

Abbildung 0.1

**Ferromagnetische Resonanz an  
ultradünnen  
Magnetit-Nickeloxid-Doppelschichten**

Walter Berg

938491

2. November 2015

Master-Arbeit

vorgelegt im Rahmen der Prüfung für den Studiengang Master  
of Education im Teilstudiengang Physik.

Erstprüfender: Prof. Dr. Joachim Wollschläger

Zweitprüfender: Prof. Dr. Heinz-Jürgen Steinhoff





# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Theoretische Grundlagen</b>	<b>3</b>
2.1	Magnetische Anisotropie ultradünner Filme . . . . .	4
2.2	FMR . . . . .	8
2.3	Herleitung der Spezialfälle . . . . .	10
<b>3</b>	<b>Materialsystemen</b>	<b>15</b>
3.1	Magnetit . . . . .	15
3.2	Nickeloxid . . . . .	16
3.3	Strontiumtitanat . . . . .	17
3.4	Magnesiumoxid . . . . .	18
3.5	Herstellung von Doppelschichten . . . . .	19
<b>4</b>	<b>Experimentelle Grundlagen</b>	<b>21</b>
4.1	Aufbau der Messapparatur . . . . .	21
4.2	Linienform . . . . .	22
<b>5</b>	<b>Experimentelle Ergebnisse</b>	<b>25</b>
5.1	Auswertung einer Beispielprobe . . . . .	26
5.2	Magnesiumoxid-Serie . . . . .	28
5.3	Strontiumtitanat-Serie . . . . .	31
5.4	Vergleich der beiden Serien . . . . .	33
5.5	Diskussion . . . . .	36
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>39</b>

*Inhaltsverzeichnis*

<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>41</b>
<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>46</b>
<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>47</b>

# 1 Einleitung

Der technische Fortschritt im Bereich der elektronischen Geräte für das Speichern und Verarbeiten von Daten entwickelt sich mit jedem Tag weiter. Das Ziel ist eine Steigerung der Leistung und der Energieeffizienz und eine Miniaturisierung von Bauteilen bei Computern und anderen Geräten. Der bisher verwendeten gängigen Halbleiterelektronik, die auf dem Ladungstransport von Elektronen basiert, sind jedoch Grenzen gesetzt. Eine alternative Möglichkeit bietet der Bereich der Spintronik, bei dem Untersuchungen zur Manipulation des Elektronenspins durch elektrische und magnetische Felder durchgeführt werden.

Die Entdeckung des Riesenmagnetowiderstandes (engl.: giant magneto resistance, GMR) im Jahre 1988 durch Albert Fert und Peter Grünberg [1, 4] war der Ursprung der Spintronik, wodurch ihnen der Nobelpreis für Physik im Jahre 2007 verliehen wurde. Sie entdeckten eine Abnahme des elektrischen Widerstandes bei mehrschichtigen Systemen, die aus ferromagnetischen bzw. nicht magnetischen, aber leitfähigen Metallschichten bestehen, durch das Anlegen eines externen Magnetfeldes. Das ferrimagnetische Eisenoxid Magnetit ist durch eine hohe Spinpolarisation an der FERMI-Kante und eine hohe Curie-Temperatur, die Anwendungen bei Raumtemperatur ermöglicht, sehr gut geeignet [6].

In dieser Arbeit wird die magnetische Anisotropie bei Doppelschichten auf zwei unterschiedlichen Substraten durch das Messen der ferromagnetischen Resonanz (FMR) untersucht. Die Doppelschicht besteht aus einem Magnetit- und Nickeloxidfilm, die jeweils auf einem Magnesiumoxid- bzw. Strontiumtitanatsubstrat aufgedampft werden. Die Proben werden auf die Schichtdicke und Aufdampf-temperatur von Magnetit hin mit der FMR-Messmethode untersucht und verglichen. In Kapitel 2 werden die theoretischen Grundlagen erläutert. Die verwendeten Materialien werden in Kapitel 3 vorgestellt. Anschließend werden die experimentellen Grundlagen in Kapitel 4 be-

## *1 Einleitung*

schrieben und die Ergebnisse der Messungen in Kapitel 5 diskutiert. Darauf folgt abschließend eine Zusammenfassung und der Ausblick in Kapitel 6.

## 2 Theoretische Grundlagen

In diesem Abschnitt werden die theoretischen Grundlagen der magnetischen Anisotropie und die Ferromagnetische Resonanz (FMR) beschrieben. Aus den Ergebnissen der Messungen können die Anisotropiekonstanten durch die Abhängigkeit der Orientierung des äußeren Magnetfeldes zu den kristallographischen Achsen bestimmt werden. In Abbildung 2.1 ist die Magnetisierung  $M$  und das externe Magnetfeld  $H$  im Bezug auf einer Probe dargestellt. Die Magnetisierung kann in der Ebene des Feldes (in-plane = ip) oder senkrecht zur befindlichen Probe (out-of-plane = oop) liegen. Aufgrund der kubischen Symmetrie von Magnetit ist eine Darstellung der Ausrichtung in Polarkoordinaten sinnvoll, daher gilt für

$$x = \sin \theta \cos \varphi \quad y = \sin \theta \sin \varphi \quad z = \cos \theta. \quad (2.0.1)$$

Die azimutalen Winkel  $\varphi_M$  und  $\varphi_H$  der Magnetisierung  $\vec{M}$  bzw. des externen Magnetfeldes  $\vec{H}$  werden von der  $[010]$ -Richtung aus gemessen. Dem entsprechend werden die Polarwinkel  $\theta_M$  und  $\theta_H$  auf der Probennormalen ( $[001]$ -Richtung) bezogen gemessen. Die in der Ebene liegende leichte Richtung der uniaxialen Anisotropie wird von dem Winkel  $\varphi_u$  beschrieben.

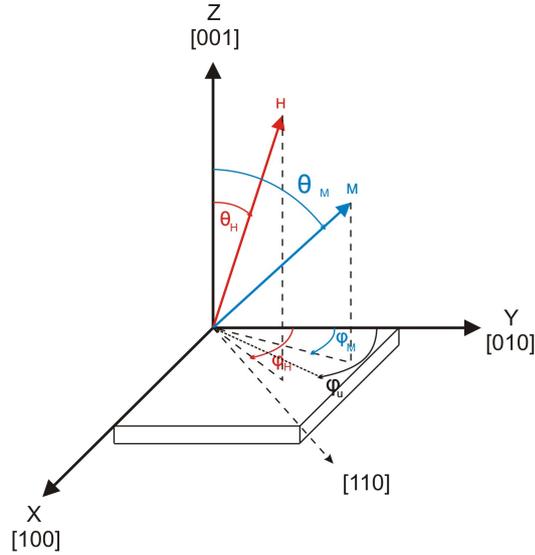


Abbildung 2.1: Kartesisches Koordinatensystem in Bezug auf die Probe.

## 2.1 Magnetische Anisotropie ultradünner Filme

Die magnetische Anisotropie ist eine Eigenschaft von Ferromagneten in der Magnetisierung  $\vec{M}$  eine bestimmte Richtung zu favorisieren. Dabei richtet sich  $\vec{M}$  in eine leichte Richtung (minimale freie Energie  $F$ ) aus, ohne den Einfluss eines externen Magnetfeldes. Um die Richtung von  $\vec{M}$  zu ändern, wird zusätzliche Energie benötigt. Die daraus resultierende Energiedifferenz wird als magnetische Anisotropieenergie bezeichnet (MAE) [11]. Als Ursache für die magnetische Anisotropie wird die Austauschwechselwirkung nach dem Heisenberg-Modell

$$H_{exch} = -A \sum_{k \neq j} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j \quad (2.1.1)$$

genannt. Jedoch hängt nach Lenz [11] das Skalarprodukt nur von den relativ ausgerichteten Momenten untereinander ab, wodurch der Ortsraum isotrop ist. Die beiden relevanten Beiträge zur magnetischen Anisotropie liegen in der Dipol-Dipol-Wechselwirkung und in der Spin-Bahn/LS-Kopplung.

## Formanisotropie

Die makroskopische Formanisotropie resultiert aus der Dipol-Dipol-Wechselwirkung und richtet sich nach der geometrischen Form der Probe. In der Gleichung

$$H_{dip} = -\vec{\mu}_j \cdot \vec{H}_i = \frac{\vec{\mu}_i \cdot \vec{\mu}_j}{r_{i,j}^3} - \frac{3(\vec{r}_{i,j} \cdot \vec{\mu}_i) \cdot (\vec{r}_{i,j} \cdot \vec{\mu}_j)}{r_{i,j}^5} \quad (2.1.2)$$

sind  $\vec{\mu}_i$  und  $\vec{\mu}_j$  die im Gitter regelmäßig angeordneten magnetischen Momente (Dipole) und  $\vec{r}_{i,j}$  der Verbindungsvektor für die Orientierung der Kristallachsen. Die Dipole an den Probenrändern führen in einer klassischen Näherung zu einem Entmagnetisierungsfeld, das bei einem Ellipsoid durch  $\vec{H}_{dip} = -N\vec{M}$  gegeben ist. Mit dem Tensor  $N$  zweiter Stufe und  $\text{Spur}(N)=1$ , der bei einer Übereinstimmung seiner Basis mit den Hauptachsen des Ellipsoids diagonal ist. Aus der magnetostatischen Energiedichte der Formanisotropie kann  $N$  entnommen werden [5, 9]:

$$F_{dip} = \frac{1}{2} \int_V \vec{M} \cdot \vec{H}_{dip} dV = 2\pi \vec{M} \cdot N \cdot \vec{M}, \quad (2.1.3)$$

mit  $V$  als Probenvolumen. Für die Betrachtung einer zweidimensionalen Scheibe gilt  $N_{\parallel} := N_{xx} = N_{yy} = 0$  und  $N_{\perp} := N_{zz} = 1$ . Die laterale Ausdehnung ist im Verhältnis zur Dicke sehr groß, daher kann in guter Näherung aus der Gleichung 2.1 mit  $M_z = M \cos \theta_M$

$$F_{dip} = 2\pi M^2 N \cos^2 \theta_M, \quad (2.1.4)$$

folgen. Dabei ist  $\theta_M$  der Winkel zwischen der  $z$ -Achse und der Magnetisierung, wodurch für  $\theta_M = 90^\circ$  dann  $F_{dip}$  minimal wird. Die für die Formanisotropie bevorzugte leichte Richtung liegt parallel zur Filmebene.

### Magnetokristalline Anisotropie

Die Spin-Bahn-Kopplung bzw. die LS-Kopplung beschreibt die Verbindung zwischen dem Spin und dem Kristallgitter, dessen Kristallfeld die Bahnbewegung der Elektronen beeinflusst:

$$H_{LS} = -\lambda_{LS} \vec{L}_i \cdot \vec{S}_j. \quad (2.1.5)$$

Die magnetokristalline Anisotropie resultiert aus dem Einfluss der Symmetrie des Kristallgitters auf die spontane Magnetisierung, d.h. die Magnetisierungsrichtung ist auch von der freien Energiedichte abhängig. Aus der Darstellung der Anisotropie durch das phänomenologische Modell von van Vleck [19] lässt sich die Energiedichte  $F_K$  der Anisotropie mit einem Potenzreihenansatz in Richtung Kosinus  $\alpha_i = M \cdot \hat{e}_i$  mit  $i = x, y, z$  entwickeln. Die Energiedichte  $F_K$  setzt sich hierbei aus mehreren Anteilen zusammen: die uniaxiale (zweizählige), die kubische und die tetragonale Symmetrie, sowie die Zeeman-Energie. Im Folgenden werden diese Anteile kurz erläutert.

Für die *uniaxiale* Symmetrie werden nur gerade Potenzen von  $\alpha_i$  verwendet, wodurch eine Drehung der Magnetisierung um  $180^\circ$  zu keinem Vorzeichenwechsel von  $\alpha_i$  führt. Für die folgende Gleichung

$$\begin{aligned} F_{uni,\perp} &= -K_{2,\perp} \alpha_z^2 - K_{4,\perp} \alpha_z^4 = -K_{2,\perp} \cos^2 \theta_M - K_{4,\perp} \cos^4 \theta_M \\ &= +K_{2,\perp} \sin^2 \theta_M + K_{4,\perp} \cos^4 \theta_M + const., \end{aligned} \quad (2.1.6)$$

für eine uniaxiale Richtung entlang der Probennormalen (z-Achse), wurden die Polarkoordinaten für  $x, y$  und  $z$  (Glg. 2.0.1) benutzt. Die uniaxiale Energiedichte  $F_{uni}$  wird minimal, wenn die Magnetisierung  $\vec{M}$  parallel zur z-Achse ist ( $\theta_M = 0$ ). Für die Anisotropiekonstante  $K_i$  muss dann  $K_{i\perp} > 0$  und  $\theta_M = 0$  oder  $\theta_M = \pi$  gelten, ansonsten ist bei negativen  $K_{i\perp}$ -Werten die z-Achse eine harte Richtung. Wenn eine uniaxiale Richtung in der Filmebene liegt, dann lautet die erste Ordnung:

$$F_{uni,\parallel} = -K_{2,\parallel} \alpha_x^2 = -K_{2,\parallel} \sin^2 \theta_M \cos^2(\varphi_M - \varphi_u), \quad (2.1.7)$$

mit  $\varphi_u$  für die uniaxiale Richtung, die sich auf die [010]-Richtung in der Abbildung 2.1 bezieht.

Bei der *kubische* Symmetrie bleiben ebenso wie bei der uniaxialen Symmetrie nur die geraden Potenzen. Die gemischten Glieder  $\alpha_i \alpha_j$  und die reinen 2. Potenzen  $\alpha_i^2$  verschwinden ebenfalls, sodass

$$F_{kub} = K_4(\alpha_x^2 \alpha_y^2 + \alpha_x^2 \alpha_z^2 + \alpha_y^2 \alpha_z^2) + K_6(\alpha_x^2 \alpha_y^2 \alpha_z^2) \quad (2.1.8)$$

und den  $K_4$ -Term in Polarkoordinaten

$$F_{kub} = K_4 \sin^2 \theta_M - \frac{1}{8} K_4 (\cos 4\varphi_M + 7) \sin^4 \theta_M \quad (2.1.9)$$

gilt. Für  $\vec{M} \parallel \langle 110 \rangle$  und  $K_4 > 0$  oder  $\vec{M} \parallel \langle 011 \rangle$  (bzw.  $\vec{M} \parallel \langle 111 \rangle$ ) und  $K_4 < 0$  wird  $F_{kub}$  minimal.

Bei der *tetragonalen* Symmetrie resultiert aufgrund einer Fehlanpassung des Substrats eine tetragonale Verzerrung. Dadurch ändert sich die Vorzugsrichtung innerhalb der kubischen Symmetrie hin zur Probennormalen (z-Achse).

$$\begin{aligned} F_{tet} &= -K_2 \alpha_z^2 - \frac{1}{2} K_{4\perp} \alpha_z^4 - \frac{1}{2} K_{4\parallel} (\alpha_x^4 + \alpha_y^4) \\ &= K_{2\perp} \sin^2 \theta_M - \frac{1}{2} K_{4\perp} \cos^4 \theta_M - \frac{1}{8} K_{4\parallel} (3 + \cos 4\varphi_M) \sin^4 \theta_M \end{aligned} \quad (2.1.10)$$

Für die FMR-Messung wird ein statisches Magnetfeld  $\vec{H}_0$  verwendet, daher muss die Zeeman-Energie berücksichtigt werden. Dieser Energieanteil ist ebenfalls winkelabhängig, jedoch entsteht hieraus keine Anisotropie. Die Gleichung für die Zeeman-Energie lautet:

$$F_{Zeeman} = -\vec{M} \cdot \vec{H}_0 = -MH_0 [\sin \theta_M \sin \theta_H \cos(\varphi_M - \varphi_H) + \cos \theta_M \cos \theta_H]. \quad (2.1.11)$$

## 2 Theoretische Grundlagen

Für die freie Energiedichte eines tetragonal verzernten Systems gilt mit Hilfe der Gleichungen (2.1.4)(2.1.7)(2.1.10)(2.1.11):

$$\begin{aligned}
 F = & -MH[\sin \theta_M \sin \theta_H \cos(\varphi_m - \varphi_H) + \cos \theta_M \cos \theta_H] \\
 & - (2\pi M^2 - K_{2\perp}) \sin^2 \theta_M - K_{2\parallel} \sin^2 \theta_M \cos^2(\varphi_M - \varphi_u) \\
 & - \frac{1}{2}K_{4\perp} \cos^4 \theta_M - \frac{1}{8}K_{4\parallel}(3 + \cos 4\varphi_M) \sin^4 \theta_M,
 \end{aligned} \tag{2.1.12}$$

mit Berücksichtigung der uniaxialen Anisotropie  $K_{2\parallel}$  in der Ebene.

## 2.2 FMR

Die Resonanzabsorption elektromagnetischer Wellen in einem System mit magnetischen Momenten, die durch in Kapitel 2.1 beschriebenen Wechselwirkung gekoppelt sind, wird als Ferromagnetische Resonanz bezeichnet. Zunächst wird der paramagnetische Fall beschrieben, um den Effekt des externen Magnetfeldes auf einen dünnen Film zu erläutern. In diesem Fall existieren keine internen Feld und keine Anisotropiefelder, d.h. es gilt  $\vec{H}_{int} = 0$  und  $\vec{H}_K = 0$ . Wenn an eine Probe dieser Art in ein statisches Magnetfeld gebracht wird, beginnen die magnetischen Momente  $\vec{\mu}$  sich kreisförmig um die Achse des Magnetfeldes  $\vec{H}_0$  zu bewegen (Larmor-Präzession [11]). Die Präzession erfährt während der Bewegung eine Dämpfung, die jedoch keinen Einfluss auf die Position der Resonanz hat. und daher nicht weiter erläutert werden soll. Die folgende Gleichung ist Ausgangspunkt der weiteren Überlegung:

$$\frac{\partial \vec{\mu}}{\partial t} = -\gamma[\vec{\mu} \times \vec{H}_0] \quad \text{mit} \quad \gamma = \frac{g\mu_B}{\hbar} = g\frac{e}{2mc}, \tag{2.2.1}$$

mit dem gyromagnetischen Verhältnis  $\gamma$  und dem Landéschen Faktor  $g$ , für die

$$\gamma = \frac{g\mu_B}{\hbar} = g\frac{e}{2mc}$$

gilt. In dünnen ferromagnetischen Filmen richten sich die magnetischen Momente parallel zu einander aus, was sich durch die Summe aller Momente im Volumen durch die Magnetisierung  $\vec{M}$  ausdrücken lässt. Aus der Lösung der Bewegungsgleichung lässt sich die Larmor-Frequenz  $\omega = \gamma H_0$ , mit der sich  $\vec{M}$  um die Probennormale (z-Achse) dreht, herleiten. Das externe Magnetfeld hat in näherer Betrachtung der Quantenmechanik auch einen Einfluss auf die Energie-Niveaus im Atom. Der Zeeman-Effekt beschreibt eine Aufspaltung dieser Niveaus in Abhängigkeit der Feldstärke  $H_0$ . Am Beispiel eines zweifach entarteten Niveaus mit  $S = \frac{1}{2}$  (siehe Abb. 2.2) gilt für die

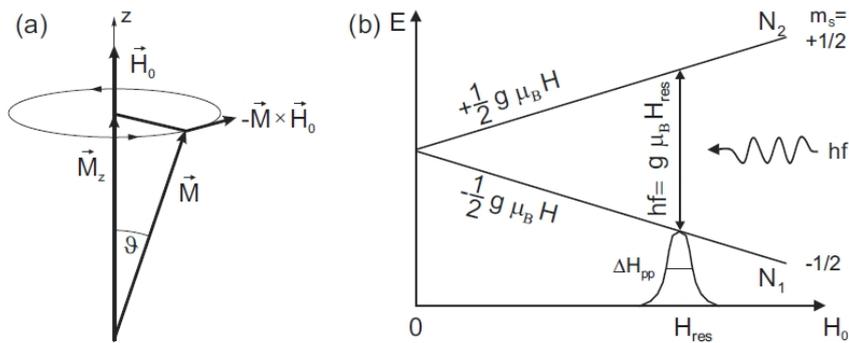


Abbildung 2.2: (a) Kegel für die Präzession der Magnetisierung mit dem Antriebsfeld  $\vec{H}_0$  und dem stark vergrößerten Öffnungswinkel  $\vartheta$ . (b) Schema des FMR Prinzips. Dargestellt wird ein entarteter Zustand, der aufgrund des Zeeman-Effekts eine Aufspaltung in zwei Spin-Niveaus  $m_s = \pm \frac{1}{2}$  erfährt [11].

Größe der Aufspaltung  $\Delta E = g \mu_B H_0$ . Zwischen diesen aufgespaltenen Niveaus können magnetische Dipolübergänge angeregt werden. Die Polarisation der angeregenden elektromagnetischen muss senkrecht Welle in einer Ebene zum statischen Feld sein, da die Auswahlregel für magnetische Übergänge  $\Delta m = \pm 1$  gilt. Für die Magnetfelder, die durch die im Labor üblichen verwendeten Elektromagnete erzeugt werden, liegt die Frequenz im Mikrowellenbereich von 1 bis 100 GHz. Die Wellen werden bei einer zum statisch externen Magnetfeld senkrechten Einstrahlung absorbiert. Dazu muss für die Resonanz folgende Bedingung erfüllen:

$$hf = g \mu_B (H_0 + h_{rf}) \quad (2.2.2)$$

## 2 Theoretische Grundlagen

mit  $h_{rf}$  als Magnetfeldkomponente ( $\vec{h}_{rf}$ ) der Mikrowelle. Durch die Resonanzabsorption wird der Winkel  $\vartheta$  in Bezug auf die Präzession von  $\vec{M}$  größer. Für das Magnetfeld an der Stelle der Resonanzabsorption wird die Bezeichnung  $H_{res}$  verwendet.

Bei der Ferromagnetischen Resonanz reichen die bisherigen Überlegungen nicht aus. Aufgrund der Austauschkopplung  $\vec{H}_{int}$  und der Anisotropiefelder  $\vec{H}_K$  entstehen interne Felder, die die Präzession der Magnetisierung um das externe Magnetfeld beeinflusst. Nach Landau und Lifschitz [10] muss daher für die Lösung der Bewegungsgleichung (2.14) anstelle von  $\vec{H}_0 + \vec{h}_{rf}$  das effektive Magnetfeld  $\vec{H}_{eff} = \vec{H}_0 + \vec{h}_{rf} + \vec{H}_K$  verwendet werden. Mit dem Ansatz von Smit und Beljers [17]

$$\frac{d\theta_M}{dt} = \gamma H_{\varphi_M} \quad \text{und} \quad \frac{d\varphi_M}{dt} \sin \theta_M = -\gamma H_{\theta_M}, \quad (2.2.3)$$

vorausgesetzt  $M_S = const.$ , kann die Resonanzgleichung hergeleitet werden (im weiteren Verlauf  $\theta_M = \theta$  und  $\varphi_M = \varphi$ ):

$$\omega = \gamma H_{res} = \frac{\gamma}{M \sin \theta} (F_{\theta\theta} F_{\varphi\varphi} - F_{\theta\varphi}^2)^{\frac{1}{2}} \quad (2.2.4)$$

Die Anteile der Energie ergeben sich aus der linearen Entwicklung von  $F_\theta$  und  $F_\varphi$  durch die zweite Ableitung von  $F_{ij}$  nach den Variablen  $i$  und  $j$ . Die vollständige Herleitung nach Smit und Beljers [17] soll hier nicht näher erläutert werden, da diese für die weitere Ausführung der Arbeit nicht relevant ist. Im nächsten Abschnitt werden die Spezialfälle der Resonanz näher beschrieben.

### 2.3 Herleitung der Spezialfälle

Die Magnetisierung  $\vec{M}$  bevorzugt die Richtung entlang einer magnetisch leichten Achse, d.h. minimaler freier Energie  $F$ . Dadurch sind das externe Magnetfeld  $\vec{H}_0$  und  $\vec{M}$  nicht mehr parallel. Für den speziellen Fall  $M \parallel H_0$  muss die Magnetisierung  $\vec{M}$  im Gleichgewicht liegen. Dazu muss die freie Energie  $F$  minimal sein:

$$F_\theta \equiv \frac{\partial F}{\partial \theta} \Big|_\theta = 0 \quad \text{und} \quad F_\varphi \equiv \frac{\partial F}{\partial \varphi} \Big|_\varphi = 0. \quad (2.3.1)$$

Für die freie Energiedichte (Glg. 2.1.12) gelten dann folgende Ableitungen:

$$\begin{aligned}
\frac{\partial F}{\partial \theta} = & -MH [\cos \theta \sin \theta_H \cos(\varphi - \varphi_H) - \sin \theta \cos \theta_H] \\
& - 2 \sin \theta \cos \theta ((2\pi M^2 - K_{2\perp}) + K_{2\parallel} \cos^2(\varphi - \varphi_u)) \\
& + 2K_{4\perp} \cos^3 \theta \sin \theta - \frac{1}{2} K_{4\parallel} (3 + \cos 4\varphi) \sin^3 \theta \cos \theta = 0,
\end{aligned} \tag{2.3.2}$$

$$\begin{aligned}
\frac{\partial F}{\partial \varphi} = & MH \sin \theta \sin \theta_H \sin(\varphi - \varphi_H) \\
& + 2K_{2\parallel} \sin^2 \theta \sin(\varphi - \varphi_u) \cos(\varphi - \varphi_u) \\
& + \frac{1}{2} K_{4\parallel} \sin^4 \theta \sin 4\varphi = 0.
\end{aligned} \tag{2.3.3}$$

Dem entsprechend lauten die zweiten Ableitungen:

$$\begin{aligned}
\frac{\partial^2 F}{\partial \theta^2} = & MH [\sin \theta \sin \theta_H \cos(\varphi - \varphi_H) + \cos \theta \cos \theta_H] \\
& + 2(\sin^2 \theta - \cos^2 \theta) [(2\pi M^2 - K_{2\perp}) + K_{2\parallel} \cos^2(\varphi - \varphi_u)] \\
& + 2K_{4\perp} (\cos^4 \theta - 3 \cos^2 \theta \sin^2 \theta) \\
& - \frac{1}{2} K_{4\parallel} (3 + \cos 4\varphi) (3 \sin^2 \theta \cos^2 \theta - \sin^4 \theta),
\end{aligned} \tag{2.3.4}$$

$$\begin{aligned}
\frac{\partial^2 F}{\partial \varphi^2} = & MH \sin \theta \sin \theta_H \cos(\varphi - \varphi_H) \\
& + 2K_{2\parallel} \sin^2 \theta (\cos^2(\varphi - \varphi_u) - \sin^2(\varphi - \varphi_u)) \\
& - 2K_{4\parallel} \sin^4 \theta \cos 4\varphi,
\end{aligned} \tag{2.3.5}$$

$$\begin{aligned}
\frac{\partial^2 F}{\partial \theta \partial \varphi} = & MH \cos \theta \sin \theta_H \sin(\varphi - \varphi_H) \\
& + 4K_{2\parallel} \cos \theta \sin \theta \sin(\varphi - \varphi_u) \cos(\varphi - \varphi_u) \\
& + 2K_{4\parallel} \sin 4\varphi \sin^3 \theta \cos \theta.
\end{aligned} \tag{2.3.6}$$

## 2 Theoretische Grundlagen

Zusätzlich muss  $H_0$  mit einem beliebigen Betrag in eine magnetisch leichte Achse oder mit einem hohen Betrag in eine mittelschwere oder harte Achse gerichtet sein. Mit den Winkeln aus der Abbildung 2.1 gilt für ein Magnetfeld in Richtung einer magnetisch leichten Achse  $H_0|| [100]$  ( $\varphi_H = 90^\circ$ ) und  $H_0|| [010]$  ( $\varphi_H = 0^\circ$ ). Ein entlang der magnetisch mittelschweren Achse eingestelltes Magnetfeld wird mit  $H_0|| [110]$  ( $\varphi_H = 45^\circ$ ) bzw.  $H_0|| [1-10]$  ( $\varphi_H = 135^\circ$ ) beschrieben. Für alle Spezialfälle liegt die Magnetisierung ( $\theta = 90^\circ$  und  $\theta_H = 90^\circ$ ) in der x-y-Ebene in Richtung des Magnetfeldes und es gilt ebenfalls  $\varphi = \varphi_H = \varphi_u$ . Daraus resultieren die folgenden Bewegungsgleichungen (Glg. 2.2.4):

für  $H_0|| [100]$  ( $\varphi_H = 90^\circ$ ) gilt

$$\begin{aligned} \left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \frac{1}{M^2} & (4\pi M^3 H_{res} + M^2 H_{res}^2 - 2K_{2\perp} M H_{res} - 4K_{2\perp} K_{2||} + 4K_{2\perp} K_{4||} \\ & + 4K_{2||}^2 + 8\pi M^2 K_{2||} - 4K_{2||} M H_{res} - 4K_{4||}^2 - 8\pi M^2 K_{4||}). \end{aligned} \quad (2.3.7)$$

Der Fall  $H_0|| [010]$  ( $\varphi_H = 0^\circ$ ) ergibt das gleiche Ergebnis für die Bewegungsgleichung der FMR wie in Gleichung 2.3.7.

Für die Winkel  $\varphi = \varphi_H = \varphi_u = 45^\circ$  und  $\varphi = \varphi_H = \varphi_u = 135^\circ$ , d.h.  $H_0|| [110]$  und  $H_0|| [1-10]$  in eine mittelschweren Richtung gilt:

$$\begin{aligned} \left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = & 4\pi M^3 H_{res} + M^2 H_{res}^2 - 2K_{2\perp} M H_{res} - 4K_{2\perp} K_{2||} - 4K_{2\perp} K_{4||} - 4K_{2||}^2 \\ & + 8\pi M^2 K_{2||} + 4K_{2||} M H_{res} + 6K_{2||} K_{4||} + 2K_{4||}^2 + 8\pi M^2 K_{4||} + 3K_{4||} M H_{res}. \end{aligned} \quad (2.3.8)$$





# 3 Materialsystemen

Die Doppelschicht der beiden Serien bestehen aus einem Magnetit- und einem Nickeloxidfilm(NiO) und wurden in der Arbeitsgruppe „Dünne Schichten und Grenzflächen“ auf Substrate aufgedampft. In einer Serie wird Strontiumtitanat (STO) und in der anderen Magnesiumoxid (MgO) als Substrat verwendet.

## 3.1 Magnetit

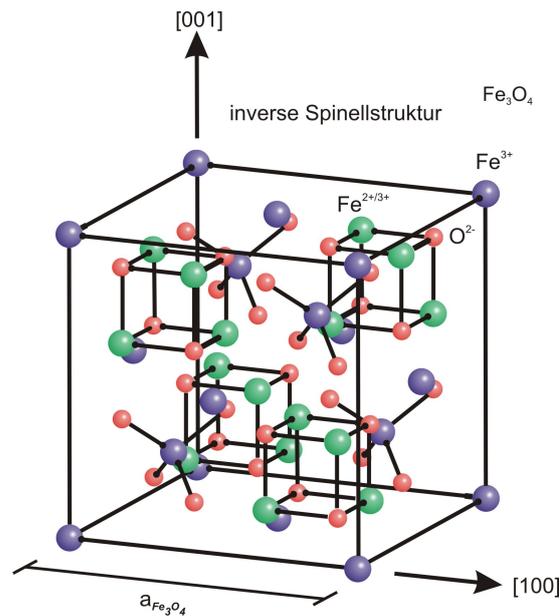


Abbildung 3.1: Inverse Spinellstruktur der Magnetit-Einheitszelle mit einer Gitterkonstante von  $a_{Fe_3O_4} = 8,396 \text{ \AA}$  (entnommen aus [3]).

Magnetit ist das stabilste Eisenoxid. Die dazugehörige Summenformel ist Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. In der inversen Spinellstruktur (siehe Abb. 3.1) kristallisiert Magnetit mit der allgemei-

nen Form  $AB_2O_4$ . Ein Achtel der Tetraederlücken werden von den  $Fe^{3+}$ -Kationen und die Hälfte der Oktaederlücken von den restlichen  $Fe^{2+}$ - und  $Fe^{3+}$ -Kationen besetzt. Die  $O^{2-}$ -Anionen bilden ein fcc-Gitter (fcc = face centered cubic). Die Einheitszelle hat eine Gitterkonstante von  $a_{Fe_3O_4} = 8,396 \text{ \AA}$ . Unterhalb der Curie-Temperatur von 858 K ist Magnetit ferrimagnetisch.

## 3.2 Nickeloxid

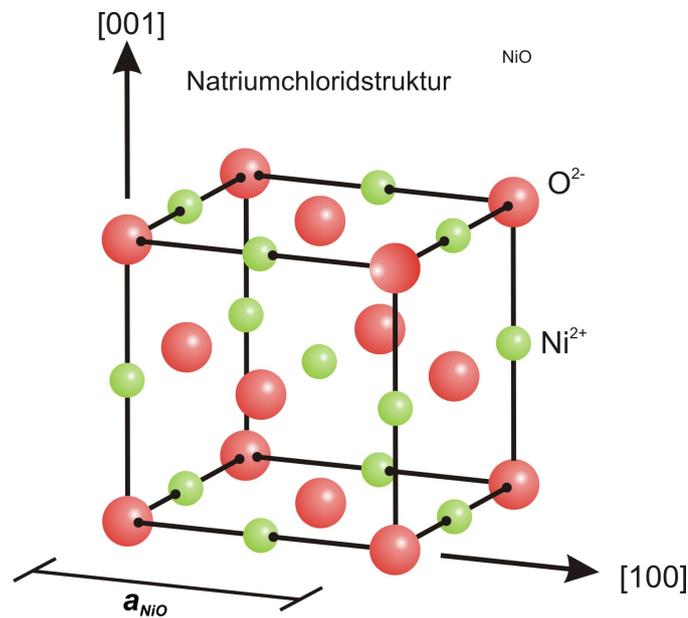


Abbildung 3.2: Nickeloxid-Einheitszelle in einer Natriumchloridstruktur mit einer Gitterkonstante von  $a_{NiO} = 4,177 \text{ \AA}$  (entnommen aus [20]).

Nickeloxid setzt sich zugeleichen Teilen aus zweifach positiv geladenen Nickelionen  $Ni^{2+}$  und zweifach negativ geladenen  $O^{2-}$ -ionen zusammen und hat die Summenformel  $NiO$ . Die Gitterkonstante beträgt  $a_{NiO} = 4,177 \text{ \AA}$  und es kristallisiert in einer Natriumchloridstruktur (siehe Abb. 3.2). Nickeloxid ist bis zu der NÉEL-Temperatur von  $T_N = 525 \text{ K}$  antiferromagnetisch und wird bei höheren Temperaturen paramagnetisch. Die Gitterfehlانpassung von Nickeloxid auf Magnesiumoxid liegt bei etwa 0,8% und auf Strontiumtitanat liegt diese bei etwa 6,5%.

### 3.3 Strontiumtitanat

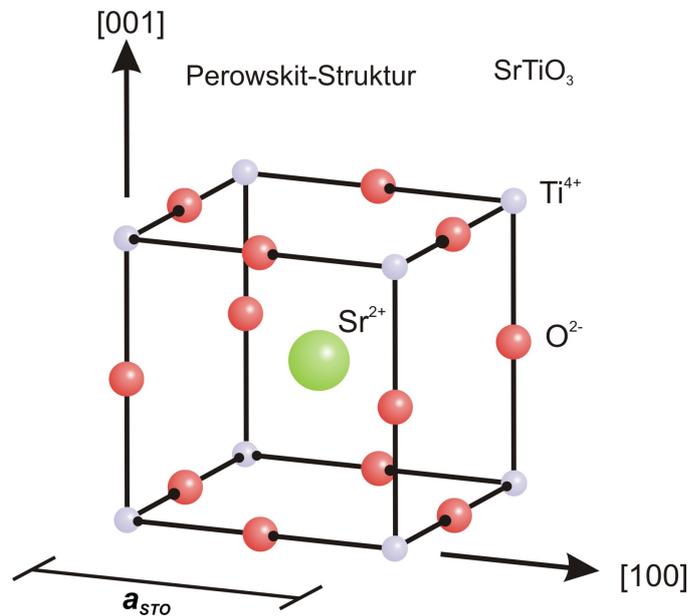


Abbildung 3.3: Strontiumtitanat in einer Perowskit-Struktur mit einer Gitterkonstante von  $a_{STO} = 3,905 \text{ \AA}$ . (entnommen aus [7])

Für die erste Serie wurde Strontiumtitanat (STO) als Substrat verwendet und hat die Summenformel SrTiO<sub>3</sub>. Das Zentrum der kubisch kristallinen Perowskit-Struktur besteht ein Strontiumion (siehe Abb. 3.3). In den Ecken der Einheitszelle befinden sich Ti<sup>4+</sup>-ionen und die Seitenmitten sind mit O<sup>2-</sup>-ionen besetzt. Strontiumtitanat hat eine Gitterkonstante von  $a_{STO} = 3,905 \text{ \AA}$  und ist ein Isolator. Es ist diamagnetisch, d.h. ferromagnetische Resonanzen treten nicht auf [7].

### 3.4 Magnesiumoxid

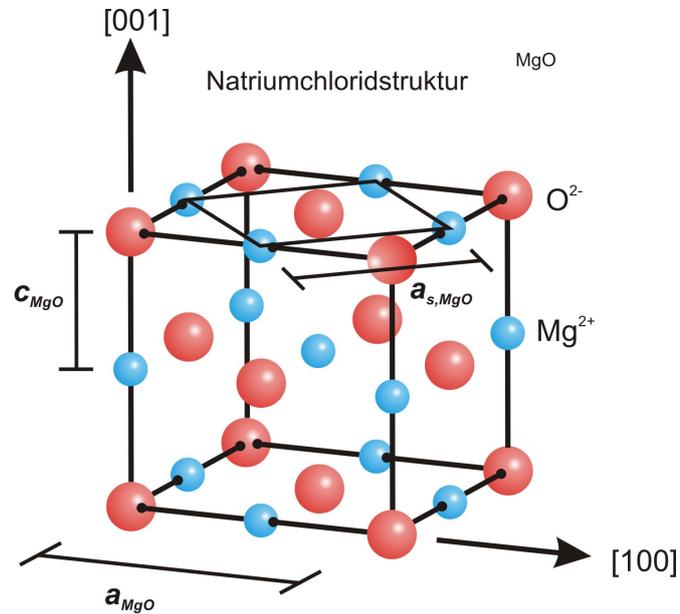


Abbildung 3.4: In eine Natriumchloridstruktur kristallisiertes Magnesiumoxid mit einer Gitterkonstante von  $a_{MgO} = 4,212 \text{ \AA}$  (entnommen aus [15]).

Das Substrat Magnesiumoxid besteht aus  $Mg^{2+}$ -ionen und  $O^{2-}$ -ionen im stöchiometrischen Verhältnis 1:1. Die Oberfläche orientiert sich in eine  $[001]$ -Richtung und weist wie NiO Natriumchloridstruktur auf (siehe Abb. 3.4). Das aus Magnesium- und Sauerstoffionen bestehende kubisch-flächenzentrierte Kristallgitter hat eine Gitterkonstante von  $a_{MgO} = 4,212 \text{ \AA}$ . Die fcc-Ionengitter der beiden Elemente sind jeweils um eine halbe Gitterkonstante versetzt. Da Magnesium ein Isolator ist sollten keine ferromagnetische Resonanzen auftreten.

## 3.5 Herstellung von Doppelschichten

In einer Ultrahochvakuum-Kammer (UHV) werden die Schichten und die Substrate präpariert. Ein Druck von unter  $10^{-7}$  mbar ist erforderlich, da ansonsten die Oberfläche der Probe durch andere Teilchen verschmutzt wird. Die UHV besteht insgesamt aus drei Kammern, die durch Schiebeventile getrennt sind. Mit Hilfe von Transferstäbe kann die Probe zwischen der Schleuse, der Präparationskammer und der Messkammer bewegt werden. Die Kammern haben je ein eigenes Pumpensystem um den Anfangs- und Enddruck zu erzeugen. Um die Schichten bei unterschiedlichen Temperaturen herzustellen, ist in der Mitte ein Halter bzw. ein drehbarer Manipulator befestigt. Dieser ist mit einem Filament ausgestattet und erhitzt die in dieser Arbeit untersuchten Probe durch Elektronenstöße auf  $250^\circ$ .

Zum Ein- und Ausschleusen der Substrate wird die Schleuse verwendet. Die Substrate werden in die Präparationskammer auf  $400^\circ$  in einer Sauerstoffatmosphäre erhitzt um sie durch Molekularstrahlepitaxie reaktiv zu reinigen. Für das Aufdampfen der Magnetitschicht wird ein Eisenverdampfer eingesetzt. Der Sauerstoffdruck beträgt dabei  $5 \cdot 10^{-6}$  mbar. Bei der Nickeloxidschicht wird ein Nickelverdampfer verwendet und der Druck des Dauerstoffs beträgt  $1 \cdot 10^{-5}$  mbar. Mit einem Feindosierventil kann die Sauerstoffzufuhr reguliert werden [20].



# 4 Experimentelle Grundlagen

## 4.1 Aufbau der Messapparatur

Die Proben werden mit einem konventionellen ESR-Spektrometer gemessen. In Abbildung 4.1 ist der Aufbau einer FMR-Anlage skizziert. Zwischen den Spulen eines wassergekühlten Magneten befindet sich ein Hohlraumresonator, in dem mithilfe eines Goniometers die Probe befestigt wird. Dadurch können die Proben um die Probennormale (z-Achse) gedreht werden. An dem Resonator ist eine Mikrowellenbrücke angeschlossen, in der sich ein Mikrowellengenerator, der Mikrowellenstrahlung in einen Zirkulator leitet befinden. Durch einen Abschwächer mit maximal 60 dB gelangt ein Teil der Welle in den Resonator. Um einen linearen Nachweis über die gemessene Leistung zu erhalten, benötigt die Diode eine bestimmte Vorspannung, um den Arbeitspunkt in ihren idealen linearen Bereich zu schieben. Die Diode wandelt die Mikrowelle in ein Spannungssignal um. Daher wird ein Teil der Welle über einen Referenzarm in die Detektordiode geleitet, dass zur Frequenzkorrektur (AFC) verwendet wird [11]. Für die Anpassung der Resonanzfrequenz wird ein Oszilloskop verwendet. Wenn die Frequenz der Mikrowelle und des Resonators übereinstimmen (bei ca. 9,5 GHz), wird die eingestrahlte Energie im Resonator absorbiert, d.h. es wird keine Mikrowellenstrahlung reflektiert. Die Änderung des Magnetfeldes bewirkt eine Änderung der Resonanzfrequenz der Probe und ein Teil der Mikrowelle wird absorbiert. Im Fall einer Resonanzabsorption im Resonator wird die Mikrowellenstrahlung reflektiert und über den Zirkulator weitergeleitet. Das reflektierte Signal interferiert mit dem Signal im Referenzarm und gelangt in die Detektordiode.

Die Messempfindlichkeit kann mit Hilfe eines Lock-In-Verstärkers verbessert werden. Aus großem Rauschen können kleine Signale herausgefiltert werden. Der Verstärker realisiert ein Referenzsignal, mit einer konstanten Frequenz und einer konstanten Am-

## 4 Experimentelle Grundlagen

plitude, eine Modulation des angelegten Magnetfeldes. Dieses Signal zeigt die Ableitung der ursprünglichen Absorption [16], die mit einem Computerprogramm ausgelesen wird.

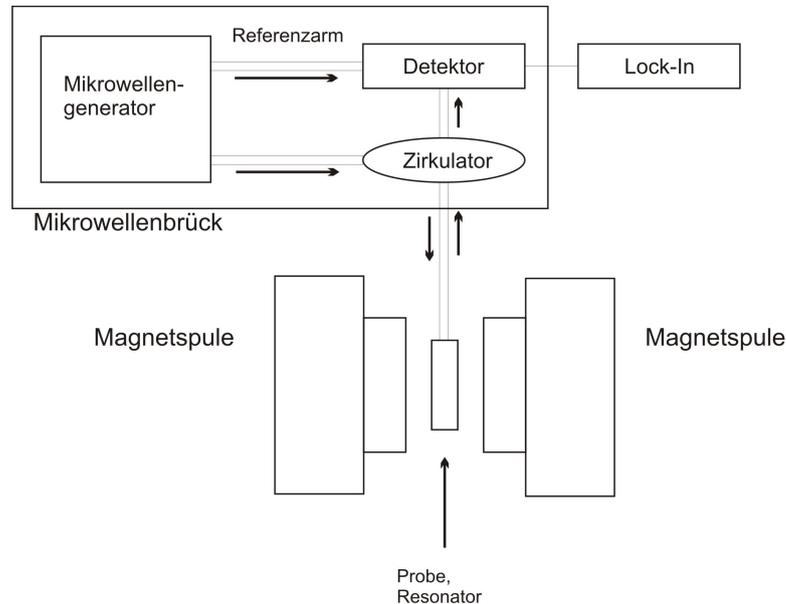


Abbildung 4.1: Schematischer Aufbau der FMR-Messapparatur.

## 4.2 Linienform

Die Absorptionskurve der Ferromagnetischen Resonanz kann durch eine Lorentzkurve beschrieben werden, die in der Theorie aus der Lösung der Blochgleichung folgt [8]. Die Modulation durch den Lock-In-Verstärker bewirkt, dass die Ableitung der Lorentzkurve gemessen wird. Abbildung 4.2 zeigt die charakteristischen Merkmale der Absorptionskurve: die Peak-to-Peak Linienbreite  $\mu_0 \Delta H_{pp}$  und die Peak-to-Peak Amplitude  $A_{pp}$  und das Resonanzfeld  $\mu_0 H_{res}$ . Der Schwerpunkt in dieser Arbeit liegt auf dem Resonanzfeld, das aus dem arithmetischen Mittelwert von Maxima und Minima der Kurve berechnet wird. Aufgrund einer kleineren Amplitude und größeren Linienbreite werden die Proben auf dem Strontiumtitanat-Substrat mit einer Lorentzkurve

angefittet und daraus die Peak-to-Peak-Werte bestimmt. Die Modulation ist den unterschiedlichen Proben angepasst, um jeweils eine geeignete Amplitude zu erhalten.

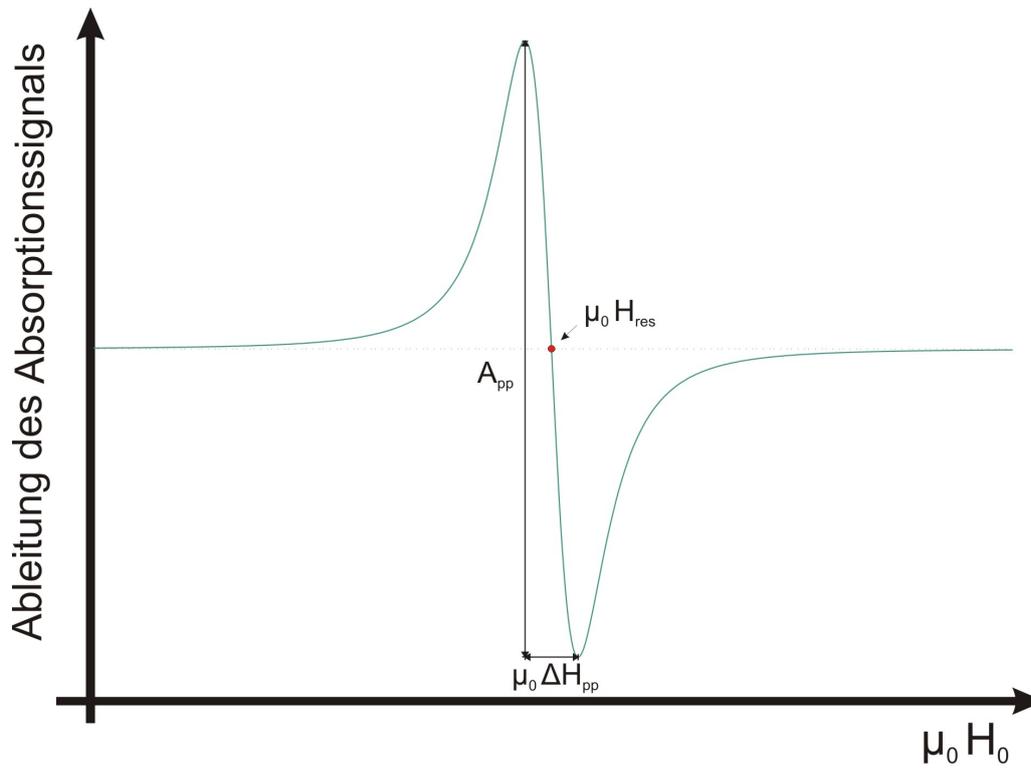


Abbildung 4.2: Ableitung einer Lorentzkurve entspricht, durch das Verwenden der Lock-In-Technik zur Modulierung des angelegten Magnetfeldes, dem gemessenen Signal.



## 5 Experimentelle Ergebnisse

Die magnetische Anisotropie der Proben wird aus den aufgezeichneten FMR-Signal in Abhängigkeit vom Probendrehwinkel  $\alpha$  ermittelt. Die FMR-Resonanzen werden mit einer Mikrowellenfrequenz im X-Band von ungefähr 9,5 GHz und konstanter Modulationsamplitude gemessen. Die Proben haben eine quadratische Form mit einer Seitenlänge von ungefähr 2-3 mm. In Tabelle 5.1 sind die Ergebnisse aufgelistet. Die Auswertung der Messdaten wird anhand einer Magnetitschicht erläutert und anschließend werden die Ergebnisse der beiden untersuchten Serien vorgestellt und diskutiert.

Tabelle 5.1: Übersicht über die gemessenen Proben.

Porbenname	Schichtdicke FeO [nm]	Schichtdicke NiO [nm]	Aufdampf- Temperatur [°C]	Anisotropie
FeOMgO_110524	23,0	–	–	vierzählig
FeONiOSTO_150528	29,8	9,9	150	vierzählig
FeONiOSTO_150602	29,9	9,1	250	vierzählig
FeONiOSTO_150526	26,7	9,0	350	vierzählig
FeONiOSTO_150601	31,1	86,5	450	vierzählig
FeONiOMgO_130521	27,2	44,0	250	vierzählig
FeONiOMgO_130125	40	30-35	250	vierzählig
FeONiOMgO_130131	60	30-35	250	vierzählig
FeONiOMgO_130603	87,0	28,1	250	vierzählig

## 5.1 Auswertung einer Beispielprobe

Die Auswertung der FMR-Spektren soll anhand der Probe (23 nm)  $Fe_3O_4$  auf MgO beschrieben werden. Die Resonanzen werden in  $5^\circ$ -Schritten von  $0^\circ$  bis  $360^\circ$  in einem Magnetfeldbereich von 5 - 400 Tesla[T] gemessen. Das Resonanzfeld wird im Messprogramm der FMR-Apparatur in einem kartesischen Koordinatensystem gegen die magnetische Flussdichte aufgetragen. Die Intensität des Resonanzsignals kann am Lock-In-Verstärker je nach Probe und Messung eingestellt werden. Für die in dieser Arbeit untersuchten Proben liegt die Intensität in einem Bereich zwischen  $20\mu V$  und  $1mV$ . Die Messung der FeO auf MgO Probe erfolgt in  $0,7$  G-Schritten. In den Abbildungen 5.1 und 5.2 ist das Resonanzfeld in Abhängigkeit zum Probendrehwinkel  $\alpha$  zum Vergleich in kartesischen Koordinaten und in Polarkoordinaten dargestellt. Die Maxima zeigen dabei in eine magnetisch schweren Richtung und die Minima in magnetisch leichter Richtung. Durch theoretische Berechnungen kann die Winkelabhängigkeit des Resonanzfeldes bestimmt werden. Daraus lassen sich die Werte für die zweizählige ( $B_2 = \frac{2K_2}{M_s}$ ) und vierzählige ( $B_4 = \frac{2K_4}{M_s}$ ) magnetische Anisotropie ermitteln. Bei der Beispielprobe (23 nm) Magnetit auf MgO ergeben die Berechnung der Ergebnisse die Magnetisierung  $M = 0,4544 T$  und Resonanzfelder  $B_2 = 1,3835 mT$  und  $B_4 = 10,0223 mT$ . Aus den berechneten Werten und den Abbildungen 5.1 und 5.2 ist eine vierzählige Anisotropie und eine viel kleinere zweizählige Anisotropie deutlich zu erkennen. Die magnetisch leichte Achse zeigt dabei in  $[110]$ -Richtung, was bei Messungen der ferromagnetischen Resonanz bei Magnetit auf MgO häufig vorkommt [18].

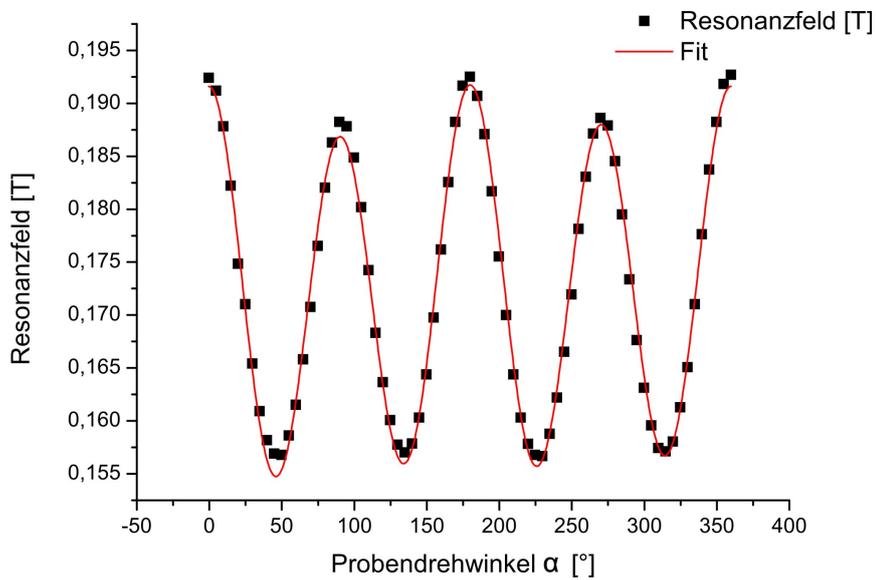


Abbildung 5.1: Darstellung der Messwerte der ersten Probe (FeOMgO) in kartesischen Koordinaten in Abhängigkeit zum Probenwinkel  $\varphi$ .

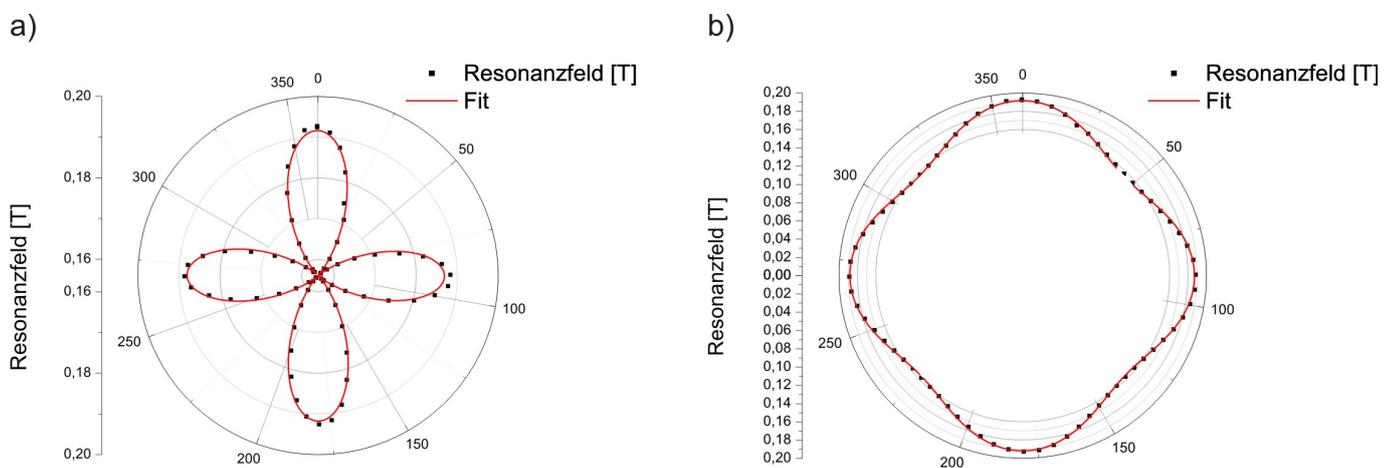


Abbildung 5.2: Darstellung der Messwerte der ersten Probe (FeOMgO) in Polarkoordinaten. a) Der Mittelpunkt liegt bei 0,156 mT. b) Der Mittelpunkt liegt bei 0 mT.

## 5.2 Magnesiumoxid-Serie

Für die Serie mit Magnesiumoxid als Substrat wurden je Probe unterschiedlich dicke Magnetitfilme bei ungefähr  $250^{\circ}\text{C}$  aufgedampft (siehe Tabelle 5.1). Die Schichtdicke des Nickeloxidfilms bei den Proben, mit einer Magnetitschichtdicke von 40, 60 und 80 nm, hat eine konstante Größe von ungefähr 30-35 nm. Bei der vierten Probe dieser Serie (30 nm) beträgt die Schichtdicke des Nickeloxidfilms ungefähr 45 nm. Abbildung 5.3 zeigt die Resonanzfelder in Abhängigkeit zum Probendrehwinkel  $\alpha$  im Vergleich. Die Maxima der beiden Proben mit 40 bzw. 80 nm Magnetitschichtdicke liegen ungefähr bei  $0^{\circ}$ ,  $90^{\circ}$ ,  $180^{\circ}$ ,  $270^{\circ}$ . Im Vergleich zu diesen beiden Proben sind die Maxima und Minima bei der Probe mit einer Magnetitschichtdicke von 30 nm um  $45^{\circ}$  verschoben und die Amplitude ist deutlich größer. Die letzte Probe (60 nm) weicht von den anderen untersuchten Proben stark ab. Das erste erkennbare Maxima dieser Probe (Abb. 5.3) liegt ungefähr bei  $110^{\circ}$ . Die Winkel der Maxima und Minima weichen bis  $5^{\circ}$  von einander ab. Beim Vergleich der Amplituden ist ein deutlicher Unterschied zu sehen. Die Amplitude der Probe (60 nm) ist kleiner als die der anderen Proben. In Abbildung 5.4 liegt die Magnetisierung der Proben mit 40, 60 und 80 nm Magnetitschichtdicke im Bereich von 0,47-0,49 T. Die Magnetisierung der Probe (30 nm) ist um ungefähr 0,27 T größer als bei den anderen Proben der MgO-Serie.

Die magnetisch leichte Achse zeigt bei den Proben mit 40 bzw. 80 nm Magnetitschichtdicke in  $[110]$ -Richtung (siehe Kapitel 5.1). Die Probe (30 nm) hat jedoch eine magnetisch leichte Achse in der  $[100]$ -Richtung, was eine Verschiebung von  $45^{\circ}$  in Richtung zu den Kristallachsen von MgO bedeutet. Bei der Probe mit 60 nm Magnetitschichtdicke weicht die magnetisch leichte Achse um ungefähr  $20^{\circ}$  von der  $[110]$ -Richtung ab.

In Abbildung 5.5 ist eine deutlich größere vierzählige magnetische Anisotropie (B4) im Vergleich zur zweizähligen (B2) zu erkennen. Die zweizählige magnetische Anisotropie liegt den Proben mit 30, 40 und 60 nm Magnetitschichtdicke in einem Bereich von 0,6-0,8 mT. Bei der letzten Probe (80 nm) ist  $B2 \approx 0,134$  mT. Die vierzählige magnetische Anisotropie zeigt bei den Proben (30 nm, 40 nm, 60 nm) eine starke Abschwächung von ungefähr 12 mT. Bei der Probe mit 80 nm Magnetitschichtdicke erreicht B4 ungefähr 8,2 mT. Auffällig sind die Werte für B2 und B4, die sich bei der Probe (60

nm) mit nur ungefähr 0,1 mT unterscheiden. Im Vergleich mit den anderen Werten (siehe Tabelle 5.3) ist dieser Unterschied sehr klein.

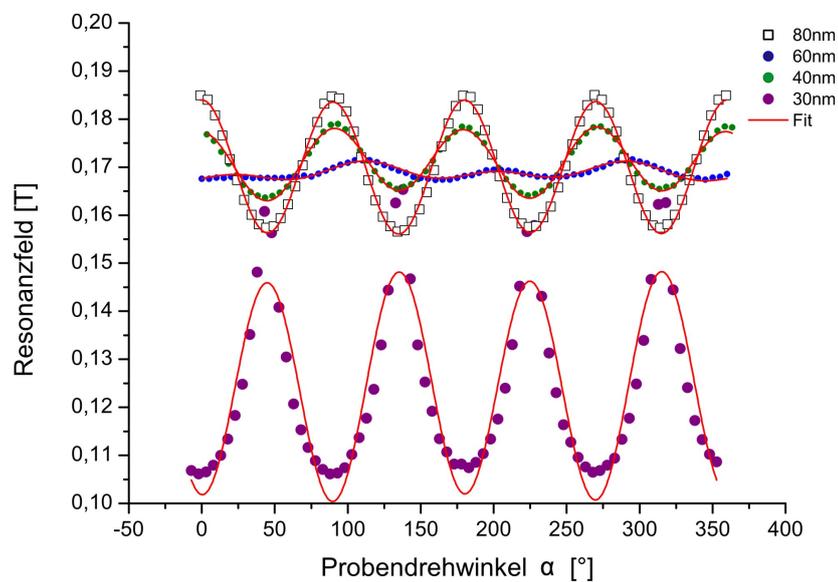


Abbildung 5.3: Resonanzfeld der Proben auf Magnesiumoxid in Abhängigkeit zum Probenwinkel  $\alpha$ .

## 5 Experimentelle Ergebnisse

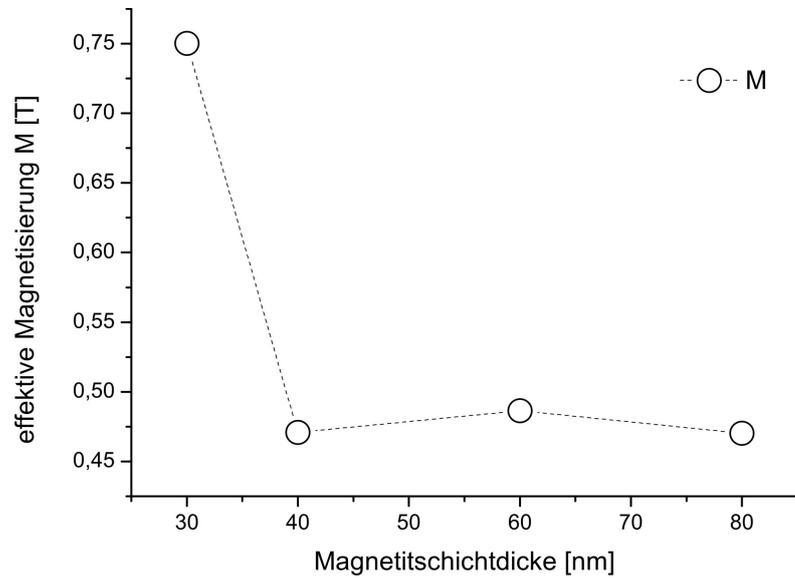


Abbildung 5.4: Effektive Magnetisierung der Proben in Abhängigkeit zur Magnetitschichtdicke.

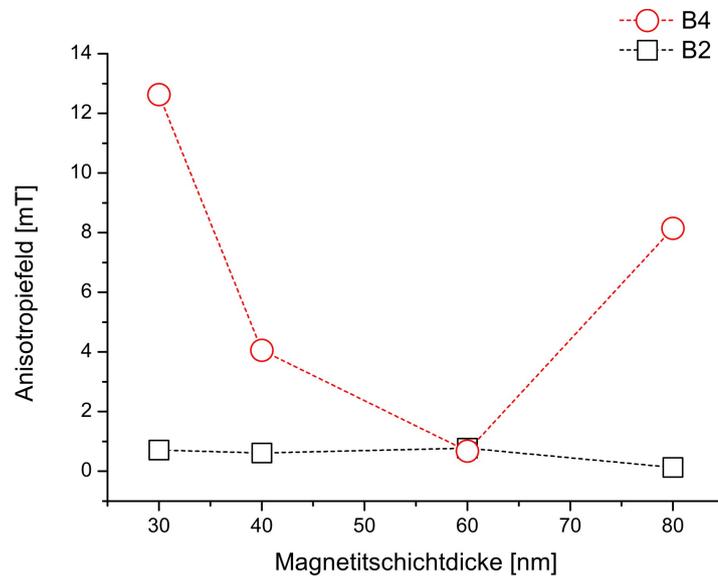


Abbildung 5.5: a) Zweizählige (B2) und b) vierzählige (B4) Anisotropie in Abhängigkeit zur Dicke des Magnetitfilms.

### 5.3 Strontiumtitanat-Serie

In Abbildung 5.6 sind die Resonanzfelder in Abhängigkeit des Probendrehwinkels  $\alpha$  der Strontiumtitanat-Serie dargestellt. Diese Proben unterscheiden sich in der Aufdampftemperatur des Magnetitfilms auf das Nickeloxid: 150°C, 250°C, 350°C und 450°C. Die Magnetitschichtdicke liegt bei diesen vier Proben ungefähr bei 25-30 nm. Das gemessene Signal bei diesen vier Proben hat ein größeres Rauschen als bei den Proben der Magnesiumoxidserie. Daher wurden die einzelnen Resonanzkurven mit einer Lorentzkurve angepasst, um den Fehler beim Ablesen der Maxima und Minima gering zu halten. Bei allen Proben dieser Serie ist eine Vierzähligkeit in der Winkelabhängigkeit des Resonanzfeldes zu sehen. Die Maxima liegen mit je kleinen Abweichungen bei ungefähr 45°, 135°, 225° und 315°. Bei den Proben mit den Aufdampftemperaturen 250°C und 450°C ist deutlich eine Zweizähligkeit erkennbar. Die Maxima bei 45° und 225° sind deutlich höher als bei 135° und 315°. Eine Abschwächung der Magnetisierung ist in Abbildung 5.7 zu sehen. Bei der Probe mit 450°C Aufdampftemperatur von Magnetit sinkt die Magnetisierung um ungefähr 0,212 T, also deutlich stärker als bei den anderen Proben dieser Serie. Ein möglicher Grund kann eine Vermischung der beiden Filme mit dem Substrat im Bereich von 450°C, die zu einer Änderung der Magnetisierung und somit eine Änderung des Messsignals ergeben. Die magnetisch leichten Achse zeigt bei allen Proben dieser Serie in [100]-Richtung, was bei FMR-Messungen bei Magnetit auf STO üblich ist [13].

Die zweizählige magnetische Anisotropie (B2) ist bei der Strontiumtitanat-Serie kleiner als die vierzählige (B4). B2 liegt in einem Bereich von 0,5-2 mT (siehe Tabelle 5.2). Die Proben mit den Aufdampftemperaturen 250°C und 450°C von Magnetit auf die Nickeloxidschicht haben eine zweizählige magnetische Anisotropie von ungefähr 2 mT. Bei B4 steigt zunächst von ungefähr 5,2 auf 6,3 mT an und schwächt dann bei der Probe (450°C) auf 3,6 mT ab.

## 5 Experimentelle Ergebnisse

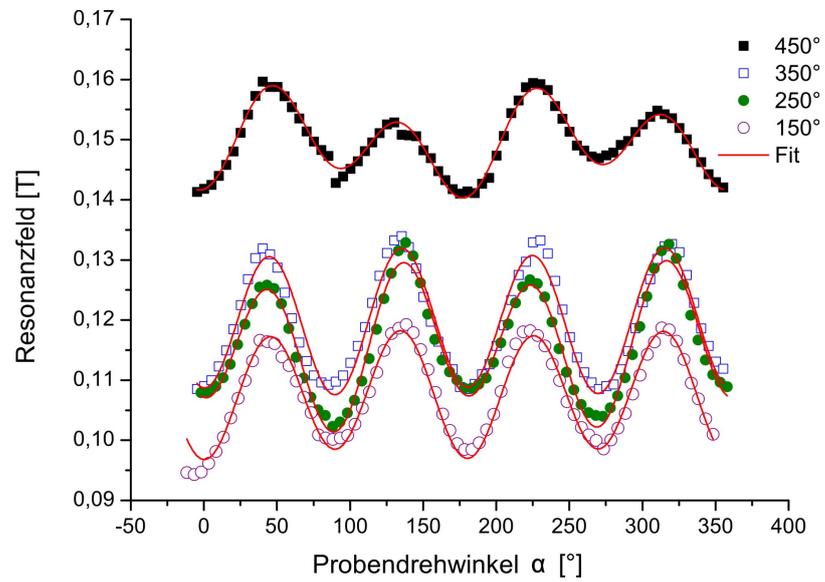


Abbildung 5.6: Resonanzfeld der Proben auf Strontiumtitanat in Abhängigkeit zum Probenwinkel  $\alpha$ .

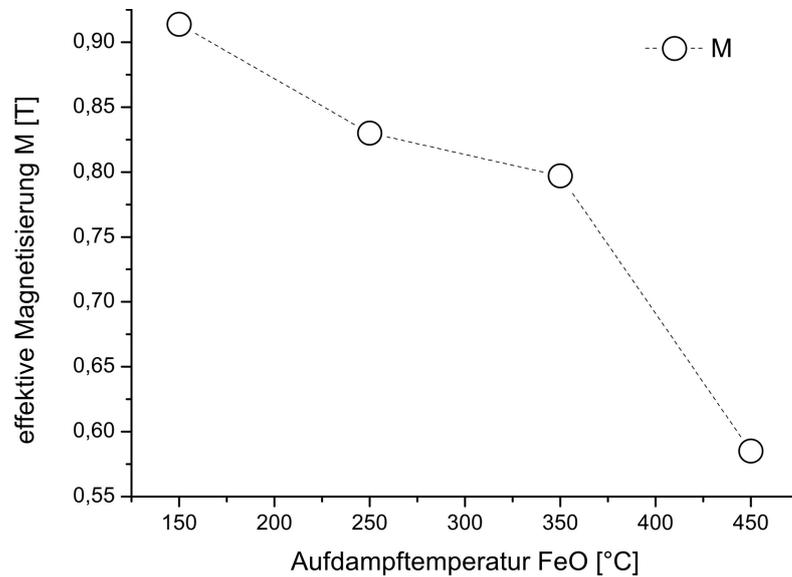


Abbildung 5.7: Effektive Magnetisierung der Proben in Abhängigkeit zur Aufdampftemperatur der Magnetitschicht.

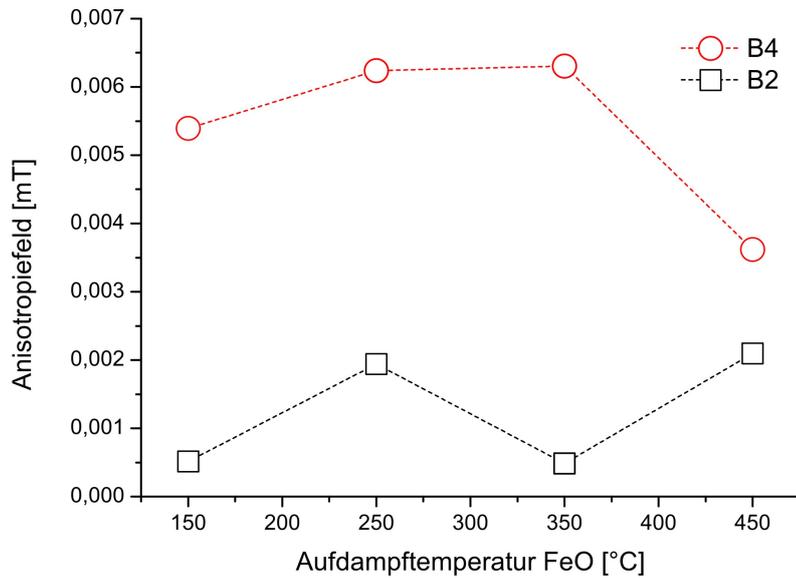


Abbildung 5.8: Zweizählige (B2) und vierzählige (B4) magnetische Anisotropie in Abhängigkeit zur Aufdampftemperatur von Magnetit.

## 5.4 Vergleich der beiden Serien

### Resonanzfeld

Die Resonanzfelder der Proben mit 40, 60 und 80 nm Magnetitschichtdicke der MgO-Serie sind größer als bei der Probe (30 nm) und ebenfalls größer als die Resonanzfelder der Proben der MgO-Serie. Die Minima der Proben mit den Aufdampftemperaturen von 150°C, 250°C und 350°C (STO-Serie) und die Probe (30 nm) der MgO-Serie liegen ungefähr im selben Bereich des Resonanzfeldes (ca. 0,1 T). Die Probe mit 30 nm Magnetitschichtdicke auf MgO hat im Vergleich zu allen anderen in dieser Arbeit untersuchten Proben die größte Amplitude (ungefähr 0,06 T). Das Resonanzfeld der Probe (450°C) der STO-Serie liegt in einem Bereich von 0,14-0,16 T unterhalb der Proben mit 40, 60 und 80 nm Magnetitschichtdicke auf STO.

### Magnetisierung

Die Proben mit den Aufdampftemperaturen von 150°C, 250°C und 350°C (STO-Serie) haben im Vergleich zu den Proben mit 40, 60 und 80 nm Magnetitschichtdicke der MgO-Serie eine größere Magnetisierung (ca. 0,3-0,4 T). Die Probe (450°C) der STO-Serie liegt dabei mit einer Magnetisierung von 0,585 T innerhalb dieses Berei-

## 5 Experimentelle Ergebnisse

ches. Die Probe mit 30 nm Magnetitschichtdicke der MgO-Serie lässt sich mit einer Magnetisierung von ungefähr 0,75 T im Bereich der Proben (150°C, 250°C, 350°C) der STO-Serie einordnen.

### Magnetische Anisotropie

In den Abbildungen 5.9 und 5.10 werden jeweils die zweizählige bzw. vierzählige magnetische Anisotropie beider Serien verglichen. Bei den Proben innerhalb der STO-Serie ist eine größere Änderung von B2 als bei der MgO-Serie zu erkennen. Die Proben mit 40, 60 und 80 nm Magnetitschichtdicke (MgO-Serie) haben dabei eine größere zweizählige Anisotropie die Proben (150°C, 350°C) der STO-Serie (ca. 0,1 T).

Die Änderung der vierzähligen magnetischen Anisotropie innerhalb der STO-Serie ist im Vergleich kleiner als bei den Proben der MgO-Serie. Die Werte für B4 der STO-Serie liegen dabei innerhalb des Anisotropiefeldbereiches der MgO-Serie.

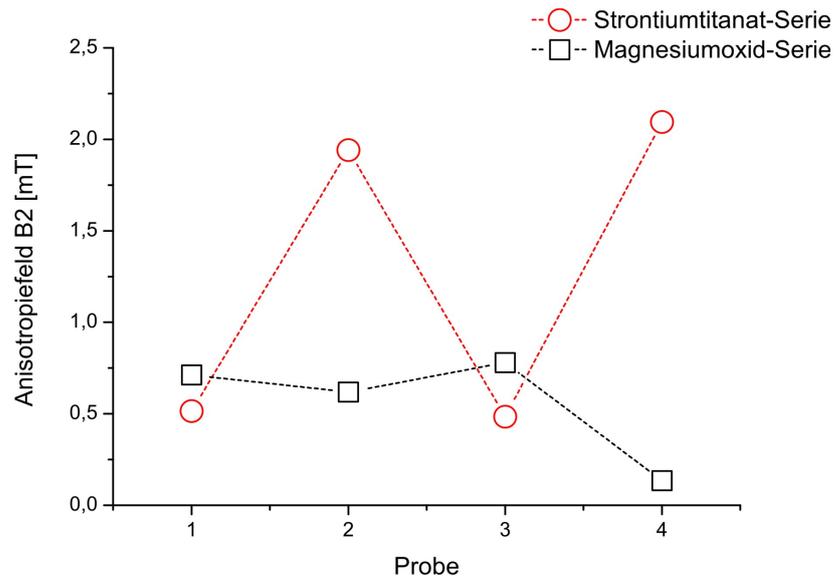


Abbildung 5.9: Vergleich der zweizähligen magnetische Anisotropie (B2) in Abhängigkeit zu den Proben beider Serien (1: STO-Serie 150°C, MgO-Serie 30 nm | 2: STO-Serie 250°C, MgO-Serie 40 nm | 3: STO-Serie 350°C, MgO-Serie 60 nm | 4: STO-Serie 450°C, MgO-Serie 80 nm).

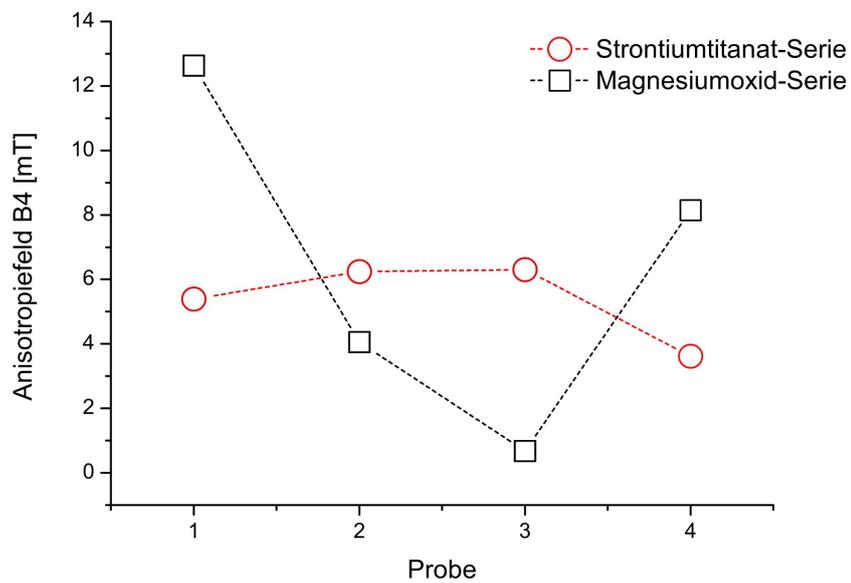


Abbildung 5.10: Vergleich der vierzähligen magnetische Anisotropie ( $B_4$ ) in Abhängigkeit zu den Proben beider Serien (1: STO-Serie  $150^\circ\text{C}$ , MgO-Serie 30 nm | 2: STO-Serie  $250^\circ\text{C}$ , MgO-Serie 40 nm | 3: STO-Serie  $350^\circ\text{C}$ , MgO-Serie 60 nm | 4: STO-Serie  $450^\circ\text{C}$ , MgO-Serie 80 nm).

## 5.5 Diskussion

Bei den Proben der STO-Serie ist eine deutliche Abschwächung der Magnetisierung Abhängigkeit der Aufdampftemperatur der Magnetitschicht zu erkennen. Auffällig ist dabei die Änderung der Magnetisierung zwischen den Proben ( $350^{\circ}\text{C}$  und  $450^{\circ}\text{C}$ ) um ungefähr 0,2 T. Die Magnetisierung liegt bei den anderen drei Proben zwischen 0,8-0,9 T (siehe Kapitel 5.2). Eine Erhöhung der Aufdampftemperatur der Magnetitschicht auf NiO könnte eine Vermischung der Magnetitschicht, Nickeloxidschicht und dem Substrat STO bewirken und dadurch eine Änderung bzw. eine Abschwächung bei der Magnetisierung hervorrufen. Ein ähnliches Ergebnis ergab auch die MOKE(Magnetooptische Kerr-Effekt)-Untersuchung [2], bei der eine Abnahme der Koerzitivfelder im Verhältnis der leichten zu der schweren Magnetisierungsrichtung durch steigende Aufdampftemperaturen bestimmt wurde.

Die Änderung der Magnetisierung bei der MgO-Serie mit unterschiedlich dicken Magnetitschichten ist im Vergleich zur STO-Serie kleiner (0,47-0,48 T). Die Magnetisierung der Probe (30nm) weicht mit 0,75 T deutlich von den anderen Proben dieser Serie ab (Abb. 5.4). Eine mögliche Erklärung dafür liefern die Messungen aus der Literaturquelle [12], in der mit einem anderen Messverfahren (AGM = Alternating Gradient Magnetometer) die Einzelschichten Magnetit auf MgO und Nickeloxid auf MgO auf die Sättigung der Magnetisierung hin untersucht wurden. Obwohl Nickeloxid antiferromagnetisch ist, konnte eine Magnetisierungskurve mit Sättigung für NiO (26,5 nm) gemessen werden. Daher könnte vermutlich die Nickeloxidschichtdicke von 45 nm (Tabelle 5.1) die Magnetisierung bei der Probe mit 30 nm Magnetitschichtdicke beeinflussen.

Bei den Proben der STO-Serie sind die magnetisch leichten Achsen deutlich erkennbar (Abb. 5.6) und zeigen in  $[100]$ -Richtung. Die Ergebnisse der MOKE-Untersuchung der STO-Serie ergaben bei den Proben mit einer Aufdampftemperatur von  $250^{\circ}\text{C}$  und  $350^{\circ}\text{C}$  ebenfalls eine deutlich erkennbare Vorzugsrichtung ( $[100]$ ) der leichten magnetischen Achse [2]. Die magnetisch leichten Achsen der anderen beiden Proben ( $150^{\circ}\text{C}$ ,  $450^{\circ}\text{C}$ ) waren dabei, im Gegensatz zu den in dieser Arbeit ermittelten Ergebnisse (siehe Abb. 5.6), nur schwach zu erkennen. Die Ergebnisse zur vierzähligen magnetischen Anisotropie (B4) (Abb. 5.8) und die Ergebnisse zu den Koerzitivfel-

dern der anderen Untersuchung weisen einen ähnlichen Zusammenhang auf. Bei den 250°C- und 450°C-Proben ist auch eine zweizählige Anisotropie im Vergleich zu den anderen beiden Proben deutlich erkennbar. Eine mögliche Ursache kann eine leichte Unregelmäßigkeit beim Aufdampfen der Magnetit- bzw. Nickeloxidfilme sein.

Aus den Messungen an der Probe (30 nm) lässt sich eine magnetisch leichte Achse in die [100]-Richtung bestimmen. Eine Richtungsänderung der magnetisch leichten Achse ist bei der 60 nm-Probe zu erkennen. Die Abweichung des Winkels zur [110]-Richtung beträgt ungefähr 20°. Eine Erklärung für die Ergebnisse dieser Probe konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht gefunden werden. Bei der Probe mit 80 nm Magnetit-schichtdicke verschiebt sich die magnetisch leichte Achse jedoch um 45° und zeigt in [110]-Richtung (im Rahmen dieser Arbeit auch bei der 40 nm-Probe). Dies lässt sich auch durch ein anderes Messverfahren(MOKE), die in einer anderen Arbeit durchgeführt wurde, belegen [20]. Darin wurde auch das Verhältnis der beiden Schichtdicken von Magnetit und Nickeloxid in Bezug auf die Messergebnisse untersucht. Wie bei Betrachtung der in dieser Arbeit untersuchten zweizähligen (B2) und vierzähligen (B4) magnetischen Anisotropie im Zusammenhang mit der Schichtdicke von Magnetit und Nickeloxid auf MgO (siehe Abb. 5.5) scheinen auch in der MOKE-Untersuchung keine eindeutigen Entwicklungen erkennbar zu sein.

## 5 Experimentelle Ergebnisse

Tabelle 5.2: Übersicht über die Ergebnisse durch die Anpassung der Resonanzfelder der Strontiumtitanat-Serie.

Probenname	Magnetisierung M [T]	zweizählige Anisotropie B2 [mT]	vierzählige Anisotropie B4 [mT]
FeONiOSTO_150528	0,9139	0,51	5,39
FeONiOSTO_150602	0,8299	1,94	6,24
FeONiOSTO_150526	0,797	0,48	6,31
FeONiOSTO_150601	0,5852	2,09	3,62

Tabelle 5.3: Übersicht über die Ergebnisse durch die Anpassung der Resonanzfelder der Magnesiumoxid-Serie.

Probenname	Magnetisierung M [T]	zweizählige Anisotropie B2 [mT]	vierzählige Anisotropie B4 [mT]
FeONiOMgO_130521	0,7503	0,71221	12,63
FeONiOMgO_130125	0,4709	0,61815	4,06
FeONiOMgO_130131	0,4865	0,77957	0,68
FeONiOMgO_130603	0,4703	0,13418	8,15

## 6 Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurde die magnetische Anisotropie bei Doppelschichten in Abhängigkeit der Aufdampftemperatur von Magnetit und der Schichtdicke der Magnetit- und Nickeloxidfilme auf ein Strontiumtitanat- bzw. Magnesiumoxidsubstrat mit der FMR-Messmethode untersucht. Aus den Messdaten der FMR-Apparatur kann das Resonanzfeld ermittelt und durch anschließende theoretische Berechnungen die magnetische Anisotropie in Abhängigkeit des Probendrehwinkels  $\alpha$  ( $0^\circ - 360^\circ$ ) in x-y-Ebene bestimmt werden. Die Beispielprobe mit Magnetit auf MgO sollte zunächst die grundlegende Vorgehensweise bei der Untersuchung beschreiben. Dabei konnte bei dieser Probe eine Vorzugsrichtung [110] der magnetisch leichten Achse der vierzähligen magnetischen Anisotropie ermittelt werden, die mit den Ergebnissen aus anderen Untersuchungen übereinstimmt [18].

Bei der Probenserie mit dem STO-Substrat wurde die magnetische Anisotropie bei unterschiedliche Aufdampftemperaturen von Magnetit ( $150^\circ\text{C}$ ,  $250^\circ\text{C}$ ,  $350^\circ\text{C}$ ,  $450^\circ\text{C}$ ) auf eine Nickeloxidschicht untersucht. Dabei konnte eine Abschwächung der Magnetisierung bei steigender Aufdampftemperatur gemessen werden. Aus den Ergebnissen wurde eine bei allen Proben der STO-Serie erkennbare vierzählige magnetische Anisotropie mit einer magnetisch leichten Achse in [100]-Richtung und eine leichte zweizählige magnetische Anisotropie bei den Proben ( $250^\circ\text{C}$ ,  $450^\circ\text{C}$ ) ermittelt. Dabei weisen die Proben mit einer Aufdampftemperatur von Magnetit von  $150^\circ\text{C}$  und  $450^\circ\text{C}$  im Vergleich zu den anderen beiden Proben der STO-Serie eine kleinere magnetische Anisotropie auf. Bei der letzten Probe ( $450^\circ\text{C}$ ) kann die Abschwächung der magnetischen Anisotropie durch eine Änderung der Magnetisierung aufgrund einer Vermischung der Schichten mit dem Substrat entstehen (vgl.[2]). Interessant wären weitere Messungen mit Magnetit auf STO mit höheren Aufdampftemperaturen als  $450^\circ\text{C}$  um den Grad der Vermischung zu untersuchen.

## 6 Zusammenfassung und Ausblick

Die magnetische Anisotropie der MgO-Probenserie wurde bei unterschiedlich Dicken Magnetit- und gleichbleibenden Nickeloxidschichtendicken in Abhängigkeit des Probedrehwinkels  $\alpha$  ( $0^\circ - 360^\circ$ ) bestimmt. Dabei hatte die Probe mit 30 nm Magnetitschichtdicke eine Nickeloxidschichtdicke von 45 nm, also um ungefähr 10-15 nm dicker als bei den anderen Proben der MgO-Serie (30-35 nm). Dies könnte vermutlich ein Grund für eine im Vergleich zu den anderen MgO-Proben der Serie größere Magnetisierung (ca. 0,75 T) sein, obwohl Nickeloxid antiferromagnetisch ist [12]. Eine Versuchsreihe mit konstanter Magnetitschichtdicke auf unterschiedlich dicken Nickeloxidschichten wäre eine Möglichkeit den Einfluss von NiO auf die Magnetisierung von Magnetit zu untersuchen. Aus den Ergebnisse über die magnetische Anisotropie der MgO-Probenserie konnte keine eindeutige Entwicklung entnommen werden, da sich die Werte bei den einzelnen Proben im Bereich von 12 mT stark unterscheiden. Auch die magnetisch leichte Achse zeigte bei zwei Proben der MgO-Serie (40 nm, 80 nm) zwar wie erwartet [20] in [110]-Richtung, doch die Probe mit 30 nm Magnetitschichtdicke (NiO-Dicke = 45 nm) hatte eine Vorzugsrichtung bei [100] und die letzte Probe (60 nm) eine Winkelabweichung zur [110]-Richtung von ungefähr  $20^\circ$ . Zur Optimierung des FMR-Messverfahrens sollte eine automatisierte Vorrichtung zur Rotation der Proben verwendet werden. Dadurch könnten Messungenauigkeiten verringert werden. Da die FMR-Methode sehr empfindliche Messungen durchführt, kann eine leicht schiefe Befestigung der Probe bei ip-Messungen uniaxiale magnetische Anisotropien hervorrufen, die so bei der Probe nicht messbar wären. Für zukünftige Versuchsreihen könnte ein Probenhalter mit einem Kontrollelement für horizontaler und vertikaler Ausrichtung nützlich sein.

# Literaturverzeichnis

- [1] Baibich, M. N.; Broto, J. M.; Fert, A.; Nguyen Van Dau, F.; Petroff, F.; Etienne, P.; Creuzet, G.; Friederich, A.; Chazelas, J.: *Giant Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices*. Physical Review Letters, Volume 61 (21), 2472–2475, 1988.
- [2] Bensch, K.: *MOKE Untersuchungen an ultradünnen epitaktischen Eisenoxidschichten*. Master's thesis, Universität Osnabrück, 2015.
- [3] Bertram, F.: *Röntgenstrukturanalyse von Oxidschichten*. Master's thesis, Universität Osnabrück, 2009.
- [4] Binasch, G.; Grünberg, P.; Saurenbach, F.; Zinn, W.: *Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer exchange*. Physical Review B, Volume 39 (7), 4828–4830, 1989.
- [5] Bland, J. A. C.; Heinrich, B.(Hrsg.): *Ultrathin Magnetic Structures I*. Berlin, Heidelberg, New York: Springer-Verlag, 1994.
- [6] Chen, Y.Z.; Sun, J.R.; Han, Y.N.; Xie, X.Y.; Shen, J.; Rong, C.B.; He, S.L.; Shen, B.G.: *Microstructure and magnetic properties of strained Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> films*. Journal of Applied Physics, Volume 103 (7), 07D703, 2008.
- [7] Feige, O.: *Ferromagnetische Resonanz an ultradünnen Magnetit-schichten*. Universität Osnabrück, 2014.

- [8] Graf, T.: *Spin-spin interactions of localized electronic states in semiconductors*. Ph.D. dissertation, Technische Universität München, 2003.
- [9] Jackson, J. D.: *Klassische Elektrodynamik*. Berlin, New York: Walter de Gruyter, 1983.
- [10] Landau, L.; Lifshitz, E.: *On the theory of magnetic permeability in ferromagnetic bodies*. Phys. Z. Sowjetunion 8, 153, 1937.
- [11] Lenz, Kilian: *Magnetische Anisotropie und Dämpfungsmechanismen in ultradünnen 3d-Ferromagneten: eine FMR-Studie*. Berlin: Verlag im Internet GmbH, 2005.
- [12] Mizuk, A.: *Temperatur- und schichtdickenabhängige Untersuchung des Trainingseffekts an dünnen  $Fe_3O_4/NiO$  - Schichtsystemen*. Universität Osnabrück 2013.
- [13] Monti, M.; Oujja, M.; Rebollar, E.; Castillejo, M.; Bollero, A.; Camarero, J.; Cuñado, J. L. F.; Nemes, N. M.; Mompean, F. J.; Garcia-Hernández, M.; Nie, S.; McCarty, K. F.; N'Diaye, A. T.; Chen, G.; Schmid, A. K.; Marco, J. F.; de la Figura, J.: *Room temperature in-plane  $\langle 100 \rangle$  magnetic easy axis for  $Fe_3O_4/SrTiO_3(001):nb$  grown by infrared pulsed laser deposition*. Journal of Applied Physics, 2013.
- [14] Pathé, N.: *MOKE-Untersuchungen ultradünner Eisenoxidschichten auf  $MgO(001)$* . Universität Osnabrück, 2012.
- [15] Schemmen, T.: *Oxidation von Eisenschichten auf  $MgO(001)$  Substraten*. Master's thesis, Universität Osnabrück, 2011.
- [16] Schwarz, M. J.: *Aufbau und Charakterisierung eines FMR-Spektrometers für X- und K-Band*. 2008.
- [17] Smit, J.; Beljers, H. G.: *Ferromagnetic resonance absorption in  $BaFe_{12}O_{19}$ , a highly anisotropic crystal*. Philips Res. Rep. 10, 113, 1955.

- [18] van der Heijden, P.; van Opstal, M.; Swiiste, C.; Bloemen, P.; Gaines, J.; de Jonge, W.: *A ferromagnetic resonance study on ultra-thin  $Fe_3O_4$  layers grown on (001)MgO*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 1998.
- [19] van Vleck, J.H.: *On the Anisotropy of Cubic Ferromagnetic Crystals*. Phys. Rev. 52, 1178, 1937.
- [20] Witziok, M.: *Präparation und Charakterisierung von  $Fe_3O_4/NiO$ -Schichten auf  $MgO(001)$* . Universität Osnabrück, 2013.



# Abbildungsverzeichnis

0.1	.....	2
2.1	Kartesisches Koordinatensystem in Bezug auf die Probe. ....	4
2.2	(a) Kegel für die Präzession der Magnetisierung. (b) Schema des FMR Prinzips. ....	9
3.1	Inverse Spinellstruktur der Magnetit-Einheitszelle mit einer Gitterkon- stante von $a_{Fe_3O_4} = 8,396 \text{ \AA}$ (entnommen aus [3]). ....	15
3.2	Nickeloxid-Einheitszelle in einer Natriumchloridstruktur mit einer Git- terkonstante von $a_{NiO} = 4,177 \text{ \AA}$ (entnommen aus [20]). ....	16
3.3	Strontiumtitanat in einer Perowskit-Struktur mit einer Gitterkonstante von $a_{STO} = 3,905 \text{ \AA}$ . (entnommen aus [7]) ....	17
3.4	In eine Natriumchloridstruktur kristallisiertes Magnesiumoxid mit ei- ner Gitterkonstante von $a_{MgO} = 4,212 \text{ \AA}$ (entnommen aus [15]). ...	18
4.1	Schematischer Aufbau der FMR-Messapparatur. ....	22
4.2	Ableitung einer Lorenzkurve ....	23
5.1	Darstellung der Messwerte der ersten Probe (FeOMgO) in kartesischen Koordinaten in Abhängigkeit zum Probenwinkel $\varphi$ . ....	27
5.2	Darstellung Probe (FeOMgO) in Polarkoordinaten. ....	27
5.3	Resonanzfeld der Proben auf Magnesiumoxid in Abhängigkeit zum Probenwinkel $\alpha$ . ....	29
5.4	Effektive Magnetisierung der Proben in Abhängigkeit zur Magnetit- schichtdicke. ....	30
5.5	a) Zweizählige (B2) und b) vierzählige (B4) Anisotropie in Abhängig- keit zur Dicke des Magnetitfilms. ....	30

*Abbildungsverzeichnis*

5.6	Resonanzfeld der Proben auf Strontiumtitanat in Abhängigkeit zum Probenwinkel $\alpha$ . . . . .	32
5.7	Effektive Magnetisierung der Proben in Abhängigkeit zur Aufdampf- temperatur der Magnetitschicht. . . . .	32
5.8	Zweizählige (B2) und vierzählige (B4) magnetische Anisotropie in Ab- hängigkeit zur Aufdampf-temperatur von Magnetit. . . . .	33
5.9	Vergleich der zweizähligen magnetische Anisotropie (B2) . . . . .	34
5.10	Vergleich der vierzähligen magnetische Anisotropie (B4) . . . . .	35

# Tabellenverzeichnis

5.1	Übersicht über die gemessenen Proben. . . . .	25
5.2	Übersicht über die Ergebnisse durch die Anpassung der Resonanzfelder der Strontiumtitanat-Serie. . . . .	38
5.3	Übersicht über die Ergebnisse durch die Anpassung der Resonanzfelder der Magnesiumoxid-Serie. . . . .	38



# Danksagung

An dieser Stelle möchte ich meinen Danke an alle Menschen richten, die mir bei der Fertigstellung dieser Masterarbeit geholfen haben. Mein Dank gilt zunächst Herrn Prof. Dr. Wollschläger, dass ich die Möglichkeit erhalten haben, die Arbeit in der seiner Arbeitsgruppe zu schreiben. Auch Herrn Prof. Dr. Steinhoff möchte ich mich für die Möglichkeit, die Messungen an der Apparatur in seiner Arbeitsgruppe durchzuführen, bedanken. Danke auch an Tobias Schemme für die Unterstützung und die Hilfsbereitschaft bei experimentellen und fachlichen Fragen. Elena Bondarenko möchte ich für die sorgfältige Einführung und Erklärung der Messanlage und für die freundliche Hilfe bei den Messungen bedanken. Auch möchte ich mich für das angenehme Arbeitsklima in der Arbeitsgruppen bedanken. Einen herzlichen Dank geht an meine Eltern, ohne deren Unterstützung dieses Studium nicht möglich gewesen wäre.

*Tabellenverzeichnis*

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

Osnabrück, 02. November 2015

(Walter Berg)