreht und das äußere Magnetfeld parallel zur Oberfläche gehalten (in-plane).

Im VSM ist erkennbar, dass das Koerzitivfeld mit ansteigender Schichtdicke zunimmt. Die skalierten Werte der Remanenz zeigen, dass diese nahezu unabhängig von der Probengröße sind. Lediglich eine Probe mit Schichtdicke $d = 19$ nm fällt hier aus dem Rahmen und zeigt eine höhere Remanenz und eine höhere Sättigungsmagnetisierung als die anderen Proben. Bei Magnetit ist mit zunehmender Schichtdicke eine Drehung der magnetischen Achsen bezüglich der lateralen Kristallachsen um 45° zu erkennen. Die kritische Schichtdicke liegt zwischen 19 und 76 nm. Genauer kann die Spanne nicht eingegrenzt werden, da die mittlere Magnetitprobe in Remanenz und Koerzitivfeld keine Aussage über eine magnetokristalline Anisotropie zulässt. Die dünnere Eisenschicht zeigt im Koerzitivfeld isotropes Verhalten und in der Remanenz eine uniaxiale Anisotropie. Das Verhältnis von Remanenz zu Sättigung ist vergleichbar mit dem von Magnetit, was die Vermutung zulässt, dass diese Schicht bereits oxidiert ist und es sich nicht mehr um reines Eisen handelt. Die dickere Eisenprobe hingegen zeigt wie erwartet eine sehr schmale Hysterese und eine vierzählige Anisotropie in Remanenz und Koerzitivfeld.

Die Messungen des VSM werden durch die Messungen zum Magnetooptischen KERR-Effekt bestätigt. Die Drehung der magnetischen Anisotropie um 45° in lateraler Richtung und die Abhängigkeit von Koerzitivfeld und Probendicke zeigen sich hier ebenso wie das isotrope Verhalten der mittleren Magnetitprobe mit $d = 38$ nm. Die dünnere von beiden Eisenproben zeigt hier noch geringere Anisotropie als im VSM, die magnetischen Achsen der Eisenprobe mit größerer Schichtdicke entsprechen jenen im VSM.

Bei der Betrachtung der Resonanzfelder und der Halbwertsbreiten der Absorptionskurven im FMR zeigt sich die gleiche Verschiebung in den magnetischen Achsen um 45° . Allerdings ist auch bei der mittleren Magnetitschicht mit $d = 38$ nm im Gegensatz zu MOKE und VSM eine vierzählige Anisotropie zu erkennen. Hiermit kann die Schichtdicke des Übergangs auf $d = 38$ bis 76 nm eingegrenzt werden. Die Sensitivität dieser Messmethode ist zu gering, um für die Schichtdicke von $d = 10$ nm und einer Probengröße von $3,5 \times 3,5 \text{ mm}^2$ noch eine Anisotropie erkennen zu lassen.

Aus den Messungen der Ferromagnetischen Resonanz kann zusätzlich eine Anisotropiekonstante K_4 bestimmt werden, welche Aussagen über die Ausprägung der vierzähligen magnetokristallinen Anisotropie gibt. Betrachtet man diese in Abhängigkeit von der Schichtdicke zeigt sich ein Minimum (maximaler Betrag) bei $d = 19$ nm und ein Nulldurchgang in der Nähe von etwa 70 nm. Hier findet ein Vorzeichenwechsel in der Anisotropiekonstanten und damit einhergehend die Drehung der magnetischen Achsen um 45° relativ zu den lateralen Kristallachsen statt.

Um genauere Aussagen über die kritische Schichtdicke machen zu können, bei der die Drehung der magnetokristallinen Anisotropie stattfindet, müssen weitere Proben unterschiedlicher Schichtdicken hergestellt und analysiert werden. Der Einfluss der Aufdampftrate während der Schichtdeposition ist ein weiterer zu untersuchender Faktor. Des Weiteren lassen sich über die Eisenproben keine vergleichenden Aussagen machen, da eine von beiden vermutlich oxidiert ist und nicht aus einer reinen Eisenschicht besteht. Es wäre interessant zu sehen, ob diese Verschiebung lediglich bei Magnetit oder auch bei Eisen auftritt. Somit wäre es interessant, weitere Eisenproben unterschiedlicher Schichtdicke herzustellen. Strukturelle Untersuchungen, beispielsweise mittels GIXRD, können Aufschluss über mögliche Defekte und Antiphasengrenzen in den Schichten geben und einen möglichen Zusammenhang zu den magnetischen Untersuchungen aufzeigen.

Literaturverzeichnis

- [1] Siegfried Hunklinger. *Festkoerperphysik*. Oldenbourg Verlag, 2011.
- [2] Richard P. Feynman. *Feynman-Vorlesungen über Physik 4: Struktur der Materie*, volume 6. Sands, Matthew and Leighton, Robert B., new millenium edition, 2015.
- [3] O. Schuckmann. Plasmamodifizierung von Praseodym- und Ceroxidschichten. Master's thesis, Universität Osnabrück, 2012.
- [4] Timo Kuschel. Aufbau einer Apparatur zur Messung des magnetooptischen Kerr-Effekts. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, November 2007.
- [5] Kilian Lenz. *Magnetische Anisotropie und Dämpfungsmechanismen in ultradünnen 3d-Ferromagneten: eine FMR-Studie*. PhD thesis, Freie Universität Berlin, 2005.
- [6] K.H.J. Buschow and F.R. de Boer. *Physics of Magnetism and Magnetic Materials*. Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2003.
- [7] Technische Fakultät Christian-Albrechts-Universität zu Kiel. Basic Laboratory - Materials Science and Engineering, 2015.
- [8] R.W.G. Wyckoff. *Crystal Structures*. 2. Interscience Publishers, 1960.
- [9] Florian Bertram. Röntgenstrukturanalyse von Oxidschichten. Master's thesis, Fachbereich Physik, Universität Osnabrück, May 2009.
- [10] Michael Hoppe and Martina Müller. Enhanced ferrimagnetism in auxetic NiFe_2O_4 in the crossover to the ultrathin-film limit. *Physical Review B*, 2015.
- [11] Bernd Josef Zimmermann. *Epitaktisches Wachstum und Charakterisierung ultradünner Eisenoxidschichten auf Magnesiumoxid(001)*. PhD thesis, Universität Osnabrück, 2010.
- [12] K. Oura and V.G. Lifshits. *Surface Science - An Introduction*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2003.
- [13] Simon Foner. Versatile and Sensitive Vibrating-Sample Magnetometer. *AIP*, 1959.
- [14] Walter Berg. Ferromagnetische Resonanz an ultradünnen Magnetit-Nickeloxid-Doppelschichten. Master's thesis, Universität Osnabrück, 2015.
- [15] M. J. Schwarz. *Aufbau und Charakterisierung eines FMR-Spektrometers für X- und K-Band*. Schwarz, M.J., 2008.
- [16] F. Bertram. *The structure of ultrathin iron oxide films studied by x-ray diffraction*. PhD thesis, Universität Osnabrück, 2012.
- [17] Toru Yamashita; Peter Hayes. Analysis of XPS spectra of Fe^{2+} and Fe^{3+} ions in oxide materials. *Elsevier B.V.*, 2007.
- [18] T. Schemme, M.Langer, A.Krampf, and J.Wollschläger. Magnetic properties of an

iron oxide/iron bilayer system on MgO(001). unpublished.

- [19] Andreas Krampf. MOKE-Untersuchungen ultradünner $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Fe}$ -schichten auf MgO(001). Master's thesis, Universität Osnabrück, 2013.
- [20] Andreas Brandlmaier. Magnetische Anisotropie in dünnen Schichten aus Magnetit. Master's thesis, TU München, 2006.

Abbildungsverzeichnis

2.1	Grundformen magnetischer Ordnung	3
2.2	Ferromagnetisches Material ohne externe Magnetisierung	4
2.3	Ferromagnetische Domänen im Magnetfeld	5
2.4	Ewaldkonstruktion in 2D	7
2.5	Orientierung bei LMOKE	9
2.6	Theorie der ferromagnetischen Resonanz	10
3.1	Gitterstruktur von Magnesiumoxid	13
3.2	Spinellstruktur von Magnetit	14
4.1	Experimenteller Aufbau einer Ultrahochvakuumkammer	15
4.2	Experimenteller Aufbau des Vibrating Sample Magnetometers	17
4.3	Experimenteller Aufbau zur Ferromagnetischen Resonanz	18
4.4	Experimenteller Aufbau zum Magnetooptischen KERR-Effekt	19
5.1	XP-Spektrum der Magnetitprobe $d=150\text{nm}$	22
5.2	XP-Spektrum der Fe2p-Signale	23
5.3	LEED-Bild der Magnetitprobe mit $d = 19 \text{ nm}$	24
5.4	XRR-Auswertung der Magnetitprobe mit $d = 38 \text{ nm}$	25
5.5	Bereinigung einer Hysterese von Untergrundeinflüssen	26
5.6	Remanenzwerte der Magnetitproben aus VSM-Messungen	27
5.7	Koerzitivfeldwerte der Magnetitproben aus VSM-Messungen	28
5.8	Remanenzwerte der Eisenproben aus VSM-Messungen	29
5.9	Koerzitivfeldwerte der Eisenproben aus VSM-Messungen	30
5.10	Hysteresen der leichten Richtungen von Magnetit aus VSM-Messungen	31
5.11	Hysteresen der leichten Richtungen von Eisen aus VSM-Messungen	32
5.12	Remanenzwerte der Magnetitproben aus MOKE-Messungen	33
5.13	Koerzitivfeldwerte der Magnetitproben aus MOKE-Messungen	34
5.14	Remanenzwerte der Eisenproben aus MOKE-Messungen	36
5.15	Koerzitivfeldwerte der Eisenproben aus MOKE-Messungen	36
5.16	Gemessene Resonanzkurven der Magnetitschicht mit Schichtdicke $d = 19$ nm.	38
5.17	Beispielresonanzkurve mit Fit der FMR-Messungen	39
5.18	Resonanzfelder der Magnetitproben aus FMR-Messungen	40
5.19	Anisotropiekonstanten der Magnetitproben aus FMR-Messungen	41
5.20	Halbwertsbreiten der Absorptionskurven von Magnetit aus den FMR-Messungen	42
5.21	Koerzitivfelder in MOKE und VSM in Abhängigkeit von der Schichtdicke d	46

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, 07. Dezember 2016

Kristina Sprenger

An dieser Stelle möchte ich mich bei all den Menschen bedanken, die mich bei der Erstellung dieser Bachelorarbeit unterstützt haben.

Ein großer Dank gilt Prof. Dr. Wollschläger für die Möglichkeit, in seiner Arbeitsgruppe "Dünne Schichten und Grenzflächen" diese Arbeit anzufertigen. Herr Wollschläger hatte trotz seiner begrenzten Zeit immer ein offenes Ohr und einen witzigen Spruch auf Lager, um die Arbeitsatmosphäre so angenehm wie möglich zu gestalten. Bei Fragen war er stets zu erreichen und nahm sich die Zeit, diese eingehend zu durchdenken und zu beantworten. Mein Dank gilt auch der Arbeitsgruppe "Makromolekülstruktur" von Prof. Dr. Steinhoff, in der ich meine Messungen zur ferromagnetischen Resonanz durchführen durfte.

Mein weiterer Dank gilt Jari Rodewald, der mich als Betreuer nicht hätte besser unterstützen können. Er nahm sich in wichtigen Situationen immer umfassend Zeit, um mich bei der Durchführung der Messungen und der Erstellung dieser Arbeit zu unterstützen. Ich habe gemerkt, dass es ihm wichtig ist, stets das bestmögliche Ergebnis für mich zu erzielen.

Eine besondere fachliche und freundschaftliche Unterstützung konnten mir auch die Menschen liefern, mit denen ich mit mein Büro teilte. Besonders erwähnen möchte ich hier Tabea Nordmann und Kevin Ruwisch, welche durch ihre freundliche Art eine angenehme Büroatmosphäre mit gelegentlich nötigen Ablenkungen gestalteten.

Vielen Dank an die restlichen Mitglieder der Arbeitsgruppe für die freundliche Aufnahme in die AG, die Hilfsbereitschaft, die angenehme Arbeitsatmosphäre sowie die vielen netten Gespräche zwischendurch. Ohne die Hilfe der Menschen, die mich in die Arbeit und Messmethoden in dieser Arbeitsgruppe einwiesen und mir kontinuierlich bei Problemen beistanden, wäre die Erstellung dieser Arbeit nicht möglich gewesen.

Zuletzt gilt mein Dank meinen Freunden, die mich in unzähligen Stunden emotional unterstützt und aufgebaut haben. Außerdem zeigten sie großes Verständnis für meine Situation und hatten trotz mangelnder Zeit stets ein offenes Ohr für mich. Danke an Felix Arentzen für alles, was er für mich getan hat.