

Die magnetische Mikrostruktur atomar geschichteter Fe/Au(001) - Viellagensysteme

DISSERTATION

zur Erlangung des Doktorgrades
der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)
der Fakultät für Physik
der Universität Regensburg



vorgelegt von
Matthias Köhler
aus Regen

November 2002

Das Promotionsgesuch wurde eingereicht am 20. Dezember 2002.

Tag der mündlichen Prüfung: 16. April 2003.

Die Arbeit wurde angeleitet von Apl. Prof. Dr. G. Bayreuther.

Prüfungsausschuss:

Prof. Dr. I. Morgenstern	(Vorsitzender)
Apl. Prof. Dr. G. Bayreuther	(1. Gutachter)
Prof. Dr. D. Weiss	(2. Gutachter)
Prof. Dr. M. Maier	(weiterer Prüfer)

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung	1
1.1 Zielsetzung	2
1.2 Bekannte Eigenschaften von Fe/Au - L1 ₀	3
2 Mikromagnetismus und Domänentheorie	6
2.1 Energiebilanz des Ferromagneten	7
2.1.1 Austauschenergie	8
2.1.2 Anisotropieenergie	9
2.1.3 Oberflächen- und Grenzflächenanisotropie	10
2.1.4 Zeemanenergie	11
2.1.5 Streufeldenergie	11
2.1.6 Magnetoelastische Wechselwirkungen	13
2.2 Die mikromagnetischen Gleichungen	14
2.2.1 Dynamik der Magnetisierung	17
2.2.2 Methoden zur numerischen Lösung	18
2.3 Schichten mit senkrechter leichter Achse	18
2.3.1 Dichte Streifendomänen	18
2.3.2 Band- und Zylinderdomänen	21
2.3.3 Domänenwände	24
2.3.4 Domänentheoretische Behandlung	29
3 Experimentelle Methoden	34
3.1 Probenpräparation	34
3.1.1 Molekularstrahlepitaxie	35
3.1.2 Strukturierung	43
3.1.3 Ätzverfahren zur Membranherstellung	49
3.2 Strukturelle Charakterisierung der Proben	53
3.2.1 Reflection High Energy Electron Diffraction (RHEED)	53
3.2.2 Rastertunnelmikroskopie	55
3.2.3 Röntgendiffraktometrie	57
3.3 Bestimmung der magnetischen Eigenschaften	58
3.3.1 Polarer magneto-optischer Kerr-Effekt	58

3.3.2	Wechselgradientenmagnetometer	60
3.3.3	SQUID-Magnetometer	60
3.3.4	Torsionsmagnetometer	62
3.3.5	Bestimmung mikromagnetischer Materialparameter	65
3.4	Mikromagnetische Charakterisierung	68
3.4.1	Magnetische Transmissions-Röntgenmikroskopie	69
3.4.2	Lorentz-Transmissionselektronenmikroskopie	76
3.4.3	Magnetische Rasterkraftmikroskopie	77
3.4.4	Vergleich der Methoden	78
4	Durchführung der Experimente	80
4.1	Probenpräparation	80
4.1.1	Schichtherstellung mittels Molekularstrahlepitaxie	80
4.1.2	Strukturelle <i>ex-situ</i> -Charakterisierung	91
4.1.3	Mikrostrukturierung	93
4.1.4	Membranherstellung	101
4.2	Magnetische Charakterisierung der Proben	104
4.2.1	Magnetisierungskurven	104
4.2.2	Momentbestimmung	108
4.2.3	Bestimmung der magnetischen Anisotropie	111
4.3	Domänenbeobachtung	122
4.3.1	Domänen in unstrukturierten Schichten	123
4.3.2	Domänen in Nanostrukturen	128
5	Mikromagnetische Behandlung	132
5.1	Mikromagnetische Simulationen	132
5.1.1	Simulation der Wandstruktur	133
5.1.2	Simulation von Nanostrukturen	137
5.2	Domänentheoretische Behandlung nach Blake	148
6	Diskussion der Ergebnisse	154
6.1	Korrelation von Struktur und magnetischen Eigenschaften	154
6.2	Magnetische Materialparameter	155
6.2.1	Magnetisches Grundzustandsmoment	155
6.2.2	Magnetische Anisotropie	156
6.2.3	Austauschkopplung und Curie-Temperatur	157
6.3	Domänenbeobachtung	158
6.4	Vergleich von Experiment und Theorie	160
6.4.1	Synthese	160
7	Zusammenfassung	168

8 Anhang	172
8.1 Auswertung der Torsionsmessungen	172
8.1.1 Modell	172
8.1.2 Magnetische Eigenschaften der Keimschicht	174
8.1.3 Aufbereitung der Messdaten	174
8.1.4 Realisierung	175
8.1.5 Einbinden der DLL in <i>Origin</i>	177

Kapitel 1

Einleitung

Dünne magnetische Schichten stellen heute das vorherrschende Medium zur Speicherung großer Datenmengen dar. Die aktuelle Festplatten-Technologie bedient sich dazu spezieller Medien, in denen die Informationen durch Magnetisierungsänderungen in der Schichtebene aufgezeichnet werden (*in-plane* bzw. *longitudinal recording*). Moderne Festplatten wie die *IBM Deskstar 120GXP* zeichnen sich bereits durch eine Datendichte von ca. 30GBit/in² aus¹, wobei sich die Kapazität pro Flächeneinheit schon seit längerer Zeit jährlich etwa verdoppelt². Angesichts dieses exponentiellen Wachstums gilt es bereits seit den 70er Jahren als Tatsache, dass früher oder später Datenverluste durch thermische Instabilitäten der Magnetisierung ein unüberwindliches Hindernis darstellen werden, das eine weitere Erhöhung der Datendichte unmöglich macht. Dieses *superparamagnetische Limit* glaubte man seither des öfteren erreicht zu haben, durch intelligente Kunstgriffe wie die neuerdings verwendeten antiferromagnetisch gekoppelten Mehrlagensysteme³ gelang es jedoch bisher immer, die sich auftuenden Probleme zu umgehen. Somit bleibt abzuwarten, ob die derzeit als gerade noch realisierbar geltende Datendichte von 150GBit/in² tatsächlich die absolute Grenze des Machbaren darstellt. Parallel zur Verbesserung der herkömmlichen Technik werden aber auch große Anstrengungen unternommen um alternative Technologien zu erforschen, die dem ständig wachsenden Bedarf an Speicherkapazität auch in der Zukunft gerecht werden können. Während hier die exotischeren Ansätze wie Rastertunnelmethoden noch weit von der Anwendbarkeit entfernt sind, gilt der Übergang von der *longitudinalen* zur *senkrechten* magnetischen Aufzeichnung seit langem als attraktiver Weg zur Erhöhung der Flächenkapazität, wobei gleichzeitig ein Großteil der bekannten Festplattentechnologie weiter eingesetzt werden könnte [WSZW01]. Metallische Viellagensysteme mit bevorzugt senkrechter Magnetisierung gelten als gute Kandidaten für ein entsprechendes Speichermedium, weshalb derartigen Systemen in letzter Zeit großes wissenschaftliches Interesse entgegengebracht worden ist [KHYA96] [dBKvMH88].

¹<http://www.storage.ibm.com>

²Quelle: IBM

³http://www.research.ibm.com/resources/news/20010518_whitepaper.shtml

Voraussetzung für die Anwendung derartiger Viellagensysteme als Speichermedien ist das Erlangen eines detaillierten Verständnisses ihrer magnetischen Eigenschaften als Basis für die gezielte Entwicklung geeigneter Materialien. Dazu bedarf es der Kenntnis des Zusammenhangs zwischen den magnetischen Materialparametern, deren Abhängigkeit von der Schichtstruktur auf atomarer Ebene sowie den daraus resultierenden mikromagnetischen Eigenschaften im für die Datenspeicherung relevanten Größenbereich unterhalb von 100nm.

Zur Untersuchung jener Zusammenhänge ist es vorteilhaft, ein System mit modellhaftem Charakter heranzuziehen. Die Wahl fiel hier auf atomar geschichtete Fe/Au (001) - Viellagensysteme, die sich dadurch auszeichnen, dass sich Proben in hoher Qualität einkristallin herstellen lassen. Dies ist notwendig, da die kristalline Ordnung direkte Rückschlüsse von makroskopischen Eigenschaften auf intrinsische Merkmale des Systems zulässt und umgekehrt. Zusätzlich zeigt dieses Viellagensystem ein Verhalten, das bei ähnlichen Systemen wie etwa Fe/Pt (001) in dieser Form nicht auftritt: Die senkrechte magnetische Anisotropie lässt sich durch Variation der Einzellagedicken im Sub-Monolagenbereich empfindlich verändern [TMHF98]. Dieses Phänomen ermöglicht ein direktes Studium der Korrelation von Schichtstruktur auf atomarer Ebene und den magnetischen Materialeigenschaften.

1.1 Zielsetzung

Das Ziel der vorliegenden Arbeit besteht in der **Aufklärung der magnetischen Eigenschaften** von atomar geschichteten Eisen-Gold Viellagensystemen im **Zusammenhang mit der Probenstruktur**. Dies setzt detaillierte Kenntnisse der zugrundeliegenden mikromagnetischen Prozesse voraus, die mit Hilfe von **hochauflösenden magnetischen Abbildungsverfahren** gewonnen werden können. Dabei bietet sich vor allem die neu entwickelte **magnetische Transmissions-Röntgenmikroskopie** (*Magnetic Transmission X-Ray Microscopy*, MTXM) [FSS⁺96] als vielseitiges und mächtiges Analysewerkzeug an, da dieses Verfahren bei senkrechter Durchstrahlung einer Probe in der Lage ist, quantifizierbare Informationen über die Magnetisierungskomponenten normal zur Schichtebene zu liefern und gleichzeitig das Anlegen hoher externer Magnetfelder erlaubt. Voraussetzung ist allerdings die Entwicklung von Techniken zur **Herstellung röntgentransparenter Proben**. Angesichts der Tatsache, dass es sich hierbei um eine relativ junge Methode handelt, sollen zur Verifikation und Ergänzung der Resultate **Vergleichsuntersuchungen** mit weiteren hochauflösenden magnetischen Mikroskopieverfahren durchgeführt werden. Die Gegenüberstellung mit **mikromagnetischen Simulationen** und **domänentheoretischen Voraussagen** dient ebenfalls zur Verifikation und erlaubt eine Verallgemeinerung der gewonnenen Erkenntnisse. Dies setzt allerdings die experimentelle Bestimmung der **mikromagnetischen Materialparameter** mit Hilfe magnetometrischer Methoden voraus. Da nur sehr begrenzte Volumina der numerischen Behandlung zugänglich sind, erfordert der

Vergleich mit dem Experiment die Herstellung und Untersuchung von **nanostrukturierten Proben**.

1.2 Bekannte Eigenschaften von Fe/Au - $L1_0$

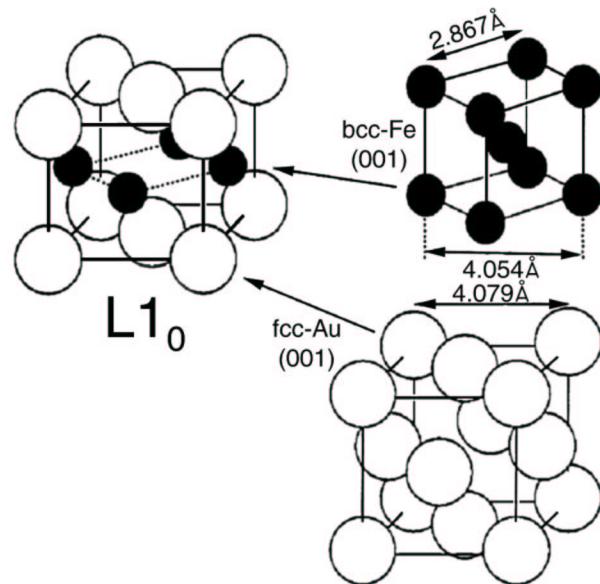


Abbildung 1.1: Tetragonale $L1_0$ -Kristallstruktur von atomar geschichteten Fe/Au(001) Viel-lagenschichten und ihre Entstehung aus Au-fcc- und Fe-bcc-Gitter (aus [MTN⁺96]).

Kristallstruktur

In der Natur existiert eine Gruppe von geordneten Legierungen, die ein tetragonales Gitter mit lagenweisem Aufbau aufweisen, das als $L1_0$ -Struktur bezeichnet wird (Abbildung 1.1). Diese Kristallstruktur tritt z.B. im Fall von Eisen-Platin-Legierungen auf [MTN⁺96]. Einkristalline Fe/Pt- $L1_0$ -Schichten können mittels Molekularstrahlepitaxie unter Koevaporation von Fe und Pt hergestellt werden, wobei sich bei einer optimalen Wachstumstemperatur um 500°C ein maximaler Prozentsatz der Probe spontan in der $L1_0$ -Struktur organisiert [SHT⁺00]. Das binäre Eisen-Gold-System weist jedoch ein peritektisches Phasendiagramm auf, in dem im Gleichgewicht weder eine intermetallische Phase noch intermetallische Verbindungen existieren; die Löslichkeiten von Fe in Au und umgekehrt sind bei Zimmertemperatur sehr gering [MTN⁺96]. Dennoch ist es gelungen, eine künstliche Fe/Au-Legierung mit $L1_0$ -Struktur durch abwechselndes Wachstum einzelner Atomlagen von Fe(001) und Au(001) herzustellen, wie zuerst von Takanashi und Mitarbeitern berichtet wurde [TMS⁺95]. Hierbei wirkt die geringe Mischbarkeit von Fe und Au sogar unterstützend, da sich die Einzellagendicken so

relativ genau einstellen lassen. Die Bildung der L₁₀-Struktur aus dem kubisch-flächenzentrierten (fcc) Gitter des Goldes und dem kubisch-raumzentrierten (bcc) Gitter des Eisens ist in Abbildung 1.1 erklärt. Aufgrund der sehr guten Übereinstimmung der Gitter von Au(001) und Fe(001) in der Schichtebene (Fehlpass $\approx 0,6\%$, Fe-Gitter um 45° verdreht [Köh97]) beträgt die *in-plane* - Gitterkonstante a des Systems ca. 4,07 Å. Das Vorhandensein der L₁₀-Struktur äußert sich im Röntgenbeugungs-Spektrum durch das Auftreten zusätzlicher Peaks zwischen Fe und Au. Die Position der Peaks entspricht einer senkrechten Gitterkonstante c von 3,85 Å. Diese ist jedoch ca. 11% größer als der Mittelwert der Gitterkonstanten von bcc-Eisen und fcc-Gold, d.h. das Gitter ist senkrecht stark gestreckt. Bei Variation der Einzellagenbelegungen x wurde eine Oszillation der senkrechten Gitterkonstante c mit einer Periode von 1,0ML nachgewiesen [TMHF98], wie aus Abbildung 1.2 ersichtlich. Bei ganzzahligen x treten jeweils Maxima von c auf, während bei den Einzellagenbelegungen 1,5, 2,5 und 3,5 Minima auftreten, bei denen sich die senkrechte Gitterkonstante dem Mittelwert der natürlichen Lagenabstände von Fe(001) und Au(001) annähert. Die Oszillationsperiode von 1,0ML liefert den Hinweis auf einen morphologischen Ursprung dieses Effekts, da die Stufendichte an der Oberfläche epitaktischer Schichten bei ganzzahligen Monolagenbelegungen minimal und bei halb abgeschlossenen Atomlagen maximal wird und somit ebenfalls eine Periode von 1,0ML aufweist. Störungen der L₁₀-Struktur durch variierende Oberflächenrauhigkeiten gelten daher heute als plausibelstes Erklärungsmodell des ozillatorischen Verhaltens.

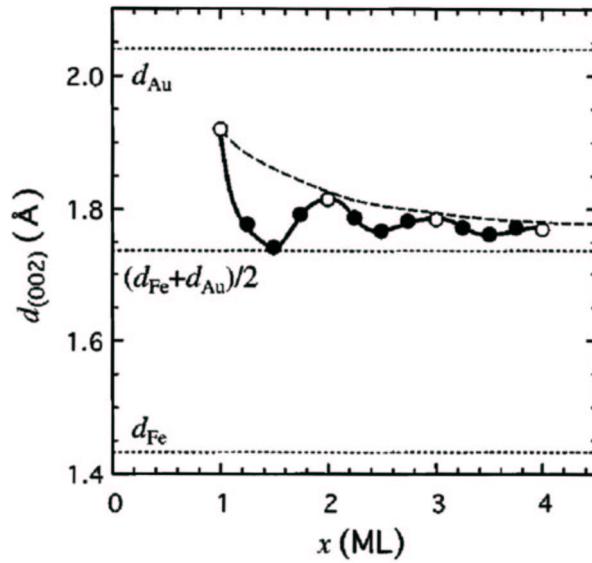


Abbildung 1.2: Oszillation der senkrechten L₁₀-Gitterkonstanten c bei Variation der Einzellagendicke x (aus [TMHF98]).

Magnetische Eigenschaften

Abbildung 1.3 zeigt, dass die senkrechte magnetische Anisotropie ein zur Gitterkonstante analoges Oszillationsverhalten aufweist. Bei $x = 1$ zeigen die Magnetisierungskurven eine deutlich geringere senkrechte Sättigungsfeldstärke als in der Ebene, was auf eine starke senkrechte Anisotropie hinweist. Bei $x = 1,5$ heben sich uniaxiale und Formanisotropie beinahe auf, ab $x = 2,0$ liegen die leichten Richtungen in der Schichtebene. In Anlehnung an das oben skizzierte Modell bewirken offenbar Störungen der $L1_0$ -Struktur durch atomare Stufen eine dramatische Reduktion der senkrechten Anisotropie. Das magnetische Moment pro Eisenatom zeigt dagegen keine Abhängigkeit von der Einzellagenbelegung und liegt nach Takanashi bei ca. $2,75\mu_B$.

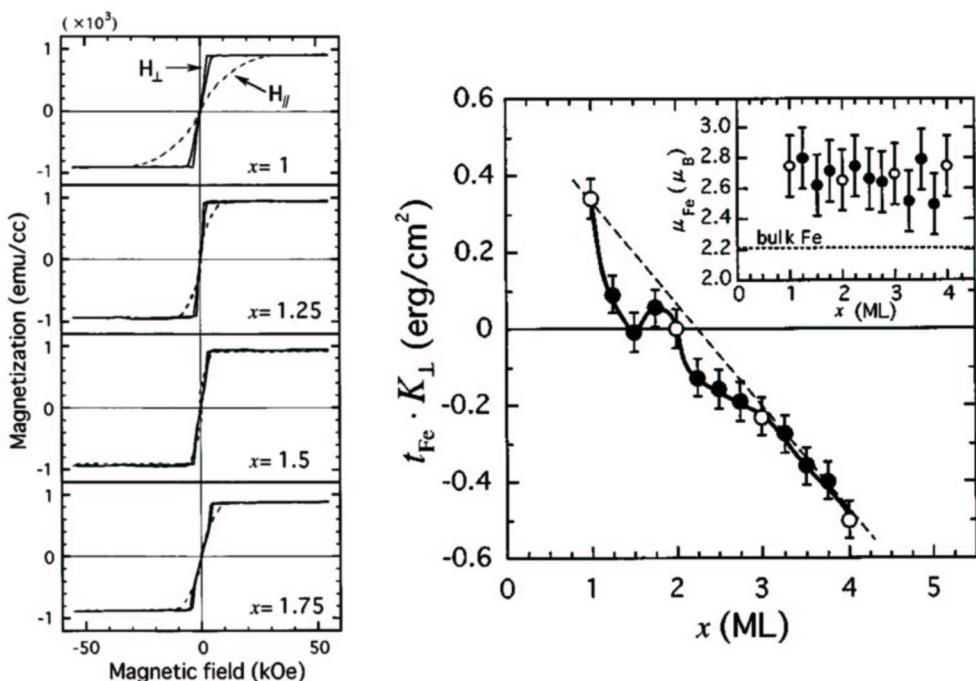


Abbildung 1.3: Oszillatorisches Verhalten der senkrechten magnetischen Anisotropie. *Links:* Magnetisierungskurven bei Variation der Einzellagenbelegung x ($T = 77\text{K}$). *Rechts:* Auftragung von $K_{\perp} \cdot t_{Fe}$ gegen x ($t_{Fe} = 1,43\text{\AA} \cdot x$). K_{\perp} ist die effektive uniaxiale senkrechte Anisotropiekonstante zweiter Ordnung (vergleiche Gleichung 2.4 auf Seite 9) unter Einbeziehung der Formanisotropie (Gleichung 2.8, Seite 13). Eine senkrechte leichte Achse liegt vor, wenn $K_{\perp} > 0$. Der Einsatz zeigt das gemessene Moment pro Eisenatom. Es ergibt sich ein mittleres Moment von ca. $2,75\mu_B$ (aus [TMHF98]).

Kapitel 2

Mikromagnetismus und Domänentheorie

Die Eigenschaften ferromagnetischer Materialien hängen entscheidend von ihrer magnetischen Mikrostruktur ab. Keine der bekannten magnetischen Abbildungsmethoden ermöglicht es jedoch, die gesamte dreidimensionale Spinverteilung einer Probe quantitativ zu ermitteln. Daher müssen Domänenbeobachtungen immer durch domänen-theoretische oder mikromagnetische Rechnungen bzw. Simulationen ergänzt werden, denn nur so lassen sich Modellvorstellungen, die den experimentellen Ergebnissen entspringen, überprüfen.

Unter *Mikromagnetismus* versteht man nach Brown [Bro63] eine in ihrer heutigen Form auf Landau und Lifshitz [LL35] zurückgehende Kontinuumstheorie der magnetisch geordneten Materialien. Sie fußt auf folgenden Grundprinzipien [HS98]:

Klassische Kontinuumstheorie: Die Austauschwechselwirkung im Ferromagneten bewirkt, dass benachbarte Dipole sich bis auf kleine Störungen gleichartig verhalten. Daher erlaubt das Korrespondenzprinzip, die mittlere Magnetisierung mehrerer Elementarzellen als Vektor- anstatt als Spinorfeld zu behandeln. Die Austauschenergie kann dann durch einen klassischen *Steifheits-Term* beschrieben werden (Seite 8).

Energieminimierung: Thermodynamischen Prinzipien folgend nimmt ein Ferromagnet im Gleichgewicht eine Konfiguration mit minimaler freier Energie ein. Demzufolge muss zur Lösung eines mikromagnetischen Problems das Vektorfeld der Magnetisierung $\mathbf{J}(\mathbf{r})$ so gewählt werden, dass ein absolutes oder relatives Energie-Minimum erreicht wird. Der Gleichgewichtszustand kann mit Hilfe eines Variationsprinzips gefunden werden, was zu den (nicht-lokalen und nicht-linearen) *mikromagnetischen Gleichungen* (Seite 14) führt.

Konstante Magnetisierung: Solange die Sättigungsmagnetisierung J_S innerhalb einer mikromagnetischen Konfiguration nicht variiert, ist der *Betrag* der Magneti-

sierung $\mathbf{J}(\mathbf{r})$ konstant; lediglich ihre *Richtung* $\mathbf{m}(\mathbf{r}) = \mathbf{J}(\mathbf{r})/J_S$ kann variieren. Es gilt also die Randbedingung $\mathbf{m}^2 = 1$.

Athermisch: Thermische Anregungen spielen für die magnetische Gleichgewichtsmikrostruktur nur selten eine Rolle, nämlich in *sehr* kleinen Teilchen oder nahe der Curie-Temperatur (nach [Dör66, Seite46] oberhalb $\frac{1}{3}T_C$). Die thermische Energie wird daher in der Praxis für gewöhnlich ignoriert. Die Temperaturabhängigkeit der Materialparameter muss aber dennoch berücksichtigt werden [Bro63, Seite 10].

Aufgrund der nicht-Lokalität und nicht-Linearität der mikromagnetischen Gleichungen können diese nur in einfachen Sonderfällen analytisch gelöst werden. Man greift daher gewöhnlich auf numerische Methoden zurück, die allerdings der Einschränkung unterliegen, dass das berechenbare Probenvolumen stark eingeschränkt ist. Zur Untersuchung ausgedehnter Domänenstrukturen bedient man sich der *Domänen-theorie*, die dieses Problem durch die Beschränkung auf diskrete, uniform magnetisierte Domänen umgeht. Diese globalen Betrachtungen werden dann mit mikromagnetischen Ergebnissen zur Beschreibung lokaler Aspekte, z.B. der Domänenwände, kombiniert. Die Theorie kann dabei nur Abschätzungen der Gesamtenergie *vorgegebener* Konfigurationen liefern; man ist also bei der Suche nach möglichen Kandidaten für Magnetisierungsverteilungen auf seine Phantasie bzw. experimentelle Beobachtungen angewiesen.

2.1 Energiebilanz des Ferromagneten

Die totale freie Energie eines Ferromagneten

$$E_{total} = E_X + E_{Aniso} + E_H + E_{me} + E_d + E_{ms}$$

setzt sich zum einen zusammen aus der Austausch- (E_X), der Anisotropie- (E_{Aniso}), der Zeeman- (E_H), und der magnetoelastischen Energie (E_{me}), die nur *lokal* von der Magnetisierungsrichtung abhängen und somit als Integrale über Energiedichten dargestellt werden können. Zum anderen sind auch die *nicht-lokalen* Beiträge der Streufeldenergie (E_d) und der magnetostriktiven Selbstenergie (E_{ms}) zu berücksichtigen, die aufgrund ihrer Abhängigkeit vom gesamten Vektorfeld $\mathbf{m}(\mathbf{r})$ zu ihrer Berechnung zwei Volumenintegrale erfordern und somit maßgeblich für die Komplexität der mikromagnetischen Gleichungen verantwortlich sind. Da es sich beim Mikromagnetismus um eine klassische Kontinuumstheorie handelt, muss für die genannten Energieterme, deren Ursprung ja auf atomarer Skala und somit in quantenmechanischen Effekten zu suchen ist, eine entsprechende klassische Form oder Näherung gefunden werden. Falls eine direkte Herleitung nicht praktikabel ist, kommen phänomenologische Ansätze zur Anwendung, wie in den folgenden Abschnitten deutlich wird.

2.1.1 Austauschenergie

Die Austauschwechselwirkung bewirkt, dass die magnetischen Momente ferromagnetischer Materialien die Tendenz besitzen, sich parallel zueinander auszurichten. Sie kann als Folge der Coulomb-Wechselwirkung und des Pauli-Prinzips verstanden werden [Kit91, Seite 488]: Aufgrund des Pauli-Prinzips überlappen die Aufenthaltswahrscheinlichkeiten zweier Elektronen mit parallelem Spin in geringerem Maße als bei entgegengesetztem Spin. Aufgrund der abstoßenden Coulomb-Wechselwirkung zwischen den Elektronen ist somit der Zustand mit parallelem Spin energetisch begünstigt.

Nimmt man der Einfachheit halber an, dass die magnetischen Momente im Festkörper an den Gitterplätzen der Atome lokalisiert sind und eine Wechselwirkung nur zwischen nächsten Nachbarn berücksichtigt werden muss, so kann die Austauschenergie zwischen zwei benachbarten Spins \mathbf{S}_i und \mathbf{S}_j durch das isotrope *Heisenberg-Modell* [Hei28] beschrieben werden:

$$E_h = -2J \mathbf{S}_i \cdot \mathbf{S}_j. \quad (2.1)$$

J ist das Austauschintegral für die Wechselwirkung der benachbarten Spins. Nimmt man an, dass der Winkel θ_{ij} zwischen \mathbf{S}_i und \mathbf{S}_j sehr klein ist, so gilt in erster Näherung $\mathbf{S}_i \cdot \mathbf{S}_j = S^2 \cos \theta_{ij} \approx S^2 [1 - \frac{1}{2} \theta_{ij}^2] \approx S^2 [1 - \frac{1}{2} |\mathbf{m}_j - \mathbf{m}_i|^2]$. Sei \mathbf{r}_{ij} der Ortsvektor zwischen Spin i und Spin j; dann ist $\mathbf{m}_j - \mathbf{m}_i \approx \mathbf{r}_{ij} \cdot \nabla \mathbf{m}$ und

$$E_h = JS^2 (\mathbf{r}_{ij} \cdot \nabla \mathbf{m})^2.$$

Wenn n die Anzahl der Spins pro Volumeneinheit angibt, so kann man für die Energiedichte der Austauschwechselwirkung am Ort von Spin i bis auf konstante Anteile schreiben:

$$e_X(\mathbf{r}_i) = \frac{1}{2} n JS^2 \sum_{<j>} (\mathbf{r}_{ij} \cdot \nabla \mathbf{m})^2,$$

wobei die Summe über alle nächsten Nachbarn geht. Für kubische Kristalle ergibt dies [Bro63, Seite 35]:

$$e_X = A [(\nabla m_1)^2 + (\nabla m_2)^2 + (\nabla m_3)^2]$$

mit

$$A = \frac{JS^2 Q}{a}. \quad (2.2)$$

Dabei ist a die Gitterkonstante und Q gibt die Anzahl der Atome pro Einheitszelle an ($Q = 1, 2, 4$ für sc-, bc- und fcc-Gitter).

Die quantenmechanische Austauschenergie kann also durch einen klassischen *Steifheits-Term* beschrieben werden:

$$E_X = A \int (\nabla \mathbf{m})^2 d^3 r, \quad (2.3)$$

wobei die „Steifheits“-Konstante A (ebenso wie J) material- und temperaturabhängig ist. Obwohl die Elektronen z.B. bei den 3d-Übergangsmetallen stark delokalisiert sind,

zeigt die Spindichte $\rho_S(\mathbf{r})$ dennoch stark lokalisierte Maxima, was das Modell lokalisierter Spins rechtfertigt. Daher ist auch die kontinuumstheoretische Beschreibung wesentlich allgemeiner gültig als die Annahmen des Heisenberg-Modells vermuten lassen [Dör66, Seite 346] und findet in der Praxis fast ausschließlich Verwendung.

2.1.2 Anisotropieenergie

Die Abhängigkeit der Energiedichte eines Ferromagneten von der lokalen Magnetisierungsrichtung bezeichnet man als magnetische Anisotropie. Da dieser Effekt auf der Spin-Bahn-Wechselwirkung beruht, besitzt die Anisotropieenergie bei ungestörter Kristallstruktur eine Symmetrie bezüglich der primitiven Achsen des Gitters, was als *Kristallanisotropie* bezeichnet wird. Abweichungen von der idealen Gittersymmetrie führen zu *induzierten Anisotropien*, wie sie unter anderem durch Spannungen oder Gitterfehler hervorgerufen werden können. Häufig findet man eine Überlagerung verschiedener Anisotropietypen. Richtungen, entlang derer das absolute Energieminimum erreicht wird, bezeichnet man als *leicht*; im gegenteiligen Fall spricht man von *schweren* Richtungen. Eine Entwicklung der Anisotropieenergie nach Kugelfunktionen ist vorteilhaft, da die Anisotropie in ihrer Symmetrie immer ihre Ursachen widerspiegelt, was eine erste Reduktion der zu berücksichtigenden Terme darstellt. Weiterhin haben Beiträge höherer Ordnung die Tendenz, durch thermische Anregungen ausgemittelt zu werden. Somit reicht es in den allermeisten Fällen aus, nur die ersten zwei signifikanten Terme zu berücksichtigen [HS98, Seite 113].

Kubische Anisotropie

Für kubische Gitter hat die Anisotropieenergiedichte aus Symmetriegründen die Form

$$e_{K_c} = K_{c1} (m_1^2 m_2^2 + m_1^2 m_3^2 + m_2^2 m_3^2) + K_{c2} m_1^2 m_2^2 m_3^2,$$

wobei die m_i die Komponenten der Magnetisierungsrichtung entlang der kubischen Achsen darstellen. Terme höherer Ordnung können meistens vernachlässigt werden. K_{c1} nimmt für verschiedene Materialien Werte der Größenordnung $\pm 10^4 \text{ J/m}^3$ an. Abbildung 2.1 vermittelt einen räumlichen Eindruck der Richtungsabhängigkeit der kubischen Anisotropieenergie.

Uniaxiale Anisotropie

Besitzt die magnetische Anisotropie nur *eine* Symmetriearchse, so hat die Anisotropieenergiedichte in zweiter und vierter Ordnung die Form

$$e_{K_u} = K_{u1} \sin^2 \vartheta + K_{u2} \sin^4 \vartheta, \quad (2.4)$$

wobei ϑ der Winkel zwischen Anisotropieachse und Magnetisierungsrichtung ist. Große positive K_{u1} beschreiben eine leichte Achse („uniaxiale Anisotropie“), bei großen nega-

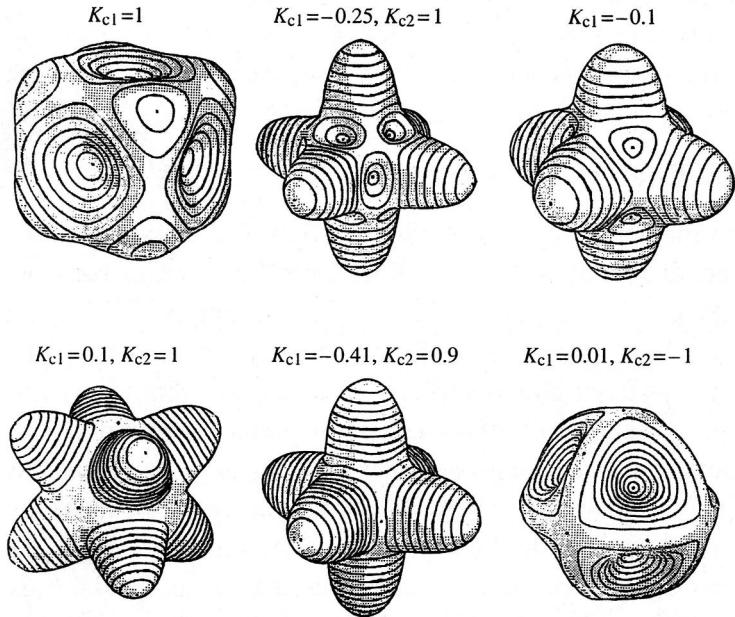


Abbildung 2.1: Beispiele für Energieflächen $e_{K_c}(\vartheta, \varphi)$ der kubischen Anisotropie für verschiedene Werte von K_{c1} und K_{c2} . Die durchgezogenen Linien sind Konturlinien gleicher Energie. Der besseren Darstellbarkeit wegen wurde e_{K_c} um einen konstanten positiven Offset verschoben und entsprechend skaliert. Aus [HS98, Seite 114].

tiven K_{u1} existiert eine leichte Ebene senkrecht zur Anisotropieachse („planare Anisotropie“). Ein besonderer Fall tritt ein, wenn die Bedingung $0 > K_{u1}/K_{u2} > -2$ erfüllt ist: die leichten Richtungen liegen dann auf einem (Doppel-)Kegel, der mit der Symmetriearchse den Winkel Θ , gegeben durch $\sin^2\Theta = -K_{u1}/2K_{u2}$, einschließt („konische Anisotropie“). Uniaxiale Anisotropien können um Größenordnungen stärker sein als kubische Anisotropien (bis einige 10^7 J/m^3).

Eine Verallgemeinerung der uniaxialen Anisotropie zweiter Ordnung stellt die *orthorhombische Anisotropie* dar, die z.B. bei der Überlagerung mehrerer uniaxialer Anisotropien auftritt. Für die Energiedichte kann man schreiben:

$$e_{K_o} = \sum_{i,k} K_{ik} m_i m_k .$$

\mathbf{K} ist ein Tensor zweiter Stufe, dessen Eigenvektoren eine leichte, eine schwere und eine mittelschwere Achse beschreiben.

2.1.3 Oberflächen- und Grenzflächenanisotropie

Eine Oberfläche oder Grenzfläche stellt einen Bruch der idealen Translationssymmetrie eines Kristalls dar und kann nach dem oben Gesagten eine magnetische Anisotropie

induzieren. Im einfachsten Fall wird eine Oberflächenanisotropie in erster Näherung durch

$$E_S = K_S \int_{\text{Oberfläche}} [1 - (\mathbf{m} \cdot \mathbf{n})^2] \, d^2r$$

beschrieben. \mathbf{n} ist die Oberflächennormale. Positive K_S bevorzugen eine senkrechte Orientierung ($\mathbf{m} \parallel \mathbf{n}$) der Oberflächenmagnetisierung. K_S nimmt für gewöhnlich Werte im Bereich 10^{-3} bis 10^{-4} J/m^2 an. Der Einfluss der Oberflächenanisotropie auf das Gesamtsystem ist naturgemäß in dünnsten Schichten bestimmend und schwindet mit zunehmender Schichtdicke. Der angegebene Ausdruck kann die wahre Situation allerdings häufig nicht ausreichend beschreiben (z.B. in kubischen Kristallen), da er keine *in-plane* Struktur der Oberflächenanisotropie beinhaltet.

2.1.4 Zeemanenergie

Die Zeemanenergie gibt den Einfluss des externen Magnetfelds auf die Magnetisierung wieder:

$$E_H = -J_S \int \mathbf{H}_{ext} \cdot \mathbf{m} \, d^3r. \quad (2.5)$$

2.1.5 Streufeldenergie

Unter Streufeldenergie versteht man den Teil der magnetischen Feldenergie, die dem magnetischen Feld zuzuschreiben ist, das der magnetische Körper selbst erzeugt. Diese Tatsache bedingt einen Faktor $\frac{1}{2}$ im Ausdruck für die Streufeldenergie, da jedes Volumenelement zweimal zum Integral beiträgt:

$$E_d = -\frac{1}{2} J_S \int_{\text{Probe}} \mathbf{H}_d \cdot \mathbf{m} \, d^3r. \quad (2.6)$$

Die Energiedichte des Streufelds im gesamten Raum ist aber $\frac{1}{2}\mu_0 \mathbf{H}_d^2$ woran man erkennt, dass die Streufeldenergie immer positiv ist [HS98, Seite 119]. Sie kann folgendermaßen berechnet werden: Nach Maxwell ist $\nabla \cdot \mathbf{B} = 0$. Berücksichtigt man $\mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{H} + \mathbf{J}$, so erhält man eine Differentialgleichung für das Streufeld \mathbf{H}_d :

$$\nabla \cdot \mathbf{H}_d = -\frac{1}{\mu_0} \nabla \cdot \mathbf{J}. \quad (2.7)$$

\mathbf{H}_d wird also von der Divergenz von \mathbf{J} erzeugt – d.h. die Senken und Quellen der Magnetisierung (also die „Pole“) wirken für das Streufeld wie positive und negative „magnetische Ladungen“. Das Potential des Streufelds kann demnach analog zum

elektrischen Potential einer statischen Ladungsverteilung berechnet werden:

$$\Phi_d(\mathbf{r}) = \frac{J_S}{4\pi\mu_0} \left[\int_{Probe} \frac{\lambda(\mathbf{r}')}{|\mathbf{r} - \mathbf{r}'|} d^3 r' + \int_{Oberfläche} \frac{\sigma(\mathbf{r}')}{|\mathbf{r} - \mathbf{r}'|} d^2 r' \right].$$

Die reduzierte Volumenladungsdichte λ und die Oberflächenladungsdichte σ sind gegeben durch

$$\lambda = -\nabla \cdot \mathbf{m} \quad \text{und} \quad \sigma = \mathbf{m} \cdot \mathbf{n},$$

wobei \mathbf{n} die nach außen gerichtete Oberflächennormale darstellt. Das Streufeld errechnet sich dann direkt aus

$$\mathbf{H}_d = -\nabla \Phi_d.$$

Eine weitere Integration liefert sofort die Streufeldenergie:

$$E_d = J_S \left[\int_{Probe} \lambda(\mathbf{r}) \Phi_d(\mathbf{r}) d^3 r + \int_{Oberfläche} \sigma(\mathbf{r}) \Phi_d(\mathbf{r}) d^2 r \right].$$

Es sind also insgesamt zwei Volumenintegrale und zwei Flächenintegrale auszuwerten!

Entmagnetisierendes Feld einer dünnen Schicht

Das Streufeld lässt sich für den Fall einer in x - und y -Richtung unendlich ausgedehnten dünnen Schicht, in der die Magnetisierung nur von der z -Koordinate abhängt, leicht durch Einsetzen in Gleichung 2.7 berechnen. Da es sich um ein eindimensionales Problem handelt, kann \mathbf{H}_d ebenfalls nur von z abhängen und man erhält die Differentialgleichungen

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial x} H_{dx} &= 0, \\ \frac{\partial}{\partial y} H_{dy} &= 0, \\ \frac{\partial}{\partial z} H_{dz}(z) &= -\frac{J_S}{\mu_0} \frac{\partial}{\partial z} m_z(z). \end{aligned}$$

Aufgrund der Randbedingung $H_d \rightarrow 0$ für $z \rightarrow \pm\infty$ folgt, dass die Integrationskonstanten und somit auch die x - und y -Komponente des Streufelds gleich Null sein müssen. Es folgt

$$\mathbf{H}_d = -\frac{J_S}{\mu_0} m_z(z) \hat{z},$$

das Streufeld ist also entgegengesetzt zur z -Komponente der Magnetisierung gerichtet, weshalb es auch „*entmagnetisierendes Feld*“ genannt wird. Seine Energiedichte ist

$$e_d = -\frac{1}{2} \mathbf{H}_d \cdot \mathbf{J} = \frac{J_S^2}{2\mu_0} m_z^2(z).$$

Dieser Ausdruck hat in Kugelkoordinaten die Form einer uniaxialen Anisotropie mit schwerer Achse parallel zur Schichtnormalen (vergleiche Gleichung 2.4). Die Wirkung des entmagnetisierenden Feldes wird daher auch als *Formanisotropie* bezeichnet. Die Anisotropiekonstante ist

$$K_d = \frac{J_S^2}{2\mu_0}, \quad (2.8)$$

was gerade der Streufeldenergiedichte bei gleichförmiger Magnetisierung senkrecht zur Schichtebene entspricht. Da dies einen energetisch ausgesprochen ungünstigen Fall darstellt, dient die Konstante K_d auch als Maß für die maximale Energiedichte aufgrund von Streufeldern.

Diese einfache Modellrechnung beschreibt auch noch den Fall homogen magnetisierter ultradünner Schichten, bei denen die Schichtdicke sehr viel kleiner als die planare Ausdehnung ist, mit hinreichender Genauigkeit. Sie veranschaulicht, warum bei dünnen Schichten generell die Tendenz zur Magnetisierung in der Schichtebene zu beobachten ist.

2.1.6 Magnetoelastische Wechselwirkungen

Ein magnetischer Körper erfährt unter dem Einfluss eines äußeren Magnetfelds eine – wenn auch geringe – Formänderung. Im Kontext der allgemeinen Elastizitätstheorie beschreibt man diese durch den (im allgemeinen) asymmetrischen Tensor der elastischen Deformation $\mathbf{p}(\mathbf{r})$, der sich aus dem symmetrischen Dehnungstensor $\boldsymbol{\epsilon}$ und dem antisymmetrischen Tensor der Gitterrotation $\boldsymbol{\omega}$ zusammensetzt. Die freie Energie kann nun nach \mathbf{p} entwickelt werden. Da die magnetoelastischen Effekte sehr klein sind – für Ferromagneten liegt die relative Dehnung im Bereich 10^{-6} – 10^{-3} – genügt es, nur Terme bis zur zweiten Ordnung zu berücksichtigen, was dem verallgemeinerten Hookschen Gesetz, also linearer Elastizität, entspricht. Die magnetoelastischen Koeffizienten sind dann unabhängig von der Deformation. Die Elemente der nullten Ordnung dieser Entwicklung enthalten die Energie des unverformten Gitters, die Terme erster Ordnung beschreiben die magnetoelastische Wechselwirkungsenergie, während die Koeffizienten zweiter Ordnung die elastische Energie enthalten. Zwar können sämtliche Terme im Ausdruck für die freie Energie eines Magneten von der Deformation abhängen, der wichtigste Beitrag entspringt jedoch der Kristallanisotropie und liegt der *anisotropen Magnetostriktion* zugrunde [HS98].

Magnetoelastische Energie: Es ergeben sich zwei zu berücksichtigende Beiträge zur freien Energie: Einerseits existiert eine Wechselwirkung zwischen der Magnetisie-

rung mit einer Spannung $\boldsymbol{\sigma}_{ex}$ nicht-magnetischen Ursprungs, unabhängig davon, ob es sich dabei um eine externe oder interne – etwa versetzungsbedingte – Spannung handelt. Bezeichne $\boldsymbol{\varepsilon}^0(\mathbf{m})$ die spontane magnetische Deformation eines gleichförmig magnetisierten Körpers mit freien Oberflächen. Die *magnetoelastische Energie*,

$$E_{me} = - \int \boldsymbol{\sigma}_{ex} \cdot \boldsymbol{\varepsilon}^0 \, d^3r,$$

ist vom Prinzip her vergleichbar mit der Wechselwirkung zwischen Magnetisierung und einem externen Feld und entspricht in Form und Wirkung einer orthorhombischen Anisotropie (siehe Seite 10).

Magnetostriktive Selbstenergie: Zusätzlich muss noch ein weiterer Energiebeitrag berücksichtigt werden, sobald die spontanen magnetischen Deformationen unterschiedlich magnetisierter Bereiche eines Körpers nicht zusammenpassen: die *magnetostriktive Selbstenergie*. Verschiedene Ansätze zur Lösung des resultierenden komplizierten Elastizitätstheoretischen Problems sind in [HS98] aufgeführt. Konnte die tatsächliche Deformation \mathbf{p}_e gefunden werden, so ist die resultierende magnetostriktive Spannung gegeben durch $\boldsymbol{\sigma}^{ms} = \mathbf{c} \cdot (\mathbf{p}_e - \boldsymbol{\varepsilon}^0)$. Dabei steht \mathbf{c} für den Tensor der elastischen Konstanten des betrachteten Materials. Der Tensor \mathbf{p}_e unterliegt der Einschränkung, dass bei seiner Anwendung auf den undeformierten Körper keine Diskontinuitäten oder Lücken auftreten dürfen, d.h. er muss die elastischen Kompatibilitätsgesetze erfüllen, was durch die Bedingung $\text{Rot } \mathbf{p}_e = 0$ ausgedrückt wird. Der magnetostriktive Spannungstensor muss außerdem der Gleichgewichtsbedingung $\text{Div } \boldsymbol{\sigma}^{ms} = 0$ genügen. Die magnetostriktive Selbstenergie lässt sich dann aus

$$E_{ms} = \frac{1}{2} \int (\mathbf{p}_e - \boldsymbol{\varepsilon}^0) \cdot \boldsymbol{\sigma}^{ms} \, d^3r$$

berechnen [HS98].

2.2 Die mikromagnetischen Gleichungen

Die vorausgegangenen Abschnitte zusammenfassend hängt die **totale freie Energie** eines Ferromagneten folgendermaßen vom Vektorfeld der Magnetisierungsrichtungen

$\mathbf{m}(\mathbf{r})$ ab:

$$E_{tot} = \int_{Probe} \left\{ \begin{array}{ll} A(\nabla \mathbf{m})^2 & + F_{an}(\mathbf{m}) \\ \text{Austausch-Ww.} & \text{Anisotropie} \end{array} \right. \quad (2.9)$$

$$\left. \begin{array}{ll} -J_S \mathbf{H}_{ext} \cdot \mathbf{m} & -\frac{1}{2} J_S \mathbf{H}_d \cdot \mathbf{m} \\ \text{Externes Feld} & \text{Streufeld} \\ -\boldsymbol{\sigma}_{ex} \cdot \boldsymbol{\varepsilon}^0 & +\frac{1}{2} (\mathbf{p}_e - \boldsymbol{\varepsilon}^0) \cdot \boldsymbol{\sigma}^{ms} \\ \text{Magnetoelastische Ww.} & \text{Magnetostruktive Selbst-Ww.} \end{array} \right\} d^3r +$$

$$\int_{Oberfläche} e_S(\mathbf{m}) d^2r \quad \text{Oberflächenanisotropie}$$

Hierbei ist A die Austauschkonstante, F_{an} fasst alle Volumenanisotropieenergiedichten zusammen, e_S steht für die Oberflächenanisotropiedichte, \mathbf{H}_{ext} ist das externe Feld und \mathbf{H}_d das Streufeld. Der symmetrische Tensor $\boldsymbol{\sigma}_{ex}$ beinhaltet alle Spannungen nicht-magnetischen Ursprungs, $\boldsymbol{\varepsilon}^0(\mathbf{m})$ gibt für jeden Punkt die freie magnetoelastische Deformation an, der asymmetrische Tensor \mathbf{p}_e ist die tatsächliche Deformation, $\boldsymbol{\sigma}^{ms} = \mathbf{c} \cdot (\mathbf{p}_e - \boldsymbol{\varepsilon}^0)$ ist die daraus und aus dem Tensor der elastischen Materialkonstanten \mathbf{c} resultierende magnetostruktive Spannung. Zusätzlich gelten folgende **Nebenbedingungen**:

$$\mathbf{m}^2 = 1,$$

$$\operatorname{div}(\mu_0 \mathbf{H}_d + J_S \mathbf{m}) = 0, \quad \operatorname{rot} \mathbf{H}_d = 0,$$

$$\operatorname{Div} \boldsymbol{\sigma}^{ms} = 0, \quad \operatorname{Rot} \mathbf{p}_e = 0.$$

Wenn sich \mathbf{H}_d zeitlich schnell verändert, müssen allerdings die vollständigen Maxwell-schen Gleichungen berücksichtigt werden.

Variationsrechnung: Die totale freie Energie kann durch Anwendung eines Variationsprinzips minimiert werden. Demnach muss im Gleichgewicht die erste Variation der freien Energie δE_{tot} für jede kleine virtuelle Verrückung der Magnetisierungsrich-

tung $\delta\mathbf{m}$, die mit der Nebenbedingung $\mathbf{m}^2 = 1$ kompatibel ist, verschwinden:

$$\begin{aligned}\delta E_{tot} = \int_{Probe} & \left\{ 2A [\sum_i (\nabla m_i) \cdot \delta(\nabla m_i)] + \nabla_{\mathbf{m}} F_{an}(\mathbf{m}) \cdot \delta\mathbf{m} \right. \\ & \left. - J_S \mathbf{H}_{ex} \cdot \delta\mathbf{m} - \frac{1}{2} J_S (\mathbf{H}_d \cdot \delta\mathbf{m} + \mathbf{m} \cdot \delta\mathbf{H}_d) + \dots \right\} d^3r + \\ \int_{Oberfläche} & \nabla_{\mathbf{m}} e_S(\mathbf{m}) \cdot \delta\mathbf{m} d^2r = 0.\end{aligned}$$

Der Ausdruck muss umgeformt werden, so dass nur noch Variationen der Magnetisierungsrichtung $\delta\mathbf{m}$ enthalten sind. Zunächst gilt nach dem Gaußschen Satz:

$$\begin{aligned}\int (\nabla m_i) \cdot \nabla \delta m_i d^3r &= \int \nabla \cdot [(\nabla m_i) \delta m_i] - (\nabla^2 m_i) \delta m_i d^3r \\ &= \oint (\mathbf{n} \cdot \nabla) m_i \delta m_i d^2r - \int \Delta m_i \delta m_i d^3r.\end{aligned}$$

Nach Brown [Bro63, Seite 39] ist $\int \mathbf{H}_d \cdot \delta\mathbf{m} d^3r = \int \mathbf{m} \cdot \delta\mathbf{H}_d d^3r$. Die Kompatibilität von $\delta\mathbf{m}$ mit der Forderung $\mathbf{m}^2 = 1$ kann sichergestellt werden, indem man $\delta\mathbf{m}$ durch eine kleine Vektorrotation $\delta\boldsymbol{\theta}$ ausdrückt:

$$\delta\mathbf{m} = \delta\boldsymbol{\theta} \times \mathbf{m}.$$

Es folgt:

$$\begin{aligned}\delta E_{tot} = \int_{Probe} & \mathbf{m} \times \underbrace{[-2A\Delta\mathbf{m} + \nabla_{\mathbf{m}} F_{an}(\mathbf{m}) - J_S(\mathbf{H}_{ex} + \mathbf{H}_d) + \dots]}_{-J_S \mathbf{H}_{eff}} \cdot \delta\boldsymbol{\theta} d^3r + \\ \int_{Oberfläche} & \mathbf{m} \times [2A(\mathbf{n} \cdot \nabla)\mathbf{m} + \nabla_{\mathbf{m}} e_S(\mathbf{m})] \cdot \delta\boldsymbol{\theta} d^2r = 0.\end{aligned}$$

Da dies für beliebige $\delta\boldsymbol{\theta}$ gelten soll, müssen die Integranden überall verschwinden. Setzt man den markierten Term gleich $-J_S \mathbf{H}_{eff}$, so erhält man daraus die anschauliche Interpretation eines *effektiven Feldes* und obige Forderung lautet nun, dass die Drehmomentdichte

$$\mathbf{t} = J_S \mathbf{m} \times \mathbf{H}_{eff},$$

über die das effektive Feld auf die Magnetisierung wirkt, überall verschwinden muss. Im Gleichgewicht ist die Magnetisierung also überall parallel zu \mathbf{H}_{eff} gerichtet.

Mikromagnetische Gleichungen: Aus Gleichung 2.9 folgt damit der vollständige Ausdruck für das effektive Feld [HS98]:

$$\begin{aligned} \mathbf{H}_{eff} = & \mathbf{H}_{ex} + \mathbf{H}_d + \\ & + \frac{1}{J_S} [2A \Delta \mathbf{m} - \nabla_{\mathbf{m}} F_{an}(\mathbf{m}) + (\boldsymbol{\sigma}_{ex} + \boldsymbol{\sigma}^{ms}) \mathbf{Grad}_{\mathbf{m}} \boldsymbol{\varepsilon}^0(\mathbf{m})] . \end{aligned} \quad (2.10)$$

Das Verschwinden des Oberflächenintegrals impliziert die Oberflächen-Randbedingung

$$\mathbf{m} \times [2A(\mathbf{n} \cdot \nabla) \mathbf{m} + \nabla_{\mathbf{m}} e_S(\mathbf{m})] = 0 , \quad (2.11)$$

die wiederum als Gleichung für ein „effektives Oberflächenfeld“ interpretiert werden kann. Zusammen mit den oben angegebenen Nebenbedingungen stellen diese Vektor-differentialgleichungen die *mikromagnetischen Gleichungen* dar, auf denen Mikromagnetismus und Domänentheorie aufbauen. Die drei skalaren Gleichungen, die aus jeder Vektorgleichung hervorgehen, sind allerdings nicht unabhängig, da \mathbf{m} der Bedingung $\mathbf{m}^2 = 1$ unterliegt. Das wirkt sich dahingehend aus, dass die Komponente von \mathbf{H}_{eff} in Richtung von \mathbf{m} unbestimmt ist [Bro63], was jedoch keine Einschränkung darstellt, da diese ohnehin nicht zur Drehmomentdichte \mathbf{t} beiträgt.

Die statische Gleichgewichtsbedingung, die verlangt, dass die Magnetisierungsrichtung überall parallel zum effektiven Feld sei, kann ebenso folgendermaßen mit Hilfe eines beliebigen Multiplikators λ formuliert werden:

$$\mathbf{H}_{eff} - \lambda \mathbf{m} = 0 .$$

Diese Gleichung stellt eine alternative Formulierung der mikromagnetischen Gleichungen dar und entspricht der Lösung des Variationsproblems mit Hilfe der Methode der Lagrangeschen Multiplikatoren [Bro63].

2.2.1 Dynamik der Magnetisierung

Das Konzept des effektiven Feldes lässt sich leicht zur Beschreibung des dynamischen Verhaltens erweitern: Sei $\mathbf{l} = -J_S \mathbf{m}/\gamma$ die mit der Magnetisierung über das gyromagnetische Verhältnis $\gamma = g \mu_0 e / 2m_e$ verknüpfte Drehimpulsdichte. Da in den meisten ferromagnetischen Materialien fast ausschließlich Spinnmomente auftreten, liegt der Landésche g -Faktor gewöhnlich sehr nahe bei 2. Aus $\dot{\mathbf{l}} = \mathbf{t}$ folgt:

$$\dot{\mathbf{m}} = -\gamma \mathbf{m} \times \mathbf{H}_{eff}$$

was eine Präzession der Magnetisierungsrichtung um die Richtung des effektiven Feldes beschreibt. Dieses Verhalten ist natürlich unphysikalisch, da keine Dämpfung (z.B. durch Wirbelströme oder spinabhängige Streumechanismen) berücksichtigt wurde. Einen empirischen Ansatz zur Berücksichtigung intrinsischer Verluste bei der Präzession stellt die *Landau-Lifshitz-Gilbert-Gleichung* (LLG-Gleichung) dar [HS98, Seite 151]:

$$\dot{\mathbf{m}} = -\gamma_G \mathbf{m} \times \mathbf{H}_{eff} - \alpha_G \mathbf{m} \times \dot{\mathbf{m}} . \quad (2.12)$$

Erst der Dämpfungsterm $-\alpha_G \mathbf{m} \times \dot{\mathbf{m}}$ ermöglicht es der Magnetisierung, sich nach dem effektiven Feld auszurichten.

2.2.2 Methoden zur numerischen Lösung

Die Lösung der mikromagnetischen Gleichungen mit numerischen Methoden läuft im Prinzip darauf hinaus, eine Magnetisierungskonfiguration zu diskretisieren, d.h. näherungsweise mit Hilfe finiter Volumenelemente darzustellen. Daraus kann mit Hilfe der mikromagnetischen Gleichungen das effektive Feld in jedem Element berechnet werden, welches – entweder statisch oder dynamisch, z.B. unter Zuhilfenahme der LLG-Gleichung 2.12 – auf die Magnetisierung rückwirkt und so zu einer neuen Konfiguration führt, die wiederum als Ausgangspunkt für eine weitere Iteration dient, und dies solange, bis die Lösung hinreichend konvergiert. Die größte Herausforderung dabei stellt die sehr zeitaufwändige Berechnung des Streufeldes dar, zu dem ja *alle* Elemente des Simulationsvolumens beitragen. Allerdings existieren dazu sehr effiziente Algorithmen, die auf der schnellen Fourier-Transformation (FFT) beruhen [HS98, Seite 125]. Diese erfordern allerdings ein periodisches Diskretisierungsgitter, was jedoch die ebenfalls sehr attraktive Methode der adaptiven Gitterverfeinerung ausschließt, bei der ein feines Gitter nur dort verwendet wird, wo es wirklich nötig ist, also z.B. in Domänenwänden.

2.3 Schichten mit senkrechter leichter Achse

Das magnetische Verhalten dünner Schichten, die eine leichte Anisotropieachse senkrecht zur Schichtebene aufweisen, wird im Wesentlichen von der Konkurrenz zwischen Streufeld- und Anisotropieenergie bestimmt: Letztere bevorzugt in Verbindung mit der Austauschenergie eine homogene Magnetisierung senkrecht zur Schichtebene, jedoch weist gerade diese Konfiguration die größtmögliche Streufeldenergiedichte K_d auf (siehe Gleichung 2.8), so dass in vielen Fällen energetisch günstigere Zustände durch Aufspaltung in Domänen erreicht werden können. Das Verhältnis von uniaxialer- und Formanisotropie wird durch den dimensionslosen Materialparameter $Q = K_u/K_d$ angegeben.

2.3.1 Dichte Streifendomänen

Für $Q < 1$ überwiegt die Formanisotropie, die die Magnetisierung unterhalb einer kritischen Schichtdicke D_{cr} in die Ebene zwingt. Oberhalb von D_{cr} tritt zur Verringerung der Anisotropieenergie eine periodisch modulierte senkrechte Komponente der Magnetisierung auf, die man aufgrund ihres schwachen Kontrasts im Lorentz-Mikroskop als *schwache Streifendomänen* (*Weak Stripe Domains*) bezeichnet [HS98, Seite 298ff.]. Die Amplitude der senkrechten Komponente nimmt, bei D_{cr} von 0 beginnend, mit steigender Schichtdicke rasch zu. Wie aus Abbildung 2.2 ersichtlich ist, tritt in sehr weichmagnetischen Schichten eine Abschlusskonfiguration auf, die das austretende Streufeld

reduziert. In Materialien mit größerer Anisotropie sind die Oszillationen im Wesentlichen eindimensional, was allerdings mit der Bildung magnetischer Ladungen an den Oberflächen einhergeht.

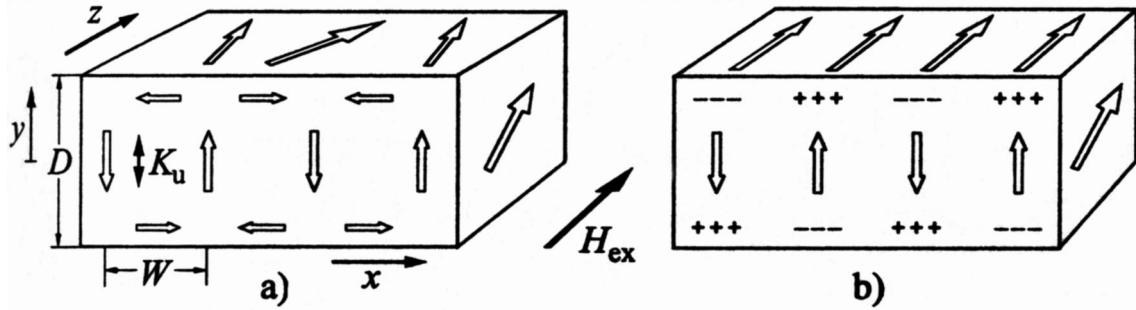


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung von schwachen Streifendomänen für Schichtdicken $D > D_{cr}$. a) Material mit sehr schwacher senkrechter Anisotropie ($Q \ll 1$) und b) mit größerer Anisotropie. W ist die Streifenbreite. Die Pfeile geben die Projektion der Magnetisierung auf die Begrenzungsflächen der dargestellten Volumina an. Aus [HS98, Seite 299].

Aufgrund der kontinuierlichen Nukleation der Streifendomänen lassen sich die mikromagnetischen Gleichungen – unter Vernachlässigung magnetoelastischer Wechselwirkungen – in der Nähe des Nukleationspunktes, d.h. für Schichtdicken nahe D_{cr} , linearisieren und lösen. Die Schichtdickenabhängigkeit der Lösung geht dabei über die Oberflächen-Randbedingungen (Gleichung 2.11) ein. Für $Q \rightarrow 0$ ohne angelegtes Feld¹ folgt rechnerisch, dass die Nukleations-Streifenbreite gleich der kritischen Schichtdicke ist:

$$D_{cr} = 2\pi\sqrt{A/K_u}.$$

D_{cr} nimmt durch Anlegen eines Magnetfeldes in der Schichtebene zu. Für jeden Feldwert existiert ein kritischer Wert Q_{cr} , der ebenfalls mit der Feldstärke zunimmt. Geht Q gegen Q_{cr} , so verschwindet die kritische Schichtdicke und die optimale Nukleations-Streifenbreite divergiert, d.h. für Q -Werte oberhalb von Q_{cr} können keine dichten Streifendomänen existieren. Da Q_{cr} für $H = 0$ gleich 1 ist, treten in Schichten mit $Q > 1$ nur dann dichte Streifendomänen auf, wenn ein ausreichend starkes *in-plane* Feld anliegt.

Die Anwesenheit eines magnetischen Feldes in der Schichtebene induziert eine Richtungsabhängigkeit der Wandenergie: Die bevorzugte Wandrichtung liegt parallel zur Feldrichtung, weshalb Streifendomänen gewöhnlich in Feldrichtung nukleieren. Die Energieunterschiede zwischen verschiedenen Streifenrichtungen werden jedoch bei großen Feldern in der Nähe des Sättigungsfeldes $H_K = 2K_u/J_s$ sehr klein, weshalb der Fall eintreten kann, dass der Winkel zum Feld, unter dem die Streifen aus der Sättigung kommend nukleieren, von magnetoelastischen Effekten bestimmt wird. Dies kann

¹Natürlich geht mit $Q \rightarrow 0$ auch die Amplitude der senkrechten Auslenkung der Magnetisierung gegen Null.

vor allem bei größeren Schichtdicken zu Streifennukleation senkrecht zum angelegten Feld führen [HS98, Seite 303ff.].

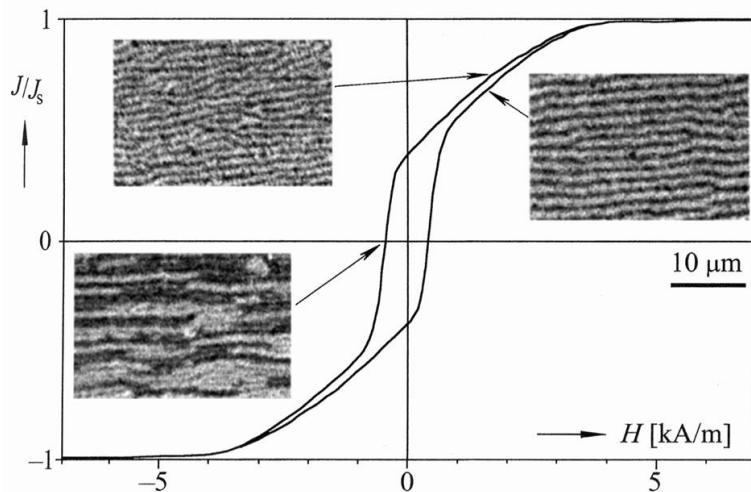


Abbildung 2.3: *In-plane*-Hysteresekurve einer $1,6\mu\text{m}$ dicken Permalloy-Probe mit einer schwachen spannungsinduzierten senkrechten Anisotropie, gemessen mit einem *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM), zusammen mit Bildern von in der selben Probe beobachteten dichten Streifendomänen. Aus [HS98, Seite 479].

Das Vorliegen dieses Domäentyps in einer Probe kann bereits eindeutig aus der damit verbundenen typischen Magnetisierungskurve (Abbildung 2.3) geschlossen werden. Die Kurven zeichnen sich durch einen steilen, stark hysteretischen Abschnitt bei kleinen Feldern aus, der dem Umschalten der *in-plane*-Komponente einzelner Streifen entspringt. Der anschließende flache Teil entspricht der kontinuierlichen Rotation der Magnetisierungsrichtung aus der bzw. in die Schichtebene.

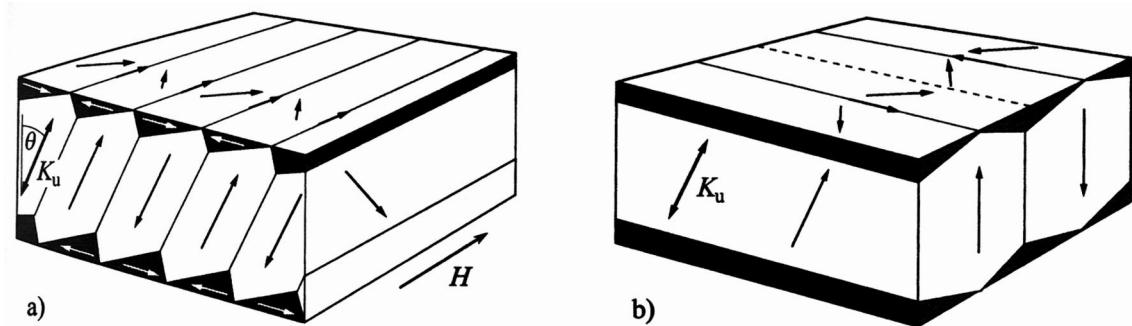
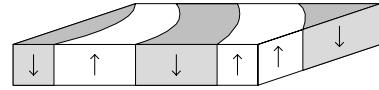


Abbildung 2.4: Streifendomänen bei verkippter Anisotropieachse. a) *Weak Stripes*. b) *Strong Stripes*. Die Pfeile geben wiederum die Projektion der Magnetisierungsrichtung auf die Begrenzungsflächen der dargestellten Volumina an. Aus [HS98, Seite 323].

Starke Streifendomänen: Im Fall einer uniaxialen oder orthorhombischen Anisotropie (siehe Seite 10) mit *verkippter* leichter Achse kennt man außerdem den Fall der sogenannten starken Streifendomänen (*Strong Stripe Domains*), der in Abbildung 2.4 (b) gezeigt ist. Diese Domänenkonfiguration tritt nur bei großen Schichtdicken $D \gg D_{cr}$ ohne äußeres Feld auf und erhält ihren Namen – analog zu den schwachen Streifendomänen – von ihrem starken Kontrast in der Lorentz-Mikroskopie. Sie ist unter den genannten Bedingungen vor allem deshalb energetisch günstiger, weil die Domänenwände trotz verkippter leichter Achse senkrecht zur Schichtebene sind, was die Wandfläche reduziert. Der Übergang von schwachen zu starken Streifendomänen geschieht allerdings nicht kontinuierlich, sondern durch Nukleation und Wachstum, weshalb beide Domänenmuster in der gleichen Probe koexistieren können [HS98].

2.3.2 Band- und Zylinderdomänen

Ist $Q > 1$, so dominiert die uniaxiale Anisotropie, die eine zur Schichtebene senkrechte Magnetisierung bevorzugt.



Allerdings kann die damit verbundene hohe Streufeldenergie durch Aufspaltung in Domänen mit entgegengesetzt senkrechter Magnetisierung stark reduziert werden, was im Gegenzug einen gewissen Energiezuwachs durch die mit den Domänenwänden verbundene *Wandenergie* bewirkt. Dies führt in Remanenz typischerweise zur Ausbildung von sogenannten *Band-Domänen*, die labyrinth- und streifenförmige Muster bilden können, wie in Abbildung 2.5 (links) und (Mitte) gezeigt. Dabei stellen – in Abwesenheit eines externen Magnetfelds – absolut parallel verlaufende Banddomänen den energetisch günstigsten Zustand dar, da die gesamte Wandfläche minimal ist (siehe Abschnitt 2.3.4). Dieser Idealzustand wird jedoch in der Natur nie vollkommen erreicht: Sättigt man eine Probe und reduziert dann das externe Magnetfeld bis auf Null, so kommt es zu dabei zu zufälliger und diskontinuierlicher Nukleation und anschließend zum Wachstum von Einzeldomänen und somit zur Bildung von mehr oder weniger verzweigten Strukturen, die bei einer Wiederholung des Vorganges nie wieder exakt reproduziert werden können. Es handelt sich somit bei den beobachteten Domänenmustern um metastabile Gleichgewichtskonfigurationen. Eine spontane Umwandlung zwischen verschiedenen Konfigurationstypen, etwa von einem Labyrinth- in ein paralleles Streifenmuster findet ohne äußere Einwirkung in überschaubaren Zeiträumen nicht statt.

Senkrechte Magnetfelder: Das Anlegen eines Magnetfeldes senkrecht zur Schichtebene führt ausgehend vom remanenten Zustand bei kleinen Feldern zunächst zum Wachstum der in Feldrichtung magnetisierten Domänen und zum Schrumpfen der entgegengesetzt magnetisierten Domänen. Dieser Prozess ist in Proben, die eine geringe Dichte von Störstellen aufweisen, in kleinen bis mittleren Feldern reversibel, wie aus

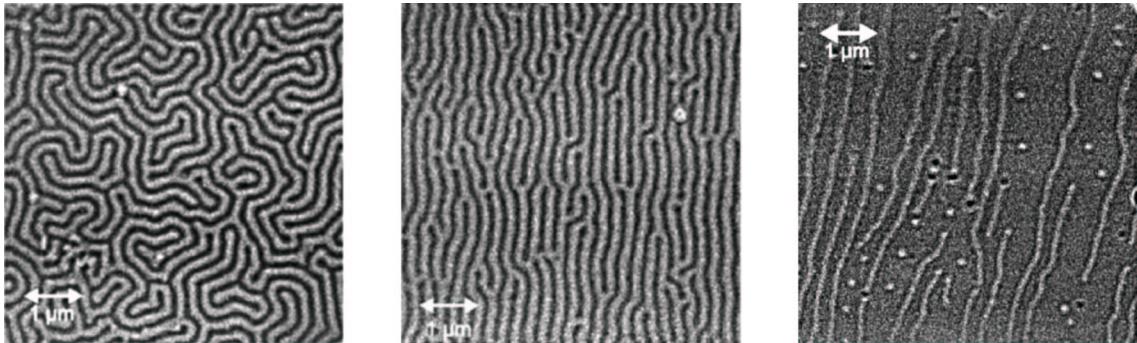


Abbildung 2.5: Senkrechte Magnetisierungskomponente einer $[4,3\text{\AA} \text{ Fe} / 4,8\text{\AA} \text{ Gd}]_{75}$ -Viel-lagenschicht beobachtet mit magnetischer Röntgentransmissionsmikroskopie (MTXM) an der Fe L₃-Kante. **Links:** Labyrinthdomänenmuster im remanenten Zustand nach senkrechter Sättigung der Schicht. **Mitte:** Parallelle Banddomänen im remanenten Zustand nach *in-plane* Sättigung (Streifen in Feldrichtung). **Rechts:** Zusammenschrumpfen der Banddomänen zu Zylinderdomänen in einem senkrechten Feld von 1 kOe. Aus [EKF⁺00].

der Magnetisierungskurve in Abbildung 2.6 (links) ersichtlich: Der mittlere Teil weist fast keine remanente Magnetisierung oder Hysterese auf, die Domänenkonfiguration ist also sehr nahe am Gleichgewicht. Sind die Domänenwände aufgrund von Defekten in ihrer Beweglichkeit eingeschränkt, so zeigt die Magnetisierungskurve , wie in Abbildung 2.6 (rechts), eine stärkere Aufspaltung mit erheblicher Remanenz und Hysterese. Derartige Proben eignen sich daher prinzipiell zur Datenspeicherung. Erhöht man die senkrechte Feldstärke, so schrumpfen die Minoritätsdomänen für gewöhnlich in ihrer Länge, bis sie sich zu kreisförmigen Zylinder- oder *Bubble*-Domänen zusammenziehen, wie in Abbildung 2.5 (rechts) und Abbildung 2.7 (a) gezeigt. Erreicht die Feldstärke einen kritischen Wert, so kollabieren die *Bubbles* und die Probe ist gesättigt. Wird das Feld nun, aus der Sättigung kommend, wieder reduziert, so nukleieren normalerweise wiederum zuerst Zylinderdomänen, deren Durchmesser bei weiterer Feldreduktion steigt (Abbildung 2.7 (b)), bis der sogenannte *Bubble Strip-out* eintritt, bei dem die Zylinderdomänen zu Banddomänen „auseinandergezogen“ werden (Abbildung 2.7 (c)). Wird das Feld dann auf Null reduziert, so kann es vorkommen, dass sich gemischte Zustände aus Band- und *Bubble*-Domänen wie in Abbildung 2.7 (f) ausbilden, was allerdings theoretisch nur für $Q > 1.5$ geschehen kann, da die Zylinderdomänen ansonsten aufgrund der zu dicken Domänenwände schnell instabil werden [DeB73]. Der eben beschriebene Nukleationsprozess ist stark von der Keim- bzw. Defektdichte in einem Material abhängig und ist für die Ausprägung der Öffnung der Magnetisierungskurve kurz unterhalb der Sättigung verantwortlich (Abbildung 2.6 (links)). Es gibt jedoch auch Fälle, die von dem eben beschriebenen Verhalten abweichen: In der in Abbildung 2.6 (rechts) dargestellten Probe treten keine Zylinderdomänen auf, wahrscheinlich weil die Wandbewegung durch Defekte dermaßen stark eingeschränkt ist, dass sich Banddomänen gar nicht zu *Bubbles* zusammenziehen können. Aus der Sättigung

kommend zeigt die Probe dagegen eine sehr geringe Nukleationsfeldstärke, die offenbar bereits unterhalb des *Bubble Strip-out*-Punktes liegt, so dass es ebenfalls nicht zur Bildung von Zylinderdomänen kommt.

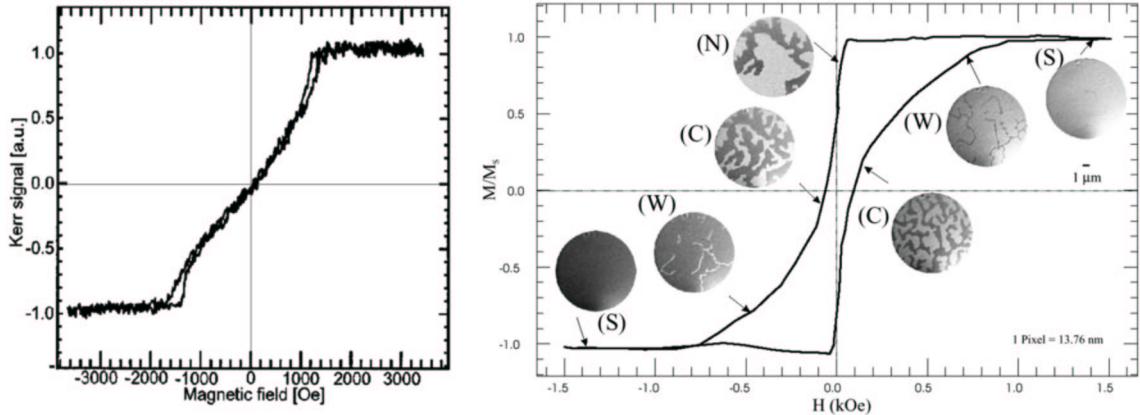


Abbildung 2.6: Senkrechte Hysteresekurve von Fe/Gd-Viellagenschichten gemessen mit polar-MOKE (Magneto-optischer Kerr-Effekt) **Links:** Probe mit guter Wandbeweglichkeit auf Si₃N₄-Membran (aus [EKF⁺00]). **Rechts:** Probe mit eingeschränkter Wandbeweglichkeit auf Polyimid-Folie. Die MTXM-Bilder zeigen die Domänenkonfiguration bei den jeweiligen Feldern. Die Banddomänen kollabieren in hohen Feldern, anstatt sich zu *Bubbles* zusammenzuziehen (aus [FES⁺98]).

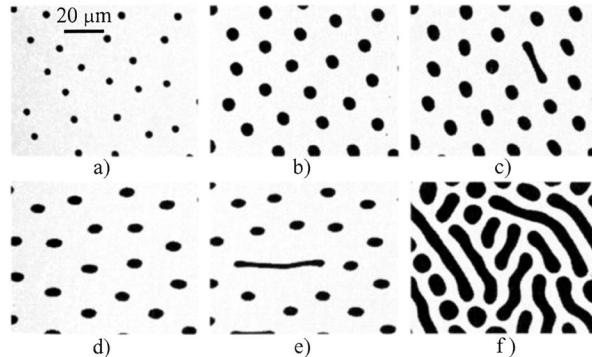


Abbildung 2.7: Zylinderdomänen in verschiedenen statischen Magnetfeldern: **a)** In einem starken senkrechten Feld kurz vor dem Kollaps. **b)** Nach Reduktion des senkrechten Feldes kurz vor dem *Strip-out*. **c)** *Bubble Strip-out*. **d)** Starke elliptische Verformung in einem *in-plane*-Feld. **e)** *Strip-out* in einem größeren *in-plane*-Feld. **f)** Remanenter Zustand, aus (c) hervorgegangen: Koexistenz von Band- und Zylinderdomänen. Aus [HS98, Seite 507].

Magnetfelder in der Schichtebene: Die Auswirkung von *in-plane* Magnetfeldern auf Bubbledomänen ist in Abbildung 2.7 (d) und (e) gezeigt. Das „Langziehen“ der

Domänen in Feldrichtung kann anhand einer Feld-induzierten Richtungsabhängigkeit der Wandenergie, welche offenbar in Feldrichtung minimal ist, erklärt werden. Nur sehr starke Felder in der Schichtebene führen zu nennenswerten horizontalen Magnetisierungskomponenten. Es kommt dann zur Bildung dichter Streifendomänen so wie in Schichten mit kleiner Anisotropie. Die Entstehung paralleler Banddomänen wie in Abbildung 2.5 (Mitte) durch Sättigung in der Schichtebene kann damit folgendermaßen verstanden werden: Es kommt zunächst zur Nukleation dichter Streifendomänen in Feldrichtung, die dann bei weiterer Feldreduktion in parallele Banddomänen übergehen.

2.3.3 Domänenwände

Eigenschaften und innere Struktur magnetischer Domänenwände sind im allgemeinen experimentell nur sehr schwer zu ermitteln. Es ist daher nicht weiter verwunderlich, dass diese Informationen stattdessen meist analytisch oder numerisch berechnet werden, was wohl den bei weitem wichtigsten Beitrag des Mikromagnetismus zur Analyse magnetischer Domänenstrukturen darstellt.

Die planare 180°-Wand

Die planare 180°-Wand, die zwei entgegengesetzt magnetisierte Domänen in einem unendlich ausgedehnten Medium mit uniaxialer Anisotropie trennt, stellt die wohl einfachste Form einer Domänenwand dar. Im energetisch günstigsten Zustand liegt die Magnetisierung der Domänen parallel zur Anisotropieachse und damit auch parallel zur Wand, die die Anisotropieachse enthält. Magnetostriktive Effekte sowie Anisotropien höherer Ordnung sollen hier vernachlässigt werden.

Néel- und Blochwand: Die 180°-Wand stellt einen kontinuierlichen Übergang zwischen den beiden homogen magnetisierten Bereichen dar. Da die Wand in zwei Dimensionen als unendlich ausgedehnt angenommen wird, kann dieser Übergang *eindimensional* als Rotation des Magnetisierungsvektors in Abhängigkeit vom Ort x auf einer zur Wand senkrechten Achse beschrieben werden. Die Kurve, die die Magnetisierungsrichtung dabei mit x als Parameter auf der Einheitskugel beschreibt, wird als *Magnetisierungspfad* bezeichnet. Man kann nun annehmen, dass nur Magnetisierungspfade mit minimaler Länge – also Halb-Meridiane – in Frage kommen, da Abweichungen davon keinen energetischen Vorteil brächten. Von den verbliebenen Pfaden sollen nun zwei extreme Möglichkeiten betrachtet werden, die in Abbildung 2.8 dargestellt sind:

Blochwand: Die Rotationsachse steht senkrecht auf der Wandebene.

Néelwand: Die Rotationsachse liegt in der Wandebene.

Da die Rotationsachse in beiden Fällen senkrecht auf der Anisotropieachse steht, unterscheiden sie sich nicht in ihrer Anisotropieenergie. Im Gegensatz zur Néelwand

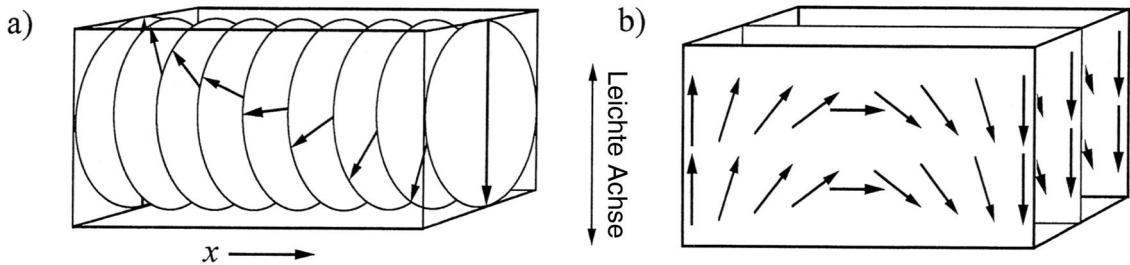


Abbildung 2.8: Die Rotation der Magnetisierung innerhalb einer 180° -Wand. a) Die *Blochwand* ist streufeldfrei und daher energetisch günstiger. b) Die *Néelwand* tritt in dünnen Filmen oder angelegten Feldern auf. Die entgegengesetzte Rotationsrichtung ist in beiden Fällen genauso möglich. Aus [HS98, Seite 216].

ist die Blochwand allerdings streufeldfrei und daher energetisch günstiger [HS98, Seite 215ff.].

Eigenschaften der idealisierten Blochwand: Sei φ der Winkel der Magnetisierung, der in der Blochwand von $+90^\circ$ bis -90° rotiert. Die spezifische Wandenergie errechnet sich aus Austausch- und Anisotropieenergiedichte:

$$\gamma_w = \int_{-\infty}^{\infty} A \varphi'^2 + K \cos^2 \varphi \, dx$$

mit den Randbedingungen $\varphi(-\infty) = \frac{\pi}{2}$ und $\varphi(\infty) = -\frac{\pi}{2}$. Der Verlauf von φ mit minimaler Energie kann mit Hilfe der Variationsrechnung gefunden werden (Variation der Wandenergie γ_w):

$$\delta \gamma_w = 0 \Leftrightarrow 2A \varphi'' = -2K \sin \varphi \cos \varphi.$$

Multiplikation mit φ' und unbestimmte Integration liefert

$$A \varphi'^2 = K \cos^2 \varphi + C.$$

Im Unendlichen muss φ' verschwinden, woraus zusammen mit den Randbedingungen folgt, dass $C = 0$ und somit

$$dx = \sqrt{A/K} \, d\varphi / \cos \varphi$$

womit sich die Energiedichte integrieren lässt:

$$\gamma_w = 2 \int_{-\infty}^{\infty} K \cos^2 \varphi \, dx = 2\sqrt{AK} \int_{-\pi/2}^{\pi/2} \cos \varphi \, d\varphi.$$

Es ergibt sich für die **spezifische Wandenergie** der idealisierten Blochwand [HS98]:

$$\gamma_w = 4\sqrt{AK} . \quad (2.13)$$

Für das Wandprofil erhält man den Ausdruck

$$\varphi(x) = \arcsin \tanh \xi; \quad \xi = \frac{x}{\sqrt{A/K}} ,$$

dessen Verlauf in Abbildung 2.9 dargestellt ist. Die Größe $\sqrt{A/K}$ wird als *Austauschlänge* bezeichnet.

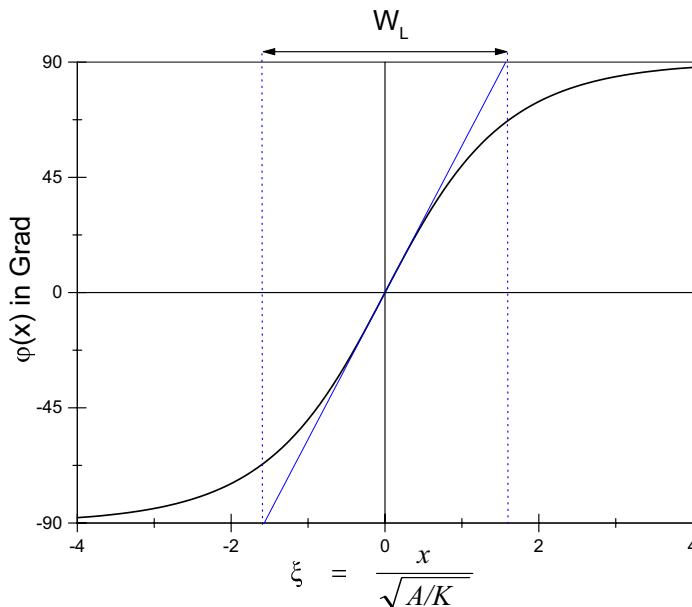


Abbildung 2.9: Berechnetes Wandprofil einer 180° Blochwand mit Lilley-Wandbreite.

Lilley-Wandbreite: Aufgrund des kontinuierlichen Wandverlaufs sind beliebige Definitionen für die Wandbreite denkbar. Sehr häufig wird allerdings die Definition von *Lilley* [Lil50] verwendet, welche die Steigung des Magnetisierungswinkels in der Wandmitte bis $\pm 90^\circ$ extrapoliert, wie in Abbildung 2.9 gezeigt. Die *Lilley*-Wandbreite der Blochwand skaliert mit der Austauschlänge:

$$W_L = \pi \sqrt{A/K} .$$

Anwendbarkeit des Modells: Das oben vorgestellte Wandmodell liefert in massiven Proben aufgrund der meist ausgedehnten Wände mit – in Relation zur Domänengröße – kleiner Breite eine gute Näherung von spezifischer Energie und Verlauf einer

Blochwand, solange magnetoelastische Effekte oder eine Anisotropie höherer Ordnung vernachlässigbar sind. In *dünnen Schichten* ist die Blochwand jedoch begrenzt und somit nicht mehr streufeldfrei, so dass dieses einfache eindimensionale Modell nur noch grobe Abschätzungen ermöglicht. Tatsächlich stellt man fest, dass sich beim Übergang vom ausgedehnten Festkörper zur dünnen Schicht ein Skalenwechsel vollzieht, so dass neben der Anisotropie-Austauschlänge $\sqrt{A/K_u}$ auch die Streufeld-Austauschlänge $\sqrt{A/K_d}$ und die Schichtdicke Bedeutung erlangen. Eine bessere Beschreibung von Domänenwänden in dünnen Schichten erfordert jedoch nicht nur die Einbeziehung des Streufelds, sondern zudem eine mindestens zweidimensionale Behandlung des Problems, weshalb eine Lösung durch triviale Integration nicht mehr möglich ist. Anstelle dessen bedient man sich z.B. der Variationsrechnung basierend auf sorgfältig gewählten Reihenentwicklungen oder muss gleich auf diskrete numerische Verfahren zurückgreifen [HS98].

Wände in Filmen mit starker senkrechter Anisotropie

In Filmen mit leichter Anisotropieachse parallel zur Schichtnormalen und $Q > 1$ generieren die senkrecht magnetisierten Domänen untereinander starke Streufelder, wie in Abbildung 2.10 zu sehen ist. Da sich die Streufelder in der zu den Oberflächen parallelen Mittelebene der Schicht gegenseitig aufheben, hat die Wand hier Bloch-artigen Charakter: Die Rotationsachse des Magnetisierungspfades steht auf der Wandebene senkrecht. In der Wandmitte liegt die Magnetisierung daher parallel zur Schichtebene und tangential zur Wand. Oberhalb und unterhalb dieser Mittelebene wird die Wandmagnetisierung dagegen um so mehr von den Streufeldern beeinflusst, je kleiner der Abstand von der Oberfläche wird, und die Wand bekommt Néel-artigen Charakter, wobei die Magnetisierung direkt an der Oberfläche – vor allem bei größeren Schichtdicken – vollständig in die Schichtebene gezwungen werden kann. Auf diese Art entsteht die typische verwundete Wandstruktur, die in Abbildung 2.10 dargestellt ist.

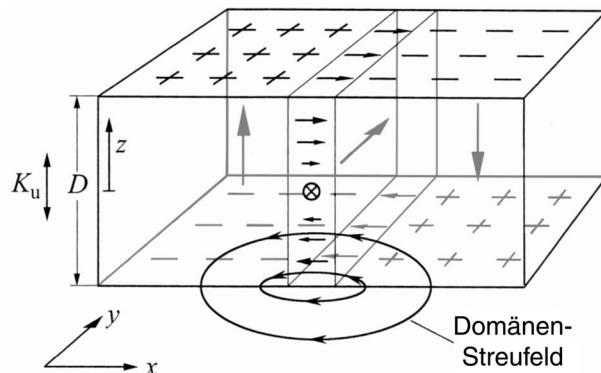


Abbildung 2.10: Schematische Darstellung einer Domänenwand in einer Schicht mit stark bevorzugter senkrechter Achse. Die Wand ist in ihrem Zentrum Bloch-artig, wird aber aufgrund von Streufeldern zu den Oberflächen hin Néel-artig. Aus [HS98, Seite 256].

Blochlinien und -Punkte: Dreht man in Abbildung 2.10 die Magnetisierung in der Wandmitte um, so dass sie nun aus der Zeichenebene heraus zeigt, so erhält man eine äquivalente Form der Wand, die sich von der anderen nur in ihrem Drehsinn unterscheidet. Da die Wandenergie identisch ist, können beide Formen koexistieren. Die Trennlinien zwischen solchen Segmenten heißen *Blochlinien*. Sie sind in allen möglichen Orientierungen vorstellbar; in senkrechten Schichten mit Band- und Zylinderdomänen unterscheidet man aber hauptsächlich zwischen zwei Fällen:

Horizontale Blochlinien verlaufen entlang der Wand durch die Wandmitte, so dass zwei „Zentren“ mit gegenläufiger Magnetisierungsrichtung entstehen.

Vertikale Blochlinien stehen, wie in Abbildung 2.11 angedeutet, senkrecht zur Wandrichtung. Zwei vertikale Blochlinien mit entgegengesetztem Umlaufsinn können einander annihilieren, ansonsten stoßen sie sich aufgrund ihrer magnetischen Ladung ab.

Die Berechnung von Energie und Breite einer Blochlinie verläuft analog zur Blochwand (siehe Seite 25), nur dass zusätzlich lokale Streufelder berücksichtigt werden müssen [HS98, Seite 259f.]. Für $Q \gg 1$ ergibt sich eine spezifische Energie von $8A/\sqrt{Q}$ und eine Breite von $\pi\sqrt{A/K_d}$.

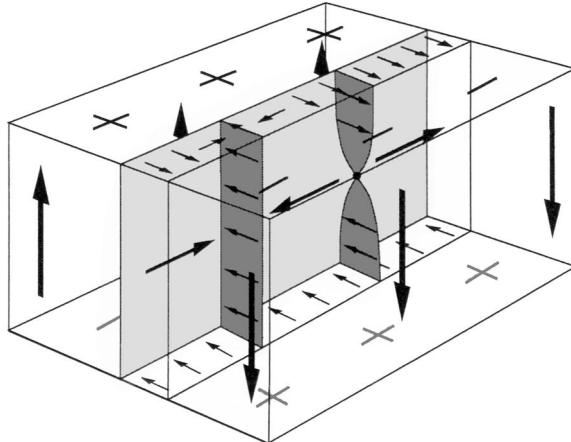


Abbildung 2.11: Vertikale Blochlinien in einem Film mit Band- und Zylinderdomänen. Die hintere, verwundete Blochlinie folgt dem von den Domänen generierten Streufeld und ist daher energetisch günstiger als der vordere, einfache Fall. In ihrem Zentrum befindet sich eine Singularität, ein sogenannter Blochpunkt. Aus [HS98, Seite 256].

Abbildung 2.11 zeigt zwei mögliche Fälle von vertikalen Blochlinien. Die verwundete Blochlinie kann durch Domänen-generierte Streufelder entstehen und besitzt in ihrer Mitte einen *Blochpunkt*. Wenn man die unmittelbare Umgebung dieses Punktes näher betrachtet, so stellt man fest, dass jede mögliche Magnetisierungsrichtung vor kommt. Der Blochpunkt besitzt also keine vorgegebene Magnetisierungsrichtung und

stellt somit eine mikromagnetische *Singularität* dar, in der die magnetische Ordnung aufgehoben ist.

Abschlusskonfigurationen: Betrachtet man eine Wand wie in Abbildung 2.12 (links) im Querschnitt, so sieht man, dass die Magnetisierung um das Wandzentrum einen Vortex bildet, der einen gewissen Teil des magnetischen Flusses zwischen den Domänen schließt und somit das Streufeld reduziert. Der damit verbundene Energiegewinn ist häufig so hoch, dass sich die Wand an den Schichtoberflächen verbreitert, um einen noch vollständigeren Feldschluss zu erreichen: es bildet sich eine kontinuierliche *Abschlusskonfiguration*, die besonders bei reduzierter Anisotropie ($Q \searrow 1$) sehr stark ausgeprägt sein kann, da in diesem Fall der damit verbundene Zuwachs an Anisotropie- und Austauschenergie minimal ist. Die Breite dieser Abschlusszone kann so ein Vielfaches der Wandbreite im Schichtzentrum betragen, wie in Abbildung 2.12 (rechts) skizziert. Diskrete Abschlussdomänen („Landau-Konfiguration“) findet man dagegen nur in sehr dicken Schichten mit $Q < 1$, also im Zusammenhang mit dichten Streifen-domänen [HS98].

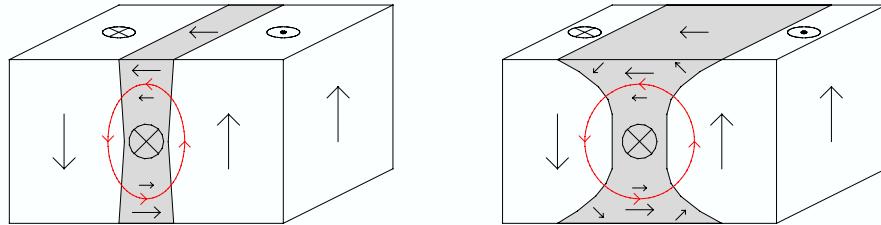


Abbildung 2.12: **Links:** Verwundete Wandstruktur in hochanisotropen senkrechten Schichten ($Q \gg 1$) mit schwach ausgeprägter Abschlusskonfiguration. **Rechts:** Ausgeprägte kontinuierliche Abschlusskonfiguration bei reduzierter Anisotropie ($Q \searrow 1$).

2.3.4 Domänentheoretische Behandlung

Parallele Banddomänen: Ein domänentheoretisches Modell für das Verhalten dünner Schichten mit senkrechter leichter Achse wurde zuerst – basierend auf der Beschreibung paralleler Banddomänen – von C. Kooy und U. Enz [KE60] aufgestellt: Sie gingen dabei von einer im Vergleich zum Streufeldparameter sehr hohen Anisotropie aus ($Q \gg 1$), was der Annahme unendlich dünner Wände und homogen senkrecht magnetisierter Domänen entspricht. Somit treten Beiträge von Anisotropie- und Austauschenergie ausschließlich in den Domänenwänden auf und können in Form einer spezifischen Wandenergie γ_w berücksichtigt werden. Das Problem reduziert sich damit auf die Minimierung der Streufeld- und Wandenergie einer periodischen Anordnung paralleler Banddomänen. Man findet analytischen Zugang zur Streufeldenergie einer

periodischen Verteilung von Oberflächenladungen über die Fourierentwicklung von Ladungsverteilung und Potential, was im Falle einer eindimensionalen Periodizität zur *Formel von Kooy und Enz* führt (siehe [HS98, Gleichung (3.41)]). Für $Q \gg 1$ vereinfacht sich diese zu

$$E_d = K_d D \left\{ m^2 + \frac{4p}{\pi^3} \sum_{n=1}^{\infty} n^{-3} \sin^2 \left(\frac{\pi}{2} n(1+m) \right) \left[1 - \exp \left(\frac{-2\pi n}{p} \right) \right] \right\},$$

wobei W_1 und W_2 für die Breiten von nach oben bzw. unten magnetisierten Domänen, D für die Schichtdicke, $m = \frac{W_1-W_2}{W_1+W_2}$ für die reduzierte Magnetisierung und $p = \frac{W_1+W_2}{D}$ für die reduzierte Periode stehen [HS98, Seite 307]. Schreibt man nun die Streufeldenergie in der Form $E_d = K_d D[m^2 + g(p, m)]$ und addiert die Wand- und die Zeemanenergie für ein senkrecht zur Schicht angelegtes Feld, so lautet die reduzierte Gesamtenergie $\epsilon_{tot} = E_{ges}/K_d D$:

$$\epsilon_{tot} = 4\lambda_c/p - 2hm + m^2 + g(p, m)$$

mit der reduzierten Form $\lambda_c = l_c/D$ der *charakteristischen Länge* $l_c = \gamma_w/2K_d$ und dem reduzierten Feld $h = \mu_0 H/J_S$. Minimierung der Gesamtenergie in Bezug auf p und m liefert Ausdrücke für die reduzierte charakteristische Länge λ_c – woraus sofort die spezifische Wandenergie γ_w folgt – sowie für $h(m)$:

$$\lambda_c = \frac{p^2}{\pi^3} \sum_{n=1}^{\infty} n^{-3} [1 - (1 + 2\pi n/p) \exp(-2\pi n/p)] \sin^2 \left(\frac{\pi}{2} n(1+m) \right)$$

und

$$h = m + \frac{p}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} n^{-2} \sin(n\pi(1+m)) [1 - \exp(-2\pi n/p)].$$

Abbildung 2.15 zeigt Beispiele für daraus abgeleitete Gleichgewichts-Magnetisierungskurven. Im Grenzfall verschwindender Wandenergie ($\lambda_c \rightarrow 0$) nähert sich die Kurve der Geraden $m = h$, so dass das Sättigungsfeld gleich dem entmagnetisierenden Feld wird. Mit zunehmendem λ_c erhöht sich die anfängliche Steigung der Kurven und das Sättigungsfeld verringert sich. Das Verhalten in der Nähe der Sättigung ist in Abbildung 2.13 (a) dargestellt: Die Streifenbreite der Majoritätsdomänen² W_1 divergiert, während sich die Breite der Minoritätsdomänen W_2 einem konstanten Wert nähert. Da die Domänen in diesem Fall sehr weit voneinander entfernt sind, kann man erwarten, mit Hilfe der Betrachtung isolierter Bänder zu einer realistischeren Beschreibung des Sättigungverhaltens zu gelangen (siehe unten). Abbildung 2.13 (b) zeigt die Abhängigkeit der absoluten Bandperiode P von der Schichtdicke für $h = 0$: P wird sehr groß, wenn die Schichtdicke D kleiner wird als die charakteristische Länge l_c , was praktisch dazu führt, dass sich in solchen Proben keine Gleichgewichtsdomänen ausbilden können, sobald Wandbewegungen in irgendeiner Form eingeschränkt sind. Theoretisch jedoch existiert für jede Schichtdicke eine Domänenkonfiguration mit geringerer Energie als der homogen magnetisierte Zustand.

²in Feldrichtung magnetisierte Domänen

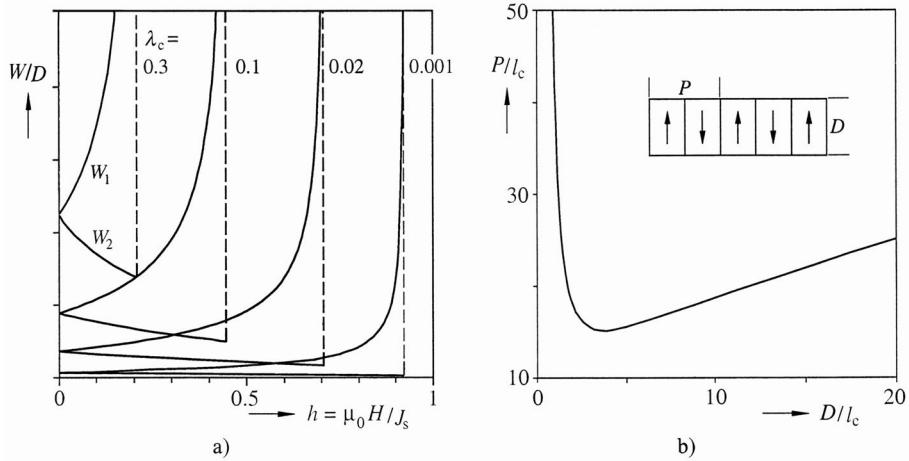


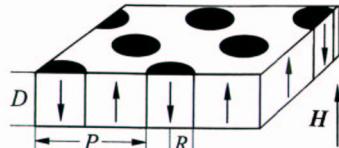
Abbildung 2.13: Ergebnisse des Banddomänen-Modells von Kooy und Enz. **a)** Relative Banddomänenbreite als Funktion des angelegten Feldes. **b)** Absolute Bandperiode $P = W_1 + W_2$ in Remanenz als Funktion der Schichtdicke. Aus [HS98, Seite 309].

Erweiterung des Modells

Aus Experimenten ist bekannt, dass parallele Banddomänen eher einen Sonderfall der vielen möglichen Domänenkonfigurationen in Schichten mit starker senkrechter Anisotropie darstellen. Man konnte daher durch Einbeziehung anderer Strukturen eine Vervollständigung und somit eine deutliche Verbesserung des domänentheoretischen Modells erreichen. Die Ergebnisse der im folgenden genannten Erweiterungen, die alle ebenfalls auf der Forderung $Q \gg 1$ basieren, sind in Abbildung 2.14 zusammengefasst.

Isolierte Banddomänen: Die Betrachtung isolierter Banddomänen ermöglicht eine realistischere Beschreibung des Sättigungsverhaltens, wenn man zusätzlich Längenänderungen der Domänen zulässt. Energetische Betrachtungen ergeben, dass sich die Domänen in senkrechten Feldern verkürzen, bis das Sättigungsfeld h_{s0} erreicht ist, ab dem die Bandlänge negativ wird. Unter dem Einfluss von *Pinning-Zentren* kann dieses Zusammenziehen jedoch so stark behindert werden, dass Domänen auch jenseits von h_{s0} in metastabilem Zustand existieren [HS98, Seite 309f.].

Bubble-Gitter



Oberhalb eines kritischen Feldes h_{tr} ist ein periodisches Gitter von Zylinderdomänen gegenüber der Anordnung in parallelen Banddomänen energetisch geringfügig im Vorteil. Die Differenz ist jedoch bei weitem zu klein, um entsprechende Umordnungspro-

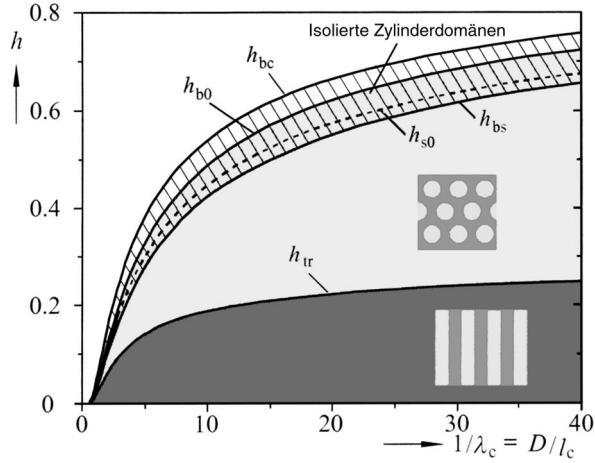


Abbildung 2.14: Charakteristische Felder für Domänenmuster in Schichten mit starker senkrechter Anisotropie als Funktion der inversen reduzierten charakteristischen Länge $1/\lambda_c$: h_{tr} markiert die Grenze, ab der ein Gitter von Zylinderdomänen energetisch günstiger wird als parallele Banddomänen. Isolierte Banddomänen sättigen bei h_{s0} . Das *Bubble*-Gitter sättigt bei h_{b0} . Isolierte Zylinderdomänen kollabieren bei Erreichen des Feldes h_{bc} . Die untere Grenze für die Stabilität von isolierten *Bubbles* liegt bei h_{bs} , dem *Bubble-Strip-out*-Feld. Aus [HS98, Seite 310].

zesse bewirken zu können. Da es sich um metastabile Konfigurationen handelt, können diese sogar weitgehend bei den gleichen Feldern existieren. Das *Bubble*-Gitter ist bis zu einem kritischen Feld h_{b0} stabil, bei dem der Abstand zwischen den Zylinderdomänen divergiert, ihr Radius jedoch endlich bleibt [HS98].

Die periodischen Anordnungen von Band- und Zylinderdomänen sind als Grenzfälle zu verstehen. Magnetisierungskurven beider Systeme sind in Abbildung 2.15 gegenübergestellt. Die Kurven realer Systeme sind meist irgendwo dazwischen zu erwarten.

Isolierte Zylinderdomänen: In der Nähe des Sättigungsfeldes h_{s0} isolierter Banddomänen ziehen sich diese oft einzeln zu *isolierten Zylinderdomänen* zusammen. Eine Umwandlung in ein periodisches Gitter von Zylinderdomänen wird dagegen nicht beobachtet, obwohl es einen Feldbereich zwischen h_{s0} und dem Sättigungsfeld des Gitters h_{b0} gibt, in dem letzteres noch stabil wäre. Das Verhalten isolierter *Bubble*-Domänen dominiert daher meist das tatsächlich beobachtbare Sättigungsverhalten senkrechter Schichten und ist Gegenstand der *Bubble-Theorie*, die im Zusammenhang mit der Entwicklung von Magnetblasenspeichern in den 60er und 70er Jahren aufgestellt wurde. Isolierte Zylinderdomänen sind demnach im Bereich zwischen dem *Strip-out*-Feld h_{bs} , bei dem sich Zylinderdomänen spontan in Banddomänen umwandeln, und dem Kollaps-Feld h_{bc} stabil; die Gegenwart von Nachbar-Domänen, wie z.B. im Fall des *Bubble*-Gitters, kann auch bei geringeren Feldern als h_{bs} stabilisierend wirken [HS98].

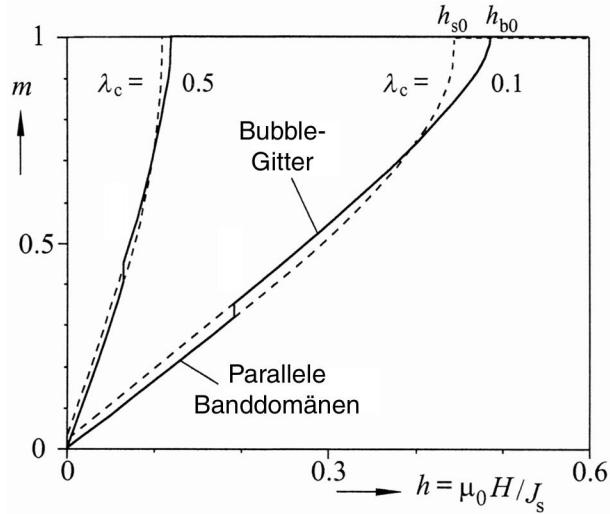


Abbildung 2.15: Ideale Magnetisierungskurven einer hochanisotropen senkrechten Schicht mit periodischer Band- oder Zylinderdomänen-Konfiguration. Der eingezeichnete Übergang zwischen den Kurven markiert den Punkt, ab dem das *Bubble-Gitter* energetisch günstiger ist. Aus [HS98, Seite 312].

Der Stabilitätsbereich ist in Abbildung 2.14 schraffiert dargestellt.

Schwächere Anisotropien

Die bislang besprochene Theorie beruht auf der Voraussetzung $Q \gg 1$. Lässt man diese zugunsten von $Q > 1$ fallen, um auch im Bereich knapp oberhalb von $Q = 1$ korrekt rechnen zu können, so kann man nicht mehr von unendlich dünnen Wänden ausgehen und kommt somit nicht um eine mikromagnetische Behandlung der in Kapitel 2.3.3 beschriebenen Wandstruktur umhin. Berechnungen von DeBonte [DeB73] zeigen, dass die Standard-Theorie für Zylinderdomänen für $Q < 1,5$ nicht mehr anwendbar ist. Blake gibt in [BSTT82] Tabellen zur Korrektur der Standard-Theorie für endliche Q an, die aus numerischen Berechnungen unter Einbeziehung des entmagnetisierenden Oberflächenfeldes und der damit verbundenen verwundenen Wandstruktur gewonnen wurden. Diese Ergebnisse ermöglichen eine direkte Auswertung von Domänenbeobachtungen bezogen auf die *nominelle* Blochwandenergie $4\sqrt{AK_u}$, worauf in Abschnitt 5.2 noch näher eingegangen wird.

Kapitel 3

Experimentelle Methoden

In diesem Kapitel sollen die zur Probenpräparation sowie zur strukturellen und magnetischen Untersuchung der Proben verwendeten Methoden vorgestellt werden. Die Auswahl der jeweiligen Methoden musste sehr sorgsam erfolgen: Im Bereich der Probenpräparation galt es, eine Kombination von untereinander kompatiblen Methoden und Verfahren zu finden, die die Herstellung von geeigneten Proben ermöglichen (siehe unten). Bei der Probencharakterisierung sollte zur Aufdeckung der Korrelationen von Struktur, magnetischen Eigenschaften und magnetischer Mikrostruktur eine möglichst vollständige Charakterisierung der Proben gewährleistet sein.

3.1 Probenpräparation

Aus den Zielsetzungen dieser Arbeit ergaben sich hohe, sich teils widersprechende Anforderungen an die herzustellenden Proben: Röntgen- und Elektronen-Transmissionsmikroskopie erfordern ausreichend **transparente** Proben in Form von nur etwa 100nm dünner Membranen, die gleichzeitig aber eine ausreichende **mechanische Stabilität** aufweisen sollen, was sich durch eine ausreichende Stärke sowie kleine laterale Abmessungen der Membran sicherstellen lässt. Da die Dicke der Membranen durch die Transparenzanforderungen begrenzt ist, musste auf kleine laterale Abmessungen besonderer Wert gelegt werden (Ziel: < 50 μm). Um **einkristalline** Proben zu ermöglichen, muss das Membranmaterial, das beim epitaktischen Schichtwachstum (siehe Abschnitt 3.1.1) ja auch als Substrat dient, ebenfalls einkristallin sein. Dies schließt die Verwendung der typischen kommerziellen Si₃N₄-Membranen als Substrat aufgrund ihrer amorphen Struktur natürlich aus, weshalb neue Methoden zur Herstellung einkristalliner Membranen entwickelt werden mussten. Die Forderung nach **nanostrukturierten** Proben wirft sowohl im Hinblick auf ihre Einkristallinität als auch hinsichtlich der erwünschten Transparenz Probleme auf, da ein Strukturierungsverfahren gefunden werden muss, das sowohl mit den Anforderungen des epitaktischen Wachstums als auch mit den mechanisch empfindlichen Membranen kompatibel ist. Um diese Probleme zu umgehen, wurde daher die folgende prinzipielle Vorgehensweise

für die Probenpräparation gewählt (siehe Abbildung 3.1):

1. Herstellung einer epitaktischen Au(001)-Schicht auf einem GaAs(001)-Substrat
2. Präparation und Nanostrukturierung der Fe/Au(001)-Viellagenschicht
3. Ätzen eines Loches durch das Galliumarsenid-Substrat bis zum Gold, das als Ätzstopschicht und gleichzeitig als tragende Membran dient. Um die mechanische Stabilität der Membran zu gewährleisten, muss deren lateraler Durchmesser dabei möglichst klein bleiben.

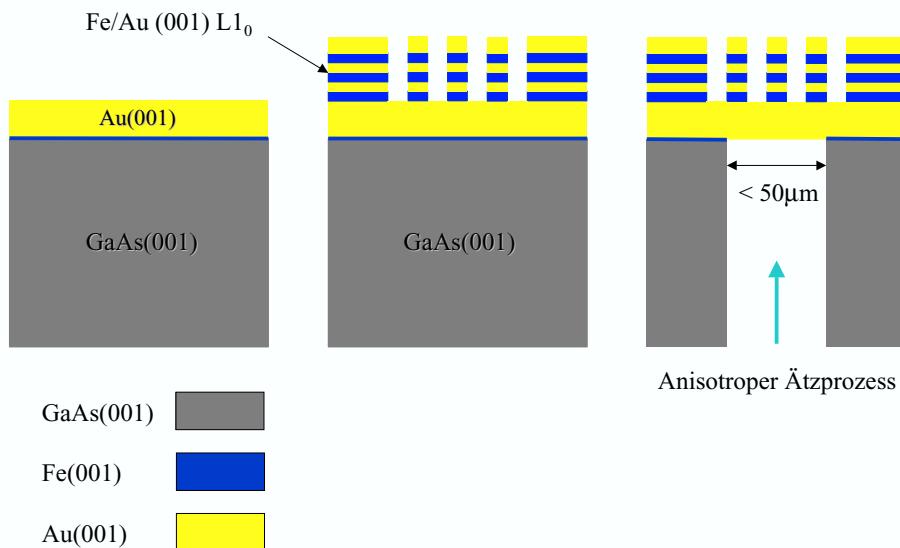


Abbildung 3.1: Prinzipielle Vorgehensweise bei der Probenpräparation: Aufbringen einer Au(001)-Schicht auf GaAs(001) (*links*), Präparation und Nanostrukturierung der Fe/Au(001)-Viellagenschicht (*Mitte*) und schließlich Membranherstellung durch lokales Entfernen des GaAs(001)-Substrats (*rechts*).

3.1.1 Molekularstrahlepitaxie

Die *Molekularstrahlepitaxie* (MBE) ist eine Methode zur Herstellung qualitativ hochwertiger, einkristalliner Schichten durch thermisches Verdampfen unter Ultrahochvakuum-Bedingungen (UHV, $p < 10^{-8}\text{hPa}$) und Abscheidung auf ein geeignetes einkristallines Substrat. Sie wurde gewählt, um Fe(001)- und Au(001)-Schichten auf GaAs(001) zu präparieren. Die während des Verdampfens auf die Schichtoberfläche auftreffenden Atome besitzen, verglichen mit Methoden wie der Sputterdeposition, nur relativ geringe Energien unterhalb von 1eV; die Struktur der Schichtoberfläche wird daher kaum gestört. Die typischen Wachstumsraten liegen dabei im Fall von Metallen im

Bereich weniger Monolagen pro Minute. Beide Faktoren ermöglichen eine Wachstumskinetik die, verglichen mit anderen Methoden, deutlich näher am thermodynamischen Gleichgewicht liegt und somit der wachsenden Schichtoberfläche mehr Zeit zur Relaxation in energetisch günstige Zustände lässt, was sich meist positiv auf die kristalline Fehlstellendichte auswirkt.

Unter *Epitaxie* versteht man das Wachstum einer kristallinen Schicht, deren Struktur vom einkristallinen Substrat vorgegeben wird [Cho79] (siehe auch [Köh97, Seite 6ff.]). Sind Schicht- und Substratmaterial identisch, so spricht man von *Homoepitaxie*, ansonsten liegt *Heteroepitaxie* vor.

Heteroepitaktisches Wachstum kann nur unter bestimmten Voraussetzungen erfolgen:

- Die Kristallstrukturen von Substrat und aufzubringender Schicht müssen möglichst gut übereinstimmen, und zwar sowohl hinsichtlich der Gittersymmetrie als auch in ihren Gitterkonstanten. Der sogenannte *Gitterfehlpas*s stellt ein Maß für die relative Abweichung der Gitterkonstanten dar:

$$f = \frac{a_{\text{Schicht}} - a_{\text{Substrat}}}{a_{\text{Substrat}}} .$$

Dabei sind a_{Schicht} und a_{Substrat} die Gitterkonstanten *in der Probenebene* von Schicht und Substrat bzw. die in der jeweiligen Wachstumskonfiguration (z.B. bei gegeneinander verdrehten Gittern) relevanten Atomabstände. Um einkristalline Schichten zu erhalten, darf es dabei nur eine mögliche Schichtorientierung geben, da es sonst zur Bildung polykristalliner oder texturierter Schichten kommt. In der Praxis ist selbst bei guter Übereinstimmung der Gitterkonstanten ein gewisser Fehlpas unvermeidlich. Selbst wenn dadurch ein epitaktisches Wachstum nicht verhindert wird, kommt es zu Verspannungen in der wachsenden Schicht, die bei zu großen Abweichungen der Gitterkonstanten durch den Einbau von Fehlstellen abgebaut werden, wodurch sich die Schichtqualität verringert.

- Damit das Substrat seine Struktur an die wachsende Schicht weitergeben kann, muss eine ausreichende Wechselwirkung zwischen beiden vorhanden sein, da ansonsten die Tendenz besteht, dass die Schicht zur Minimierung ihrer Oberflächenenergie mit dichtest gepackter Struktur aufwächst [Bro00, Seite 6]. Anhand des Verhältnisses der Grenzflächen- und Oberflächenenergie von Schicht- und Substratmaterial lässt sich daher abschätzen, ob das anfängliche Schichtwachstum zweidimensional (*Frank- van der Merwe-Wachstum* oder *Stranski-Krastanow-Wachstum*) oder dreidimensional (*Vollmer-Weber-Wachstum*) sein wird [Bau58] [Reg96].
- Das Substrat muss natürlich weitgehend frei von Adsorbaten sein und darf mit dem Schichtmaterial nicht in ungewünschter Weise reagieren (z.B. Durchmischung).

Die Kinetik **homoepitaktischer Wachstumsprozesse** wird von Transport-, Adsorptions- und Desorptionsmechanismen von Atomen auf der Schichtoberfläche bestimmt (siehe Abbildung 3.2) [BCF51] [Lag93], deren Wechselspiel zu unterschiedlichen Wachstumsmodi führt:

Stufenpropagation: Im Falle hoher Oberflächenmobilität (z.B. bei hohen Substrattemperaturen) und niedriger Keimbildungswahrscheinlichkeit (d.h. bei geringer Wachstumsrate) kann die mittlere freie Weglänge von auf die Oberfläche auftreffenden Atomen in die Größenordnung der Terrassenbreite kommen, was dazu führt, dass diese, anstatt neue Keime zu bilden, größtenteils bis zur nächsten Stufenkante diffundieren und dort adsorbiert werden, wodurch die Stufenkanten durch die fortwährende Materialanlagerung „wandern“; die mittlere Stufendichte bleibt dabei erhalten.

Lagenweises Wachstum ist durch Bildung, Wachstum und Koaleszenz von zweidimensionalen Inseln gekennzeichnet. Zwar findet auch auf diesen Inseln in geringem Maße die Bildung neuer Keime statt, ein Großteil der auf eine Insel auftreffenden Atome jedoch gelangt aufgrund großer Diffusionslängen zu den Kanten der Inseln und kann aufgrund schwacher *Schwoebel-Barrieren* [SS66] [FE84], die beim Abwärtstransport über Stufenkanten überwunden werden müssen, auf die nächsttiefe Atomebene gelangen, so dass die Inseln im Wesentlichen ihren zweidimensionalen Charakter bewahren und nur wenige Atomlagen gleichzeitig wachsen (im idealen Grenzfall lediglich eine). Die Gleichgewichts-Stufendichte ist relativ gering. Auf stark gestuften Substraten geht das lagenweise Wachstum in den Strufenpropagations-Wachstumsmodus über.

Multilagen-Wachstum ist dann gegeben, wenn die Wahrscheinlichkeit zur Überquerung der Stufenbarrieren gegenüber dem lagenweisen Wachstum reduziert ist, weshalb eine größere Anzahl von Atomlagen simultan wachsen.

Dreidimensionales Wachstum stellt den Extremfall des Multilagen-Wachstums dar, da die *Schwoebel-Barrieren* hier kaum mehr überwunden werden, so dass sich dreidimensionale Strukturen bilden; die Stufendichte nimmt zu.

Die Qualität der wachsenden Schicht kann dabei nur gewährleistet werden, wenn die Kontamination durch adsorbierte Restgasmoleküle im Vergleich zur Wachstumsrate klein ist, d.h. unter Ultrahochvakuumbedingungen. Die minimale Zeit zur Adsorption einer Monolage Restgas, die *Wiederbedeckungszeit*, kann beim Druck p durch folgende Faustregel grob abgeschätzt werden¹:

$$t_{\text{mono}} \approx \frac{8 \cdot 10^{-6} \text{ hPa}}{p} [\text{s}] .$$

¹N₂, 300 K, Gitterkonst. 2 Å, Haftkoeffizient = 1

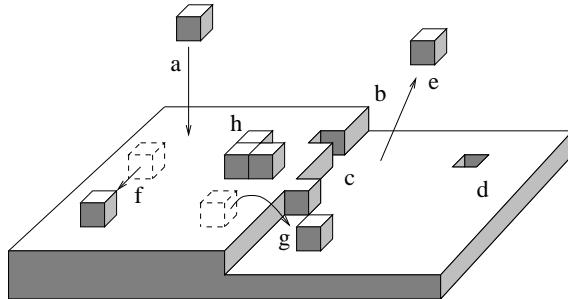


Abbildung 3.2: Kinetische Mechanismen des epitaktischen Wachstums. Ankommende Atome (a) landen auf der Oberfläche, auf der es Stufenkanten (b) mit Knicken (c) und unbesetzte Plätze (d) gibt. Atome können desorbieren (e), auf der Terrasse diffundieren (f), Stufenkanten überqueren (g), sich zu Keimen zusammenlagern (h), an Stufenkanten eingefangen werden oder entlang dieser diffundieren. (Nach [Lag93].)

Bei einem typischen Druck von $p < 10^{-9}$ hPa ergibt sich daraus eine Wiederbedeckungszeit von über 2 Stunden. Obwohl die Wachstumsraten bei der Molekularstrahlepitaxie gewöhnlich niedrig sind, ist hier offenbar keine nennenswerte Kontamination zu befürchten. Allerdings kann der Fall eintreten, dass adsorbiertes Material aufschwimmt (*segregiert*) und sich so an der Oberfläche sammelt. Oberflächenkontaminationen müssen sich jedoch nicht negativ auf den Wachstumsprozess auswirken: für viele Systeme sind Adsorbate bekannt, die den Wachstumsprozess positiv beeinflussen und dabei durch Segregation größtenteils auf der Oberfläche der wachsenden Schicht bleiben. Sie werden gemeinhin als *Surfactants* (*surface active agents*) bezeichnet [Hen96].

Das MBE-System

Das zur Probenpräparation verwendete MBE-System ist in Abbildung 3.3 schematisch dargestellt. Es zeichnet sich durch folgende Merkmale aus:

Grundsätzlicher Aufbau: Das System besteht aus zwei autonomen Teilen, die durch ein Plattenventil getrennt sind: Die eigentliche MBE-Anlage wurde von Matthias Brockmann im Rahmen seiner Dissertation entworfen und aufgebaut [Bro00]. Ihr Kernstück stellt ein kugelförmiger Edelstahlrezipient dar, an dem mehrere Flansche unterschiedlicher Größe angebracht sind, deren Symmetrieachsen sich im Kugelmittelpunkt – dem Probenort – schneiden. Auf diese Weise kann eine Vielzahl unterschiedlicher Geräte und Analysemethoden in einer UHV-Kammer vereint werden. An die Hauptkammer ist ein von Frank Bensch [Ben01] konstruiertes UHV-System mit integriertem *in-situ*-Rastertunnelmikroskop (STM) zur lokalen Oberflächenanalyse angekoppelt.

Vakuum-System: Beide Anlagenteile besitzen je eine Kombination aus Ionengetterpumpe (IGP) und Titan-Sublimationspumpe (TSP) zur Aufrechterhaltung des

Ultrahochvakuums unter Vermeidung von Vibrationen, wie sie z.B. durch Turbo-molekularpumpen erzeugt werden (wichtig für den STM-Betrieb). In der MBE-Kammer befinden sich zusätzlich zwei Flüssigstickstoff-Kühlfallen, die die Verdampferzellen und die Titan-Sublimationspumpe umschließen, damit während der Schichtpräparation ein temperaturbedingter Druckanstieg (hauptsächlich aufgrund von Wasser-Desorption) durch Kühlung und zusätzliche Pumpleistung in der Umgebung dieser Wärmestrahler vermieden werden kann. In der MBE-Kammer wird ein Restgasdruck von 1×10^{-10} hPa erreicht. Während des Aufdampfens kann ein Druck unterhalb von 5×10^{-10} hPa aufrechterhalten werden. Des Weiteren ist ein Schleusensystem mit Turbomolekularpumpe (TMP) und Membran-Vorpumpe zum kontaminationsfreien Probentransfer zwischen Atmosphäre und UHV vorhanden. Zur kontrollierten Belüftung des Systems ist ein Nadelventil vorgesehen. Da der maximale Betriebsdruck der IGP/TSP-Pumpsysteme beider Hauptkammern im Hochvakuumbereich liegt, dient das Pumpensystem der Schleuse ebenfalls dazu, nach einer Belüftung die gesamte Anlage zu evakuieren.

Vakuum-Analyse: Zur Kontrolle von Restgasdruck und -Zusammensetzung stehen eine Kombination aus Pirani-Manometer und Bayard-Alpert-Ionisationsröhre (Druckmessung in den Bereichen $10^2 - 10^{-3}$ hPa und $10^{-5} - 10^{-11}$ hPa) sowie ein Quadrupolmassenspektrometer mit Sekundärelektronenvervielfacher (Partikeldruckempfindlichkeit 10^{-12} hPa) zur Verfügung.

Proben-Manipulation: Die MBE-Kammer besitzt einen Probenmanipulator mit drei Translations- und zwei Rotationsfreiheitsgraden sowie einer Probenheizung (bis ca. 650°C) und einer Flüssigstickstoff-Kühlvorrichtung. Die Probentemperatur wird indirekt über ein Thermoelement sowie durch ein Pyrometer außerhalb der UHV-Kammer gemessen. Des Weiteren sind zwei Magnettransferstangen vorhanden, eine zum Transport zwischen Schleuse und Probenmanipulator und eine weitere zum Transport zwischen Probenmanipulator und STM-Kammer. Dort befindet sich ein Wobblestick, mit dem die Proben zwischen Transferstange, STM und Probenmagazin transportiert werden können.

Schichtherstellung: Die Verdampfereinheit der MBE-Anlage besteht aus vier Effusionszellen mit BeO-Tiegeln, die auf einem wassergekühlten Kupferblock montiert sind. Die direkte Ofenumgebung ist zudem Wasser- und Flüssigstickstoff-gekühlt. Zur Effizienzsteigerung der Verdampfer und zur Abschirmung von Wärmestrahlung ist jede Verdampferzelle mit einer doppelten Tantal-Ummantelung versehen. Durch diese Maßnahmen wird der Druckanstieg durch Wasserdesorption während der Schichtpräparation gering gehalten. Jeder der Öfen verfügt zudem über eine computergesteuerte Verschlussblende. Vier wassergekühlte Schwingquarzmonitore ermöglichen eine *in-situ* Kontrolle der Schichtdicke. Die Schwingquarzmonitore werden mittels RHEED-Oszillationen (siehe Abschnitt 3.2.1) und Rönt-

genfluoreszenzanalyse (RFA) [Höp96] geeicht. Die so erreichte Genauigkeit der Schichtdickenbestimmung liegt bei ca. 5%. Zur exakten Herstellung von Viel-lagenschichten wurde im Rahmen dieser Arbeit eine Software entwickelt, die die Schwingquarzsignale auswertet und darin auftretende Fehler wie Frequenzsprünge oder kurzzeitige Aussetzer zuverlässig erkennt und korrigiert. In Verbin-dung mit der Steuerung der Verschlussblenden liegen die Fehler durch Blenden-verschlusszeiten etc. unter 1s. Zur Herstellung von Keil- und Felderschichten ist an der Hauptkammer eine Lineardurchführung angebracht, mit der eine Kanten-blende zur teilweisen Abschattung des Dampfstrahls knapp unterhalb der Probe exakt positioniert werden kann. Zusätzlich befindet sich in der STM-Kammer ein Elektronenstrahlverdampfer, mit dem es möglich ist, während der Schicht-deposition STM-Untersuchungen anzustellen.

Substratreinigung: Zum Reinigen von Substrat- und Schichtoberflächen durch Be-schuss mit Ar^+ -Ionen (0–3keV) ist eine differentiell gepumpte Ionenkanone am Hauptrezipienten montiert.

Probenanalyse: Zur chemischen und strukturellen Analyse der Proben besitzt die MBE-Kammer ein 15keV-RHEED-System (*Reflection High Energy Electron Diffraction*, siehe Abschnitt 3.2.1) der Firma *Staib* sowie eine *Reverse-View* 4-Gitter-LEED-Optik (*Low Energy Electron Diffraction*) der Firma *VSI*, die auch für Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES) genutzt werden kann. In der STM-Kammer befindet sich ein *in-situ* Rastertunnelmikroskop der Firma *Omicron* (siehe Abschnitt 3.2.2).

Epitaktisches Wachstum von Fe und Au auf GaAs(001)

Wie aus Abbildung 3.4 ersichtlich besitzen die Kristallgitter von α -Eisen, Gold und Galliumarsenid in der (001)-Ebene fast identische Atomabstände, sofern man das Au-Gitter gegenüber den anderen um 45°verdreht: der Gitterfehlpass für Fe(001) auf GaAs(001) beträgt ca. 1,4%, der von Fe(001) auf Au(001) nur etwa 0,7%. GaAs(001)-Wafer, die in guter Qualität leicht erhältlich sind, scheinen sich daher als Substrat für das epitaktische Wachstum von Fe(001)- und Au(001)-Schichten anzubieten. Epitaktisches Wachstum gelingt jedoch nur im Fall von Fe(001), da Au(001) mit dem GaAs stark durchmischt [Köh97]. Voraussetzung dafür ist die Entfernung der dünnen Oxidschicht, die sich auf GaAs beim Kontakt mit Luft bildet. Dies kann sehr effek-tiv durch *in-situ*-Beschuss des Substrats mit niederenergetischen (ca. 0,5keV) Ar^+ -Ionen bei Temperaturen von 550 – 600°C geschehen [Köh97, Seite 44ff.]. Zusätzlich wird das Substrat zur Ausheilung der beim Ionenbeschuss erzeugten Defekte noch eine Zeit auf hoher Temperatur gehalten (getempert). Dabei findet eine Verarmung der Oberfläche an Arsen statt, die sich in der Ausbildung verschiedener Oberflächen-rekonstruktionen niederschlägt [Bro00, Seiten 145ff. und 150ff.]: Bei kürzeren Tem-perzeiten (oder niedrigeren Temperaturen) bildet sich die relativ arsenreiche (2 × 6)-

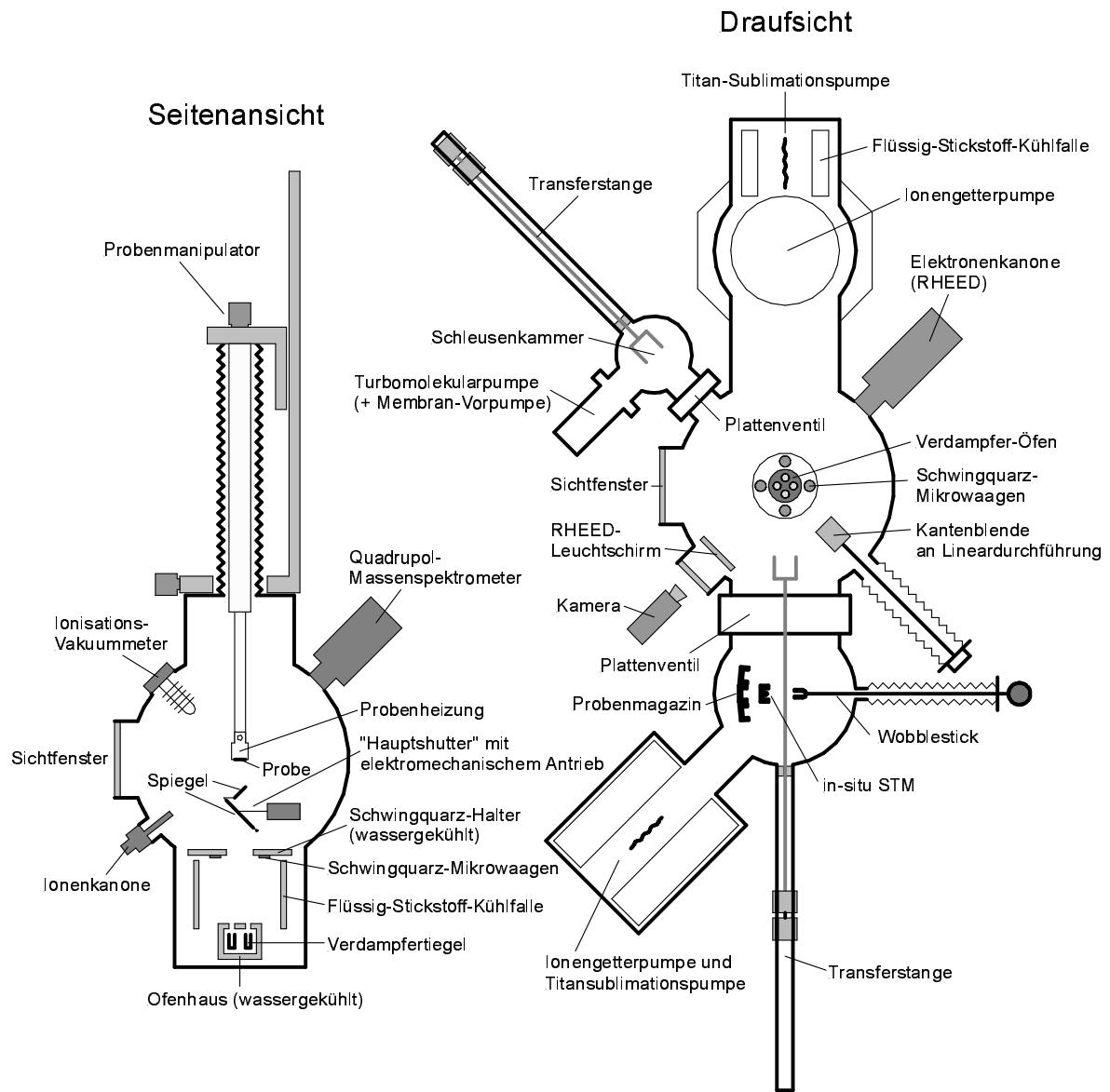


Abbildung 3.3: Das verwendete MBE-System. Skizze aus [Ben01].

Rekonstruktion. Wird die Temperzeit verlängert, so entsteht die an Arsen ärmere (4×2)-Rekonstruktion. In einem Zwischenbereich koexistieren beide Strukturen, was sich in Strukturuntersuchungen mit Elektronenbeugung (RHEED, LEED) als scheinbare (4×6)-Rekonstruktion äußert.

Bei der Deposition von Eisen auf GaAs(001) wurden folgende Beobachtungen gemacht [Bro00] [Köh97]: Zu Beginn des Schichtwachstums bilden sich Eisen-Inseln, die erst bei einer nominellen Bedeckung von ca. 2–4 Monolagen (ML) koaleszieren (siehe

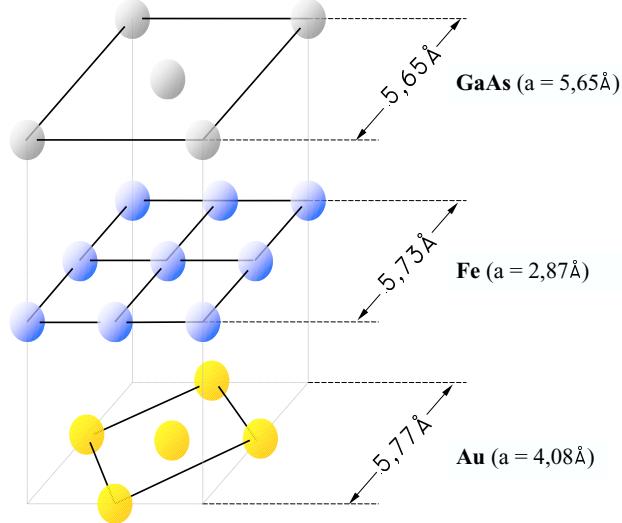


Abbildung 3.4: Gute Übereinstimmung der Gitterabstände von α -Fe (bcc), Au (fcc) und GaAs (Zinkblendestruktur) in der (001)-Ebene.

auch [Ben01]). Dabei wird offensichtlich Arsen und zu einem geringeren Anteil auch Gallium aus dem Substrat freigesetzt [CXC⁺86]. Im Folgenden stellt sich je nach Temperatur und Depositionsraten entweder lagenweises Wachstum [SM92] oder Wachstum durch Stufenpropagation ein [Bro00], wobei es zu Segregation von freigesetztem Arsen kommt [SM91b]. Dieses wirkt offenbar als Surfactant, da für die Homoepitaxie von Eisen eigentlich kein lagenweises Wachstum zu erwarten ist [SPD93]. Das aufschwimmende Arsen wird dabei nur sehr langsam in die wachsende Schicht eingebaut [SM91a]. Die Untersuchungen von M. Zölf ergaben in diesem Zusammenhang, dass die Interdiffusion zwischen Schicht- und Substratmaterial bei Zimmertemperatur nur sehr gering ist, mit höheren Wachstumstemperaturen jedoch schnell zunimmt [Zöl97].

Aufgrund des hervorragenden lagenweisen epitaktischen Wachstums von Au(001) auf Fe(001) [Reg96] kann einkristallines Wachstum von Au(001) auf GaAs(001) durch eine Vorbekeimung des Substrats mit mindestens 5ML Eisen ermöglicht werden. Das während der Herstellung der Keimschicht segregierte Arsen findet sich allerdings auch auf der Oberfläche der darauf wachsenden Au(001)-Schicht wieder, was sich in der Ausbildung einer p(2×2)-Rekonstruktion äußert [SM91a]. Durch kurzezeitigen Beschuss mit Argon-Ionen kann die Goldoberfläche gereinigt werden, was sich in der für die reine Au(001)-Oberfläche typischen (5×20)-Rekonstruktion äußert [Bie95]. Genauere Untersuchungen dieser Rekonstruktion ergaben eine c(26×68)- [VH⁺81] bzw. ($\begin{smallmatrix} 14 & 1 \\ -1 & 5 \end{smallmatrix}$)-Einheitszelle [MM78]. Ihre Entstehung kann folgendermaßen verstanden werden: Die oberste Atomlage einer Au(001)-Schicht besitzt die Tendenz, sich aufgrund fehlender Bindungen in der dichtestgepackten Struktur anzusiedeln. Die Überstruktur entsteht durch leichte Verdrehung und Stauchung dieses hexagonalen Gitters, wodurch die

Oberflächenstruktur zum darunterliegenden Gitter kommensurabel wird. Koinzidenzen mit dem Netz der zweiten Lage führen dabei zu einer periodischen Korrugation der Oberfläche. Im Vergleich zu Atomlagen des normalen Au-fcc-Gitters besitzt die dichtgepackte oberste Lage einen Materialüberschuss von ca. 25% [Bie95]. Die Qualität der Au(001)-Oberfläche kann durch Tempern bei 150 – 300°C noch verbessert werden, wodurch allerdings nach einer gewissen – von der Temperatur abhängigen – Zeitspanne Ga und in schwächerem Maße auch As durch Diffusion an die Oberfläche gelangen [Köh97]. Im Extremfall bilden sich Tröpfchen flüssigen Galliums, was einer Zerstörung der Probe gleichkommt. Wird das Tempern jedoch unter RHEED-Beobachtung durchgeführt und bei den ersten Anzeichen einer Ga-Ansammlung (z.B. verstärktes Auftreten diffuser Streuung) unterbrochen, so kann das diffundierte Material durch Ar⁺-Ionenbeschuss vorsichtig entfernt werden, was zu hervorragenden, über mehrere 100nm atomar glatten und sauberen Au(001)-Oberflächen führt.

Eisen wächst lagenweise auf Au(001) – eine ausreichend glatte Oberfläche vorausgesetzt [SM92] [Köh97]. Dies wird ermöglicht durch die Segregation von Gold, das als *Surfactant* wirkt [Reg96]. Die Segregation ist allerdings nicht vollständig, d.h. das aufschwimmende Gold wird sukzessive in die wachsende Eisenschicht eingebaut [PLH⁺96]. Zu Beginn des Wachstums finden Platzwechselprozesse von Gold und Eisen statt, wobei das Eisen zunächst teilweise begraben wird. Dies führt zur Zerstörung der (5 × 20)-Rekonstruktion bereits nach der Deposition von 0,2 – 0,3ML Eisen [Bie95]. Untersuchungen mit RHEED-Oszillationen deuten darauf hin, dass die Menge des Anfangs aufschwimmenden Goldes in etwa dem Materialüberschuss der obersten Goldlage von ca. 0,25ML entspricht [Köh97].

3.1.2 Strukturierung

Bei der Wahl der Methoden zur Herstellung von Nanostrukturen kam es darauf an, die Kompatibilität mit den anderen Schritten der Probenpräparation, vor allem MBE und Membranherstellung, zu wahren.

Überblick und grundlegende Techniken

Prinzipiell folgen die gängigsten heute verwendeten Techniken zur direkten Strukturierung dem folgenden einfachen Prinzip:

1. **Aufbringen einer dünnen Fotolackschicht:** Dies geschieht unter Verwendung einer Lackschleuder, mit der die Probe in schnelle Rotation versetzt wird. Der auf die Probe aufgebrachte flüssige Lack (*Resist*) wird durch Zentrifugalkräfte nach außen gezogen, bis ein Gleichgewicht von Adhäsions- und Oberflächenkräften erreicht wird. Das Resultat ist eine gleichmäßige und wenige 10–100nm dicke Lackschicht.
2. „**Belichtung**“: Die gewünschte Struktur wird durch Bestrahlung (typischerweise mit UV-Licht oder Elektronen) auf den Fotolack übertragen, der sich dadurch

chemisch verändert.

3. **Entwicklung:** Wird die belichtete Lackschicht in eine geeignete Entwicklerlösung gebracht, so lösen sich belichtete (Positiv-Lack) oder unbelichtete (Negativ-Lack) Lackbereiche darin auf. Die Struktur ist nun in Form einer Lackmaske auf der Probe vorhanden.
4. **Übertragen der Struktur:** Grundsätzlich sind zwei verschiedene Methoden zur Übertragung der Maskenstruktur auf eine dünne Schicht zu unterscheiden: die **Ätzmethode** bedient sich eines Ätzprozesses, bei dem bestimmte Probenbereiche durch eine Maske geschützt werden; das **Lift-off-Verfahren** beruht darauf, dass die Schicht auf den strukturierten Resist aufgebracht und dieser anschließend samt „unerwünschter“ Schichtbereiche in einem Lösungsmittel abgelöst wird.

Zur Vermeidung von Verunreinigungen der Probenoberfläche durch Staub aus der Umgebung ist es notwendig, die genannten Prozeduren unter Reinraumbedingungen durchzuführen.

Belichtungsverfahren: Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei Verfahren zur Resist-Belichtung verwendet: Optische- und Elektronenstrahlolithografie. Zur Vermeidung von Staubkontamination wurden die Proben während der Strukturierung nur unter Reinraumbedingungen gehandhabt.

Optische Lithografie: Bei der optischen Lithografie wird lichtempfindlicher Fotolack mittels UV-Licht belichtet, wobei die Struktur von einer Maske vorgegeben wird, die dazu dient, nicht zu belichtende Probenbereiche abzuschatten. Bei der hier angewandten sogenannten *Kontaktbelichtung* wird die Maske zur Vermeidung von Unterstrahlungen in direkten Kontakt mit der Fotolackschicht gebracht. Um ungewollte Belichtungen zu verhindern, wurden die Proben während der Strukturierung nur unter Gelblicht gehandhabt. Bei der Belichtung kam der Maskaligner Modell MJB3 der Firma *Karl Suss* zur Anwendung, der eine genaue Justierung von Probe und Maske unter einem optischen Mikroskop und schonendes Anpressen der Probe an die Maske mittels Luftkissen ermöglicht. Als Masken werden normalerweise auf Glasträger aufgebrachte Schattenmasken aus Chrom verwendet, die mit Hilfe von Elektronenstrahlolithografie hergestellt werden. Da dies zeitaufwändig und teuer ist, wurden Masken für gröbere Strukturen und Testbelichtungen mit Hilfe von DIN-A4-Filmfolien improvisiert: Das Maskenlayout wurde am Computer konstruiert und vom Belichtungsservice der Regensburger Firma *Contour* auf die Folien übertragen. Die angegebene Auflösung des verwendeten *Linotronic-330*-Belichters beträgt ca. 3300dpi, wobei die tatsächlich erreichbaren Strukturbreiten im Bereich von 20–30µm liegen. Die Folien wurden auf passend zurechtgeschnittene Fensterglasträger geklebt und konnten mit entsprechenden Korrekturen von Belichtungs- und Entwicklungsdauer erfolgreich eingesetzt werden.

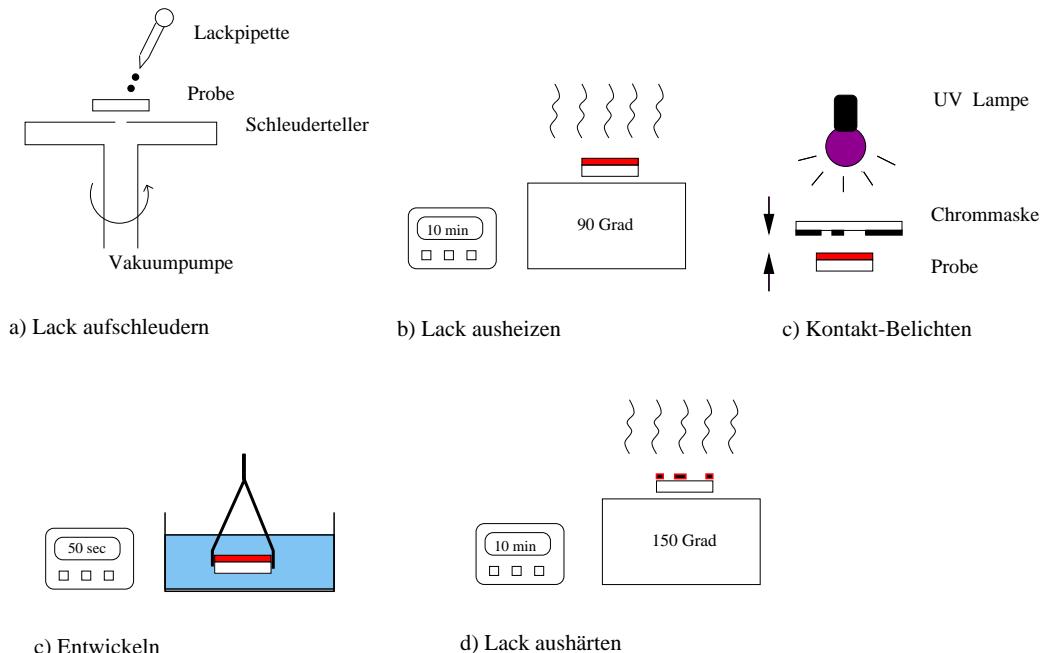


Abbildung 3.5: Arbeitsschritte bei der Fotolithografie. Skizze aus [Sat98].

Die Auflösung der optischen Lithografie liegt aufgrund von Beugungseffekten im Bereich der verwendeten Lichtwellenlänge. Mit dem hier verwendeten Verfahren konnten (mit Chrommasken) Strukturbreiten von $1\mu\text{m}$ noch aufgelöst werden. Die Prozessabfolge bei der optischen Lithografie ist in Abbildung 3.5 nochmals anschaulich dargestellt. Der entscheidende Vorteil der Fotolithografie besteht darin, dass große Flächen in einem Arbeitsschritt gleichzeitig belichtet werden können. Im Bereich magnetischer Nanostrukturen ermöglichen auf diese Weise flächenhaft strukturierte Proben die Anwendung makroskopischer Messverfahren zur Erfassung des kollektiven Verhaltens von Nanomagneten. Im Rahmen der gegebenen Problemstellung wird die Membranherstellung dadurch vereinfacht, dass aufgrund großer strukturierter Bereiche keine Probleme bei der Positionierung des Membranortes auf der Probe entstehen (siehe unten). Dieser Vorteil wird allerdings mit einer begrenzten Auflösung und, aufgrund der benötigten Masken, geringer Flexibilität erkauft.

Elektronenstrahllithografie: Bei der Elektronenstrahllithografie (ESL) werden die Strukturen mit Hilfe eines Elektronenstrahls in den Resist „geschrieben“. Aufgrund der bei typischerweise 5–50kV Beschleunigungsspannung sehr kleinen Elektronenwellenlänge in der Größenordnung von $0,1\text{\AA}$ spielen Beugungseffekte hierbei keine Rolle. Die Auflösung wird vielmehr durch Elektronenstreuung in Probe und Lack verursacht, dem sogenannten „*Proximity-Effekt*“ [Ben91]. Dennoch stellt die ESL die Methode mit der höchsten heute verfügbaren Auflösung (um 10nm) dar. Um solche

Auflösungen zu erreichen, muss allerdings der Proximity-Effekt minimiert werden, was im einfachsten Fall durch Verwendung möglichst dünner Lackschichten geschehen kann. Als Resist kommt häufig Polymethylmethacrylat² (PMMA) zum Einsatz, dessen Belichtungsmechanismus darauf beruht, dass lange PMMA-Polymerketten vom Elektronenstrahl gespalten und damit im Entwicklerbad löslich werden. Durch die Variation der Kettenlänge kann die Empfindlichkeit dieses Positivresists eingestellt werden: Ist die Kettenlänge (angegeben als Molekulargewicht einer Polymerkette in kg) klein, so ist die Empfindlichkeit naturgemäß höher, da es insgesamt weniger Spaltungsprozesse zur Belichtung bedarf [Sat98].

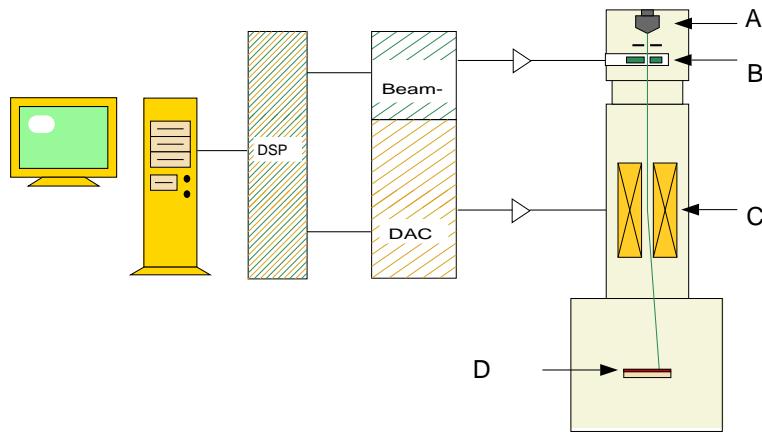


Abbildung 3.6: Aufbau der verwendeten Anlage für Elektronenstrahllithografie. (A) Kathode, (B) Beam-Blanker (Ein-/Ausschalten des Strahls), (C) Ablenkspulen und (D) belackte Probe. Aus [Sch98].

Den Vorteilen hoher Auflösung und großer Flexibilität durch computerprogrammierbare Strukturen stehen allerdings sehr lange Schreibzeiten und damit verbunden gesteigerte Erschütterungsempfindlichkeit entgegen: am verwendeten Gerät, einem handelsüblichen Rasterelektronenmikroskop (REM) *Topcon S10* mit *Sietec Nanobeam*-Steuerung, skizziert in Abbildung 3.6, lagen typische Schreibzeiten bei mehreren Stunden pro mm^2 . Die ESL kommt daher hauptsächlich zur Maskenproduktion für die Fotolithografie sowie in Bereichen, in denen höchste Auflösung gefordert ist, zum Einsatz. Da die beschreibbare Fläche durch den Faktor Zeit stark limitiert ist, wurden hier Flächen von lediglich 0,5mm Kantenlänge strukturiert, was bei der Membranherstellung das Problem aufwirft, den Ort der Membran genau unterhalb der strukturierten Fläche zu positionieren.

Strukturierungsverfahren: In dieser Arbeit wurden zwei Verfahren zur Übertragung der Struktur auf die Schicht verwendet: das sogenannte *Lift-off* Verfahren und

²besser bekannt als Plexiglas

das Ionenstrahlätzten. Diese Methoden sollen in den folgenden Abschnitten kurz beschrieben werden.

Strukturierung durch das *Lift-off* Verfahren

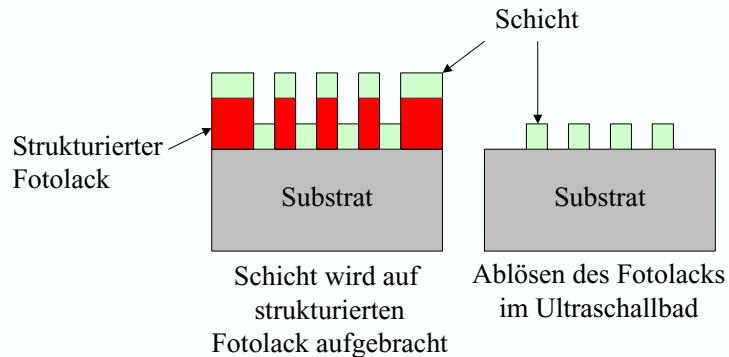


Abbildung 3.7: Strukturierung durch *Lift-off*: Zuerst wird eine lösliche Maske (z.B. Fotolack) aufgebracht und strukturiert, dann die Schicht. Wird die Maske in einem geeigneten Lösungsmittel aufgelöst, so schwimmen auf die Maske aufgebrachte Schichtbereiche ab.

Beim sogenannten **Lift-off-Verfahren** wird die Schicht auf eine strukturierte Maske (im einfachsten Fall der Resist selbst) aufgebracht, so dass sich Teile der Schicht auf der Maske, andere direkt auf freien Bereichen der Probenoberfläche befinden (Abbildung 3.7). Löst man nun die Maske in einem geeigneten Lösungsmittel auf, so bleiben nur Schichtbereiche haften, die sich direkt auf der Probe befinden. Der Rest kann z.B. durch Ultraschalleinwirkung entfernt werden. Dabei ist zu beachten, dass die Schicht auf keinen Fall dicker als die Maske sein darf, da diese ansonsten völlig zugedeckt wird und das Lösungsmittel nicht mehr angreifen kann. Von Vorteil ist diesbezüglich auch ein Maskenprofil, das sich zur Probe hin aufweitet, da dadurch der freie Zugang des Lösungsmittels gewährleistet bleibt, wie aus Abbildung 3.8 unmittelbar ersichtlich wird. Im Falle von Resistmasken erzeugt man derartige Profile, indem man die Resistoberfläche härtet oder zwei Resistsschichten aufbringt, wobei die oberflächliche Schicht bei Belichtung und Entwicklung unempfindlicher reagiert als die untere.

Im Zusammenspiel mit den weiteren zur Probenherstellung eingesetzten Methoden ergeben sich zwei Probleme: Da erstens die Schicht per MBE unter UHV-Bedingungen hergestellt wird, muss die Maske gesteigerten UHV-Anforderungen genügen: Sie muss einen niedrigen Dampfdruck besitzen, selbst unter erhöhten Temperaturen, da die Probenoberfläche als Substrat für epitaktisches Schichtwachstum zuerst von Adsorbaten gereinigt werden muss. Organischer Fotolack erfüllt diese Anforderungen in keinem Fall. Fluorid-Salze stellen hier ein geeignetes Maskenmaterial dar [SVdGBL90]. Zweitens gelingt der *Lift-off*-Prozess häufig ohne Unterstützung durch ein Ultraschallbad

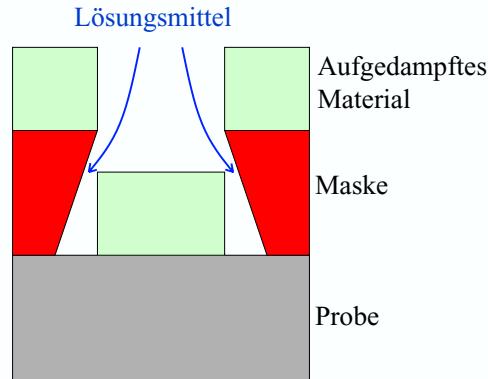


Abbildung 3.8: Ein optimales Maskenprofil gewährleistet, dass das Lösungsmittel überall angreifen kann.

oder siedendes Lösungsmittel nur unvollständig. Dabei ist zu beachten, dass eine nur etwa 100nm dicke Membran so eine Behandlung nur schwerlich unbeschadet übersteht. Eine Strukturierung mittels *Lift-off* muss daher *vor* der Membranherstellung stattfinden.

Strukturierung durch Ionenstrahlätzen

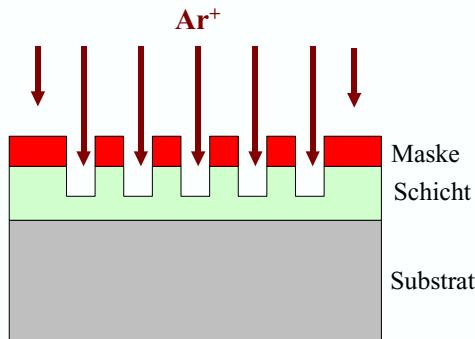


Abbildung 3.9: Strukturierung durch Beschuss mit Ar⁺-Ionen: Eine strukturierte Maske schützt Teile der Schicht, der Rest wird entfernt.

Beim Ionenstrahlätzen handelt es sich um eine Trockenätzmethode, bei der eine Maske Teile der zu strukturierenden Schicht vor der Einwirkung beschleunigter Argon-Ionen schützt; freiliegende Schichtbereiche werden durch einen Sputter-Prozess kinetisch entfernt (Abbildung 3.9). Durch die Einfallsrichtung des Ionenstrahls ist die Ätzrichtung fest vorgegeben, wodurch ein Unterätzen der Maske verhindert wird. Da eine Resist-Maske durch die Ionenstrahleinwirkung relativ rasch angegriffen wird, ist es

gängige Praxis, die erreichbare Ätztiefe durch eine Maske aus widerstandsfähigem Material (z.B. Al_2O_3 , Ti oder Si_3N_4) zu vergrößern. Diese Masken werden normalerweise mit Hilfe eines *Lift-off*-Verfahrens hergestellt.

Im Kontext der vorgesehenen Prozedur zur Probenherstellung ergibt sich die Notwendigkeit, die Ätztiefe genau kontrollieren zu können, da ansonsten die unter der zu strukturierenden Viellagenschicht liegende empfindliche Goldschicht, die später als Membran fungieren soll, beschädigt werden kann. Dabei kommt erschwerend hinzu, dass diese Goldschicht durch Beschuss mit Ar^+ -Ionen schneller abgetragen wird als die Viellagenschicht. Daher wurde das Ionenätzen in einem *Scanning-Auger-Mikroskop*³ unter ständiger Beobachtung der an der Oberfläche vorhandenen Elemente durchgeführt. Da die Auger-Spektroskopie oberflächensensitiv ist, zeigt sich das Freiliegen der Viellagenschicht in der Präsenz der für Eisen typischen Auger-Peaks im Spektrum. Sobald diese verschwinden, ist die Viellagenschicht vollständig entfernt und der Ätzprozess muss sofort abgebrochen werden, da ansonsten die Au-Membranschicht angegriffen wird.

3.1.3 Ätzverfahren zur Membranherstellung

Ätzprozesse unterscheiden sich im Wesentlichen in den Charakteristika Ätzrate (Ätztiefe pro Zeiteinheit), Profil (Form der Ätzkrater) und Selektivität. Zusätzlich erzeugen manche Verfahren Kristalldefekte im geätzten Material. Da bei der Membranherstellung ein Loch durch mehrere $100\mu\text{m}$ GaAs erzeugt werden soll, muss die Ätzrate der gewählten Methode ausreichend hoch sein, am besten im Bereich mehrerer $\mu\text{m}/\text{min}$. Aus der Forderung kleiner lateraler Abmessungen der Membran ($< 50\mu\text{m}$) ergeben sich bestimmte Anforderungen an das Ätzprofil: Der Boden eines Ätzkraters sollte möglichst flach sein und im Durchmesser mit der Ätztiefe abnehmen oder zumindest konstant bleiben. Es muss also ein hochanisotropes Ätzverfahren gefunden werden, das zudem die als Stoppschicht dienende Gold-Membranschicht nicht angreift (Selektivität).

Nasschemisches Ätzen von GaAs

Die Gruppe der nasschemischen Ätzprozesse bietet sich für die Membranherstellung an, da diese sich im Allgemeinen durch einen sehr hohen Grad an Selektivität auszeichnen – jedenfalls in Bezug auf eine Stoppschicht aus Gold. Sie erfordern zudem nur geringen experimentellen Aufwand und erzeugen so gut wie keine Kristalldefekte. Die erreichbaren Ätzraten sind relativ hoch, wobei häufig eine exponentielle Zunahme der Ätzrate mit der Temperatur zu beobachten ist. Hinsichtlich des resultierenden Profils lassen sich rein chemische Ätzverfahren grob in zwei Gruppen einteilen: in reaktions- und diffusionslimitierte Prozesse [Ash96]. Bei letzteren ist die Ätzrate durch den An- und Abtransport der Reaktions-Edukte und -Produkte begrenzt, was sich in

³PHI 680 Field Emission Scanning Auger Nanoprobe, www.phi.com

einem isotropen Ätzprofil äußert (Abbildung 3.10a). Diese Beschränkung kann durch Verdünnen der Lösung soweit vermieden werden, dass der Ätzprozess reaktionslimitiert wird, d.h. die Ätzrate entspricht der chemischen Reaktionsgeschwindigkeit, die im Falle von Einkristallen gewöhnlich stark von der Orientierung der zu ätzenden Oberfläche abhängt und somit zu charakteristischen Ätzprofilen führt (Abbildung 3.10b) [MW85]. Bei der Herstellung von Si_3N_4 -Membranen auf Si(001) wird diese Tatsache zur Erzeugung von Membranen mit kleinen lateralen Abmessungen genutzt [Sat98, Seite 25ff.]: Wird KOH als Ätzlösung verwendet, so beträgt das Verhältnis der Ätzraten von Oberflächen mit {100} - und {111} - Orientierung etwa 100:1. Es ergeben sich pyramidenstumpfartige Ätzprofile (ähnlich Abbildung 3.10b), wobei die schrägen Seitenflächen {111} - orientiert sind und einen Neigungswinkel von $54,7^\circ$ aufweisen. Der Durchmesser des flachen Bodens mit (100) - Orientierung nimmt mit der Ätztiefe definiert ab, so dass bei bekannter Substratdicke der Membrandurchmesser über die Größe der Fenster in einer Ätzmaske eingestellt werden kann, und zwar unabhängig von der unvermeidlichen Unterätzung der Maske.

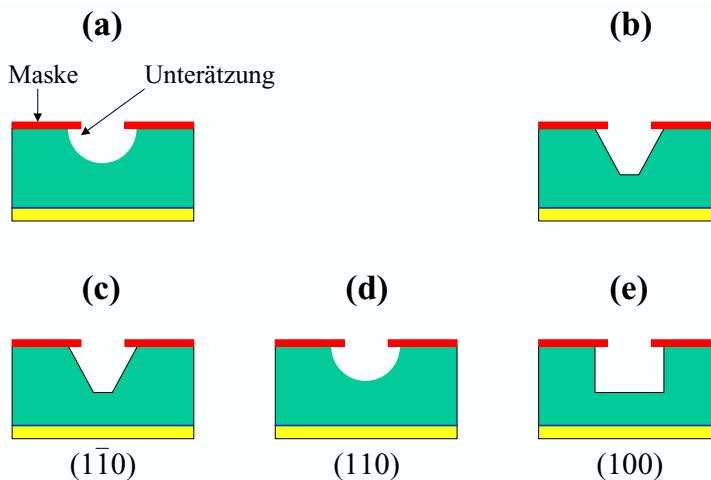


Abbildung 3.10: Ätzprofile bei nasschemischen Ätzprozessen. **a)** Das Profil eines isotropen Ätzprozesses tendiert zur Halbkugel. **b)** Ein anisotroper Ätzprozess erzeugt charakteristische Profile in Einkristallen. **c, d, e)** Verschiedene Querschnitte des Ätzprofils von 1 H_2SO_4 (96%) : 8 H_2O_2 (30%) : 1 H_2O in $\text{GaAs}(001)$. Die angegebenen Kristallebenen bezeichnen die jeweiligen Querschnittsflächen.

Im Falle von GaAs führt dieses bewährte Schema jedoch leider nicht zum Erfolg. Der Grund dafür liegt in der durch die Zinkblendestruktur gegenüber Si reduzierten Symmetrie des GaAs-Gitters, die dazu führt, dass zwei verschiedene Typen von {111} - Oberflächen unterschieden werden müssen: {111}A - Flächen weisen auf ihrer Oberfläche über drei kovalente Bindungen stark gebundene Ga-Atome auf, während im Fall von {111}B die As-Atome stark gebunden sind und die Oberfläche terminieren [MW85]. Es ist zu erwarten, dass ein reaktionslimitierter Ätzprozess unterschiedliche Ätzraten von {111}A - und {111}B - Oberflächen aufweist, da As-Atome leichter

mit einem Oxidationsmittel reagieren als Ga-Atome, was sich in asymmetrischen Ätzprofilen niederschlägt. Als Beispiel sei eine schnelle anisotrope Ätzlösung für GaAs angeführt. Wie üblich enthält diese ein Oxidationsmittel, in diesem Fall Wasserstoffperoxid, H_2O_2 (30%). Da Gallium- und Arsen-Oxide in Wasser nur schlecht löslich sind, wohl aber in Säuren oder Laugen, ist Schwefelsäure (96%) ein weiterer Bestandteil der Ätzlösung. Das Volumenverhältnis der Bestandteile ist 1 H_2SO_4 : 8 H_2O_2 : 1 H_2O , weshalb häufig auch kurz von einer „1:8:1“-Ätzlösung die Rede ist. Sie weist eine sehr hohe typische Ätzrate von $14\mu m/min$ bei Zimmertemperatur (ZT) auf; das Verhältnis der Ätzraten von {111}A und B beträgt allerdings 1:4 [Ash96]. Es ergeben sich daher Ätzprofile wie in Abbildung 3.10c–e dargestellt. Der Kraterboden wird im Durchmesser nur in der (110)-Ebene mit der Ätztiefe eingeengt, während senkrecht dazu im (110)-Schnitt ein gekrümmter Boden auftritt. Die resultierende Membrangröße hängt daher empfindlich von der Ätzdauer ab. In Vorversuchen mit dieser Methode konnten so nur bei sehr kleinen Substratdicken von ca. $100\mu m$ definierte Membranen im Größenbereich $100\text{--}250\mu m$ erzeugt werden. Membranen mit einem angestrebten Durchmesser von unter $50\mu m$ gelangen auf diese Weise nicht. Die hergestellten Membranen sowie die stark abgedünnten GaAs-Substrate erwiesen sich daher als mechanisch sehr empfindlich. Bei größeren Substratdicken machten zunehmende Ungleichmäßigkeiten im Kraterboden die Herstellung definierter Membranen praktisch unmöglich.

Laser-induziertes Ätzen von GaAs

Aufgrund der Unzulänglichkeiten rein nasschemischer Methoden wurde nach einem Ätzverfahren gesucht, das die Herstellung von Löchern mit großem Aspektverhältnis in GaAs ermöglicht. Dazu muss die Ätzrichtung senkrecht zur Schichtebene vorgegeben werden. Erste Lösungsansätze beinhalteten eine Erhöhung der Ätzrate durch lokale Erwärmung, was mit einem fokussierten Laserstrahl bewerkstelligt werden könnte. Numerische Simulationen ergaben jedoch, dass dazu eine relativ hohe Laserleistung im Bereich mehrerer Watt nötig wäre. Weitere Recherchen zeigten allerdings, dass der gewünschte Effekt schon bei viel geringeren Leistungen durch Ausnutzung eines photochemischen Ätzprozesses erzielt werden kann, dem *Laser-induzierten Ätzen* von GaAs [OSRED82]. Dabei genügt z.B. verdünnte Salpetersäure, die GaAs von sich aus faktisch nicht angreift, als Ätzlösung[TJ83]. Der Ätzprozess wird erst durch Illumination mit einem stark fokussierten Laserstrahl ausgelöst, wie Abbildung 3.11 zeigt. Dabei steigt die Ätzrate mit zunehmender Laserintensität, strebt aber bei hohen Intensitäten einem Sättigungswert entgegen. Kürzere Wellenlängen sind dabei deutlich effizienter als längere [PGO84]. Die hohe Anisotropie und Ätzrate des Prozesses kann zum Teil dem Wellenleitereffekt des sich ausbildenden Loches zugeschrieben werden [PGO86].

Nabben und van de Ven [vN90] erklären den Prozess für n-GaAs folgendermaßen (Abbildung 3.12):

1. Absorbierte Photonen erzeugen Elektron-Loch-Paare. Voraussetzung dafür ist natürlich, dass die Photonenenergie größer als die Bandlücke ist.

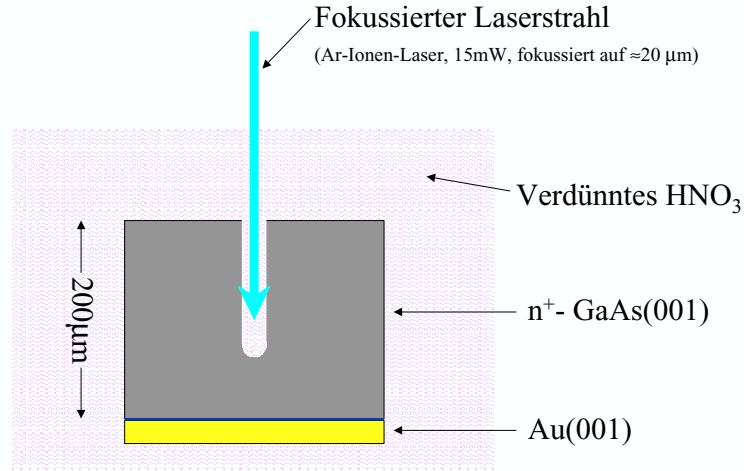


Abbildung 3.11: Membranherstellung durch Laser-induziertes Ätzen von GaAs: Die Probe befindet sich in verdünnter Salpetersäure, die GaAs von sich aus faktisch nicht angreift. Erst durch Illumination mit einem stark fokussierten Laserstrahl wird der photochemische Ätzprozess in Gang gesetzt, so dass ein Loch mit großem Aspektverhältnis entsteht. Die Au-Membranschicht wird nicht angegriffen.

2. Da Löcher in n -GaAs nicht sehr mobil sind, bleiben sie in der beleuchteten Zone lokalisiert und oxidieren dort das GaAs (6 Löcher pro Ga-As-Bindung). Sofern die beleuchtete Fläche gegenüber der unbeleuchteten vernachlässigbar ist, liegt die Quantenausbeute des Prozesses nahe bei 1, und praktisch alle erzeugten Löcher werden in der Oxidation verbraucht. Die freigesetzten Ga- und As-Ionen gehen im umgebenden sauren Medium in Lösung. Um eine Ausfällung der entstehenden Ga- und As-Salze durch lokale Übersättigung der Lösung zu vermeiden, ist eine Bewegung des Ätzmediums vorteilhaft.
3. Die unbeleuchteten Bereiche fungieren als Kathode: Das Oxidationsmittel (Nitrationen) wird dort überall von mobilen Leitungselektronen reduziert.

Aus der Beschreibung wird klar, dass der Prozess in nicht n -dotiertem GaAs bei weitem nicht so effizient funktionieren kann. Bei p -GaAs sind z.B. die Löcher mobil und diffundieren weg vom Fokuspunkt des Lasers; Leitungselektronen zur Reduktion des Oxidationsmittels sind dagegen nur im kleinen beleuchteten Bereich vorhanden. Tatsächlich sind experimentell sehr hohe Dotierungs-Selektivitäten in der Größenordnung von 6000:1 gefunden worden, siehe z.B. [KH91]. Diese Tatsache ließe sich möglicherweise zur Erzeugung einkristalliner GaAs-Membranen ausnutzen, indem eine dünne p -GaAs Schicht epitaktisch auf einem n -GaAs Substrat abgeschieden wird, und anschließend das Substratmaterial lokal und selektiv durch laser-induziertes Ätzen entfernt wird.

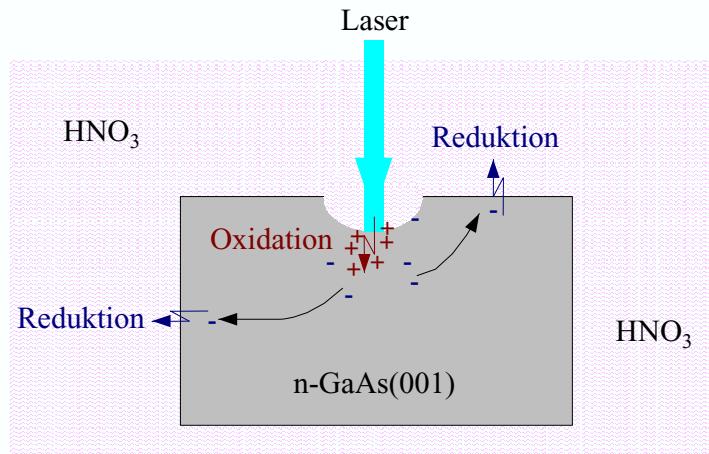


Abbildung 3.12: Schematischer Ablauf des anisotropen Photoätzprozesses in n-GaAs: 1.) Photonen erzeugen Elektron-Loch-Paare. 2.) In der beleuchteten Zone lokalisierte Löcher oxidieren dort das GaAs. 3.) Unbeleuchtete Bereiche fungieren als Kathode: das Oxidationsmittel wird dort überall von mobilen Leitungselektronen reduziert.

3.2 Strukturelle Charakterisierung der Proben

Durch die Kombination verschiedener Untersuchungsmethoden konnte ein breites Spektrum von strukturellen Eigenschaften der Proben der Beobachtung zugänglich gemacht werden: Während der Schichtherstellung ermöglicht der Einsatz von RHEED (*Reflection High Energy Electron Diffraction*) eine kontinuierliche Kontrolle von Kristallinität und Oberflächenrauhigkeit. Diese integrale Methode stellt eine hervorragende Ergänzung zur lokalen *in-situ*-Rastertunnelmikroskopie (*Scanning Tunneling Microscopy*, STM) dar, mit der punktuelle Untersuchungen der Oberflächenstruktur mit atomarer Auflösung durchgeführt werden können. Mit der Röntgendiffraktometrie stand zudem ein *ex-situ*-Verfahren zur Verfügung, das quantifizierbare Aussagen über die kristalline Beschaffenheit des Probeninneren zulässt. Anschließende rasterkraftmikroskopische Untersuchungen (*Atomic Force Microscopy*, AFM) fanden sozusagen als Nebenprodukt der Domänenbeobachtung im Magnetkraftmikroskopie-Modus (*Magnetic Force Microscopy*, MFM) statt.

3.2.1 Reflection High Energy Electron Diffraction (RHEED)

Die Abkürzung RHEED bezeichnet eine Methode zur Charakterisierung vornehmlich einkristalliner Oberflächen, die auf der Reflexion und Beugung hochenergetischer Elektronen (10–50keV) unter streifendem Einfall beruht. Abbildung 3.13 zeigt den schematischen Aufbau des Experiments, der einen freien Zugang zur Probe erlaubt und somit Untersuchungen während des MBE-Schichtwachstums möglich macht. Der geringe Einfallsinkel des Elektronenstrahls von typischerweise 1–5° gewährleistet, dass

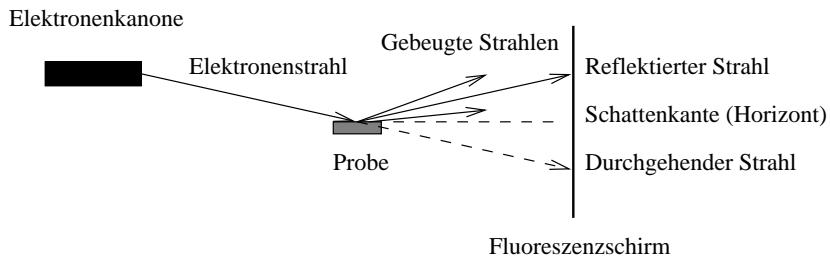


Abbildung 3.13: Schematischer Aufbau eines RHEED-Experiments. Ein Teil des streifend einfallenden Strahls verfehlt gewöhnlich die Probe und erscheint als durchgehender Strahl auf dem Leuchtschirm.

die Elektronen nur wenige Atomlagen tief in den Festkörper eindringen, was die hohe Oberflächensensitivität der Methode erklärt.

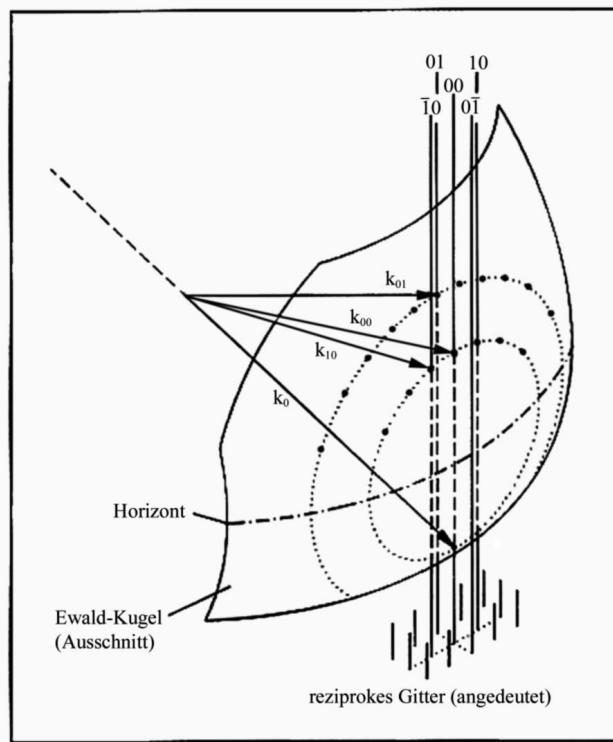


Abbildung 3.14: Ewald-Konstruktion für die RHEED-Geometrie. Aufgrund der hohen Energie der Elektronen ist die Ewaldkugel im Vergleich zu den reziproken Gitterabständen sehr groß, was die Entstehung von punktförmigen Reflexen auf Laue-Kreisen bei atomar glatten einkristallinen Oberflächen erklärt (aus [Kis94]).

Abbildung 3.14 veranschaulicht die Ewald-Konstruktion für die RHEED-Geometrie. Atomar glatte einkristalline Oberflächen entsprechen im reziproken Raum einem Gitter von sehr schmalen Beugungsstäben, die die Ewald-Kugel auf den Laue-

Kreisen schneiden und so punktförmige Reflexe erzeugen. Ist die Oberfläche stärker gestuft, so bewirkt dies eine Verbreiterung der Beugungsstäbe, weshalb die Reflexe als längliche Streifen erscheinen. Der Zusammenhang von Oberflächenmorphologie und Beugungsbild wird in Abbildung 3.15 für verschiedene Fälle aufgezeigt. Generell besteht auch ein Zusammenhang zwischen der Intensität vor allem des spekular reflektierten Strahls und der Oberflächenrauhigkeit, da an atomaren Stufen immer auch diffuse Streuung stattfindet. Somit kann die zeitliche Entwicklung der Stufendichte auf der Probenoberfläche qualitativ während des Wachstums verfolgt werden. Speziell während des lagenweisen Wachstums treten daher sogenannte *RHEED-Oszillationen* auf, da die Stufendichte bei abgeschlossenen Atomlagen minimal, bei halbzähligsten Lagen dagegen maximal wird. Somit kann dieser Wachstumsmodus eindeutig experimentell identifiziert und die tatsächliche Massenbelegung genau bestimmt werden. Nähere Ausführungen zu diesen Themen finden sich z.B. in [Köh97].

Bei den hier durchgeführten Experimenten kam eine 15keV Elektronenkanone der Firma *Staib* zum Einsatz. Um eventuellen Strahlenschäden durch den Elektronenbeschuss vorzubeugen wurde diese aber nur mit 10keV betrieben.

3.2.2 Rastertunnelmikroskopie

Die Rastertunnelmikroskopie (STM) nutzt den quantenmechanischen Tunneleffekt von Elektronen zwischen einer leitenden Oberfläche und einer scharfen Metallspitze zur mikroskopischen Abbildung der Oberflächenbeschaffenheit im Größenbereich von einigen μm bis hinab zu atomarer Auflösung. Dabei ist die Metallspitze an einem Piezoelement befestigt, das durch Anlegen entsprechender Spannungen sowohl ein Abrastern der Oberfläche in x - und y -Richtung als auch eine exakte Abstandsregelung in z -Richtung ermöglicht. Da der so erzielte Bewegungsspielraum lediglich im Bereich weniger μm liegt, sind zudem Grobantriebsmechanismen wie z.B. piezoelektrische Trägheitsmotoren nötig, um einen größeren Bereich von Orten auf der Probe zugänglich zu machen und eine Grobannäherung der Spitze an die Oberfläche zu ermöglichen. Wird zwischen Oberfläche und Probe eine Spannung angelegt, so kann der Abstand der Spitzt kontrolliert soweit verringert werden, bis ab einer Distanz von wenigen nm ein messbarer Tunnelstrom einsetzt. Liegt z.B. die Probe gegenüber der Spitzt auf negativem Potential eU , so tunnelt dabei Elektronen von besetzten Zuständen der Probe (Zustandsdichte ρ_p) in unbesetzte Zustände der Spitzt (Dichte ρ_s). Der Tunnelstrom ist dann im Rahmen der *WKB*-Näherung [Ben01]

$$I \propto \int_0^{eU} \rho_p(E) \rho_s(eU + E) T(E, eU) \, dE,$$

wobei die T die Übergangswahrscheinlichkeit angibt, die auch noch von den Austrittsarbeiten von Probe Φ_p und Spitzt Φ_s sowie vom Abstand s abhängt, und es ergibt

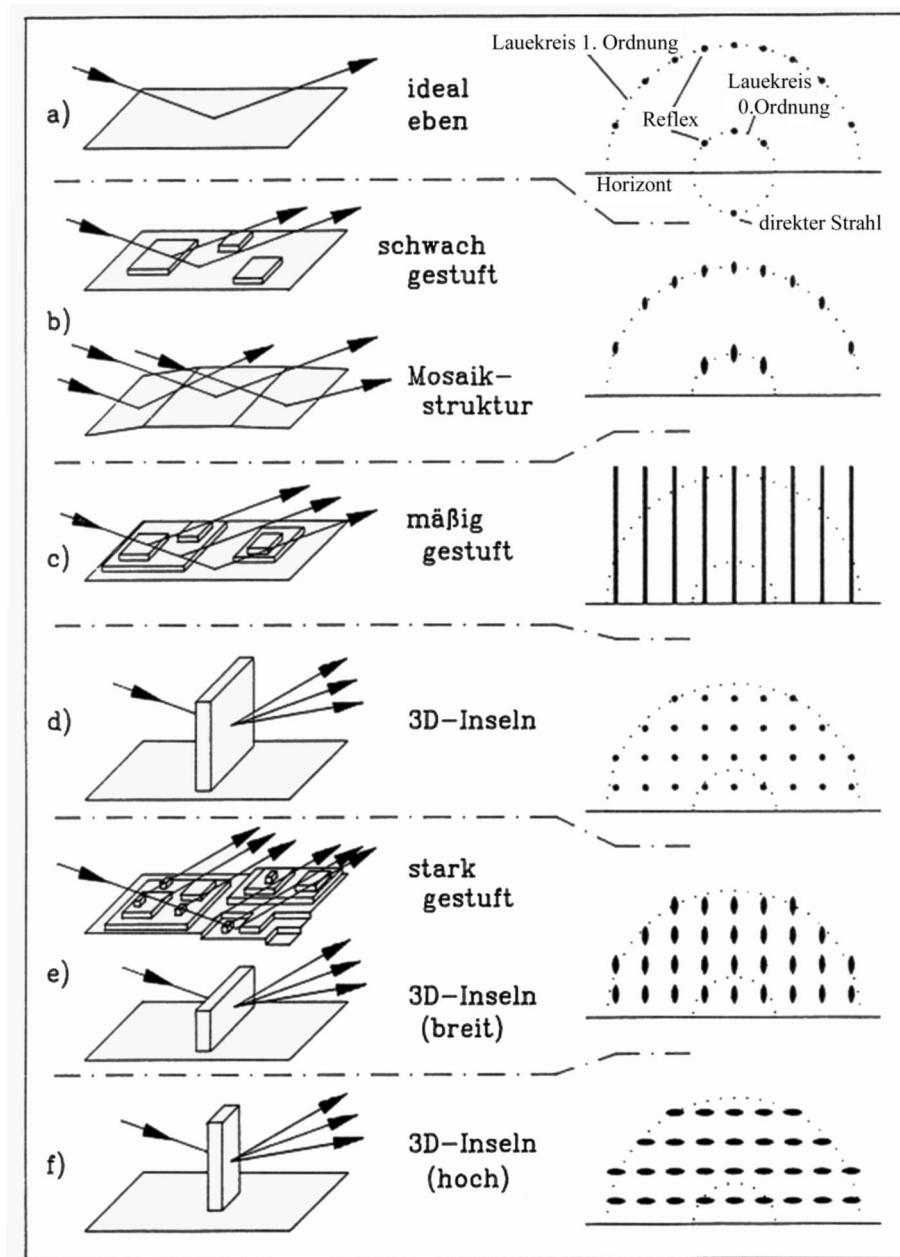


Abbildung 3.15: Typische RHEED-Beugungsbilder für verschiedene Oberflächenstrukturen (aus [Kis94]).

sich:

$$I \propto U \cdot \exp \left(-\frac{\sqrt{8m_e}}{\hbar} \sqrt{\frac{\Phi_p + \Phi_s}{2}} \cdot s \right).$$

Der Tunnelstrom hängt also exponentiell vom Abstand s zwischen Spitze und Probe ab und ändert sich um ca. eine Größenordnung, wenn s um 1Å variiert, so dass in z -Richtung eine Auflösung von Bruchteilen eines Atomabstandes erreicht wird. Im normalerweise verwendeten *constant current mode* wird nun der Tunnelstrom mit Hilfe einer Regelelektronik konstant gehalten, so dass der Abstand von Probe und Spitze beim zeilenweisen Abrastern der Oberfläche im Wesentlichen gleich bleibt. Die Spitze folgt dabei also der Oberflächentopografie, weshalb eine Auftragung der z -Regelspannung gegen x und y ein Bild der Oberfläche bzw. der elektronischen Oberflächenzustände liefert. Der Tunnelstrom liegt typischerweise in der Größenordnung von 100pA. Man vermeidet höhere Ströme, um die Gefahr einer Veränderung der Oberfläche gering zu halten. Die erzielbare Auflösung hängt selbstverständlich von der Qualität der verwendeten Spitze ab. Normalerweise tragen mehrere Orte auf dieser zum Tunnelstrom bei, weshalb die mikroskopischen Bilder immer eine Faltung der tatsächlichen Topografie mit einer Spitzenfunktion darstellen. Die teilweise erreichbare atomare Auflösung erklärt man im Allgemeinen durch folgendes Modell: Wenn auf der Spitze ein einzelnes Atom herausragt, so trägt dieses wegen des exponentiellen Abstandsgesetzes den überwiegenden Teil des Tunnelstroms; man erhält damit tatsächlich eine Sonde von der Größe eines Atoms. Leider existiert bislang kein Rezept zur verlässlichen Herstellung einer derartigen Spitzenkonfiguration.

Die hier gezeigten STM-Aufnahmen wurden *in-situ* mit einem kommerziellen Rastertunnelmikroskop („Micro-STM“ der Firma *Omicron*) unter UHV-Bedingungen hergestellt. Das Gerät wurde zur Vermeidung störender Vibrationen um eine Federaufhängung mit Wirbelstromdämpfung erweitert [Ben01].

3.2.3 Röntgendiffraktometrie

Die Röntgendiffraktometrie (XRD, *X-Ray Diffractometry*) gibt Aufschluss über periodische Merkmale der Probenstruktur [Car89]. Speziell die Röntgenweitwinkelbeugung mit Beugungswinkeln im Bereich $10^\circ < \Theta < 180^\circ$ ist in der Lage, exakt quantifizierbare Informationen über die vorliegende Kristallstruktur zu liefern. Dazu wird die Röntgenstrahlung bei der verwendeten Apparatur (*Philips MRD SYSTEM*) in einer 2kW-Röntgenröhre mit Cu-Anode erzeugt, kollimiert, und die Probe unter dem Winkel Θ zur Oberfläche bestrahlt. Die Intensität der gebeugten Strahlung wird unter dem Winkel 2Θ zur Richtung des einfallenden Strahls (also unter der Bedingung Einfallswinkel = Ausfallswinkel) detektiert. Ein Graphit-Kristallmonochromator dient dabei zur Selektion der Cu- K_α - Strahlung mit einer Wellenlänge von $\lambda = 0,15406\text{nm}$. Auftretende Beugungsreflexe genügen somit der *Bragg-Bedingung*

$$n\lambda = 2 d_P \sin\Theta .$$

Dabei bezeichnet n die Beugungsordnung und d_P die Periodizität der Struktur senkrecht zur Oberfläche. Eine detaillierter Behandlung der zugrunde liegenden Theorie

unter Einbeziehung von Struktur- und Atomformfaktoren findet sich z.B. in [Kit91, Seite 46ff.].

3.3 Bestimmung der magnetischen Eigenschaften

Am Beginn der Aufklärung der magnetischen Eigenschaften eines Systems steht einerseits die Beobachtung seines Ummagnetisierungsverhaltens durch Messung von Magnetisierungskurven sowie andererseits die Ermittlung der elementaren magnetischen Größen, nämlich des magnetischen Moments und dessen Temperaturabhängigkeit sowie der intrinsischen magnetischen Anisotropie. Das Ummagnetisierungsverhalten lässt sich in vielen Fällen nur auf mikromagnetischer Ebene verstehen. Dies setzt die Ableitung der mikromagnetischen Materialparameter aus den gemessenen elementaren magnetischen Größen voraus (siehe Abschnitt 3.3.5).

3.3.1 Polarer magneto-optischer Kerr-Effekt

Der polare magneto-optische Kerr-Effekt (MOKE) eignet sich zur integralen Messung der Magnetisierungskomponente senkrecht zur Schichtebene von metallischen Proben mit glatter Oberfläche. Bei der Messung fällt linear polarisiertes Licht näherungsweise senkrecht auf die Probe und wird von dieser reflektiert. Abhängig von der Magnetisierung, aber auch vom Material und der Wellenlänge, ist das reflektierte Licht mehr oder weniger stark elliptisiert (Kerr-Elliptisierung) und die Hauptachsen sind gegen die ursprüngliche Polarisationsrichtung gedreht (Kerr-Rotation). Die Kerr-Rotation ist in meist guter Näherung proportional zur senkrechten Magnetisierungskomponente. Ihre Größe hängt aber daneben noch von einer Reihe weiterer Parameter ab, wie etwa Oberflächenbeschaffenheit oder Eigenschaften der Messapparatur etc., weshalb eine absolute Momentbestimmung nicht möglich ist.

Der Effekt lässt sich qualitativ im Rahmen eines einfachen klassischen Modells verstehen, demzufolge das \mathbf{E} -Feld der einfallenden Lichtwelle freie Leitungselektronen zu Schwingungen in der Schichtebene anregt. Durch eine senkrechte \mathbf{B} -Feldkomponente⁴ werden die Elektronen aber auf elliptische Bahnen gezwungen, deren Hauptachsen gegenüber der Richtung von \mathbf{E} verdreht sind. Das Modell erklärt aber weder die Stärke der beobachteten Effekte, noch die Wellenlängen- und Materialabhängigkeit. Ein quantitatives Modell erfordert daher die quantenmechanische Beschreibung des Problems [Bam99]. Dazu wird das einfallende Licht als Überlagerung gleicher Anteile von links- und rechtszirkular polarisierten Photonen betrachtet. Als grundlegender Mechanismus kann die Spin-Bahn-Wechselwirkung identifiziert werden, da Photonen primär nur mit dem Bahnmoment von Elektronen wechselwirken, wohingegen aber auch bei fast vollständigen Spinnmagneten wie den 3d-Übergangsmetallen ein ausgeprägter magneto-optischer Kerr-Effekt beobachtet werden kann. Somit sind bei optischen Intra- und

⁴nur $\mathbf{B} = \mathbf{J}$, ohne $\mathbf{B}_{ext} = \mu_0 \mathbf{H}$!

Interbandübergänge der Drehimpuls des Photons und der Spin des beteiligten Elektrons über die Spin-Bahn-Wechselwirkung gekoppelt. Da nach Fermis goldenen Regel die Absorptions- und Emissionswahrscheinlichkeiten proportional zum Produkt der Zustandsdichten von Anfangs- und Endzuständen sind, bewirkt eine Austausch-Aufspaltung in der Bandstruktur eines magnetischen Festkörpers eine Asymmetrie bei Absorption und Emission von links- und rechtszirkularen Photonen, was sich in den beobachtbaren Effekten Kerr-Elliptisierung und -Rotation äußert. Auch der optische Dichroismus und der Doppelbrechungseffekt lassen sich auf dieses Erklärungsmodell zurückführen.

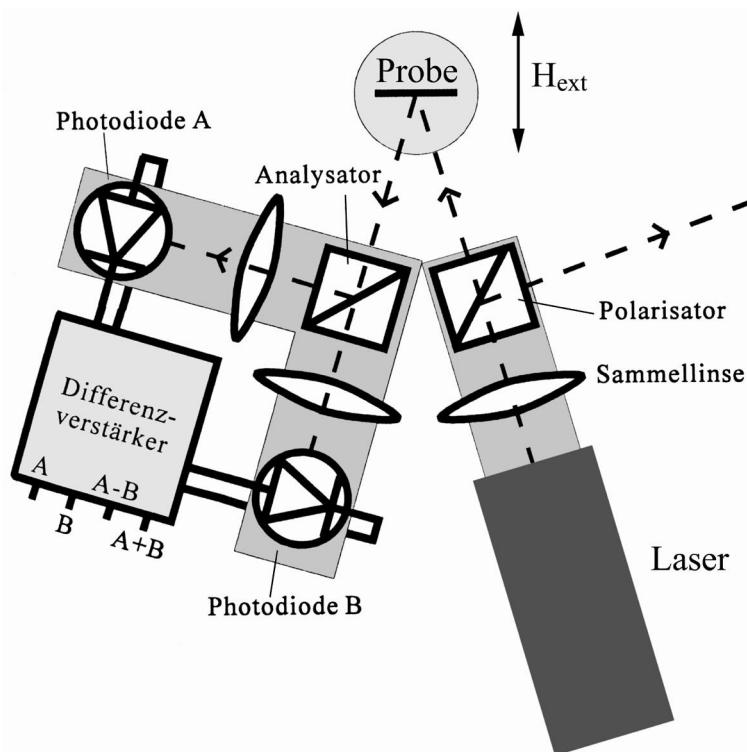


Abbildung 3.16: Schematischer Aufbau der zu polar-MOKE-Messungen verwendeten Apparatur (aus [Bam99]).

Die bei den Messungen verwendete Apparatur ist in Abbildung 3.16 schematisch dargestellt. Als Polarisator und Analysator dienen polarisierende Strahlteilerwürfel, was im Falle des Analysators den Vorteil bietet, dass die Kerr-Rotation aus einer Differenzmessung der Intensitäten der beiden senkrecht zueinander polarisierten Teilstrahlen bestimmt werden kann [Bam99]. Das Summensignal kann herangezogen werden, um langsame Änderungen der Laserintensität auszugleichen. Der Polarisator wird zu Beginn einer Messung so justiert, dass er um 45° zum Analysator verdreht ist, d.h. das Differenzsignal 0 wird. In diesem Fall wird die größte Empfindlichkeit erreicht und das Differenzsignal ist für kleine Winkel proportional zur Kerr-Rotation. Die Pro-

be befindet sich an einem Manipulator mit zwei Rotations- und zwei Translations-Freiheitsgraden im Luftspalt eines Elektromagneten mit Weicheisenkern, der in der Lage ist, am Probenort Felder bis ca. 2T zu erzeugen, die lokal mit einer Hallsonde bestimmt werden können. Der optische Zugang zur Probe erfolgt durch eine Bohrung im Polschuh. Die Messung läuft automatisch rechnergesteuert ab.

3.3.2 Wechselgradientenmagnetometer

Das Wechselgradientenmagnetometer (*Alternating Gradient Magnetometer*, AGM) erlaubt die Messung von Magnetisierungskurven bei beliebiger Probenorientierung. Durch die Ausnutzung eines Resonanzeffekts sowie der *Lock-in*-Technik erreicht die Methode eine außerordentliche Empfindlichkeit, die ausreicht, Proben mit nur wenigen Atomlagen dicken magnetischen Schichten zu untersuchen [Mie94].

Die Versuchsanordnung besteht aus einem Paar von Gradientenspulen, die auf die Polschuhe eines Elektromagneten montiert sind und so dem Magnetfeld einen schwachen Feldgradienten überlagern können. Das eigentliche Magnetometer besteht aus einem massiven Block, an dessen Ende ein Piezoplättchen befestigt ist. Der Probenhalter befindet sich am Ende einer Glaskapillare, deren anderes Ende am Piezoelement festgeklemmt ist. Wird die Probe mittig zwischen die Gradientenspulen gebracht, so wird auf diese über den Feldgradienten eine zum Probenmoment in Gradientenrichtung proportionale Kraft ausgeübt. Die Auslenkung der Probe wird über die Piezospaltung detektiert. Da die Gradientenspulen entgegengesetzt gepolt sind, liefern sie näherungsweise am Probenort keinen Beitrag zum Gesamtfeld, weshalb die Magnetisierung der Probe allein eine Funktion des externen Magnetfelds bleibt. Legt man nun an die Gradientenspulen eine Wechselspannung an, so beginnt das Gesamtsystem aus Probe, Kapillare und Piezoelement zu schwingen. Stimmt man zudem die Anregungsfrequenz auf die Resonanzfrequenz des schwingenden Systems ab, so erreicht man durch dessen relativ hohen Gütefaktor einen erheblichen Verstärkungseffekt. Die zur weiteren Rauschunterdrückung mit einem *Lock-in*-Verstärker gemessene Oszillationsamplitude ist in guter Näherung proportional zur Magnetisierungskomponente in Feldrichtung. Ein Rückschluss auf das absolute Moment der Probe kann aufgrund der vielfältigen Abhängigkeiten von apparativen Parametern nur erfolgen, wenn vor jeder Messung eine Eichung mit Hilfe des definierten Dipolmoments einer kleinen stromdurchflossenen Spule am Probenhalter erfolgt.

3.3.3 SQUID-Magnetometer

Das SQUID-Magnetometer ermöglicht die Bestimmung des absoluten magnetischen Moments einer Probe mit unübertroffener Empfindlichkeit. Abbildung 3.17 zeigt den Aufbau des hauptsächlich verwendeten VTS-50L der Firma *S.H.E.*. Es ermöglicht Feld- und temperaturabhängige Messungen im Bereich von ca. 5K bis 400K in Magnetfeldern bis $\pm 5\text{T}$. Eine genaue Beschreibung findet sich in [Ben94]. Gegen Ende der Arbeit

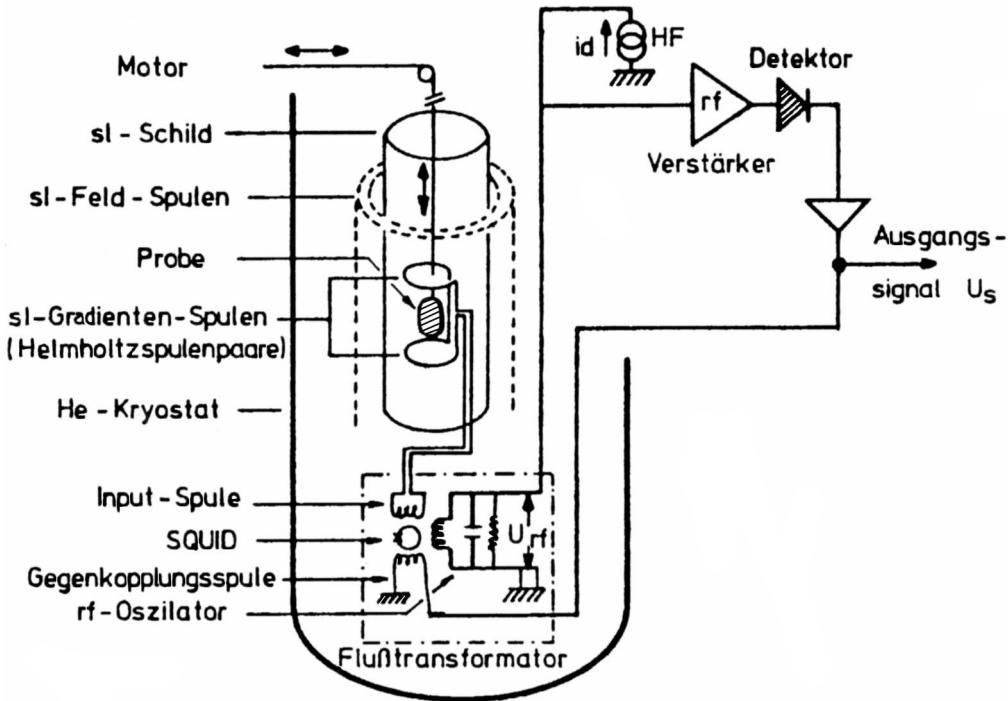


Abbildung 3.17: Schematische Skizze des hauptsächlich verwendeten SQUID-Magnetometers VTS-50L der Firma S.H.E. (aus [Lug82]).

kam auch ein neu beschafftes SQUID-Magnetometer Modell MPMX XL der Firma *Quantum Design* mit weitaus höherer Leistungsfähigkeit zum Einsatz⁵.

Funktionsprinzip: Die Proben werden langsam durch ein supraleitendes Gradientenspulenpaar (*Pick-up*-Spulen) gefahren, wobei das magnetische Streufeld der Probe einen Strom induziert, der im Gegensatz zu normalleitenden Spulen nicht von der Probengeschwindigkeit abhängt. Da die Gradientenspulen gegenpolig geschaltet sind, wird der Einfluss von weitgehend homogenen externen Störfeldern gut unterdrückt. Gleichermaßen gilt auch für das von der konzentrisch um den Probenraum angeordneten supraleitenden Feldspule erzeugte homogene Magnetfeld. Zur verlustlosen Messung des sehr schwachen induzierten Stromes im pA-Bereich wird dieser im sogenannten „Flusstransformator“ von einer Einkopplungsspule mit vielen Windungen wieder in einen magnetischen Fluss gewandelt. Dieser durchsetzt einen SQUID-Ring (*Superconducting Quantum Interference Device*), also einen supraleitenden Ring mit einer Schwachstelle (*weak link*). Aus der Forderung einer eindeutigen Phase der Wellenfunktion von Cooper-Paaren im Ring folgt, dass der Fluss, der durch diesen tritt, in Einheiten des Flussquants $\Phi_0 = h/2e$ quantisiert ist [Kit91, Seite 395ff.], wobei Abschirmströme hervorgerufen werden, die Abweichungen von dieser Bedingung ent-

⁵www.qdusa.com

gegenwirken. Die Schwachstelle ist nun so dimensioniert, dass bereits Abschirmströme, die einem Fluss von weniger als einem Fluxon entsprechen, die kritische Stromdichte überschreiten, so dass kurzzeitig ein normalleitender Zustand erreicht wird, was die Änderung des Flusses durch den Ring um einen Flussquant ermöglicht. Legt man ein hochfrequentes magnetisches Wechselfeld an, dessen Amplitude so gewählt ist, dass sich der Fluss durch den Ring periodisch um einen Flussquant ändert, so entstehen in einer Sensorspule Induktionsstöße, die proportional zur Größe der Abschirmströme sind. Mit Hilfe von *Lock-in*-Verstärkung erhält man so ein rauscharmes Signal, aus dem auf die Abweichung des externen Flusses durch den Ring von einem Vielfachen eines Fluxons geschlossen werden kann. Damit wird der Strom in einer Gegenkopplungsspule mit wenigen Windungen so geregelt, dass die Flussdifferenz konstant bleibt. Aus dem Windungszahlverhältnis von Einkopplungs- und Gegenkopplungsspule ergibt sich zudem eine Stromverstärkung. Es ist dabei unerheblich, ob sich im Gegenkopplungskreis ein elektrischer Widerstand befindet, so dass eine verlustbehaftete Messung des Gegenkopplungsstromes möglich wird. Der Verlauf des in Abhängigkeit von der Probenposition gemessenen Induktionsstroms kann an theoretische Kurven für einen Punktdipol angepasst werden. Zusammen mit einem geometrischen Korrekturfaktor für ausgedehnte Proben und einer geräteabhängigen Eichung kann das Probenmoment relativ genau bestimmt werden. Für eine weitergehende Diskussion des Sachverhalts sei auf [Ben01] verwiesen. Die angewandte Vorgehensweise zur Auswertung der SQUID-Messungen ist in Abschnitt 3.3.5 ab Seite 66 beschrieben.

3.3.4 Torsionsmagnetometer

Das Torsionsmagnetometer (TM) ermöglicht die Bestimmung der magnetischen Anisotropien einer Probe aus der winkelaufgelösten Messung des Drehmoments

$$\mathbf{T} = V \mathbf{H} \times \mathbf{J}, \quad (3.1)$$

das ein homogenes Magnetfeld \mathbf{H} auf das magnetische Moment einer Probe (Volumen V) ausübt. Das Magnetfeld muss stark genug sein, um eine möglichst homogene Magnetisierung \mathbf{J} der Probe zu gewährleisten. Im Fall einer sphärischen Probe ist die Streufeldenergie isotrop, und es tragen nur externe Feldenergie sowie intrinsische Anisotropieenergie zur Richtungsabhängigkeit der magnetischen Energie der Probe bei. Nach der Theorie von Stoner und Wohlfarth [SW48] nimmt die Magnetisierung immer eine Richtung minimaler Energie ein: Während die externe Feldenergie hier die Richtung des Magnetfeldes favorisiert (\Rightarrow Drehmoment 0), begünstigt die Anisotropie bestimmte Richtungen relativ zur Probe. Das Wechselspiel dieser Energiebeiträge bewirkt für eine festgehaltene Probe im allgemeinen⁶ eine winkelabhängige Abweichung von \mathbf{J} aus der Richtung von \mathbf{H} , so dass sich das Drehmoment, das die Probe über

⁶Im hypothetischen Fall einer magnetisch völlig isotropen Probe würde \mathbf{J} jedoch lediglich der Richtung von \mathbf{H} folgen und es trate kein Drehmoment auf die Probe auf. Zudem gilt $\mathbf{J} \parallel \mathbf{H}$, falls \mathbf{H} exakt parallel zu einer leichten oder schweren Richtung der Probe ist.

die Anisotropie auf \mathbf{J} ausübt, mit dem Drehmoment des externen Feldes auf \mathbf{J} im Gleichgewicht befindet. Aus dieser Gleichgewichtsbedingung folgt umgekehrt, dass das Drehmoment, das im Feld auf die Probe wirkt, gleich dem in Gleichung 3.1 angegebenen Drehmoment ist, das das Magnetfeld auf das magnetische Moment der Probe ausübt. Letzteres kann somit durch Messung des auf die Probe wirkenden Drehmoments in Abhängigkeit des Winkels zwischen Probe und Feld bestimmt werden. Aus dem Verlauf der resultierenden Drehmomentskurve kann indirekt auf die magnetische Anisotropie der Probe geschlossen werden. Die Schwierigkeit dabei besteht darin, dass die jeweilige Richtung von \mathbf{J} nicht a priori bekannt ist. Es existieren zwei Ansätze zur Umgehung dieses Problems. Einerseits kann die Messung für mehrere große Magnetfelder erfolgen, so dass eine Extrapolation der Ergebnisse für $H \rightarrow \infty$ möglich wird, wo $\mathbf{J} \parallel \mathbf{H}$ gilt. Andererseits kann eine Auswertung für endliche Felder auf der Basis von Modellannahmen für die Anisotropieenergie geschehen. Hierbei muss die Gültigkeit dieser Annahmen verifiziert werden.

Weicht die Probengeometrie vom sphärischen Fall ab, z.B. bei der Messung dünner Schichten, so muss der Einfluss der anisotropen Streufeldenergie mit berücksichtigt werden. Dieser kann bei hinreichend homogener Magnetisierung – also bei hohen Magnetfeldern – als Formanisotropie der Probe (Seite 13) in die Betrachtung einfließen. Messungen bei verschiedenen Feldstärken erlauben es zu überprüfen, ob Inhomogenitäten der Magnetisierung, wie sie z.B. an den Probenrändern dünner Schichten auftreten, einen signifikanten Einfluss auf das Ergebnis haben.

Messprinzip: Die Probe wird, wie in Abbildung 3.18 gezeigt, an einem Torsionsfaden (meist aus Wolfram) aufgehängt und zwischen den Polschuhen eines Elektromagneten positioniert. Grundvoraussetzung für eine winkelauflöste Messung ist, dass das auftretende Drehmoment keine Auslenkung der Probe bewirkt. Es wird daher üblicherweise im Kompensationsverfahren gemessen, d.h. jede Auslenkung der Probe wird empfindlich detektiert – hier mittels eines an einem am Probenhalter montierten Spiegels, an dem ein Laserstrahl reflektiert wird – und durch einen entsprechenden Strom in einer Kompensationsspule ausgeglichen. Dieser Strom dient dann gleichzeitig als Maß für das auftretende Drehmoment. Das Magnetfeld kann nun relativ zur Probe um die Achse des Torsionsfadens rotiert werden, was eine genaue winkelabhängige Messung des Drehmoments $\mathbf{T}(\varphi)$ ermöglicht. Eine komplette 360°-Messung erlaubt Rückschlüsse auf den Verlauf der Anisotropieenergie in der Ebene senkrecht zur Rotationsachse.

Das verwendete Torsionsmagnetometer: Das in dieser Arbeit verwendete Torsionsmagnetometer unterscheidet sich von dem in Abbildung 3.18 skizzierten lediglich in einigen Details: Einerseits wird hier nicht das Feld um den festen Messaufbau rotiert, sondern der Messaufbau ist drehbar gelagert und wird von einem Schrittmotor angetrieben. Die Kompensationsspule ist in Form eines Drehspulinstruments realisiert. Eine Wirbelstrombremse sorgt für die Dämpfung von Torsionsschwingungen. Die Aus-

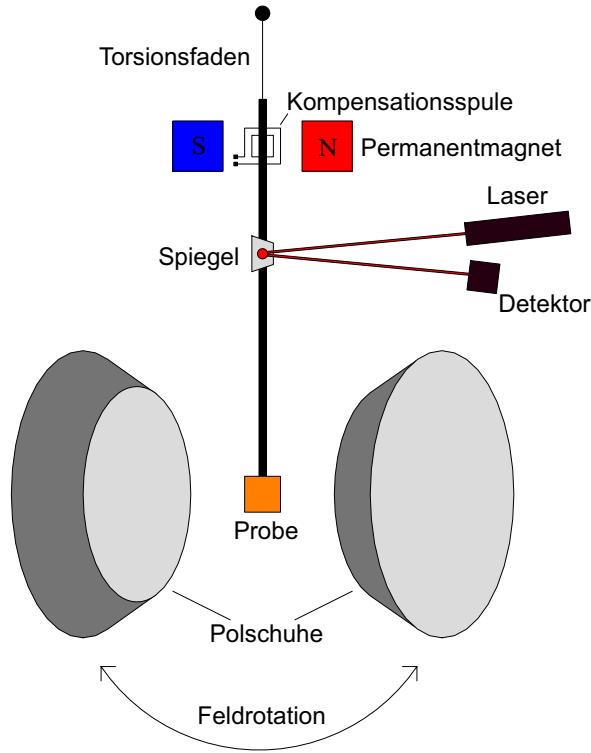


Abbildung 3.18: Typischer Aufbau eines Torsionsmagnetometers

lenkung des reflektierten Laserstrahls wird mit Hilfe zweier Fotodioden detektiert. Das Gerät erreicht eine Auflösung von ca. 1 erg [Sch00]. Das maximal erreichbare Magnetfeld beträgt – je nach Probengröße und Polschuhabstand – ca. 1,9T. Eine detailliertere Beschreibung des Aufbaus findet sich in [Ham99].

Auswertung der Messungen Die Bestimmung der Anisotropiekonstanten aus der gemessenen Torsionskurve $\mathbf{T}(\varphi)$ soll hier anhand des denkbar einfachsten Falles einer uniaxialen Anisotropie zweiter Ordnung demonstriert werden, um so einige wichtige Eigenschaften von Torsionsmessungen aufzuzeigen. Gleichung 2.4 (Seite 9) zufolge ist die magnetische Gesamtenergie gleich

$$E_{tot} = V \left[-H J_S \cos(\vartheta - \varphi) + K_u \sin^2(\vartheta) \right].$$

Dabei sei ϑ der Winkel der Magnetisierung und φ der Winkel des externen Magnetfeldes, beide gegen die Anisotropieachse gemessen, auf der die Rotationsachse senkrecht stehen soll. Für jede Feldrichtung wird die Magnetisierung eine Richtung mit (lokal) minimaler Energie $E_{tot}(\vartheta)$ einnehmen, entsprechend den Bedingungen

$$\frac{dE_{tot}}{d\vartheta} = 0 \quad \text{und} \quad \frac{d^2E_{tot}}{d\vartheta^2} > 0,$$

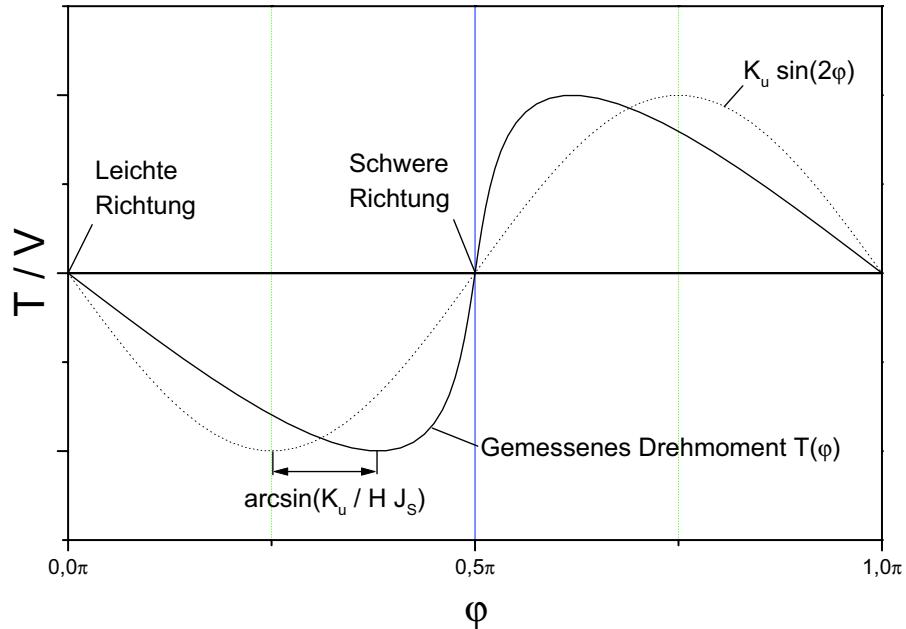


Abbildung 3.19: Idealisierte Torsionskurve bei uniaxialer Anisotropie zweiter Ordnung. Die Maxima der Kurve sind zur schweren Richtung hin verschoben, woraus sich Vorzeichen und Betrag der Anisotropiekonstante K_u bestimmen lassen.

was eine analytische Behandlung dieses Problems erlaubt [HS98, Seite 358]: Man erhält für $T(\varphi)$ geschrägte Sinuskurven des doppelten Feldwinkels, wobei die Maxima der Kurve um $\arcsin(\frac{K_u}{H J_s})$ rad zur schweren Richtung hin verschoben sind. Der Betrag des maximalen Drehmoments ist gleich dem Maximum des intrinsischen Drehmoments $T_{int} = \frac{\partial}{\partial \vartheta} V K_u \sin^2(\vartheta) = V K_u \sin(2\vartheta)$, also gleich $V K_u$. Beginnt man die Messung in der leichten Richtung, so ist das erste Drehmomentextremum ein Minimum. Misst man dagegen gegen die schwere Richtung, so erhält man zuerst ein Maximum. Der Sachverhalt wird in Abbildung 3.19 verdeutlicht.

Die Auswertung der Torsionsmessungen, die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt wurden, gelang allerdings nicht auf der Basis des eben skizzierten simplen Schemas. Die numerische Auswertungsmethode, die daher entwickelt wurde, wird in Kapitel 4.2.3 und im Anhang ab Seite 172 beschrieben.

3.3.5 Bestimmung mikromagnetischer Materialparameter

Die mikromagnetische Beschreibung eines Systems beruht auf der Kenntnis der Materialparameter Sättigungsmagnetisierung, Austauschkonstante und Anisotropiekonstante(n). Die Anisotropiekonstanten werden direkt aus TM-Messungen ermittelt und die

Sättigungsmagnetisierung kann aus SQUID-Messungen abgeleitet werden. Die Austauschkonstante ergibt sich aus der Temperaturabhängigkeit der Sättigungsmagnetisierung [HS98, Seite 390ff.], und kann z.B. aus der Curietemperatur oder aus dem Bloch'schen Spinwellenparameter bestimmt werden. Da nicht ausgeschlossen werden kann, dass die Proben bei längerer Einwirkung hoher Temperaturen durch Entmischung von Eisen und Gold zerstört werden [NTMF98], wurde die zweite Methode gewählt, die auf der Messung von $J_S(T)$ bei tiefen Temperaturen beruht.

Sättigungsmagnetisierung und Austauschkonstante

Das SQUID-Magnetometer ermöglicht die absolute Bestimmung des magnetischen Gesamtmoments einer ferromagnetischen Probe. Voraussetzung dafür ist, dass sich die Probe sättigen lässt, weshalb diese in leichter Richtung gemessen werden sollte. Momente, die bei Feldern oberhalb der Sättigungsfeldstärke gemessen werden, setzen sich aus dem Sättigungsmoment der Probe sowie den unvermeidlichen para- und diamagnetischen Beiträgen von Probenhalterung, Substrat etc. zusammen. Um daraus das Sättigungsmoment zu erhalten, müssen letztere vom Ergebnis abgezogen werden. Dies gelingt am einfachsten im Fall diamagnetischer Anteile, da sich diese in einem linearen Beitrag mit negativer Steigung zu den gegen das Magnetfeld aufgetragenen Messpunkten äußern. Extrapoliert man die resultierende Gerade auf $H = 0$ zurück, so erhält man das Sättigungsmoment der Probe. Paramagnetische Anteile können dagegen größere Probleme bei der Auswertung aufwerfen, da deren Feldabhängigkeit von der Brillouin-Funktion beschrieben wird [Kit91, Seite 462]. Diese kann zwar bei nicht zu großen Feldern und ausreichend hoher Temperatur durch eine Gerade mit positiver Steigung angenähert werden, sollte dies jedoch scheitern, so muss die Auswertung durch Kurvenanpassung mit der Brillouin-Funktion erfolgen. Weiterhin muss der Paraeffekt des Ferromagneten berücksichtigt werden, der auf der Unterdrückung von Spinwellen in einem externen Magnetfeld beruht und eine Zunahme des Sättigungsmoments mit der Feldstärke bewirkt. Für nicht zu starke Felder und für Temperaturen weit unterhalb der Curie-Temperatur kann dieser Effekt ebenfalls linear approximiert werden. Sind Dicke und Fläche einer magnetischen Schicht bekannt, so kann schließlich aus den ermittelten Momenten die Sättigungsmagnetisierung bestimmt werden. Zur genauen Ermittlung der Probenfläche wurde ein Flachbrettscanner in Verbindung mit einem Bildverarbeitungsprogramm eingesetzt. Die Schichtdicke ergibt sich aus der Massenbelegung und den Gitterkonstanten.

Die Bloch'sche Spinwellentheorie stellt ein einfaches Modell zur Beschreibung der Temperaturabhängigkeit der Sättigungsmagnetisierung bei tiefen Temperaturen dar [Kit91, Seite 494], [Blo30]. Die Kopplung zwischen benachbarten Spins wird durch die Heisenberg-Wechselwirkung beschrieben (siehe Gleichung 2.1 auf Seite 8). Durch diese Spin-Spin-Kopplung werden kollektive Anregungen vermittelt, sogenannte *Spinwellen*, bei denen die Spins um die Magnetisierungsrichtung präzedieren. Die *Dispersionsrela-*

tion für Spinwellen für ein kubisches Gitter lautet [Ben94, Seite 4]:

$$\hbar\omega(\mathbf{k}) = 2JS \sum_{i=1}^z (1 - \cos(\mathbf{k} \cdot \mathbf{a}_i)) .$$

J ist das Austauschintegral zwischen nächsten Nachbarn, S ist die Spinquantenzahl, z ist die Anzahl nächster Nachbarn (6 für sc, 8 für bcc, 12 für fcc), \mathbf{k} ist der Wellevektor und \mathbf{a}_i sind die Ortsvektoren der nächsten Nachbarn eines Atoms am Ursprung. Für $\mathbf{k} \cdot \mathbf{a}_i \ll 1$, also bei kleinen Energien bzw. tiefen Temperaturen, gilt näherungsweise $(1 - \cos(\mathbf{k} \cdot \mathbf{a}_i)) \approx \frac{1}{2}(\mathbf{k} \cdot \mathbf{a}_i)^2$, was der quadratischen Dispersionsrelation eines harmonischen Oszillators entspricht. Man erhält also auch die gleiche Quantisierung der Energie:

$$\varepsilon_k = (n_k + \frac{1}{2})\hbar\omega_k \text{ mit } n_k \in \mathbf{N} .$$

Die Quanten der Spinwellen werden als *Magnonen* bezeichnet. Die Anregung eines Magnons reduziert das Gesamtmoment eines Körpers um S [Kit91]. Damit lässt sich die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung in Abhängigkeit von der Zahl der angeregten Magnonen $\sum n_k$ beschreiben [Ben94, Seite 6]:

$$\frac{J_S(0) - J_S(T)}{J_S(0)} = \frac{\sum n_k}{NS} .$$

N gibt die Zahl der Atome pro Volumeneinheit an. $\sum n_k$ ergibt sich aus der Integration des Produktes aus Zustandsdichte (folgt aus der Dispersionsrelation) und Besetzungs- wahrscheinlichkeit (Bose-Verteilung) über die erste Brillouin-Zone. Es ergibt sich das „*Blochsche T^{3/2}-Gesetz*“ [Kit91, Seite 498]:

$$\frac{J_S(T)}{J_S(0)} = 1 - B \cdot T^{3/2} \tag{3.2}$$

mit dem *Blochschen Spinwellenparameter*

$$B = \frac{0,0587}{SQ} \left(\frac{k_B T}{2JS} \right)^{3/2} ,$$

wobei $Q = Na^3$ die Zahl der Atome pro Einheitszelle angibt (1 für sc, 2 für bcc und 4 für fcc).

Die temperaturabhängige Messung der Sättigungsmagnetisierung bei tiefen Temperaturen erlaubt somit – durch Anpassung von Gleichung 3.2 an die Messwerte – die Bestimmung der Austauschkonstante J sowie der Sättigungsmagnetisierung J_S bei $T = 0$. J ergibt sich dabei aus dem Spinwellenparameter B :

$$J = \frac{k_B}{2S} \left(\frac{BSQ}{0,0587} \right)^{-2/3} . \tag{3.3}$$

Bei Messungen an sehr dünnen Schichten muss der starke Einfluss der Grenzflächen auf den Spinwellenparameter beachtet werden:

$$B_{\text{Oberfläche}} = k \cdot B_{\text{Volumen}}.$$

Messungen ergeben Werte von k im Bereich von 1,8 – 6,0 [Ben94, Seite 9]. Diese Komplikation kann durch schichtdickenabhängige Messungen und Extrapolation nach unendlich großer Schichtdicke umgangen werden.

Aus den gewonnenen Ergebnissen lässt sich schließlich mit Hilfe von Gleichung 2.2 (Seite 8) die mikromagnetische Steifheitskonstante A bestimmen. Bei der Verwendung der gewonnenen Daten in mikromagnetischen Rechnungen oder Simulationen ist zu beachten, dass die Temperatur nur über die Temperaturabhängigkeit der Materialparameter in das Modell eingeht. Soll daher ein System bei Zimmertemperatur berechnet werden, so sind auch die Materialparameter bei Zimmertemperatur zu verwenden. Die Steifheitskonstante A ist im Rahmen des besprochenen einfachen Modells jedoch temperaturunabhängig und wird im Folgenden in erster Näherung auch als solches angenommen.

3.4 Mikromagnetische Charakterisierung

Mikroskopiemethoden, die Magnetisierungsverteilungen hochauflösend abbilden können, stellen ein unverzichtbares Werkzeug zur Charakterisierung der magnetischen Mikrostruktur einer Probe dar. Allerdings existiert bislang keine einzelne Methode, die alle wünschenswerten Eigenschaften in sich vereint, nämlich hohe Empfindlichkeit und laterale Auflösung, quantitative Information über alle Komponenten der Magnetisierungsvektoren sowie die Möglichkeit zur Domänenbeobachtung in hohen Magnetfeldern. Daher ist es sinnvoll, mehrere sich ergänzende magnetische Abbildungsverfahren zu kombinieren, weshalb in dieser Arbeit drei Methoden nebeneinander zur Anwendung kommen: **Magnetische Transmissions-Röntgenmikroskopie** (*Magnetic Transmission X-Ray Microscopy*, MTXM), **Lorentz-Transmissions-Elektronenmikroskopie** (LTEM) sowie **Magnetische Rasterkraftmikroskopie** (*Magnetic Force Microscopy*, MFM). Alle drei Methoden weisen eine hohe laterale Auflösungsfähigkeit im sub-100nm-Bereich auf. Zudem ergänzen sie sich sehr gut in ihren speziellen Eigenschaften: Bei senkrechter Durchstrahlung der Probe liefert MTXM quantifizierbare Informationen über die Verteilung der senkrechten Magnetisierungskomponenten, während die Lorentzmikroskopie gegenüber den *in-plane*-Komponenten empfindlich ist. Beide Verfahren arbeiten in Transmission, weshalb sie über die Schichtdicke gemittelte Ergebnisse liefern und eine sehr aufwändige Probenpräparation erforderlich machen, da – je nach Methode und Material – die durchstrahlbare Gesamtprobendicke im Bereich von 100nm liegt. In dieser Hinsicht ist die Magnetkraftmikroskopie deutlich anspruchsloser, da für gewöhnlich keine spezielle Probenvorbehandlung erforderlich ist. Sie eignet sich somit besonders für schnelle qualitative Untersuchungen z.B. im Vorfeld aufwändigerer Messungen. Die Magnetkraftmikroskopie detektiert

das Streufeld dicht über der Probenoberfläche, welches durch räumliche Änderungen der lokalen Magnetisierung (sowohl in der Probenebene als auch senkrecht dazu) hervorgerufen wird. Ein quantitativer Rückschluss auf die Magnetisierungsverteilung ist dagegen unter anderem wegen der komplexen Wechselwirkung zwischen magnetischer Spalte und Probe relativ problematisch und erfordert quasi eine Eichung der Spalte, z.B. im Feld einer Mikrospule. Während MFM und LTEM prinzipbedingt lediglich in kleinen bis mittleren Magnetfeldern funktionieren, erlaubt MTXM Untersuchungen bei beliebigen apparativ realisierbaren Feldstärken.

3.4.1 Magnetische Transmissions-Röntgenmikroskopie

Die Magnetische Transmissions-Röntgenmikroskopie (MTXM) stellt eine Erweiterung von TXM (*Transmission X-ray Microscopy*) um die Fähigkeit zur Abbildung magnetischer Kontraste dar. Dies geschieht unter Ausnutzung des magnetischen Röntgenzirkulardichroismus (*X-ray Magnetic Circular Dichroism*, XMCD) also der Abhängigkeit der Absorption von zirkular polarisierter Röntgenstrahlung von der Projektion der lokalen Magnetisierung auf die Photonen-Einfallsrichtung, was zuerst von Fischer und Mitarbeitern erfolgreich demonstriert werden konnte [FSS⁺96] [FES⁺98]. Die Methode ist elementselektiv und erlaubt prinzipiell Domänenbeobachtungen in beliebigen magnetischen Feldern.

Der XMCD-Effekt

Die Existenz des XMCD-Effekts wurde im Jahr 1987 von G. Schütz und Mitarbeitern experimentell nachgewiesen [SWW⁺87]. In der Röntgenabsorptionsspektroskopie (*X-ray Absorption Spectroscopy*, XAS) wird die energieabhängige Absorption $\mu(E)$ durch das folgende exponentielle Absorptionsgesetz definiert:

$$\frac{I(E)}{I_0(E)} = \exp(-\mu d).$$

I_0 bezeichnet dabei die Strahlungsintensität vor einem Absorber und I die Intensität dahinter. d ist die Dicke des Absorbers. In der Ein-Teilchen-Näherung können Absorptionsprozesse im Festkörper unterhalb der Ionisationsenergie als Anregung eines Elektrons von einer inneren Schale in freie Zustände oberhalb der Fermikante betrachtet werden. Damit ähnelt der XMCD-Effekt dem magneto-optischen Kerr-Effekt mit Ausnahme der Anfangszustände, die beim MOKE nur wenig unterhalb Fermi-Energie liegen. Das Röntgenabsorptionsspektrum ist charakterisiert durch eine Serie von Absorptionskanten, die nach der Schale des Ausgangszustandes benannt werden (K, L, M, ... für $n=1, 2, 3, \dots$). Treten innerhalb einer Schale mehrere Kanten auf, so werden diese nach absteigender Energie durchnummieriert, wobei Spin-Bahn-aufgespaltene Zustände einzeln gezählt werden. Jede Kante repräsentiert die Öffnung eines neuen Absorptionskanals, weshalb die Absorption hinter der Kante größer ist als davor.

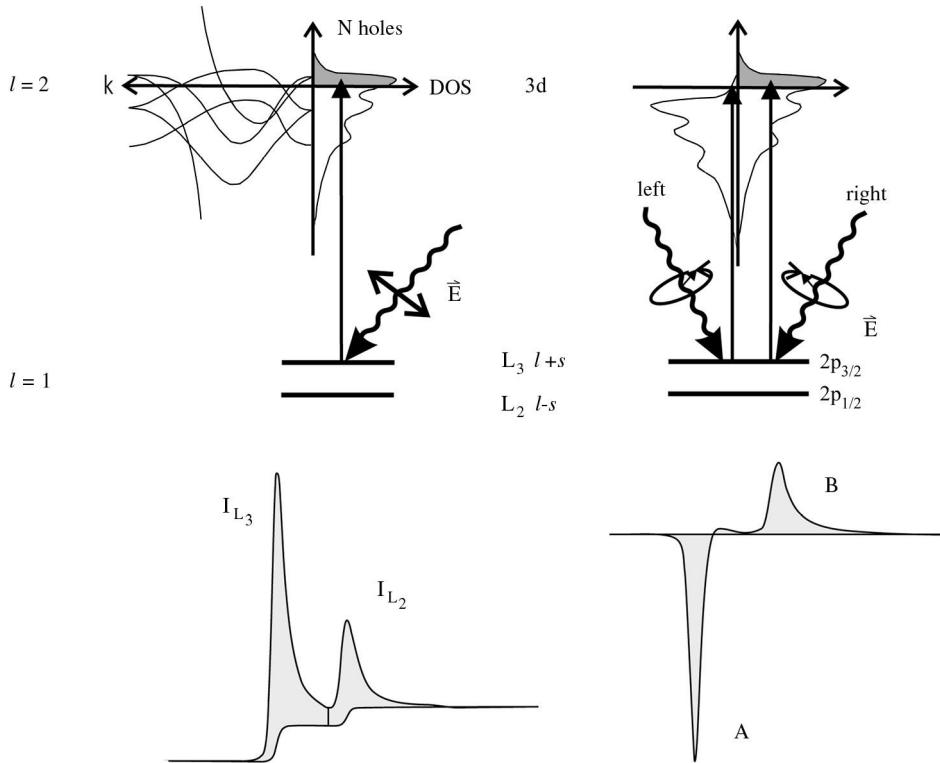


Abbildung 3.20: XMCD-Effekt im Ein-Teilchen-Bild für ein 3d-Übergangsmetall. Die Anregung erfolgt aus den Spin-Bahn-aufgespaltenen 2p-Zuständen ins 3d-Leitungsband oberhalb der Fermi-Energie. Zur besseren Übersichtlichkeit sind im Energieschema (*oben*) nur Anregungen an der L₃-Kante dargestellt, zusammen mit der Zustandsdichte der Endzustände. *Darunter* finden sich entsprechende Röntgen-Absorptionsspektren (L₂- und L₃-Kante). *Links:* Elektronischer Übergang bei herkömmlicher Röntgenabsorption mit linear polarisierter oder unpolarisierter Strahlung. Darunter das zugehörige Absorptionsspektrum. *Rechts:* Magnetischer Röntgenzirkulardichroismus bei zirkular polarisierter Strahlung mit Anregung in Spin-aufgespaltene Endzustände. Das dichroische Spektrum stellt die Differenz der Absorptionsspektren für rechts- und linkszirkulare Polarisation dar. Aus [Stö99].

Die folgende qualitative Diskussion konzentriert sich auf die für die Untersuchung der ferromagnetischen 3d-Übergangsmetalle (Fe, Co, Ni) wichtigen L₂- und L₃-Kanten, bei denen Elektronen aus den Spin-Bahn-aufgespaltenen 2p_{1/2}- und 2p_{3/2}-Zuständen angeregt werden. Entsprechend der elektrischen Dipol-Auswahlregel⁷ $\Delta l = \pm 1$, die aus der Erhaltung des Drehimpulses \hbar des absorbierten Photons folgt, enthalten die Absorptionsspektren sowohl Anteile der Übergänge p → d als auch p → s, wobei der p → d - Kanal um einen Faktor von mehr als 20 dominiert [Stö99]. Die Übergangswahrscheinlichkeit ist nach Fermis goldener Regel proportional zur Anzahl der Endzustände, d.h. die angeregten Elektronen stellen eine Sonde zur Abtastung der Dichte

⁷Zusätzlich gilt $\Delta j = 0, \pm 1$.

unbesetzter Zustände im 3d-Leitungsband dar (Abbildung 3.20). Dies äußert sich im Absorptionsspektrum in scharfen Resonanzlinien an der L₂ und L₃-Kante (*white lines*), deren integrierte Fläche I_{L₂} + I_{L₃} proportional zur Anzahl der unbesetzten Zustände im Leitungsband ist. Ist die einfallende Röntgenstrahlung links- (bzw. rechts-) zirkular polarisiert, so bewirkt die entsprechende Dipol-Auswahlregel⁸ $\Delta m_l = +1$ (-1) einen endlichen Erwartungswert der Projektion des Bahndrehimpulses des angeregten Elektrons auf die Photonen-Einfallsrichtung. Zudem bewirkt die Spin-Bahnkopplung einen teilweisen Transfer des Photonen-Drehimpulses auf den Elektronenspin. Die Spin- und Bahnpolarisation des angeregten Elektrons können auf der Basis von Clebsch-Gordan-Koeffizienten berechnet werden [FES⁺⁹⁸]. Für die Bahnpolarisation ergibt sich $\langle l_z \rangle = +75\%$. Da die p_{3/2} und p_{1/2}-Zustände ein unterschiedliches Vorzeichen der Spin-Bahn-Kopplung aufweisen ($l+s$ und $l-s$), ist die Spin-Polarisation des Elektrons an der L₃ und L₂ Kante entgegengesetzt, nämlich $\langle \sigma_z \rangle = +25\%$ und -50%, was die verschiedenen Vorzeichen der dichroischen Peaks der beiden Kanten erklärt (Abbildung 3.20 rechts unten). Die Umkehrung der zirkularen Polarisationsrichtung bewirkt auch eine Änderung des Vorzeichens von $\langle l_z \rangle$ und $\langle \sigma_z \rangle$. Das austauschaufgespaltene 3d-Valenzband wirkt nun gemäß Fermis goldenen Regel als Detektor für Spin und Bahndrehimpuls des Elektrons. Die Quantisierungsachse von Spin- und Bahnmoment des Elektrons ist dabei jedoch durch die lokale Magnetisierungsrichtung vorgegeben, weshalb diese für einen maximalen XMCD-Effekt mit der Einfallsrichtung der Röntgenstrahlung übereinstimmen muss. Aus Symmetriegründen hat die Umkehrung der zirkularen Polarisationsrichtung die gleiche Auswirkung auf das dichroische Spektrum wie die Inversion der Magnetisierungsrichtung, wobei letzteres experimentell meist leichter zu realisieren ist. Weichen Photonen- und Magnetisierungsrichtung voneinander ab, so wird der XMCD-Effekt durch die Projektion der Magnetisierung auf die Strahlrichtung bestimmt. Die maximal erzielbare relative Änderung der Absorption liegt bei 50% [FES⁺⁹⁸], so dass der XMCD-Effekt hervorragend als elementselektiver magnetischer Kontrastmechanismus bei der Röntgen-Transmissionsmikroskopie geeignet ist.

Summenregeln: Die von Thole, Carra und Mitarbeitern aufgestellten Summenregeln [TCSvdL92] [CTAW93] stellen ein Werkzeug zur getrennten Bestimmung von Spin- und Bahnmoment am Ort des absorbierenden Atoms dar: Ausgangspunkt ist die Überlegung, dass durch die Absorption von Photonen mit entgegengesetzter zirkularer Polarisation die unbesetzten spin- und bahnaufgespaltenen Zustände im 3d-Valenzband getrennt abgetastet werden können, so dass die Flächen A und B unter den L₃- und L₂-Resonanzlinien des dichroischen Spektrums proportional zur Differenz der unbesetzten Zustände mit gegensätzlicher Spin- und Bahnorientierung sind, woraus auf die Differenz der besetzten Zustände und somit auf das lokale Spin- und Bahnmoment geschlossen werden kann. Betrachtet man die oben angegebenen Erwar-

⁸Wegen $\Delta s = 0$ ist $\Delta m_j = \Delta m_l$.

tungswerte für die Spin- und Bahnpolarisation des angeregten Elektrons und gewichtet diese noch mit der Anzahl der Elektronen in den Ausgangszuständen (4 für $p_{3/2}$ und 2 für $p_{1/2}$), so erkennt man, dass sich der Spin-Anteil in der Summe A+B aufhebt ($4 \cdot 25\% + 2 \cdot (-50\%)$), der Bahn-Anteil jedoch nicht, weshalb A+B proportional zum Bahnmoment ist. In der Differenz A-2B dagegen hebt sich der Bahn-Anteil auf, und es ergibt sich ein Wert proportional zum lokalen Spinnmoment. Der Proportionalitätsfaktor kann aus $I_{L_2} + I_{L_3}$ bestimmt werden, was eine absolute Quantifizierung der Messungen erlaubt. Eine genauere Darstellung des Sachverhalts ist in [Stö99] gegeben. Da Vielteilcheneffekte bei der Herleitung nicht berücksichtigt wurden, weisen die mit Hilfe der Summenregeln erhaltenen Ergebnisse gewöhnlich einen Fehler in der Größenordnung von 10–20% auf. In MTXM-Experimenten konnten die Summenregeln bislang noch nicht erfolgreich angewendet werden, da der zu geringe Photonenfluss der wenigen verfügbaren Röntgenmikroskope starke statistische Schwankungen mit sich bringt, die eine räumlich aufgelöste Auswertung praktisch unmöglich machen [Eim02].

Aufbau eines MTXM

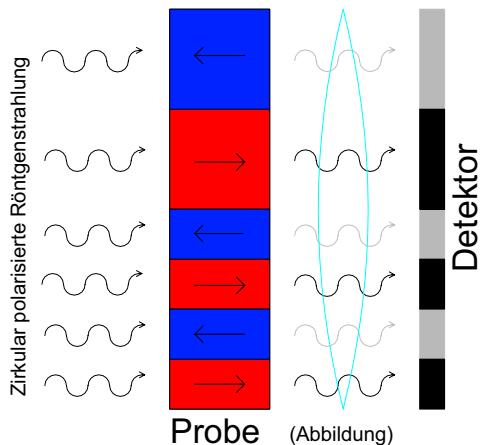


Abbildung 3.21: Prinzip der Domänenabbildung in einem magnetischen Transmissions-Röntgenmikroskop.

Abbildung 3.21 zeigt das Prinzip der Domänenabbildung in einem magnetischen Transmissions-Röntgenmikroskop. Die Transmission der einfallenden zirkular polarisierten Röntgenstrahlung hängt an der L_2 - und der L_3 -Kante von der Magnetisierungsrichtung der Domänen relativ zur Einfallsrichtung der Röntgenstrahlung ab. Die so intensitätsmodulierte, transmittierte Strahlung wird von einer geeigneten Röntgenoptik auf einen Detektor abgebildet.

Der Strahlengang eines magnetischen Transmissions-Röntgenmikroskops ist in Abbildung 3.22 schematisch dargestellt. Als fokussierende Elemente dienen

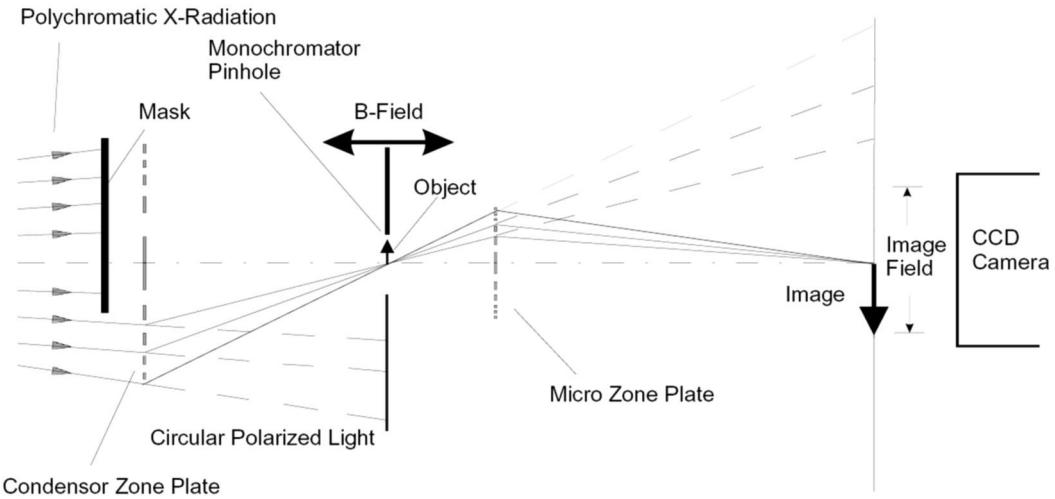


Abbildung 3.22: Strahlengang eines magnetischen Transmissions-Röntgenmikroskops (nicht maßstabsgerecht). Aus [FSS⁺96].

Fresnel-Zonenplatten, die mittels Elektronenstrahllithografie hergestellt werden. Die Kondensor-Zonenplatte (*Condensor Zone Plate*, CZP) dient zur Sammlung der einfal-lenden Röntgenstrahlung und somit zur Erhöhung des Photonenflusses am Probenort. Da die Brennweite einer Zonenplatte abhängig von der Wellenlänge ist, dient die CZP zusammen mit einer Lochblende (Durchmesser ca. $10\mu\text{m}$) kurz vor der Probe darüber-hinaus als Monochromator, dessen Wellenlänge durch Verschieben der CZP eingestellt wird. Die intensive 0. Beugungsordnung der CZP wird durch Blenden eliminiert (nicht eingezeichnet). Die transmittierte Strahlung wird hinter der Probe von einer Zonenplatte mit kleinem Durchmesser, der sogenannten Mikrozonenplatte (MZP), auf die Rückseite eines CCD-Chips mit gedünntem Substrat vergrößert abgebildet. Das räumliche Auflösungsvermögen ist durch die Breite des äußersten Ringes der MZP gegeben; 20nm stellen dabei die Grenze des derzeit Machbaren dar.

Bislang sind ausschließlich Synchrotronstrahlenquellen in der Lage, den für die Transmissions-Röntgenmikroskopie erforderlichen Photonenfluss mit der nötigen zirkularen Polarisation zur Verfügung zu stellen. Dabei wird für gewöhnlich die Strahlung eines Ablenkungsmagneten ausgenutzt, die in der Ringebene linear polarisiert ist, darüber und darunter jedoch mit wachsendem vertikalen Versatz eine zunehmende zirkulare Polarisation aufweist⁹. Allerdings nimmt die Strahlungsintensität ebenfalls stark ab, so dass man einen Kompromiss zwischen Intensität und Polarisationsgrad eingehen muss. Im Falle des MTXM genügt es, einen Teil des Strahls auszublenden, wie in Abbildung 3.22 angedeutet, womit ein Polarisationsgrad von ca. 60% erreicht werden kann [FES⁺98]. Eine weitaus brillantere Strahlenquelle stellen sogenannte *Insertion devices* wie z.B. helikale Undulatoren dar, die durch eine Anordnung von Permanent-

⁹Man blickt sozusagen etwas von oben oder unten auf die umlaufenden Elektronen bzw. Positronen, so dass deren Bahn elliptisch erscheint.

magneten die Teilchen im Speicherring auf eine Schraubenbahn zwingen und somit die Emission hochgradig polarisierter Strahlung in einem engen Energieband erreichen.

Verwendete Röntgenmikroskope

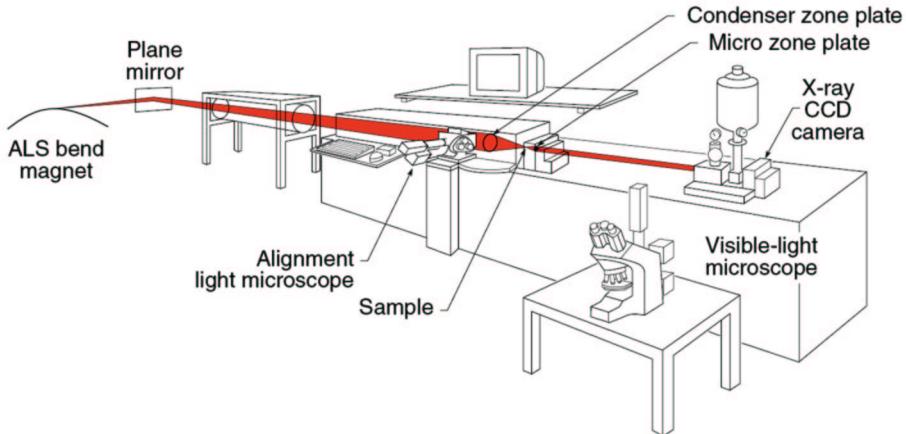


Abbildung 3.23: Schematischer Aufbau des TXM in Berkeley. Aus [Adv02].

In der vorliegenden Arbeit kamen die Röntgenmikroskope am *Berliner Elektronen-Synchrotron* BESSY I in Berlin und an der *Advanced Light Source* (ALS) des *Lawrence Berkeley National Laboratory* in Berkeley, Ca. (USA) zum Einsatz, wobei ein Großteil der Untersuchungen an letzterem durchgeführt wurde. Beide Geräte nutzen die Strahlung eines Ablenkagneten im weichen Röntgenbereich, die zum Schutz der Apparaturen und des Aufenthaltsbereichs vor hochenergetischer Bremsstrahlung sowie zur Tiefpass-Filterung zunächst an einem Ablenkspiegel reflektiert wird (Abbildung 3.23). Die Mikroskope sind vom Design her auf die Untersuchung biologischer Proben ausgelegt und besitzen deshalb am Probenort einen Luftspalt, während der gesamte sonstige Strahlengang im Vakuum verläuft. Die Anwendbarkeit der Methode auf Fragestellungen aus dem Gebiet des Magnetismus war zum Zeitpunkt der Konzeption beider Apparaturen noch nicht einmal bekannt. Elektromagneten zur Felderzeugung am Ort der Probe mussten daher nachträglich improvisiert werden; die Möglichkeiten sind jedoch konstruktionsbedingt in beiden Fällen eingeschränkt: Am BESSY I besaß die MZP eine magnetische Halterung und es bestand die Gefahr einer Ablösung in zu großen Feldern; am ALS zeigte sich ebenfalls ein Einfluss von hohen Magnetfeldern auf die Halterung der MZP, die aus einer Invar-Legierung besteht, was durch die auftretenden Kräfte zu einer Defokussierung führte. Somit lagen die maximal erreichbaren Felder am ALS in Strahlrichtung bei ca. 3,5kOe, was die feldabhängigen Untersuchungen von Fe/Au-Viellagenschichten stark einschränkte. Der Aufbau der beiden Mikroskope ist in den Abbildungen 3.23 und 3.24 skizziert. Beide Anlagen besitzen Möglichkeiten zur Probenjustierung mit Hilfe eines optischen Mikroskops, was zum Auffinden der

Membranöffnungen der hier untersuchten Proben unerlässlich ist. Tabelle 3.1 zeigt eine Zusammenstellung der Eckdaten des Mikroskops in Berkeley. Das Herzstück eines TXM stellen die Zonenplatten dar, da diese die Abbildungseigenschaften bestimmen. Eine Kondensorzonenplatte besteht aus über 40000 Ringen auf einem Durchmesser von 9mm, von denen der äußerste 55nm breit ist [NSG⁺]. Die am ALS verwendete MZP besitzt 600 Ringe, wobei der Äußerste eine Breite von 25nm besitzt [Adv02]. Dementsprechend lag die maximale räumliche Auflösung bei den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen bei ca. 25nm. Es stellte sich heraus, dass die magnetische Empfindlichkeit der bestehenden Röntgenmikroskope relativ begrenzt ist: Der im Fall der hier untersuchten Eisen/Gold-Proben resultierende Kontrast lag bei einer Belegung von 100 Monolagen Eisen im Bereich 5–10%, was aber zum Teil auf die relativ starke Absorption durch den hohen Goldanteil in den Proben zurückzuführen ist. Der Kontrast ist allerdings zur Domänenabbildung völlig ausreichend, zumal wenn man bedenkt, dass z.B. in der Kerr-Mikroskopie meist deutlich geringere Kontraste auftreten. Derzeit befindet sich ein dediziertes MTXM am BESSY II in der Aufbauphase, dessen Photonенflussdichte durch die Verwendung eines helikalen Undulators als Strahlenquelle sowie durch einen vollkommen im Vakuum verlaufenden Strahlenweg deutlich höher ist. Ein supraleitender Magnet macht zudem Untersuchungen in einem weiten Bereich von magnetischen Feldstärken möglich.

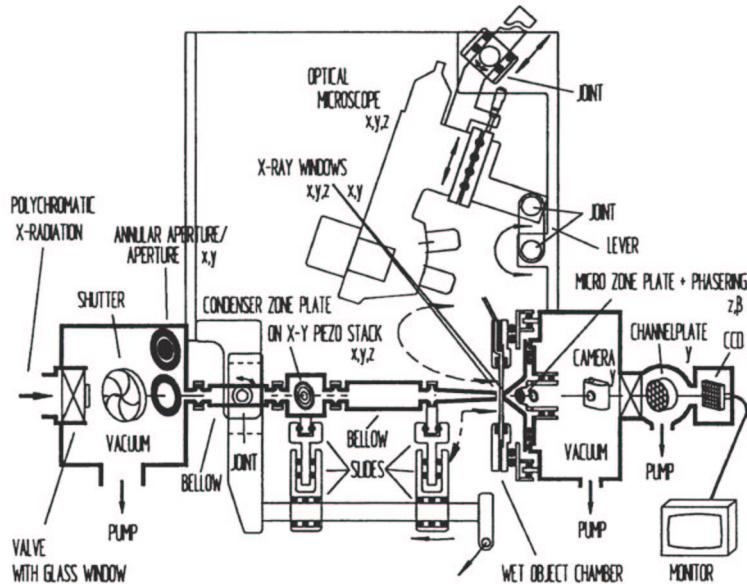


Abbildung 3.24: Mechanischer Aufbau des TXM in Berlin. Aus [NSG⁺].

Merkmale der Methode

Zusammenfassend bestehen die herausragenden Merkmale der magnetischen Transmissions-Röntgenmikroskopie in ihrer relativ hohen Auflösung im Bereich 20–

Photonenenergie [eV]	300 – 800
Spektrale Auflösung $E/\Delta E$	500 – 700
Räumliche Auflösung	25nm
Vergrößerung	500 – 3000 - fach
Photonen pro Bild	$\approx 10^9$ bei 3s Verschlusszeit
Auflösung CCD-Sensor	1000 × 1000 Pixel

Tabelle 3.1: Eckdaten des Röntgenmikroskops in Berkeley [Adv02] [Eim02].

30nm, der Elementselektivität sowie der Möglichkeit zu magnetischen Abbildungen in hohen Magnetfeldern. In der primär verwendeten Geometrie, bei der die Röntgenstrahlung senkrecht zur Probenoberfläche einfällt, bildet die Methode senkrechte Magnetisierungskomponenten ab. Durch ein Verkippen der Probe können auch Komponenten in der Schichtebene erfasst werden [EFK⁺01], wobei allerdings immer auch eine Überlagerung durch eventuelle senkrechte Anteile stattfindet. Mit fortgeschrittenen Mikroskopen wird zudem die ortsaufgelöste Bestimmung von Spin- und Bahnmomenten möglich werden.

Andererseits erfordert die magnetische Transmissions-Röntgenmikroskopie eine sehr aufwändige Technik zur Präparation röntgentransparenter Proben, was das Anwendungsfeld in gewissem Maße einschränkt. Zudem erfordert die Methode eine gewaltige Infrastruktur in Form der benötigten Synchrotronstrahlenquelle sowie bei der Herstellung der Fresnel-Zonenplatten.

3.4.2 Lorentz-Transmissionselektronenmikroskopie

Wird eine dünne magnetische Schicht mit Hilfe der Transmissions-Elektronenmikroskopie untersucht, so wirkt die magnetische Induktion der Probe über die Lorentzkraft auf die transmittierten Elektronen. Diese Tatsache lässt sich zur Erzielung eines magnetischen Kontrasts ausnutzen, was als Lorentzmikroskopie bezeichnet wird. Diese ist in die Kategorie der Phasenkontrastmethoden einzuordnen, da hier Absorptionseffekte im Gegensatz zu MTXM kaum beitragen. Zur Kontrastgenerierung werden hauptsächlich zwei Techniken eingesetzt, nämlich die Focault- und die Fresnelabbildung [Sat98], wobei nur Letztere in dieser Arbeit angewendet wurde. Wie aus Abbildung 3.25 ersichtlich, bewirkt die zum Elektronenstrahl senkrechte Komponente der mittleren Induktion B_{\perp} eine geringfügige Ablenkung der Elektronen um den Lorentzwinkel β . Dieser lässt sich aus der Wellenlänge λ der Elektronen und der Probendicke d bestimmen [Sat98]:

$$\beta = \frac{e\lambda}{h} B_{\perp} d.$$

Wird nun mit der Objektivlinse eine Ebene unterhalb der Probe abgebildet, was einer Defokussierung gleichkommt, so erhält man aufgrund der überlappenden und auseinanderlaufenden Teilstrahlen an den Orten der Domänenwände erhöhte bzw. erniedrigte

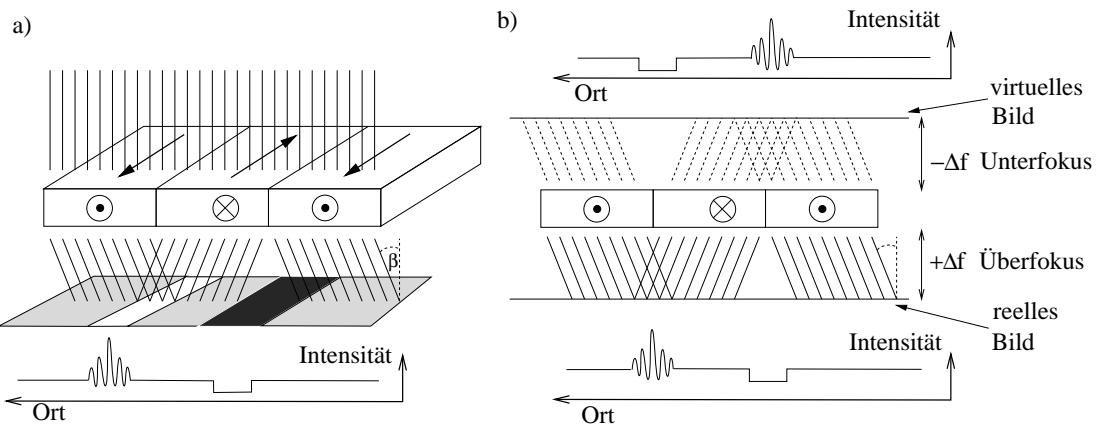


Abbildung 3.25: Fresnelabbildung einer magnetischen Probe. Die Lorentzkraft bewirkt eine Ablenkung der Elektronen um den Lorentzwinkel β . a) Bildet man durch die Defokussierung Δf eine Ebene unterhalb der Probe ab, so erscheinen Domänenwände als dunkle und helle Linien. b) Der Übergang vom Über- zum Unterfokus bewirkt eine Kontrastumkehr. Aus [Sat98].

Elektronendichten, die als helle und dunkle Linien erkennbar werden. Gleichermaßen gilt für die Abbildung des virtuellen Bildes einer Ebene oberhalb der Probe, wobei sich in diesem Fall der Kontrast umkehrt. Dieser Effekt lässt sich zur eindeutigen Identifizierung magnetischer Bildanteile ausnutzen. Weiße Wände erscheinen aufgrund von Interferenzeffekten schmäler als dunkle und sind wegen des intensiven Hauptmaximums leichter zu erkennen. Ein direkter Rückschluss auf die Domänenwandbreite ist ohne weiteres nicht möglich. Die Fresnel-Untersuchungen in dieser Arbeit wurden mit einem *Philips CM-30* TEM durchgeführt, das mit einer speziellen Lorentzlinse ausgerüstet wurde, die im Gegensatz zur normalen Objektivlinse nur ein sehr geringes Streufeld am Probenort erzeugt.

Die Lorentzmikroskopie zeichnet sich durch eine sehr gute Auflösung im Bereich von 10nm aus. Beobachtungen im Magnetfeld sind wegen der Ablenkung des Elektronenstrahls nur bei geringen Feldstärken möglich. Die Methode bildet primär Magnetisierungskomponenten in der Probenebene ab, wobei senkrechte Komponenten durch Verkippen der Probe zugänglich werden, die dann allerdings von eventuell vorhandenen in-plane-Anteilen noch überlagert werden. Da es sich um eine Transmissionsmethode handelt, ist hier ebenfalls eine aufwändige Präparationstechnik zur Herstellung transparenter Proben notwendig.

3.4.3 Magnetische Rasterkraftmikroskopie

Wie auch die Rastertunnelmikroskopie zählt die eng mit der Rasterkraftmikroskopie (*Atomic Force Microscopy*, AFM) verwandte magnetische Rasterkraftmikroskopie (*Magnetic Force Microscopy*, MFM) zur Kategorie der Rastersondenmethoden, deren

Gemeinsamkeit darin besteht, dass eine kleine Sonde die zu untersuchende Oberfläche zeilenweise abtastet, wobei ein Regelmechanismus für die Einhaltung eines geringen Abstands sorgt, der durch Messung einer geeigneten Bezugsgröße bestimmt wird.

Die Rasterkraftmikroskopie nutzt atomare Kräfte, die auf eine scharfe Spitze wirken, als Messgröße. Sie eignet sich daher im Gegensatz zum STM auch zur Untersuchung nicht-leitender Oberflächen. Die Spitze wird dazu an einem flexiblen Federbalken (*Cantilever*) befestigt, der im sogenannten Kontaktmodus durch die abstößenden Kräfte zwischen Spitze und Oberfläche leicht verbogen wird. Diese Verbiegung lässt sich empfindlich mit Hilfe eines Laserstrahls, der vom Cantilever reflektiert wird, detektieren. Eine Weiterentwicklung des Kontaktmodus stellt der dynamische Modus oder *Tapping-mode* dar, bei dem die atomaren Kräfte eine Änderung von Amplitude oder Phase eines in Resonanz schwingenden Federbalkens bewirken. Dabei durchläuft die Spitz den Bereich der langreichweiten anziehenden Van-der-Waals-Kräfte und nähert sich der Oberfläche bis zum Einsetzen der Coulomb-Abstoßung, die eine Dämpfung der Schwingung bewirkt [Sch01].

Die magnetische Rasterkraftmikroskopie verwendet eine magnetisch beschichtete Spitz als Sonde, mit der Streufelder über der Probenoberfläche detektiert werden können. Um das Topographiesignal vom magnetischen Signal zu separieren, nutzt das verwendete *MultimodeTM-AFM* der Firma *Digital Instruments* den sogenannten *Lift-ModeTM*, bei dem jede Zeile zweimal abgerastert wird, wobei beim zweiten Mal die im ersten Durchgang gemessene Topografie bei abgeschalteter Regelung mit größerem Abstand (ca. 30–50nm) nachgefahren wird. Dadurch werden die Van-der-Waals-Kräfte näherungsweise konstant gehalten und die magnetischen Kräfte dominieren [Sch01]. Leider kommt es besonders bei weichmagnetischen Proben häufig vor, dass das Streufeld der Spitz die zu untersuchende Domänenkonfiguration verändert. Dieser Effekt kann durch einen erhöhten Abstand zur Oberfläche oder durch die Verwendung von Spitzen mit kleinem magnetischen Moment verringert werden, worunter allerdings die Empfindlichkeit leidet. Umgekehrt wird aber auch die magnetische Konfiguration der Spitz von den Streufeldern der Probe beeinflusst.

MFM ermöglicht schnelle, qualitative mikromagnetische Untersuchungen bei vergleichsweise geringem apparativem Aufwand, ohne eine besondere Probenpräparation zu erfordern. Die erreichbare Auflösung liegt im Bereich 30–100nm. Die komplexe Wechselwirkung von Probe und Spitz macht eine eindeutige Interpretation oder gar Quantifizierung der erhaltenen Ergebnisse jedoch äußerst problematisch. Die Methode erlaubt außerdem Messungen in externen Feldern.

3.4.4 Vergleich der Methoden

Tabelle 3.4.4 stellt die Hauptmerkmale der verwendeten Methoden zur Domänenabbildung gegenüber und setzt sie in Relation. Die Angaben für LTEM beziehen sich auf die Fresnel-Abbildung.

	MTXM	LTEM	MFM
Auflösung	20–30nm	$\leq 10\text{nm}$	30–100nm
Maximales Magnetfeld	theor. ∞	wenige kOe	einige kOe
Bestimmung der Magnetisierung	quantitativ	indirekt	indirekt
Anforderungen Probenpräparation	hoch	hoch	gering
Apparativer Aufwand	sehr hoch	hoch	moderat

Tabelle 3.2: Gegenüberstellung der Hauptmerkmale der verwendeten Methoden zur Domänenabbildung.

Kapitel 4

Durchführung der Experimente

4.1 Probenpräparation

Epitaktische Fe/Au-Viellagenschichten wurden entsprechend der in Abschnitt 3.1 erläuterten Vorgehensweise mittels MBE auf GaAs-Substraten hergestellt. Der Einfluss erhöhter Stufendichten auf die magnetischen Eigenschaften wurde untersucht, indem einige Proben auf vizinalen Substraten mit leichtem Fehlschnitt gegenüber der (001)-Ebene präpariert wurden. Es wurden überwiegend Proben mit Einzellagendicken von 1,0ML hergestellt, um eine maximale senkrechte Anisotropie zu gewährleisten; zum Vergleich wurden aber auch einige Proben mit davon abweichenden Einzellagendicken untersucht. Nanostrukturierte Schichten wurden mittels optischer Lithografie im *Lift-off*-Verfahren und per ESL und Ar-Ionenätzen unter Auger-Tiefenkontrolle präpariert. Die erzeugten Nanostrukturen liegen im Größenbereich 200nm – 1 μ m. Nachdem es in frühen Versuchen zur Membranherstellung mittels nasschemischem Ätzen nicht gelang, Membrandurchmesser unter 100 μ m zu erzeugen, was die Membranen sehr anfällig gegenüber mechanischer Beschädigung machte, wurde eine Technik auf der Basis eines laserinduzierten Ätzprozesses entwickelt, mit der Durchmesser unter 50 μ m realisiert wurden.

4.1.1 Schichtherstellung mittels Molekularstrahlepitaxie

Substratvorbehandlung

Als Substrate dienten 2-Zoll-GaAs(001)-n⁺(Te)-Wafer der Firma *Freiberger*. Die n-Dotierung ist eine Grundvoraussetzung für die Membranpräparation mittels Laserinduziertem Ätzen (siehe Abschnitte 3.1.3 und 4.1.4). Es standen sowohl singuläre als auch vizinal geschnittene Einkristalle zur Verfügung, die laut Hersteller speziell als Substrate für epitaktisches Wachstum geeignet sind (Produktbezeichnung „*Epi-ready*“). Auf eine andernfalls angebrachte *ex-situ*-Vorbehandlung zur Entfernung von Oxidschichten konnte daher verzichtet werden. Die Wafer wurden in einem Ritzer der Firma *Karl Suss* mit einer Diamantnadel in <110>-Richtungen angeritzt und

durch vorsichtiges Klopfen auf die Rückseite in Stücke von typischerweise $1\text{cm} \times 1\text{cm}$ gebrochen. Die so gewonnenen Substrate wurden durch Abblasen mit Helium von Bruchrückständen befreit und dann mittels Andruckfedern auf Edelstahlprobenträger der Firma *Omicron* fixiert. Eine dünne Schicht aus flüssigem In-Ga-Eutektikum zwischen Probe und Trägertablett dient dabei zur Verbesserung der Wärmeleitung und stellt durch teilweises Einlegieren – unter den bei der Substratreinigung auftretenden hohen Temperaturen – in das GaAs den für die Rastertunnelmikroskopie unerlässlichen ohmschen Kontakt zur Probe her.

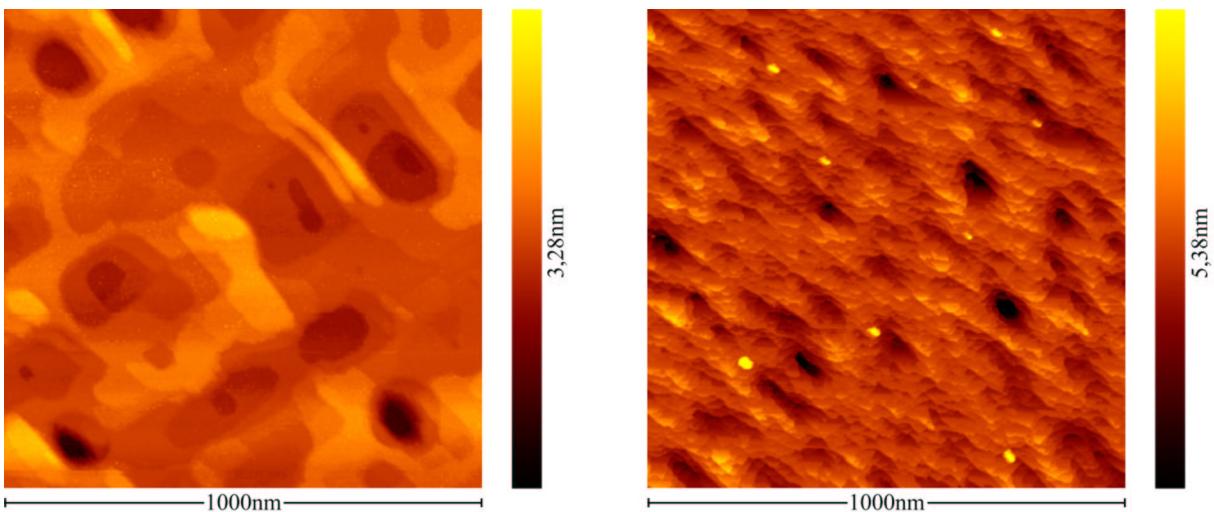


Abbildung 4.1: STM-Untersuchung von GaAs(001)-Substraten nach der Vorbehandlung durch Heizen und Argon-Ionen-Beschuss. *Links:* Singulärer Wafer mit atomar glatten Terrassen, die Durchmesser von mehreren 100nm erreichen. *Rechts:* Vizinales Substrat, Fehlschnitt $1,5^\circ$, Gradient in [010]-Richtung (entspricht der vertikalen Richtung im Bild). Die mittlere Terrassenbreite in dieser Richtung beträgt ca. 10–11nm. Die Stufenkanten verlaufen bevorzugt in $\langle 110 \rangle$ -Richtungen und sind daher zickzackförmig.

Nach dem Einschleusen in die MBE-Anlage wurden die Substrate zunächst durch vorsichtiges Aufheizen von Adsorbaten (hauptsächlich Wasser) befreit. Der Kammerdruck wurde dabei unter $5 \times 10^{-8}\text{mbar}$ gehalten. Durch weitere Temperaturerhöhung auf ca. 580°C zersetzen sich oberflächliche Gallium- und Arsen-Oxide, was sich im RHEED-Beugungsbild im Übergang von diffuser Streuung zu typischen 3D-Durchstrahlungsreflexen äußert [Köh97]. Der nach dieser Behandlung noch auf der Oberfläche nachweisbare Kohlenstoff kann durch Beschuss mit Argon-Ionen entfernt werden. Um eine effiziente Entfernung von Verunreinigungen zu gewährleisten, wurden die Proben zunächst bei Temperaturen um 610°C für ca. 20–30min mit Argon-Ionen¹ der Energie 1,0keV bestrahlt. Durch den damit verbundenen Materialabtrag entsteht trotz der bei diesen Temperaturen zu erwartenden Arsen-Desorption keine übermäßige

¹Probenstrom 1,2–1,5 μA , Einfallsinkel 45° zur Oberfläche, Einfallsrichtung [110]

Arsen-Verarmung der Oberfläche. Zur Glättung der Oberfläche und um Schäden durch den Ionenbeschuss zu reduzieren, wurde die Behandlung im Anschluss bei reduzierter Temperatur (ca. 550°C) und Ionenergie (0,50keV) noch ca. 15min fortgeführt. Danach wurden Probenheizung und Ionenbeschuss gleichzeitig abgeschaltet. Die folgende langsame Abkühlphase dient dabei noch als Temperschritt, der zur abschließenden Glättung der GaAs-Oberfläche und zur Ausheilung von Strahleninduzierten Kristalldefekten dient. Durch die beschriebene Vorbehandlung erhält man saubere und atomar glatte GaAs-Oberflächen, wie aus den in Abbildung 4.1 dargestellten STM-Bildern ersichtlich. Man erkennt ausgedehnte atomar glatte Terrassen, deren mittlere Breite jedoch schon durch einen geringen Fehlschnitt der Substratoberfläche von 1,5° signifikant reduziert wird.

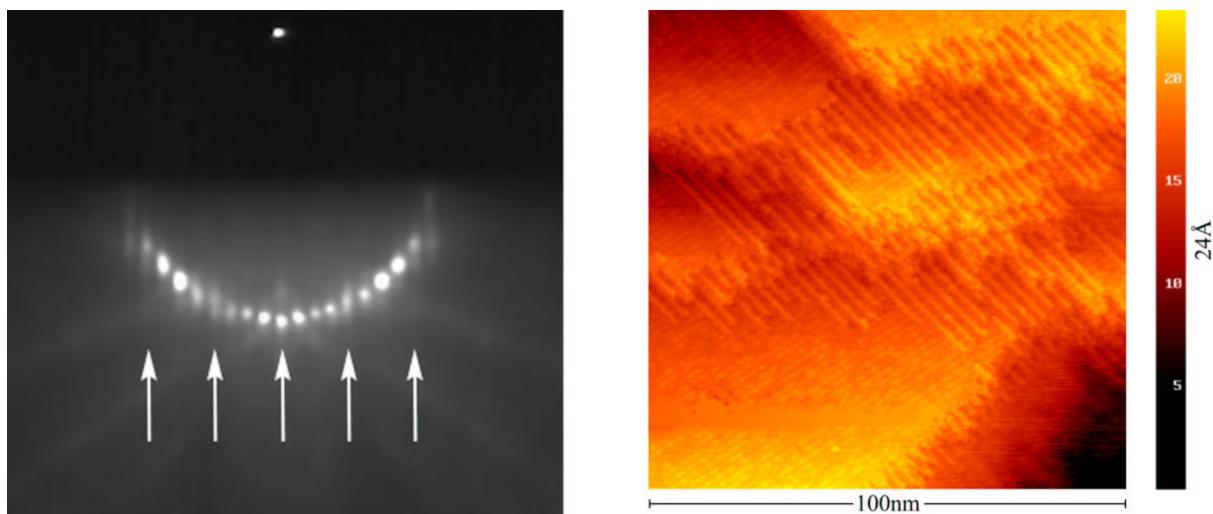


Abbildung 4.2: RHEED- und STM-Untersuchung eines vorbehandelten GaAs-Substrats. *Links:* Im RHEED-Beugungsbild ist die 4-fach-Periodizität in $\langle\bar{1}10\rangle$ -Richtung deutlich erkennbar (die Hauptreflexe, die sich hier nicht a priori von den Überstrukturreflexen unterscheiden, sind durch Pfeile markiert. Erst der Vergleich der Reflexabstände z.B. mit RHEED-Aufnahmen einer später aufgebrachten Eisenschicht erlaubt die eindeutige Identifikation). *Rechts:* Das Rastertunnelmikroskop zeigt die Koexistenz von (2×6) - und (4×2) -rekonstruierten Bereichen. (2×6) : Diagonal von oben links nach unten rechts verlaufende Streifen, bevorzugt an Stufenkanten; die (4×2) -Rekonstruktion verläuft senkrecht dazu. Die Scanrichtung (horizontal) entspricht der $[100]$ -Richtung.

Nachdem sich das Substrat auf Zimmertemperatur abgekühlt hat, erkennt man im RHEED-Beugungsbild eine über die gesamte Substratoberfläche gleichmäßig ausgeprägte (4×6) -Überstruktur, die, wie STM-Untersuchungen zeigen, durch die Überlagerung der Beugungsbilder von (2×6) - und (4×2) -rekonstruierten Bereichen entsteht (Abbildung 4.2). Daraus kann geschlossen werden, dass die beschriebene Vorbehandlungsprozedur eine mittlere Arsen-Verarmung der Oberfläche bewirkt (vergleiche Abschnitt 3.1.1), bei der sowohl schwächer verarmte Bereiche mit (2×6) -Struktur als

auch die Arsen-arme (4×2)-Rekonstruktion auftreten.

Eisen-Vorbekeimung

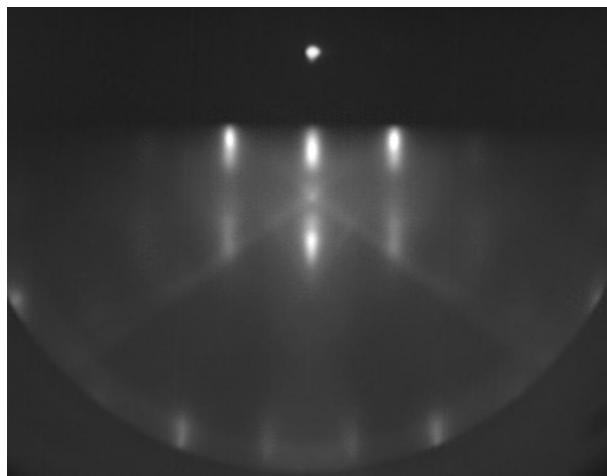


Abbildung 4.3: Das RHEED-Beugungsbild der Eisen-Keimschicht (6 ML) zeigt vertikal gestreckte Durchstrahlungsreflexe, was auf flache Inseln hindeutet (Elektronenstrahl parallel GaAs[110] bzw. Fe<110>).

Die Vorbekeimung des GaAs-Substrats mit Eisen stellt die Voraussetzungen für das epitaktische Wachstum weiterer Gold- oder Eisenschichten her. RHEED-Beobachtungen während des Fe-Wachstums bei Zimmertemperatur (Depositionsrate 1–2ML/min) stützen die in Abschnitt 3.1.1 dargelegten bisherigen Erkenntnisse: Man beobachtet zunächst ein Verschwinden der GaAs-Reflexe, an deren Stelle ein größtenteils diffuses Beugungsbild tritt. Diese Phase entspricht der Bildung kleiner Eiseninseln, deren Durchmesser noch im Bereich einiger Gitterkonstanten liegt, so dass deren Beugungsreflexe stark verbreitert sind und im RHEED als diffuser Untergrund erscheinen. Im Dickenbereich 2–4ML beobachtet man ein Einsetzen von Fe-Reflexen, was mit der Koaleszenz der sich anfänglich bildenenden Eiseninseln erklärt werden kann. Um sicherzustellen, dass die Fe-Oberfläche keine Lücken aufweist, wurde für die Keimschichten eine Belegung von 6–7ML gewählt. Das Beugungsbild einer 7ML Fe-Keimschicht ist in Abbildung 4.3 dargestellt. Man erkennt vertikal gestreckte Durchstrahlungsreflexe, was auf flache Inseln hinweist. Dieses Ergebnis deckt sich mit den Erkenntnissen aus STM-Untersuchungen, wo flache, hügelartige Inseln beobachtet wurden, die z.B. im Fall einer 10ML Fe(001)-Schicht auf GaAs einen mittleren Durchmesser von 3–6nm und eine Höhe von 2–3Å aufweisen [Lee98]. Die Fe-Oberfläche spiegelt die Struktur der Inseln wider, die sich zu Beginn der Deposition gebildet haben. Da im Anschluss an die Koaleszenz der Inseln ein Wachstum durch Stufenpropagation anzunehmen ist [Bro00], setzt sich diese Oberflächenstruktur natürlich über viele weitere Atomlagen fort.

Gold-Pufferschicht

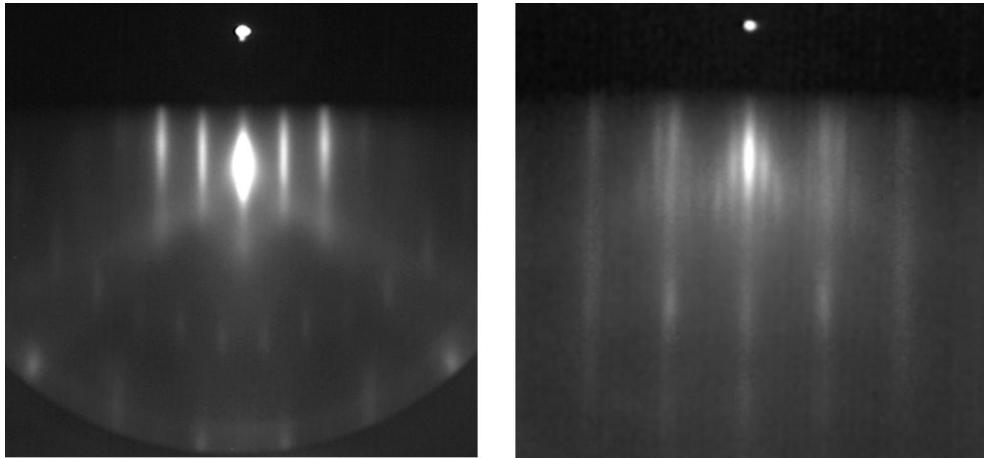


Abbildung 4.4: Vergleich der RHEED-Beugungsbilder einer 130ML Au-Pufferschicht vor (*links*) und nach (*rechts*) der Behandlung mit Argon-Ionen. Durch das Entfernen des an der Oberfläche vorhandenen Arsens geht die $p(2 \times 2)$ in die sogenannte (5×20) -Rekonstruktion über (Elektronenstrahl links parallel $\text{Au}<100>$, rechts parallel $\text{Au}<110>$).

Eine Gold-Pufferschicht ist aus zwei Gründen im Probenaufbau erforderlich: Einerseits ist die Oberfläche der Fe-Keimschicht mit ihren flachen Inseln relativ weit vom Ideal einer atomar glatten Substratoberfläche entfernt, was durch eine Au-Pufferschicht weitgehend korrigiert werden kann [Köh97]. Andererseits erfüllt die Goldschicht im weiteren Verlauf der Probenpräparation eine Reihe von Funktionen: Sie dient als Ätzstopp bei der Membranherstellung, bei nanostrukturierten Proben fungiert sie als tragende Membran, während bei unstrukturierten Proben die Viellagenschicht ebenfalls zur Membran gerechnet werden kann; der Pufferschicht fällt dann eine mechanisch stabilisierende Funktion zu. Die genannten Funktionen werden um so besser erfüllt, je größer die Dicke die Pufferschicht gewählt wird. Auf der anderen Seite ist zu beachten, dass Au einen hohen Absorptionskoeffizienten für weiche Röntgenstrahlung besitzt, so dass eine zu mächtige Pufferschicht den Kontrast der geplanten transmissionsmikroskopischen Untersuchungen über die Maßen reduzieren würde. Als Kompromiss wurde eine Dicke von 110–125ML entsprechend ca. 23–25nm gewählt, von der sich gezeigt hat, dass sie die genannten Anforderungen gerade gut erfüllt.

Während des Wachstums von Gold auf der Eisen-Keimschicht bei Zimmertemperatur (Rate 1,5–3ML/min) ist zweierlei zu beobachten: eine mit zunehmender Au-Bedeckung – vor allem während der ersten 100ML – fortschreitende Glättung der Oberfläche sowie die Ausbildung einer $p(2 \times 2)$ -Rekonstruktion, die auf das Aufschwimmen einer geringen Menge von Arsen zurückzuführen ist [Köh97]. Diese Arsenschicht kann durch behutsamen Beschuss mit Argon-Ionen² entfernt werden, worauf die für eine

² $E = 0,50\text{keV}$, Probenstrom $0,5\text{--}1,0\mu\text{A}$, Dauer ca. 5min

saubere Au(001)-Oberfläche typische sogenannte (5×20) -Rekonstruktion beobachtet werden kann (Abbildung 4.4).

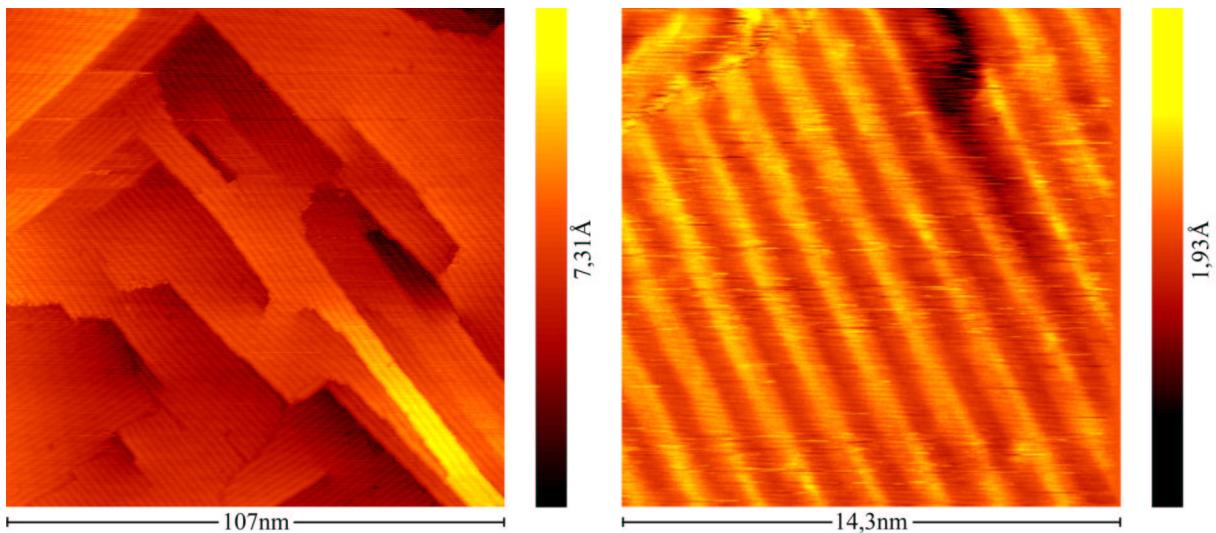


Abbildung 4.5: STM-Aufnahmen der optimierten Oberfläche einer Gold-Pufferschicht. Die (5×20) -Rekonstruktion ist *links* auf den ausgedehnten atomar glatten Terrassen deutlich erkennbar. Die Rekonstruktionsstreifen treten in zwei Richtungen ($\text{Au}<110>$) auf. Sie sind in der *rechten* Abbildung im Detail dargestellt.

Die Oberfläche des Goldpuffers kann durch einen Temperschritt weiter perfektioniert werden, wobei Temperatur und Dauer allerdings durch die ab ca. 150°C einsetzende Diffusion von Substratmaterial (hauptsächlich Gallium) an die Schichtoberfläche begrenzt werden [Köh97]. Während geringe Mengen davon leicht mittels Ionenbeschuss entfernt werden können, droht bei zu hohen Temperaturen bzw. zu langem Tempern eine Zerstörung der Probe durch die Bildung von Gallium-Tröpfchen. Um dem vorzubeugen wurde ein Kompromiss gewählt: Die Proben wurden unter RHEED-Beobachtung aufgeheizt, bis nach ca. 15min bei einer Temperatur von ca. 200°C ein Verschwinden der (5×20) -Rekonstruktion die ersten Spuren von Ga an der Oberfläche anzeigen. Die Heizung wurde dann sofort abgeschaltet und die noch heißen Proben einem weiteren Beschuss mit Argon-Ionen ausgesetzt, um das an die Oberfläche diffundierte Material zu entfernen. Eventuelle Schäden durch die Ioneneinwirkung können während der folgenden Abkühlphase noch zum Teil ausheilen. STM-Aufnahmen der resultierenden Goldoberfläche sind in Abbildung 4.5 dargestellt. Man erkennt atomar glatte Terrassen, deren Kanten eine ausgeprägte Vorzugsrichtung in $\text{Au}<110>$ -Richtung aufweisen. Die Stufenkanten enden gelegentlich in Schraubenversetzungen. Die Abmessungen der Terrassen liegen im Bereich 10–100 nm; auf ihrer Oberfläche erkennt man deutlich die Streifen der (5×20) -Rekonstruktion, die in den beiden $\text{Au}<110>$ -Richtungen verlaufen, wobei auf länglichen Terrassen die Richtung parallel zu den längeren Stufenkanten bevorzugt ist.

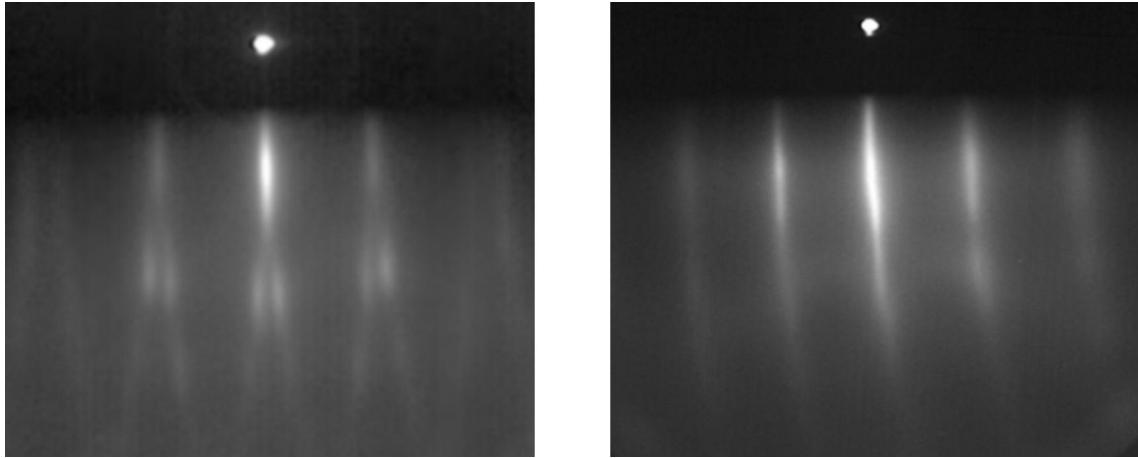


Abbildung 4.6: RHEED-Aufnahmen von Au-Pufferschichten auf singulärem (*links*) und vizinalem (*rechts*) GaAs. Der Elektronenstrahl fällt in $\text{Au}<100>$ - Richtung ein, weshalb man unter einem Winkel von 45° auf das reziproke Gitter „blickt“. Die Beugungsstäbe der Rekonstruktionsreflexe schneiden die Ewald-Kugel auf Kreisbögen und verschwimmen aufgrund ihrer Breite zu gekrümmten Linien, die zwischen den Hauptreflexen verlaufen. *Rechts* sieht man deutlich, dass bei Verwendung eines vizinalen GaAs-Substrats nur *eine* der zwei möglichen Rekonstruktionsrichtungen auftritt.

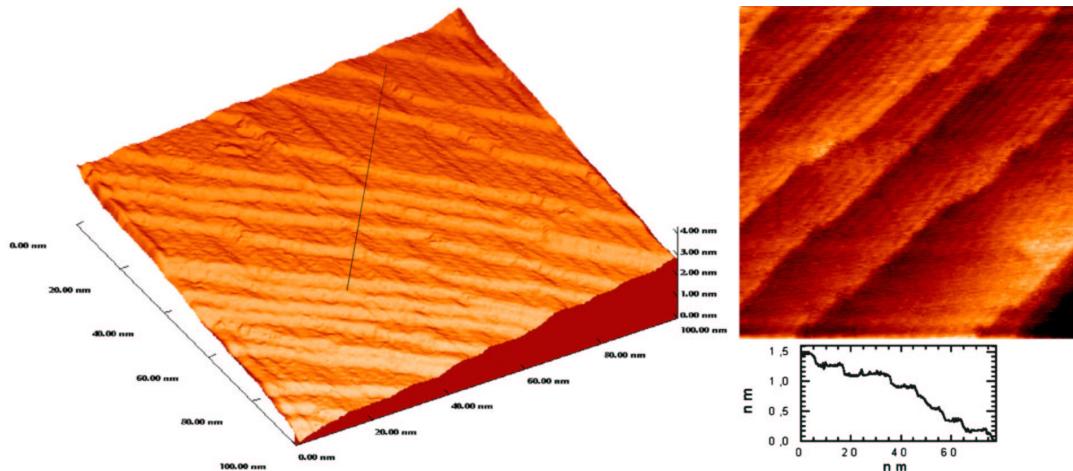


Abbildung 4.7: STM-Untersuchung an 425ML Au/Fe/GaAs (vizinal). *Links:* Das Gold behält die durch das Substrat induzierte Stufenstruktur bei (Stufenkanten verlaufen entlang $\text{Au}<110>$). Aus dem Linienprofil (*rechts unten*) geht hervor, dass es stellenweise zu *Step-Bunching* (d.h. Zusammenfallen mehrerer monoatomarer Stufen) kommt. *Rechts oben:* Der $50 \times 50 \text{ nm}^2$ -Ausschnitt zeigt, dass ausschließlich parallel zu den Stufenkanten verlaufende Rekonstruktionsstreifen auftreten (aus [Lee98]).

In Abbildung 4.6 sind RHEED-Aufnahmen von Au-Pufferschichten auf singulärem (links) und vizinalem (rechts) GaAs gegenübergestellt. Wie man sofort erkennt, tritt

im Fall des vizinalen Substrats nur eine der zwei möglichen Rekonstruktionsrichtungen auf. Diese Beobachtung deckt sich mit den Ergebnissen der STM-Untersuchungen von Tobias Leeb an einem äquivalenten System [Lee98, Seite 64 ff.] (Abbildung 4.7): Man erkennt deutlich die vom Fehlschnitt des Substrats induzierte Stufung der Goldoberfläche, wobei jedoch auch *Step-Bunching* beobachtet werden kann, d.h. mehrere monoatomare Stufen fallen zusammen. Da der Gradient des Fehlschnitts im von T. Leeb untersuchten Fall – so wie bei den in dieser Arbeit verwendeten vizinalen Substraten – in einer <110>-Richtung von Gold orientiert ist, können sich die Stufenkanten in einer ihrer bevorzugten Orientierungen senkrecht dazu anordnen und verlaufen daher gerade. Weil nun wiederum von den zwei möglichen Richtungen der Rekonstruktionsstreifen diejenige parallel zu den Stufenkanten bevorzugt ist, wird die dazu senkrechte Richtung faktisch völlig unterdrückt. Bei den hier untersuchten Proben beträgt der Fehlschnitt ca. $1,5^\circ$ in GaAs[010]-Richtung. Berücksichtigt man für Gold eine Stufenhöhe von $2,04\text{Å}$, so ergibt sich eine gegenüber Gold-Pufferschichten auf singulären Substraten deutlich reduzierte mittlere Terrassenbreite von ca. $7,8\text{nm}$.

Wachstum der Viellagenschicht

Bei der Herstellung der Viellagenschichten wurden die Einzelschichten in direkter Abfolge – beginnend mit Fe – durch computergesteuertes Öffnen und Schließen der Shutter über den Effusionszellen aufgedampft. Als Substrattemperatur wurde Zimmertemperatur gewählt, um das Risiko der Interdiffusion von Eisen und Gold zu minimieren. Die Wachstumsraten lagen im Bereich von 1–3 Monolagen pro Minute.

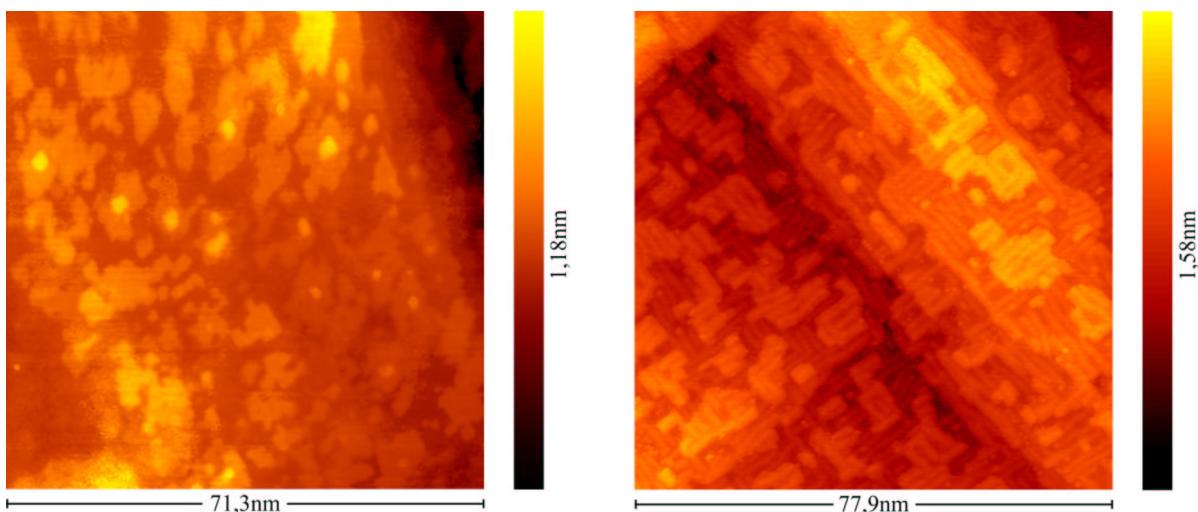


Abbildung 4.8: Rastertunnelmikroskopische Aufnahmen der ersten Fe/Au Doppelage. Links: eine Monolage Eisen auf Au(001), rechts abgedeckt mit einer Monolage Gold.

Abbildung 4.8 (links) zeigt die Struktur einer Monolage Eisen auf der Gold-Pufferschicht. Man erkennt atomar glatte Inseln, wobei sich auf diesen zum Teil bereits

neue Inseln gebildet haben, was auf einen Multilagen-Wachstumsprozess hindeutet, bei dem 3–4 Atomlagen gleichzeitig exponiert sind. Die Inseln weisen im Gegensatz zum Gold-Puffer stark verrundete Kanten auf. Durch das Aufdampfen einer Monolage Gold wird die erste Doppel Lage der Viellagenschicht vervollständigt (rechts). Auffällig ist das sofortige und vollständige Wiederauftreten der (5×20) -Rekonstruktion sowie die typische Vorzugsrichtung der Stufenkanten entlang $\text{Au}\langle 110 \rangle$. Die Stufendichte ist im Vergleich zur Gold-Pufferschicht (Abbildung 4.5) deutlich erhöht.

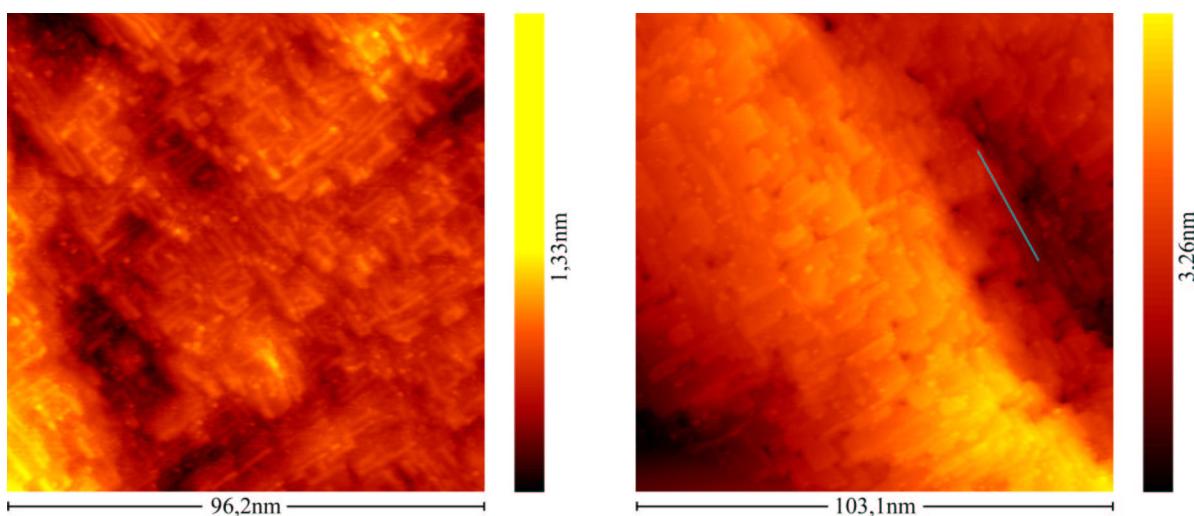


Abbildung 4.9: STM-Untersuchung der Fe/Au Oberfläche. *Links:* Nach 25 Doppellagen sind noch vereinzelt (5×20) -Rekonstruktionsstreifen zu erkennen. *Rechts:* Nach 100 Doppellogen ist keine Rekonstruktion der Oberfläche mehr erkennbar.

Nach 25 Doppellogen (Abbildung 4.9 linkes Bild) ist die (5×20) -Rekonstruktion nur noch unvollständig ausgeprägt und im RHEED-Beugungsbild (Abbildung 4.10) bereits nicht mehr erkennbar. Nach 100 Doppellogen Fe/Au (Abbildung 4.9 rechts) ist die Rekonstruktion ganz verschwunden. Offenbar segregiert das überschüssige Gold auf der rekonstruierten Oberfläche der Pufferschicht während des anfänglichen Wachstums der Viellagenschicht und wird mit zunehmender Schichtdicke durch Einbauprozesse langsam aufgebraucht (vergleiche Abschnitt 3.1.1).

Die Auswertung von STM-Linienprofilen der Schichtoberfläche (Abbildung 4.11) zeigt, dass auf der Oberfläche mindestens zwei völlig verschiedenen Stufenhöhen auszumachen sind. Die größere entspricht etwa der vertikalen Stufenhöhe von Gold auf Gold ($2,04\text{\AA}$), während die kleinere gut mit Eisen auf Eisen übereinstimmt ($1,43\text{\AA}$). Die oberste Goldlage ist aufgrund des unvollständigen Lagenwachstums offenbar nicht vollständig geschlossen. Es stellt sich angesichts dessen natürlich die Frage, ob die Schichtqualität mit zunehmender Schichtdicke immer weiter degradiert, z.B. durch Verringerung der lagenweisen Ordnung oder durch stetige Zunahme der Oberflächenrauhigkeit bzw. der Stufendichte. Gegen diese Befürchtung spricht zum einen die Tatsache, dass sich der mittlere Terrassendurchmesser angefangen von der ersten bis hin

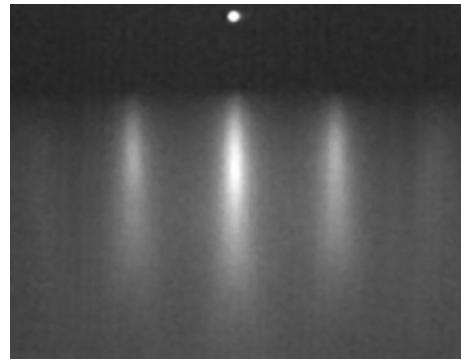


Abbildung 4.10: RHEED-Beugungsbild von 25DL Fe/Au.

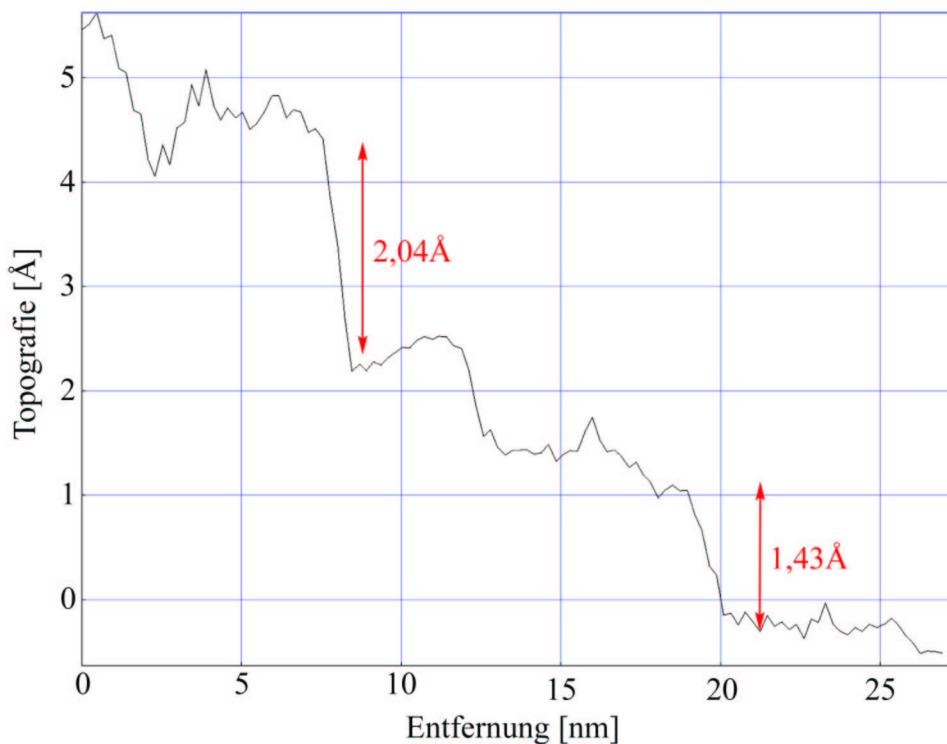


Abbildung 4.11: STM-Linienprofil auf 100 Doppellagen Fe/Au. Der Verlauf der Linie ist in Abbildung 4.9 (rechts) markiert.

zu hundertsten Doppellage nicht dramatisch ändert, sondern immer in der Größenordnung von 10nm liegt. Weiteren Aufschluss über den Verlauf des Wachstums kann die Beobachtung der spekularen RHEED-Intensität liefern:

Die spekulare RHEED-Intensität wird allgemein als grobes Maß für die Oberflächenrauhigkeit angesehen. Im vorliegenden Fall ist der Sachverhalt allerdings komplizierter, da während der alternierenden Deposition von Eisen und Gold je nach Ma-

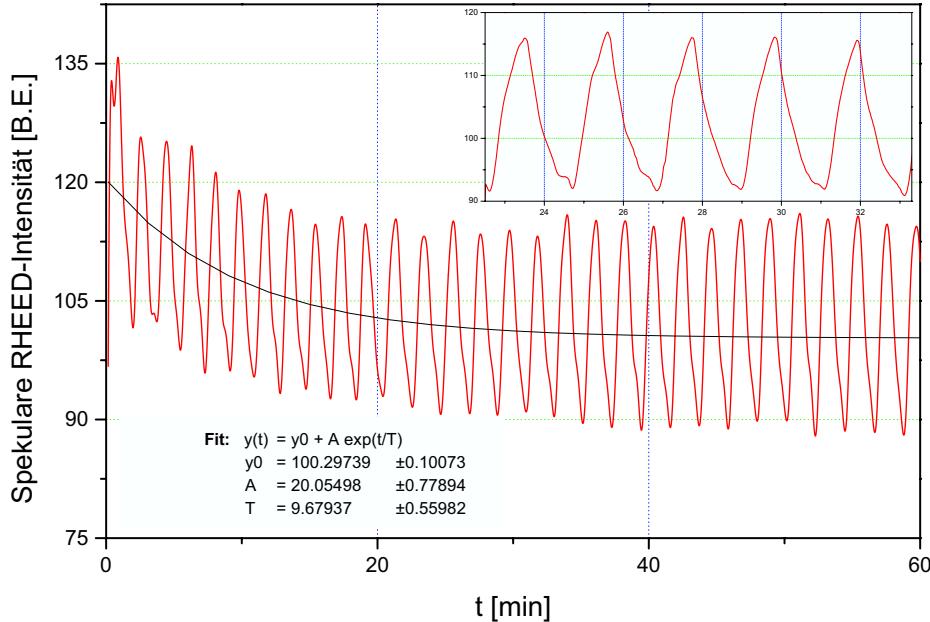


Abbildung 4.12: Entwicklung der spekularen RHEED-Intensität während des Wachstums der Viellagenschicht. Man beobachtet während des Eisenwachstums eine Zunahme und während des Goldwachstums eine Abnahme der Intensität. Im Mittel kann die Intensitätsentwicklung näherungsweise durch ein exponentielles Annähern an einen Gleichgewichtswert beschrieben werden.

terial natürlich Veränderungen im Gesamtbeugungsbild zu erwarten sind, die eher mit den unterschiedlichen Charakteristika der mit dem jeweiligen Material terminierten Oberfläche sowie den Atomformfaktoren der Materialien zusammenhängen, als mit der Rauigkeit der Oberfläche. Folglich erhält man, wie in Abbildung 4.12 gezeigt, Pseudo-RHEED-Oszillationen, die aber nicht auf lagenweises Wachstum zurückzuführen sind, sondern eben auf geringfügige Veränderungen im Beugungsbild bei Änderung des Materials auf der Oberfläche³. Betrachtet man allerdings den Verlauf über viele Doppellagen, so wird ein Abklingen der mittleren Intensität offensichtlich, das sich in erster Näherung als exponentielle Annäherung an einen Gleichgewichtswert beschreiben lässt. Die Abklingkonstante beträgt hier etwa 6 Doppellagen. Daraus kann gefolgert werden, dass sich der Wachstumsprozess relativ rasch einem Gleichgewichtszustand annähert, der sich dann mit zunehmender Schichtdicke nicht mehr signifikant ändert.

³Die Intensität ist hier bei Fe unter anderem deshalb höher als auf Au, da Fe eine größere Tendenz zeigt, mehrere gleichzeitig wachsende Lagen auszubilden, was zu einer stärkeren Modulation der Beugungsstreifen mit intensiveren Maxima führt. Die Intensität wurde in diesem Experiment am Ort eben dieser Maxima im Beugungsbild gemessen.

Zum Schutz der Proben vor Oxidation wurden diese abschließend mit 10–20ML Gold abgedeckt. Die Tatsache, dass dabei bereits nach einer Goldbelegung von deutlich weniger als einer Monolage⁴ wieder die (5×20) -Rekonstruktion im RHEED-Beugungsbild erscheint stützt die Vermutung, dass der zur Bildung der Rekonstruktion benötigte Materialüberschuss auf der Oberfläche der Viellagenschicht aufgrund von Einbauprozessen nicht mehr vorhanden ist.

4.1.2 Strukturelle *ex-situ*-Charakterisierung

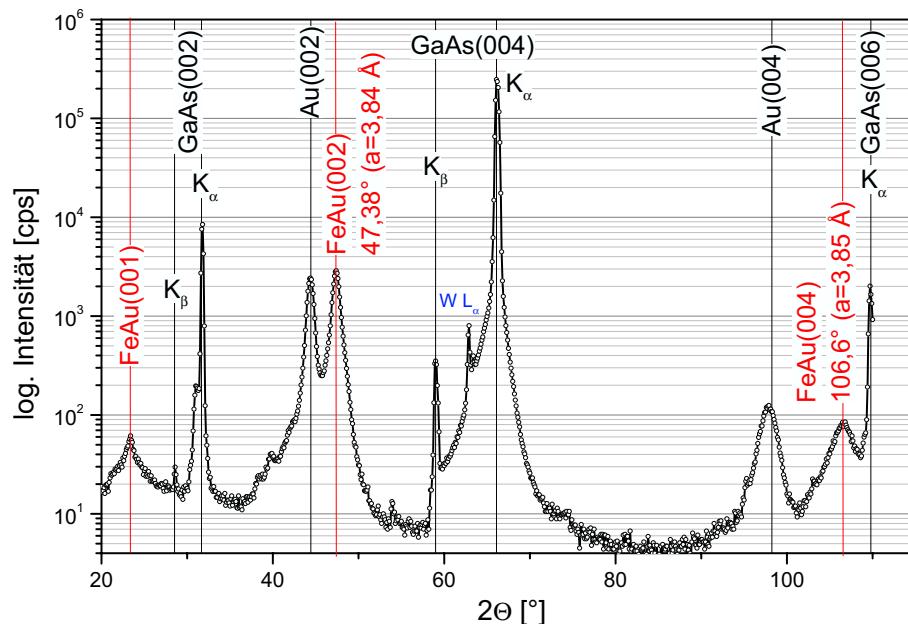


Abbildung 4.13: $\Theta/2\Theta$ XRD-Scan an Probe B4_1 ($[1,0\text{ML Fe} / 1,0\text{ML Au}]_{110}$). Es sind deutlich Reflexe zu erkennen (rot markiert), die der vertikalen Gitterkonstante der $L1_0$ -Struktur von $3,85\text{\AA}$ entsprechen. Dabei tritt auch der entsprechende (001)-Peak auf.

Genauerer Aufschluss über die Kristallstruktur der Proben liefern *ex-situ*-Untersuchungen mittels Röntgenbeugung (XRD). Dabei kam eine Röntgenröhre mit Kupfer-Antikathode zum Einsatz, die hauptsächlich Cu-K_α-Strahlung mit einer Wellenlänge von $1,5406\text{\AA}$ emittiert. Bei den – aufgrund der relativ großen vorhandenen Materialmenge – sehr stark ausgeprägten Reflexen des GaAs-Substrats sind, im Gegensatz zu den schwächeren Reflexen der untersuchten dünnen Schichten, zusätzliche Peaks erkennbar, die weiteren Emissionslinien im Spektrum der Röhre zugeschrieben

⁴ca. $0,3 - 0,5$ ML, also in etwa genau so viel, wie zur Ausbildung der Rekonstruktion benötigt.

werden können. Im Einzelnen können Cu-K_β- und W-L_{α1}-Strahlung⁵ identifiziert werden.

Phi-Scans (um die Schichtnormale) der untersuchten Proben zeigen sehr scharfe Reflexe, was auf eine hohe Einkristallinität hindeutet. Es ergeben sich keinerlei Hinweise auf polykristalline Anteile im Kristallgefüge.

Abbildung 4.13 zeigt das Ergebnis eines Θ/2Θ-Scans an einer Probe mit einer Einzellagenbelegung von 1ML. Darin erkennt man deutlich ausgeprägte Peaks, die einer vertikalen Gitterkonstante von ca. 3,85 Å entsprechen, was mit den Angaben von Takanashi und Mitarbeitern [TMHF98] für die L₁₀-Struktur von Eisen und Gold übereinstimmt. Die Ausbildung der L₁₀-Struktur in den hier präparierten Proben kann also mit hoher Sicherheit bestätigt werden. Der (001)-Reflex der Viellagenschicht ist ebenfalls deutlich zu erkennen. Dieser Peak ist im Fall von fcc- und bcc-Gitter allerdings verboten. Warum er im Fall der L₁₀-Struktur trotzdem auftritt wird klar, wenn man den Strukturfaktor des *tetragonalen* L₁₀-Gitters betrachtet [Kit91, Seite 65ff.]: Seien \mathbf{a}_i die primitiven Gittervektoren, $\mathbf{r}_j = x_j \mathbf{a}_1 + y_j \mathbf{a}_2 + z_j \mathbf{a}_3$ die Orte der Atome in der Einheitszelle und f_j die zugehörigen Atomformfaktoren. Für den Reflex $(v_1 v_2 v_3)$ gilt dann:

$$S_G(v_1 v_2 v_3) = \sum_j f_j \exp[-i2\pi(v_1 x_j + v_2 y_j + v_3 z_j)].$$

Im vorliegenden Fall findet man Goldatome an den Positionen $(0, 0, 0)$ und $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0)$ sowie Eisenatome bei $(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$ und $(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2})$. Daraus folgt für den Strukturfaktor der Fe/Au-Viellagenschicht:

$$\begin{aligned} S_G(v_1 v_2 v_3) &= f_{\text{Au}} [1 + \exp(-i\pi(v_1 + v_2))] \\ &\quad + f_{\text{Fe}} [\exp(-i\pi(v_2 + v_3)) + \exp(-i\pi(v_1 + v_3))]. \end{aligned}$$

Der Strukturfaktor ist genau dann 0, d.h. ein Reflex ist genau dann unterdrückt, wenn dessen Indizes v_1 und v_2 gemischt gerade und ungerade sind. Für den (001)-Peak gilt somit $v_1 = v_2 = 0$, $v_3 = 1$ und es folgt

$$S_G(001) = f_{\text{Fe}}(\text{e}^{-i\pi} + \text{e}^{-i\pi}) = -2f_{\text{Fe}} \neq 0.$$

Der (001)-Reflex tritt im Fall der L₁₀-Struktur also tatsächlich auf. Da dieser Peak auch als Überstrukturreflex interpretiert werden kann, gibt er Aufschluss über die vorhandene Fernordnung der Lagenstruktur, während die „regulären“ Reflexe (002) und (004) von der Nahordnung dominiert werden [MTN⁺96]. Ein Vergleich der Intensitäten zeigt, dass im vorliegenden Fall eine langreichweitige Lagenstruktur zwar vorhanden, aber bei weitem nicht perfekt ausgeprägt ist, was mit den Ergebnissen der STM-Untersuchungen übereinstimmt. Lokal weist das Material dagegen eine deutlich größere Ordnung auf, was für seine magnetischen Eigenschaften ausschlaggebend ist:

⁵Nach Angabe des Herstellers kommt es bei älteren Röntgenröhren zur Emission der charakteristischen Röntgenstrahlung von Wolfram, da sich von der Glühwendel abgedampftes Material innerhalb der Röhre niederschlägt.

Der Einfluss der Nahordnung kann durch die Variation der Einzellagenbelegungen untersucht werden, da jede Abweichung von ganzzahligen Lagenbelegungen durch die Erzeugung nicht abgeschlossener Atomlagen zu einer Reduktion der Nahordnung verglichen mit dem perfekten $L1_0$ -Gitter führt. Dies bewirkt nach Literaturangaben eine Variation der vertikalen Gitterkonstante c , was in Tabelle 4.1 für gleiche Einzellagenbelegungen x von Fe und Au wiedergegeben ist (vergleiche auch Abbildung 1.2 auf Seite 4). Auffällig ist, dass sich für $x = 1,5$ ein minimaler Wert von c einstellt, der fast genau dem Mittelwert der Gitterkonstanten von Fe(001) ($2,8665\text{\AA}$) und Au(001) ($4,0782\text{\AA}$) entspricht. Für $x = 1$, also im Fall der minimal gestörten $L1_0$ -Struktur, ergibt sich dagegen ein um 11% erhöhter Wert von c , was einem in vertikaler Richtung maximal verspanntem tetragonalen Gitter entspricht. Die mit dieser Verspannung einhergehende Asymmetrie des Gitters kann letztendlich auch als Ursache der beobachteten senkrechten magnetischen Anisotropie angesehen werden. Im Fall $x = 1,5$ erhält man dagegen unter der Annahme von perfektem lagenweisen Wachstum abgeschlossene Atomlagen von Eisen oder Gold, die jeweils durch Lagen voneinander getrennt sind, die zu 50% zufällig mit Eisen- und Goldatomen besetzt sind. Die $L1_0$ -Struktur ist somit maximal gestört. Dies ermöglicht es offenbar, die vertikale Verspannung fast vollständig abzubauen. Damit konform geht die Beobachtung, dass in diesem Fall die senkrechte Anisotropie minimal wird.

Der Literaturwert für die Reduktion der vertikalen Gitterkonstante konnte für $x = 1,5$ anhand einer XRD-Messung ebenfalls verifiziert werden. Zusätzlich wurde eine Probe mit unterschiedlichen Einzellagenbelegungen von Eisen und Gold untersucht, bei der die Goldbelegung eine Monolage beträgt, die Massenbelegung der Eisenlagen aber mit 1,15 ML leicht erhöht ist. Es ergab sich auch in diesem Fall eine geringfügige Reduktion von c auf $3,74\text{\AA}$.

Einzellagendicke x [ML]	Vertikale Gitterkonstante c
1,0	$3,85\text{\AA}$
1,25	$3,56\text{\AA}$
1,5	$3,48\text{\AA}$

Tabelle 4.1: Vertikale Gitterkonstante c des Systems $[x \text{ ML Fe} / x \text{ ML Au}]_n$ (001) mit $L1_0$ -Struktur nach Takanashi [TMHF98].

4.1.3 Mikrostrukturierung

Die Proben wurden während der Mikrostrukturierung ausschließlich unter Reinraumbedingungen gehandhabt und später während Membranherstellung, beim Ritzen und Spalten oder bei diversen Messungen durch eine Schutzschicht aus Fotolack bzw. PMMA vor einer Verschmutzung der Oberfläche geschützt. Die fertigen Proben wurden in Waferbehältern der Firma *Fluoroware* transportiert oder zum Schutz vor Korrosion in trockener Argon-Atmosphäre gelagert. Diese Behälter besitzen einen gekrümmten

Boden, was einen wirksamen Schutz von Probenoberfläche und Membran gewährleistet, da ein Kontakt nur am Rand der Probe stattfindet.

Strukturierung durch *Lift-off*

Zunächst wurde versucht, Eisen-Gold-Viellagenschichten durch *Lift-off* zu strukturieren. Dazu musste ein Maskenmaterial gefunden werden, das UHV-kompatibel ist, d.h. selbst bei Temperaturen über 100°C (zur Entfernung von Adsorbaten) einen geringen Dampfdruck besitzt, und in einem Lösungsmittel löslich ist, das die Viellagenschicht nicht angreift. Die Wahl fiel auf BaF₂, welches wasserlöslich ist, von Aceton allerdings nicht angegriffen wird, wodurch sich wiederum ein *Lift-off*-Prozess zur Strukturierung der BaF₂-Maske anbietet.

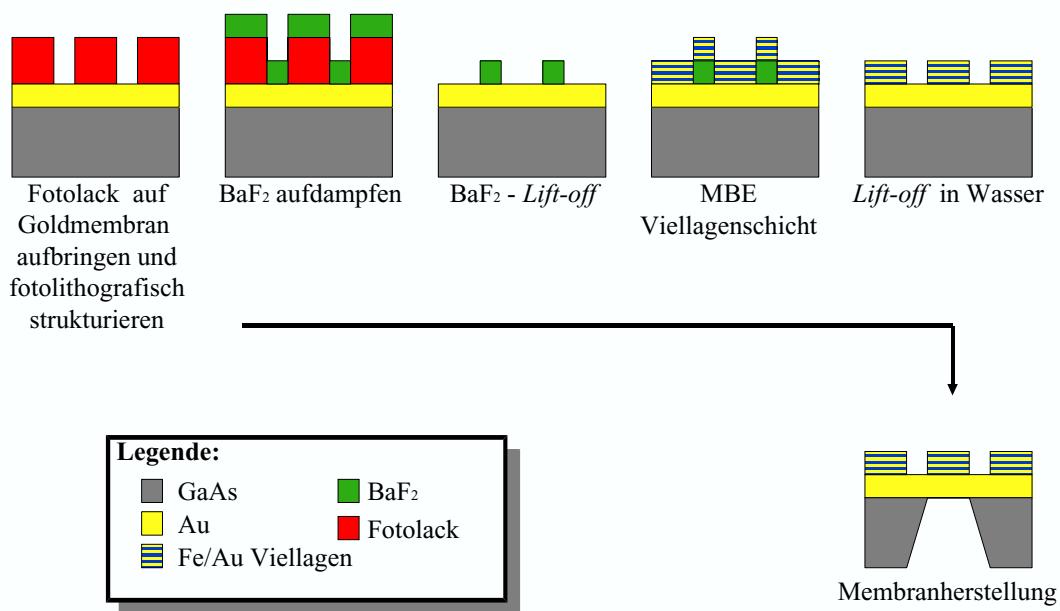


Abbildung 4.14: Strukturierung der Viellagenschicht durch *Lift-off* mit einer BaF₂-Maske.

Der gesamte Strukturierungsprozess ist in Abbildung 4.14 skizziert: Die MBE-Schichtherstellung wird nach Fertigstellung der Gold-Pufferschicht unterbrochen und die Probe ausgeschleust. Mittels optischer Lithografie wird eine Fotolackmaske hergestellt: *Shipley S1805*-Fotoresist (2:1) wird bei 5000 Umdrehungen pro Minute auf die Probenoberfläche aufgeschleudert und dann bei 90°C 10 Minuten lang ausgehärtet. Die resultierende Lackdicke beträgt etwa 200nm. Der Resist wird mit einer Chrom-Kontaktmaske für 40s UV-belichtet. Um ein für den *Lift-off*-Prozess günstiges Resistprofil zu erhalten, folgt ein 10-minütiges Bad in Chlorbenzol zur Härtung der Lackoberfläche. Chlorbenzolreste werden mit Stickstoff abgeblasen und die Probe 7 Minuten lang bei 90°C getrocknet. Zur Entwicklung wird der auf NaOH basierende Microposit

MF351-Entwickler (1:4) verwendet. Nach 45s folgt ein Stopbad in der Reinstwasser-Kaskadenspülung. Die Probe wird abschließend durch Abblasen mit Stickstoff getrocknet und die Strukturqualität unter dem Lichtmikroskop geprüft. Strukturbreiten von $1\mu\text{m}$ konnten so erfolgreich realisiert werden.

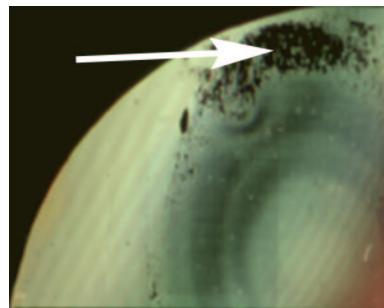


Abbildung 4.15: Strukturierte BaF₂-Schicht auf der Gold-Pufferschicht. Der Pfeil markiert Bereiche, in denen der *Lift-off* nicht funktioniert hat.

Im Folgenden wird eine ca. 100nm dicke Schicht BaF₂ im Hochvakuum aus einer Al₂O₃-Effusionszelle auf die Probe aufgedampft. Es folgt ein *Lift-off*-Schritt in Aceton, bei dem der Fotolack und darauf befindliche Teile der Fluoridschicht abgelöst werden. Zur Unterstützung wurde der Vorgang im Ultraschallbad durchgeführt. Es stellte sich jedoch heraus, dass das BaF₂ ausgesprochen zäh und elastisch ist, was diesen Schritt recht problematisch macht. Der *Lift-off* funktionierte bei keiner Probe vollständig, wie in Abbildung 4.15 zu sehen ist.

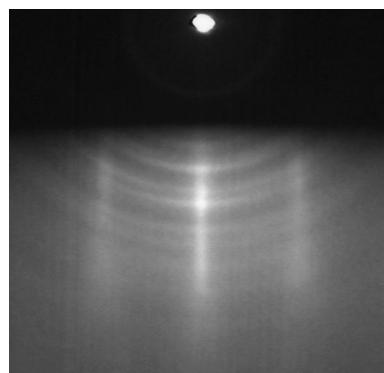


Abbildung 4.16: RHEED-Beugungsbild der Gold-Pufferschicht mit BaF₂-Mikrostrukturen. Man erkennt sowohl die typischen Streaks der einkristallinen Goldoberfläche als auch die Beugungsringe des polykristallinen Bariumfluorids.

Die Probe wird sodann wieder in die MBE-Anlage eingeschleust und zur Entfernung von adsorbiertem Wasser auf ca. 100°C aufgeheizt. Es folgt ein kurzer Beschuss mit Argon-Ionen (0,5keV, 3min), um eventuell vorhandene weitere Rückstände zu entfernen. Abbildung 4.16 zeigt ein RHEED-Beugungsbild der gereinigten Oberfläche. Man

erkennt sowohl die typischen Streaks der einkristallinen Goldoberfläche als auch die Beugungsringe des polykristallinen Bariumfluorids. Eine Untersuchung mittels Auger-Elektronenspektroskopie (AES) zeigt neben den zu erwartenden Au-, Ba- und F-Peaks allerdings auch geringe Mengen von Sauerstoff, die möglicherweise auf im Bariumfluorid gebundenes Kristallwasser hindeuten. Kohlenstoff ist dagegen nicht nachweisbar. Die Fluoridmaske erweist sich, wie erwartet, als völlig UHV-kompatibel: eine Verschlechterung des Restgasdrucks in der Kammer konnte nicht beobachtet werden. Das Wachstum der Viellagenschicht verläuft einwandfrei; RHEED-Untersuchungen zeigen sowohl ein- als auch polykristalline Anteile, die vom unterschiedlichen Schichtwachstum auf dem Goldpuffer respektive der Fluoridschicht stammen. Abbildung 4.42 auf Seite 131 zeigt MTXM-Aufnahmen von Mikrostrukturen, die auf diese Weise hergestellt wurden. Die Strukturränder weisen eine starke Welligkeit auf, die wohl auf den problematischen *Lift-off*-Prozess oder auch auf optische Interferenzen beim Belichten zurückzuführen sein dürften (die Gesamtdicke von Lack und Bariumfluorid liegt im Bereich der zur Belichtung verwendeten Wellenlänge!). Die optische Lithografie weist dabei den Vorteil auf, dass damit große Bereiche einer Probe strukturiert werden können. Bei der Membranherstellung kann der Ort der Membran also relativ frei gewählt werden ohne befürchten zu müssen, den strukturierten Bereich zu verfehlten. Allerdings ist mit der wenig befriedigenden Strukturgröße von ca. $1\mu\text{m}$ die Auflösungsfähigkeit des Prozesses mit den zur Verfügung stehenden Mitteln weitgehend ausgereizt. Dieses Manko kann durch Belichtung mittels ESL behoben werden, was im folgenden Abschnitt beschrieben wird. Dabei wurde allerdings auch ein alternativer Weg zur Strukturierung beschritten.

Strukturierung durch Ionenätzen mit Tiefenkontrolle

Aufgrund der nicht vollständig befriedigenden Ergebnisse der im vorangehenden Abschnitt beschriebenen *Lift-off*-Technik mit Bariumfluorid wurde nach Verbesserungsmöglichkeiten bei der Strukturierung gesucht. Dabei bot sich einerseits die Verwendung der Elektronenstrahlolithografie (ESL) zur Belichtung feinerer Strukturen an, während andererseits der problematische BaF_2 -*Lift-off*-Prozess zur Strukturierung der Viellagenschicht durch Argon-Ionenätzen – unter Einsatz einer Ätzmaske aus Titan – ersetzt wurde. Die Schwierigkeit besteht hierbei darin, dass der Ätzprozess genau dann gestoppt werden muss, wenn die Viellagenschicht durchgeätzt wurde, da ansonsten die darunterliegende Gold-Pufferschicht angegriffen wird, die ja später als tragende Membran dienen soll. Der Ansatz, die Ätztiefe nach genauer Bestimmung der Ätzrate über die Zeit einzustellen, wurde verworfen, vor allem da Versuche zur Bestimmung der Ätzrate über ein Profilometer nicht die erforderliche Genauigkeit erbrachten und sich zudem herausstellte, dass Gold eine deutlich höhere Ätzrate besitzt als die Fe/Au-Viellagenschicht, was die Toleranzgrenzen wiederum verringerte. Stattdessen wurde einem Ätzverfahren mit Tiefenkontrolle der Vorzug gegeben: dazu wurde die Probe in einem Raster-Augen-Mikroskop (SAM) mit Argon-Ionen beschossen und gleichzeitig

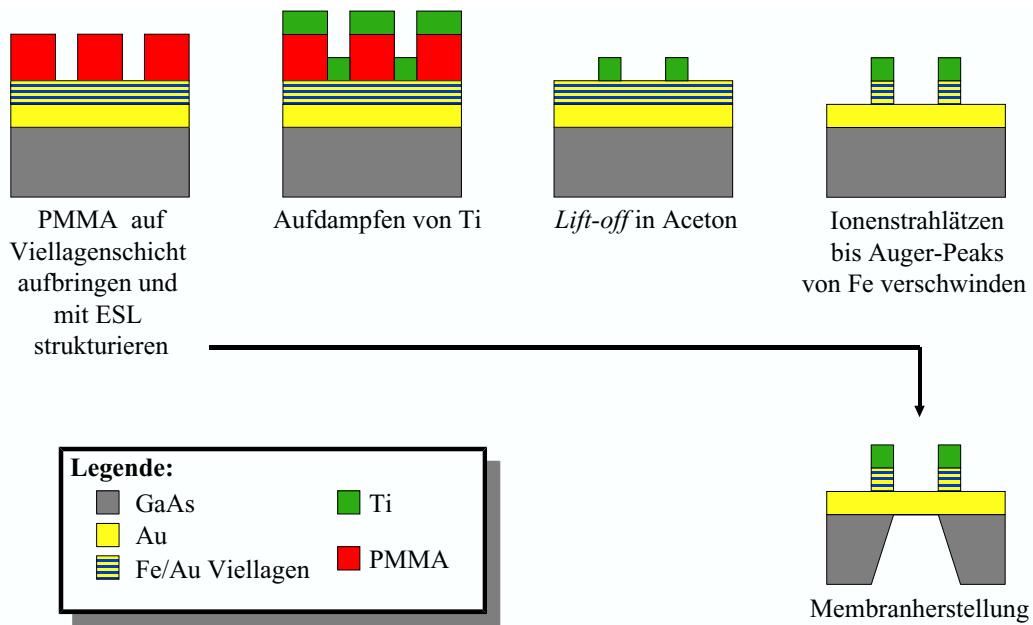


Abbildung 4.17: Schematischer Überblick über den Strukturierungsvorgang mit ESL und Argon-Ionenätzen unter AES-Tiefenkontrolle

das Auger-Signal von Eisen lokal knapp *neben* dem strukturierten Bereich gemessen. Sobald kein Eisen mehr nachgewiesen werden kann muss der Ätzprozess gestoppt werden, da die Viellagenschicht dann vollständig durchgeätzt wurde. Abbildung 4.17 zeigt den gesamten Strukturierungsvorgang im Überblick.

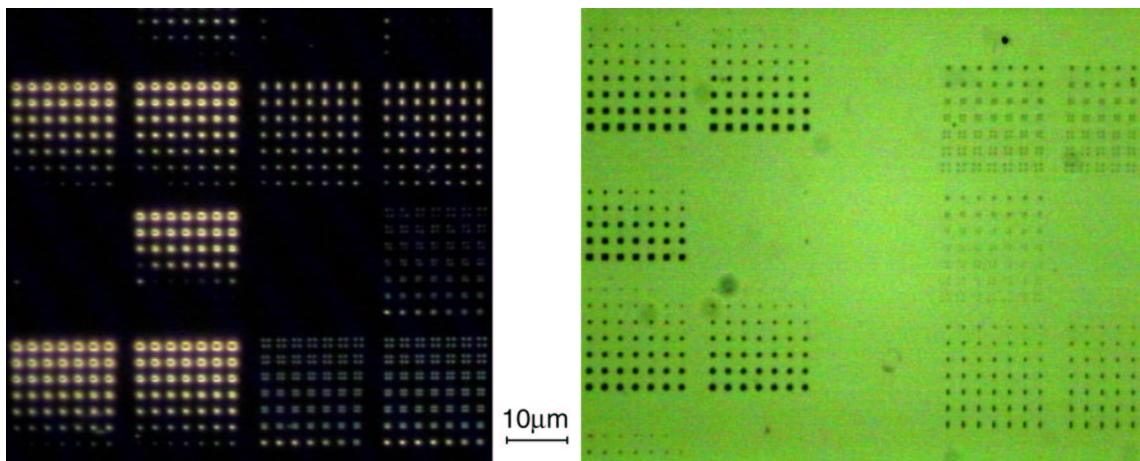


Abbildung 4.18: Lichtmikroskopische Aufnahmen (*links*) der belichteten und entwickelten PMMA-Schicht (Dunkelfeld) und (*rechts*) der fertigen Titan-Ätzmaske.

Im Detail verläuft der Strukturierungsprozess folgendermaßen: zunächst wird die Schichtstruktur per MBE vollständig fertiggestellt, also inklusive Viellagenschicht und

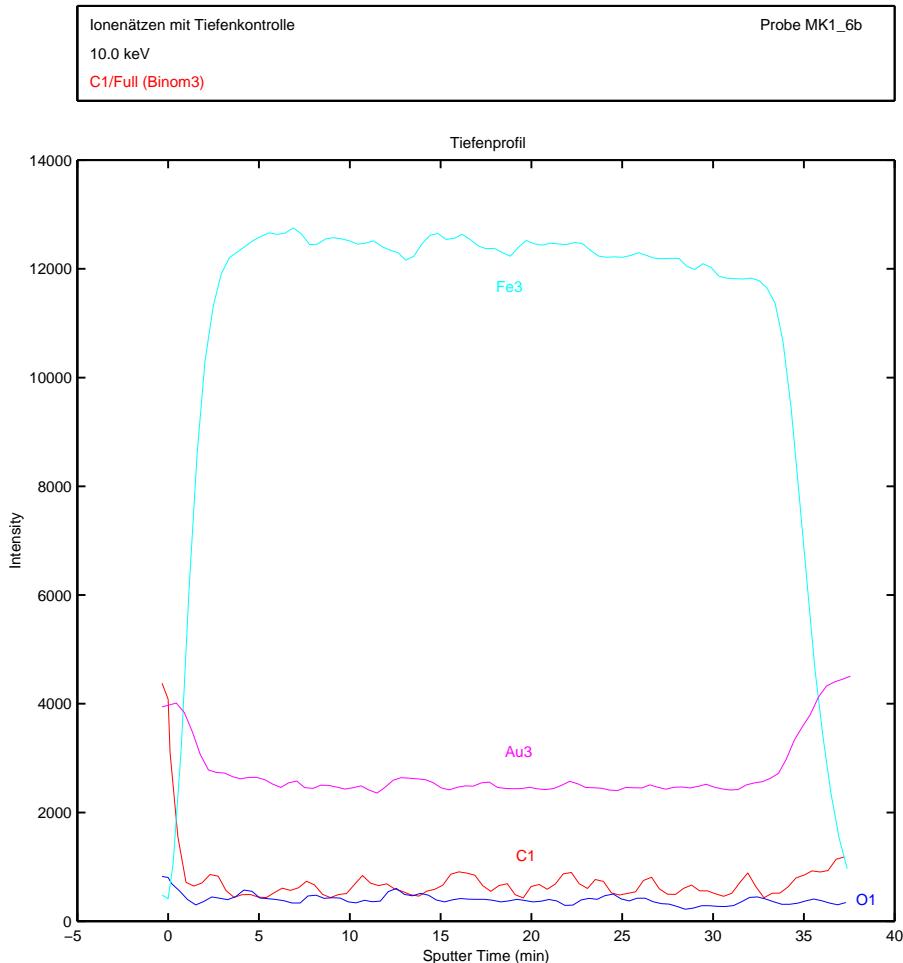


Abbildung 4.19: Auger-Signal der Elemente Kohlenstoff (C1, 270eV), Sauerstoff (O1, 503eV), Eisen (Fe3, 705eV) und Gold (Au3, 2030eV) während des Argon-Ionenätzens. Das Tiefenprofil spiegelt deutlich die Schichtstruktur wieder: Gold-Abdecksschicht (viel Gold, kein Eisen), Viellagenschicht (viel Eisen, weniger Gold) und schließlich Gold-Pufferschicht (viel Gold, kein Eisen). Auf der Schichtoberfläche ist außerdem eine gewisse Kohlenstoff-Kontamination erkennbar. Aufgrund der geringen Intensität der O1-Linie ergeben sich keine Hinweise auf etwaige Oxidationsprozesse durch den Strukturierungsvorgang.

Gold-Abdeckung. Nach dem Ausschleusen beginnt die Strukturierung im Reinraum durch Aufbringen des PMMA-Resists. Um ein für den *Lift-off* der Titan-Maske günstiges vertikales Profil der Strukturkanten zu erreichen, wurde hierbei eine Kombination aus zwei Resistenschichten verwendet, wobei die zuerst aufgebrachte untere Schicht aus kurzkettigen PMMA-Molekülen (50ku) besteht und somit eine höhere Empfindlichkeit gegenüber Elektronenbeschuss besitzt, während die obere Schicht unempfindlichere

langketige PMMA-Moleküle (950ku) aufweist. Man erreicht dadurch, dass die obere Schicht an Strukturkanten weniger stark vom Entwickler angegriffen wird und somit „überhängt“, wodurch verhindert wird, dass beim Aufdampfen der Titan-Maske vertikale Lackkanten mit beschichtet werden, was einen freien Zugang des Lösungsmittels beim *Lift-off* gewährleistet. Die beiden Lackschichten werden nacheinander hergestellt: zum Aufbringen der PMMA-Lösung⁶ wird die Lackschleuder verwendet, die zuerst 5s lang mit 3000U/min läuft. Während dieser Zeit wird die PMMA-Lösung auf die Probenoberfläche getropft und so grob verteilt. Die Resistenschicht wird anschließend bei 8000U/min 30s lang dünn geschleudert und für 5min bei 150°C getrocknet. Nach einer Abkühlphase wird die zweite Schicht aufgebracht. Die resultierenden Lackdicken betragen ca. 160nm für die untere und ca. 125nm für die obere Schicht. Die Resistenschicht wird im nächsten Schritt per ESL belichtet. Um die Anforderungen an die Positionierungsgenauigkeit des Membranortes gering zu halten sollte eine möglichst große Fläche beschrieben werden, was allerdings einen großen Zeitaufwand mit sich bringt. Als Kompromiss wurde eine relativ große Fläche von 0,5mm × 0,5mm mit einer geringen Dichte an Strukturen gewählt⁷, wobei eine verwobene Anordnung dafür sorgt, dass unabhängig von der genauen Position und Größe der Membran im strukturierten Bereich auf jeden Fall verschiedene Strukturformen mit unterschiedlichen Größen und Belichtungsdosen sichtbar sind. Nach der etwa 4-Stündigen Belichtung werden die Proben entwickelt (7s in Ethylenglycolmonoethylether (ETX) und Methanol 6:14, dann 10s in Methanol als Stopbad, und 30s in Propanol, um Entwicklerreste zu entfernen) und schließlich mit reinem Stickstoff abblasen, um das Eintrocknen von Lösungsmittelresten zu verhindern. Abbildung 4.18 (links) zeigt die resultierende PMMA-Struktur. Die Probe wird im Folgenden mit ca. 30nm Titan bedampft, das aufgrund seiner hohen Ätzresistenz gegenüber Argon-Ionen und seines geringen Atomgewichts (und somit geringer Röntgenabsorption) als Maskenmaterial gewählt wurde. Die optimale Dicke der Maske wurde anhand von tabellierten Standard-Ätzraten von Fe, Au und Ti so gewählt, dass nach dem Durchätzen der Viellagenschicht noch ca. 10nm Titan als Sicherheitsreserve verbleiben sollten. Zum *Lift-off* wird die Probe im Anschluss in kochendes Aceton getaucht und darin für ca. 10s einer Behandlung im Ultraschallbad unterzogen. Die resultierende strukturierte Titan-Ätzmaske ist in Abbildung 4.18 (rechts) gezeigt: man erkennt bereits im Lichtmikroskop sehr gleichmäßige Strukturen; Unterschiede im Belichtungsfaktor wirken sich zuerst bei den kleinsten

⁶PMMA-Konzentrationen: 50ku: 6%, 950ku: 2%

⁷Die Fläche wurde in 5 × 5 quadratische Blöcke mit einer Kantenlänge von je 80µm und einem Abstand von 20µm aufgeteilt. Jeder Block weist wiederum 2 × 2 Felder mit je 40µm Kantenlänge auf, die jeweils unterschiedliche Strukturen enthalten: kreisförmige, quadratische und rechteckige Dots mit variierender Größe (100–1000nm) sowie ein Feld mit jeweils vier kreisförmigen Dots von 200nm Durchmesser mit variablem Mittelpunktsabstand (200–1000nm), anhand derer eine eventuelle magnetische Wechselwirkung zwischen den Dots untersucht werden sollte. Um eine optimale Belichtung zu erreichen sind die Felder wiederum in 2 × 2 Bereiche unterteilt, die mit unterschiedlichen Dosen belichtet wurden (Belichtungsfaktoren 0,5; 0,7; 1,0 und 1,3 bezogen auf eine Flächendosis von 240µC/cm² bei einem Strahlstrom vom 6,6pA).

Strukturen aus, die bei Unterbelichtung nicht mehr vorhanden sind.

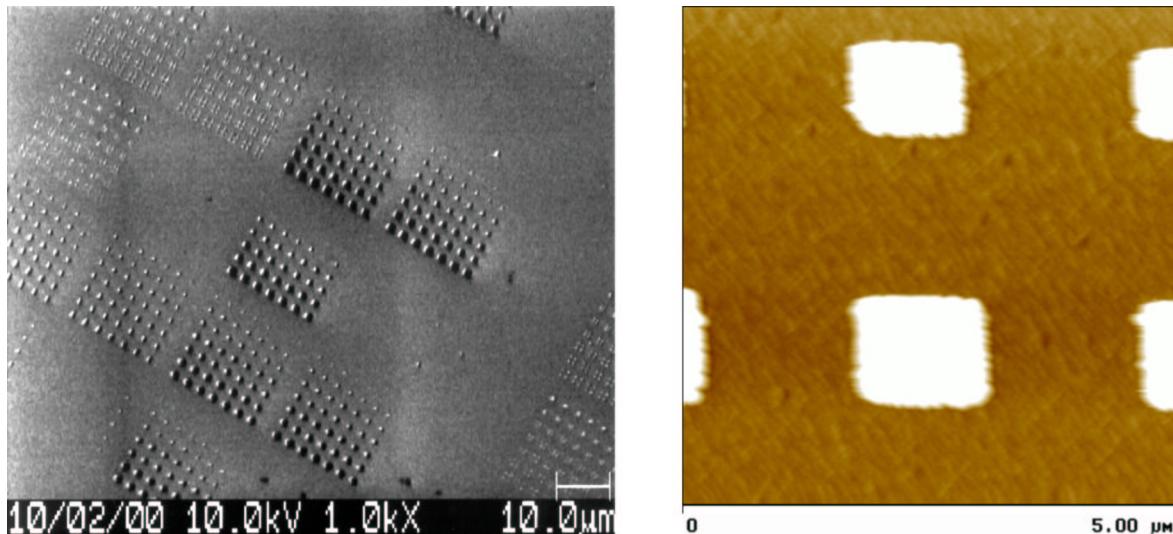


Abbildung 4.20: Untersuchung der fertigen Nanostrukturen *links* durch Rasterelektronenmikroskopie (direkt nach der Herstellung im SAM aufgenommen, Strahl um 45° verkippt) und *rechts* mittels Atomkraftmikroskopie.

Zur Übertragung der Struktur von der Titan-Maske auf die Viellagenschicht wurden die Proben in einem Raster-Augen-Mikroskop der Firma *Physical Electronics* mit Argon-Ionen der Energie 2,0keV beschossen⁸. Gleichzeitig wurde direkt *neben* der strukturierten Fläche eine lokale Auger-Messung zur Tiefenkontrolle vorgenommen (siehe Abbildung 4.19): das scharfe Abfallen des Eisen-Augen-Signals zeigt an, dass der Ätzprozess die Gold-Pufferschicht erreicht hat und beendet werden muss. Abbildung 4.20 (links) zeigt eine rasterelektronenmikroskopische (REM-) Aufnahme der resultierenden Nanostrukturen. Die kleinsten vorhandenen Strukturen messen ca. 120nm. Es besteht noch Spielraum, noch kleinere Strukturen zu realisieren, indem man die Dicke der PMMA-Resistschicht reduziert. Konstruktionsbedingt schließen in der verwendeten Anlage Elektronen- und Ionenstrahl einen Winkel von 90° ein. Die Proben müssen deshalb gegen beide Strahlen verkippt werden, so dass diese unter 45° auf die Oberfläche treffen. Dies erklärt die Abschattungseffekte in der REM-Aufnahme. Im Fall des Ionenstrahls ist anzunehmen, dass die Verkipfung eine Anisotropie des vertikalen Profils von Strukturkanten bewirkt, was jedoch in den nachfolgenden Untersuchungen keinen merklichen Einfluss auf die Ergebnisse zu haben scheint. Dies wird verständlich, wenn man Atomkraftmikroskopische (AFM) Untersuchungen der Strukturkanten hinzuzieht: Abbildung 4.20 (rechts) zeigt deutlich, dass die Kanten eines Dot einen leicht zerfransten Charakter besitzen, was wohl auf den *Lift-off*-Prozess zur Herstellung der Titanmaske zurückzuführen sein dürfte. Angesichts dessen darf wohl

⁸Strom ca. 800nA

angenommen werden, dass eine zusätzliche vertikale Anschrägung einiger Kanten nur vergleichsweise geringen Einfluss z.B. auf das magnetische Verhalten hat.

4.1.4 Membranherstellung

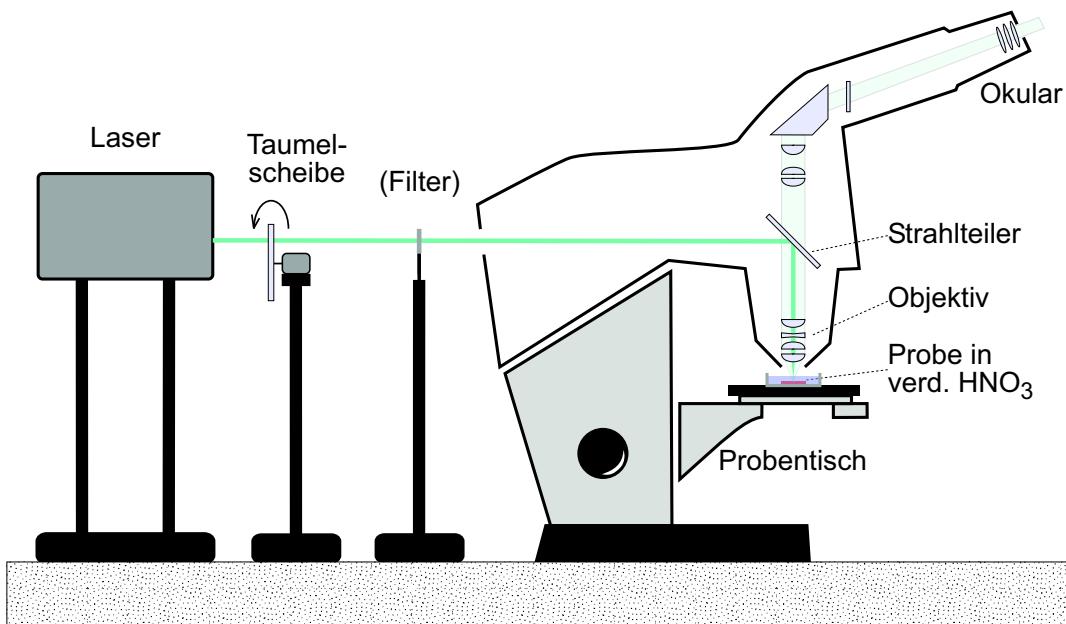


Abbildung 4.21: Aufbau zum laserinduzierten Ätzen mit schematischem Strahlengang: der Strahl eines blaugrünen Argon-Ionenlasers wird über Auflicht-Strahlteiler und Objektiv eines Lichtmikroskops auf die Substratrückseite fokussiert. Ein optionaler Filter reduziert dabei die Intensität von Laserstrahl und Streulicht so weit, dass eine Positionierung und Optimierung des Brennflecks durch Beobachtung über das Okular gefahrlos möglich wird. Während des Ätzvorgangs wird dieser Filter entfernt. Eine Taumelscheibe dient zur Verminderung unerwünschter Interferenzeffekte.

Die Herstellung von Membranen für transmissionsmikroskopische Verfahren gelingt folgendermaßen: Um die – evtl. strukturierte – Schichtseite der Probe zu schützen wird deren Oberfläche zunächst mit ca. 250nm PMMA belackt. Die Probe wird dann mit Hilfe eines Diamantnadel-Ritzers der Firma *Karl Suss*, der zur genauen Positionierung Mikrometerschrauben und einen Mikroskopaufsets mit justiertem Fadenkreuz besitzt, auf eine Größe von 5mm × 5mm zurechtgebrochen. Dazu wird die Probenrückseite entlang der natürlichen Kantenrichtungen von GaAs angeritzt, d.h. parallel zu den <110>-Kristallachsen. Die Probe wird dann mit der Schichtseite nach unten auf den gekrümmten Boden einer *Fluoroware*-Waferschachtel gelegt, so dass nur deren Kanten aufliegen. Durch vorsichtiges Klopfen auf die Probenrückseite erreicht man einen sauberen Bruch entlang der Ritzung. Zur Entfernung von GaAs-Splittern wird die Probe in Reinstwasser gespült und mit Stickstoff abgeblasen. Im Fall von ESL-

strukturierten Proben werden die Bruchkanten genau so platziert, dass der nur $0,5\text{mm} \times 0,5\text{mm}$ kleine nanostrukturierte Bereich exakt in der Mitte der Probe liegt. Dies ist zur späteren Positionierung der Membran erforderlich und gelingt in etwa mit der Genauigkeit der Mikrometerschrauben des Ritzers, die Abweichungen liegen daher im Bereich von $5\text{--}10\mu\text{m}$. Als zusätzlicher Schutz und um die Membranen während der Herstellung mechanisch zu stabilisieren, werden die Proben dann mit der beschichteten Seite auf dünne Glasträger geklebt. Dabei hat sich klares Wachs zur TEM-Präparation der Firma *Gatan* bewährt. Der Träger wird auf einer geregelten Heizplatte auf eine Temperatur von ca. 130°C gebracht⁹ und etwas Wachs auf dessen Oberfläche aufgeschmolzen. Die Probe wird dann auf den Träger gelegt und unter leichtem Andruck etwas bewegt, so dass sich das flüssige Wachs gut verteilt und eine gleichmäßige, dünne Klebestelle erreicht wird. Wird der Träger von der Heizplatte genommen, erstarrt das Wachs praktisch augenblicklich. Um im Folgenden die Herstellung kleiner Löcher durch das ca. $0,5\text{mm}$ starke GaAs-Substrat zu erleichtern wird dieses mit einer Schleifplatte auf ca. $150\text{--}200\mu\text{m}$ abgedünnt. Die geschliffene Substratrückseite wird in Wasser und Propanol gereinigt und mit Stickstoff trockengeblasen. Zur Herstellung der Membranen werden dann, wie in Abschnitt 3.1 beschrieben, mit Hilfe eines laserinduzierten nasschemischen Verfahrens (siehe Seite 51ff.) Löcher mit einem Durchmesser von nur wenigen $10\mu\text{m}$ durch das Substrat bis zur epitaktischen Schicht geätzt. Der dazu benutzte einfache Aufbau ist in Abbildung 4.21 skizziert. Als Medium dient im Verhältnis 1:20 mit Reinwasser verdünnte Salpetersäure (reinst, 65%). Da der Ätzprozess bei kürzeren Wellenlängen mit deutlich höheren Ätzraten verläuft [PGO84], kam ein blaugrüner Argon-Ionenlaser mit 15mW Lichtleistung zum Einsatz. Dessen Strahl wird über das Objektiv eines Lichtmikroskops auf die Rückseite des in einer Petrischale vom Ätzmedium bedeckten Substrats fokussiert. Um unerwünschte Interferenzeffekte zu vermindern befindet sich zwischen Laser und Mikroskop eine Taumelscheibe im Strahlengang. Wird die Laserintensität durch einen Filter stark reduziert, so kann das von der Probe ausgehende Streulicht im Mikroskop beobachtet werden, was die Fokussierung des Brennflecks möglich macht. Allerdings ist zu beachten, dass die Fokusebene des Mikroskops etwas außerhalb der Brennweite des Objektivs liegt, d.h. ein in der Brennebene bestmöglich fokussierter Laser-Brennfleck wird prinzipiell unscharf abgebildet. Die Intensität des Leuchtflecks kann aber neben dessen Größe ebenfalls als Anhaltspunkt zur Optimierung dienen. Die Positionierung des Brennflecks geschieht in gleicher Weise durch direkte Beobachtung, wobei die Probenoberfläche durch mehrfach gestreutes Laserlicht schwach beleuchtet wird. Mit Hilfe der Mikrometerschrauben des Probentisches kann der Auftreffpunkt des Laser auf ca. $10\text{--}15\mu\text{m}$ genau in der Mitte der Probe eingestellt werden; auf diese Weise konnte bei ESL-Strukturierten Proben der nanostrukturierte Bereich zuverlässig getroffen werden.

Wie sich herausstellte, weist die im Vorausgehenden beschriebene Ätzmethode zu Anfang eine hohe Ätzrate von bis zu $10\mu\text{m}/\text{min}$ auf, die aber mit der Zeit deutlich abnimmt und bei Ätztiefen von $100\text{--}150\mu\text{m}$ nach ca. 30min völlig zum Stillstand

⁹Zur Temperaturbeständigkeit der Proben siehe Fußnote 13 auf Seite 115.

kommt. Der Durchmesser des Ätzkraters an der Oberfläche beträgt dann $20\text{--}40\mu\text{m}$. Im Lichtmikroskop lassen sich klare kristalline Ablagerungen an den Kraterwänden und besonders am Boden ausmachen. Offenbar bewirkt die gewählte Anordnung mit Lichteinfall von oben, dass die gelösten Reaktionsprodukte aufgrund ihrer Dichte im Ätzkrater absinken. Da der Austausch mit dem umgebenden Ätzmedium mit zunehmender Kratertiefe immer schlechter wird, kommt der Punkt, an dem die Lösung übersättigt und Kristalle von wahrscheinlich Gallium- und Arsennitrat zu wachsen beginnen. Diese störenden Ablagerungen erweisen sich jedoch als gut löslich in basischen Medien. Daher wird der Ätzprozess nach 30min unterbrochen, die Probe wird in Kalilauge (1g KOH auf 50ml Wasser) geschwenkt und in Reinwasser gespült. Der Ort des zuvor geätzten Loches lässt sich leicht wieder auffinden und der Ätzprozess kann an gleicher Stelle fortgesetzt werden, bis nach ca. 10min durch den Boden der Petrischale ein Durchbruch des Laserlichts auf der Probenoberfläche sichtbar wird. Es zeigt sich, dass der Ätzvorgang ab einer gewissen Restdicke (kleiner $1\mu\text{m}$) von GaAs ebenfalls zum Erliegen kommt, möglicherweise durch den Einfluss der Schottky-Barriere an der Grenzfläche des n^+ -GaAs zur Eisen-Keimschicht. Das verbleibende Material kann aber mit Hilfe eines herkömmlichen nasschemischen Ätzprozesses entfernt werden. Dazu wird die Probe wiederum zuerst in KOH gereinigt, in Wasser gespült und dann ca. 30s in einer Ätzlösung, bestehend aus H_2O_2 (30%), H_2SO_4 (96%) und Wasser im Verhältnis 1:8:1, geschwenkt. Es zeigt sich, dass die Gold-Pufferschicht davon nicht angegriffen wird; es muss allerdings davon ausgegangen werden, dass spätestens diese Behandlung die freigelegte Eisen-Keimschicht vollständig oxidiert. Um Rückstände durch Eintrocknung zu vermeiden wird die Probe dann in Wasser gespült und kann in einer ebenfalls mit Wasser gefüllten Petrischale unter dem Durchlichtmikroskop untersucht werden. Zeigen sich noch GaAs-Reste auf der Membran, so muss das Nachätzen – evtl. mehrmals – wiederholt werden. Durch den anisotropen Ätzprozess entsteht ein ovaler Ätzkrater, der nahe der Probenrückseite Durchmesser bis zu $100\mu\text{m}$ aufweist (Abbildung 4.22 links). Es zeigt sich eine analoge Auswirkung auf die Form der Membran (Abbildung 4.22 rechts); die erzielten Membrandurchmesser liegen bei $20\text{--}50\mu\text{m}$. Man erkennt im Durchlicht transparente Membranen, die frei von Rückständen sind.

Aus Redundanzgründen und zur Untersuchung unterschiedlicher Nanostrukturen im Vergleich mit unstrukturierten Bereichen wurden auf jeder Probe mehrere Membranen auf die oben beschriebenen Weise hergestellt. Durch die exakte Positionierung unter dem Mikroskop konnten diese auch in geringem Abstand voneinander erzeugt werden. Um eine Probe abschließend vom stabilisierenden Glasträger abzulösen, reichen ca. 12 Stunden in einem Acetonbad. Anschließend wird die Probe unter größter Vorsicht in Aceton und Isopropanol (beide hochrein, *VLSI-Grade*) gereinigt. Um eine Beschädigung der Membranen zu vermeiden verbietet sich allerdings ein Abblasen mit Stickstoff; Lösungsmittelrückstände können stattdessen z.B. mit Linsenpapier aufgesaugt werden.

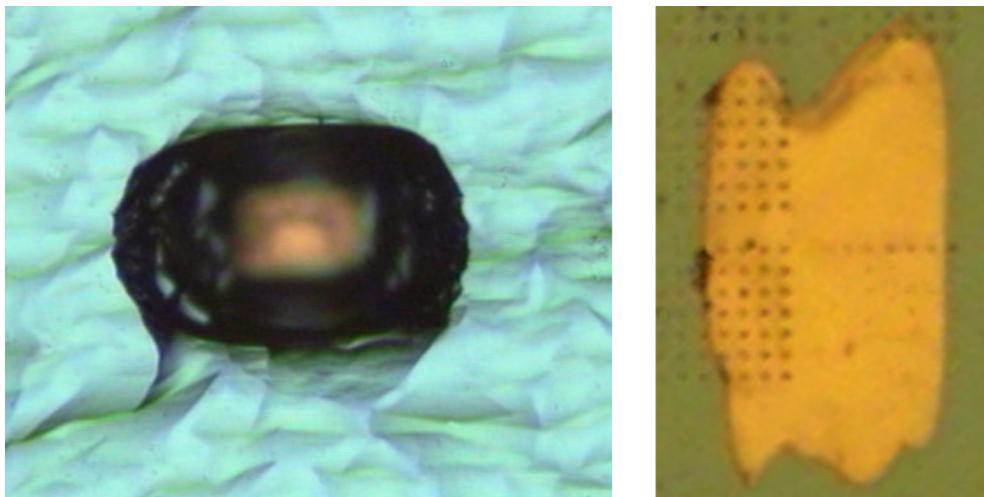


Abbildung 4.22: *Links:* Durch laserinduziertes Ätzen hergestelltes Loch auf der Substratrückseite. Durch das anisotrope Nachätzen in 1:8:1-Lösung (siehe Text) entsteht ein annähernd elliptischer Querschnitt, die Achsen messen ca. 50 bzw. 80 μm . *Rechts:* Die Membran, beobachtet im Durchlichtmikroskop von der Schichtseite her. Der Querschnitt ist annähernd rechteckig, Abmessungen 25 $\mu\text{m} \times$ 45 μm , was ebenfalls auf den anisotropen Nachätzschritt zurückzuführen ist. Die „getroffenen“ Nanostrukturen sind deutlich zu erkennen.

4.2 Magnetische Charakterisierung der Proben

Die magnetischen Eigenschaften der Proben wurden zumeist direkt nach deren Fertigstellung in der MBE-Anlage, also noch vor einer eventuellen Nanostrukturierung, magnetometrisch bestimmt. Eine Schutzschicht aus PMMA-Lack dient dabei zum Schutz der Oberfläche vor Staub und Beschädigung. Der Lack lässt sich vor einer weiteren Verarbeitung der Probe praktisch rückstandslos in Aceton ablösen.

4.2.1 Magnetisierungskurven

Die mittlere Magnetisierungskomponente senkrecht zur Schichtoberfläche in Abhängigkeit eines ebenfalls senkrecht angelegten Feldes wurde in der Regel bei Zimmertemperatur mit Hilfe des polaren magneto-optischen Kerr-Effekts (polar-MOKE) bestimmt. Vergleichsmessungen mit dem Wechselgradientenmagnetometer (AGM) zeigen eine hervorragende Übereinstimmung und belegen so den linearen Zusammenhang von Kerr-Rotation und mittlerer Magnetisierung bei den untersuchten Schichtsystemen. Abbildung 4.23 zeigt MOKE-Messungen bei vier verschiedenen Schichtdicken. Die Kurven zeigen bei hohen Feldern eine deutlich ausgeprägte Hysterese: aus der Sättigung kommend beobachtet man noch weit vor Erreichen des Nullfeldes eine relativ scharf einsetzende Reduktion des Gesamtmomentums, was auf die Nukleation von magnetischen Domänen hindeutet. Die Nukleationsfeldstärke ist deutlich kleiner als die

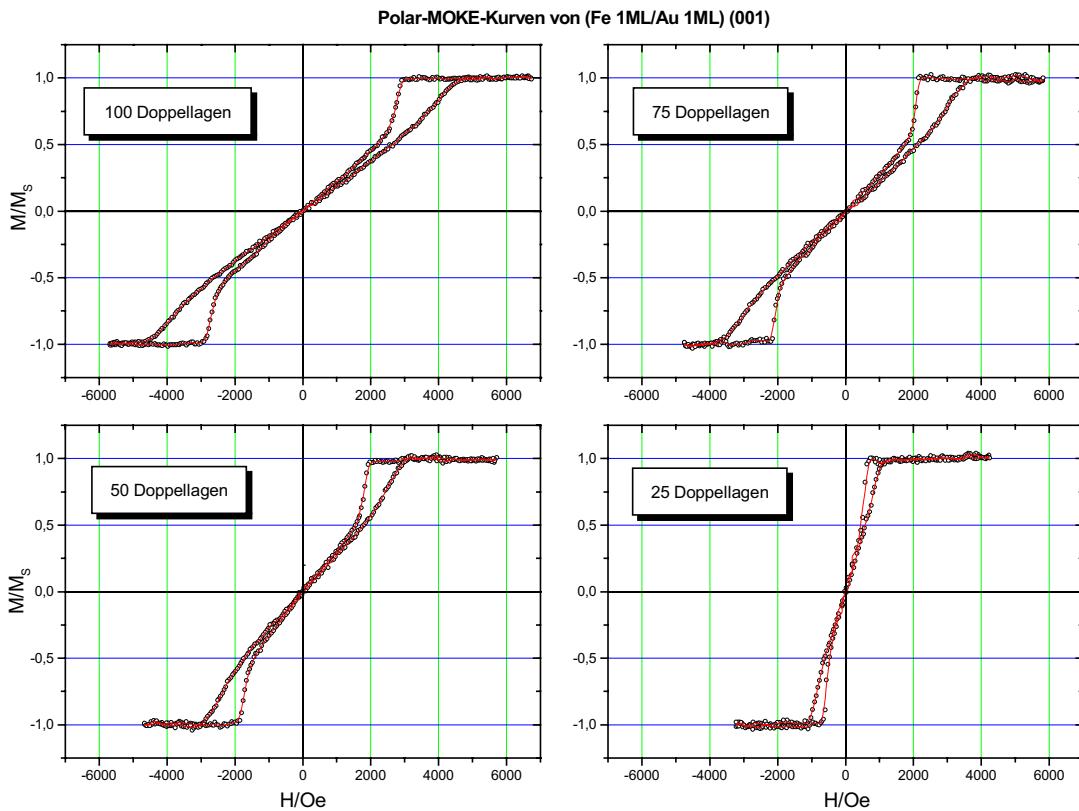


Abbildung 4.23: Polar-MOKE-Messungen bei verschiedenen Schichtdicken von $[1\text{ML Fe}/1\text{ML Au}]_n$ auf singulärem Substrat.

Sättigungsfeldstärke H_S ; beide zeigen eine ausgeprägte Schichtdickenabhängigkeit, so dass bei abnehmender Schichtdicke sowohl H_S als die Öffnung der Kurven kleiner werden. Bei geringen Feldern dagegen beobachtet man einen linearen Bereich, der kaum noch Hysterese aufweist: die gemessene Remanenz ist bei allen in Rahmen dieser Arbeit untersuchten Proben sehr gering ($< 3\%$ der Sättigungsmagnetisierung), die Koerzitivfeldstärke liegt im Bereich von 30–100 Oe. Es herrscht offensichtlich ein fast ideales Gleichgewicht zwischen entgegengesetzten magnetisierten Domänen, das auf kleine externe Felder mit kontinuierlichen Wandverschiebungen linear antwortet.

Durch die Variation des Substrats (singulär oder vizinal) und der Einzellagendicke erreicht man eine Änderung der senkrechten Anisotropie einer Schicht, bzw. des Q -Faktors¹⁰, wie noch in Abschnitt 4.2.3 (Seite 111ff.) gezeigt wird. Aus Abbildung 4.24 ist ersichtlich, dass die Form der Magnetisierungskurven neben der Schichtdicke auch von diesem Parameter abhängt: eine Verringerung von Q bewirkt eine Erhöhung von

¹⁰Definition siehe Abschnitt 2.3, Seite 18.

H_S und eine Verkleinerung der Kurvenöffnung.

Ein Vergleich mit SQUID-Messungen bei tiefer Temperatur (Abbildung 4.25) erlaubt weitere interessante Einblicke in das magnetische Verhalten des Systems: es fällt auf, dass sich die Nukleationsfeldstärke mit der Temperatur nicht signifikant ändert. Demnach ist die Nukleation von Domänen entweder kein thermisch aktiver Prozess, oder die Aktivierungsenergie liegt in der Größenordnung von $k_B T \approx 0,17\text{meV}$ oder darunter. Dagegen finden sich deutliche Abweichungen bei Remanenz, Koerzitivfeldstärke und Sättigungsfeld:

T [K]	M_R/M_S [%]	H_C [Oe]	H_S [Oe]
2	$5,1 \pm 0,5$	260 ± 40	5800 ± 200
300	$0,93 \pm 0,18$	30 ± 10	4900 ± 200

Aus den Abweichungen bei M_R/M_S und H_C kann geschlossen werden, dass die Domänenkonfiguration um $H = 0$ bei Zimmertemperatur näher am Gleichgewicht ist als bei tiefen Temperaturen. Besonders starke Abweichungen der Tieftemperaturkurve von der Magnetisierungskurve bei Zimmertemperatur treten knapp unterhalb der Nukleationsfeldstärke sowie bei der Sättigungsmagnetisierung auf, die bei 2K deutlich erhöht ist. Allein betrachtet könnte speziell die Erhöhung von H_S der Temperaturabhängigkeit der magnetischen Materialparameter¹¹ zugeschrieben werden. Dagegen spricht allerdings die unveränderte Nukleationsfeldstärke, die offenbar nur von intrin-

¹¹ J_S und K_u sollten mit abnehmender Temperatur zunehmen.

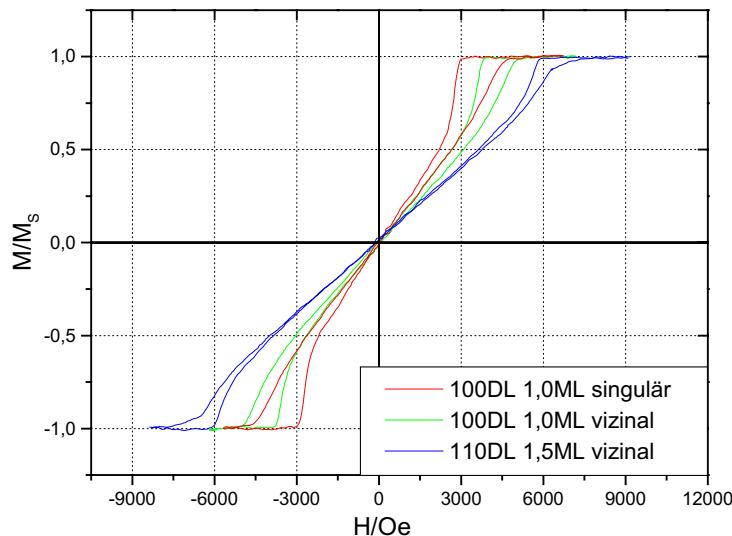


Abbildung 4.24: Vergleich der Magnetisierungskurven von drei Proben identischer Schichtdicke mit unterschiedlichen Herstellungsparametern.

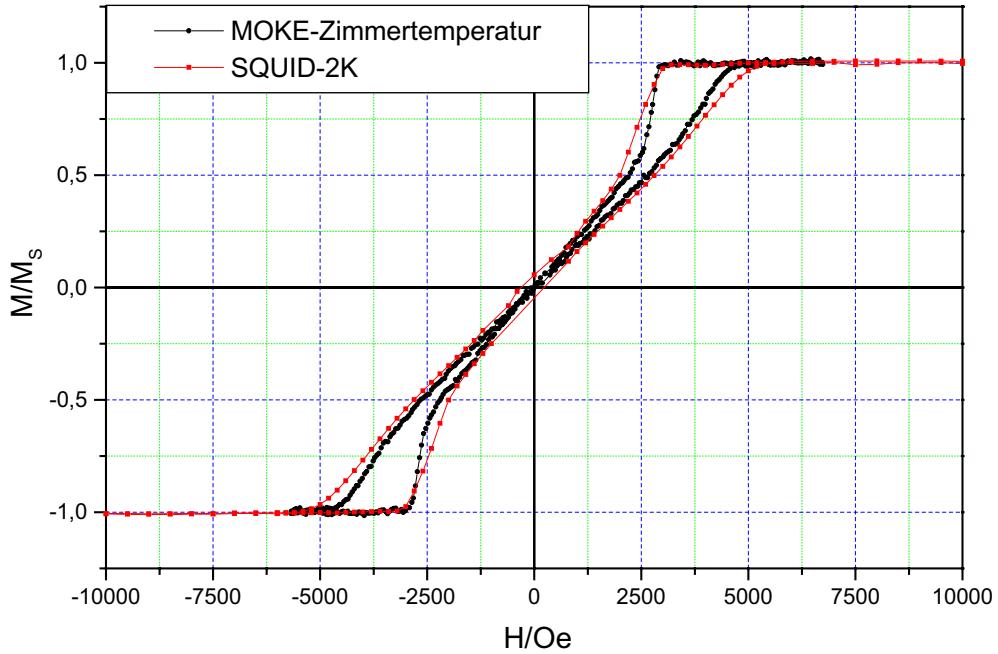


Abbildung 4.25: Vergleich einer Polar-MOKE-Messung bei Zimmertemperatur mit einer SQUID-Magnetisierungskurve gemessen bei 2K an der selben Probe ($[1\text{ML Fe}/1\text{ML Au}]_{100}$ auf singulärem Substrat).

sischen Schichteigenschaften abhängt. Die Beobachtungen liefern stattdessen einen deutlichen Hinweis darauf, dass Wandbewegungen bei tiefen Temperaturen offenbar merklich beeinträchtigt sind, was auf eine Unterstützung der damit verbundenen Prozesse durch thermische Anregungen hindeutet. Möglicherweise zeigt sich hier sogar die Auswirkung schwacher Pinning-Zentren durch Fehler in der Schichtstruktur, die bei Zimmertemperatur von den Wänden leicht überwunden werden. Es kann auch nicht ausgeschlossen werden, dass die Relaxation in den Gleichgewichtszustand bei 2K sehr verlangsamt abläuft und somit in die zeitliche Größenordnung der Messdauer fällt (bei SQUID-Messungen immerhin einige Stunden!). In diesem Zusammenhang wäre es interessant, zeit- und temperaturabhängige Messungen durchzuführen, um eventuell durch die Beobachtung von Nachwirkungs- oder Kriecheffekten Aussagen über die Natur des zugrundeliegenden Mechanismus machen zu können.

Magnetisierungskurven in der Schichtebene sind in Abbildung 4.26 dargestellt. Die Kurven weisen die Schichtebene durch die hohe Sättigungsfeldstärke und das faktische Fehlen von Hysterese und remanenter Magnetisierung eindeutig als magnetisch schwere Ebene aus. Eine Richtungsabhängigkeit in der Ebene ist nicht zu beobachten, obwohl die Messungen an einer Probe auf vizinalem Substrat durchgeführt wurden. Die Eisen-Keimschicht, die ja zum gemessenen Gesamtmoment der Probe beiträgt

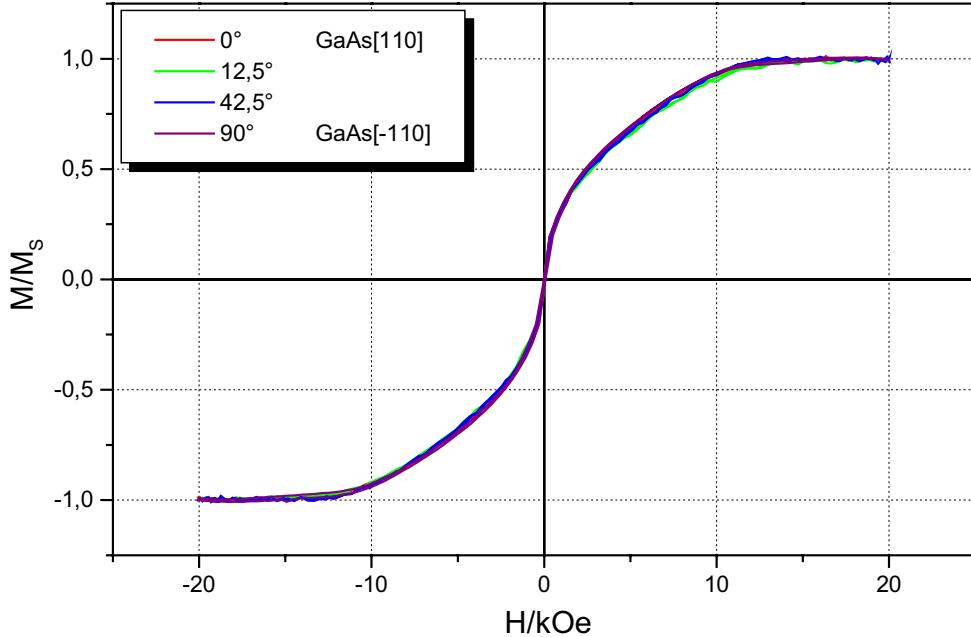


Abbildung 4.26: AGM-Magnetisierungskurven verschiedener Richtungen in der Schichtebene (Probe MK1_3, 100DL).

und nach Zölf eine starke uniaxiale Anisotropie aufweist [ZBK⁺97] scheint hier keinen signifikanten Einfluss auf das Ergebnis zu haben. Lediglich eine Vergrößerung des Ausschnitts um $H = 0$ zeigt ganz geringe Abweichungen der einzelnen Kurven, die eventuell der Keimschicht zugeschrieben werden können.

4.2.2 Momentbestimmung

Die Sättigungsmagnetisierung der Proben wurde temperaturabhängig mit dem SQUID-Magnetometer bestimmt, indem das Sättigungsmoment bei mindestens 5 Temperaturen zwischen 10K und 300K (2K und 350K beim *Quantum Design*-Gerät) ermittelt wurde. Dazu wurde das Probenmoment für jede Temperatur bei mindestens 4 Feldwerten zwischen 1 und 5 Tesla (Quantum Design: 6 Tesla) gemessen. Es zeigte sich, dass die Proben in diesem Feldbereich vollständig gesättigt sind, wenn das Feld entlang der magnetisch leichten Richtung, also senkrecht zur Schichtebene angelegt wird. Den gemessenen Momenten ist ein starker diamagnetischer Anteil überlagert, der größtenteils dem GaAs-Substrat zugeschrieben werden kann. Dieser wurde – wie in Kapitel 3.3.5 beschrieben – durch lineare Extrapolation auf $H = 0$ eliminiert. Die resultierenden Sättigungsmomente wurden unter Zuhilfenahme des Blochschen $T^{3/2}$ -Gesetzes (Gleichung 3.2) durch numerische Kurvenanpassung ausgewertet und so das magnetische Moment bei $T = 0$ und der Spinwellenparameter B bestimmt. Wie aus

Abbildung 4.27 ersichtlich, wird die Momentreduktion durch Spinwellenanregung in den betrachteten Fe/Au-Viellagenschichten bis zu der höchsten gemessenen Temperatur von 350K sehr gut durch das $T^{3/2}$ -Gesetz beschrieben. Die Magnetisierung und das Moment pro Fe-Atom wurden sowohl anhand der mit Röntgenfluoreszenzanalyse ermittelten Massenbelegung als auch basierend auf Herstellungsparametern und der Schichtdickenermittlung mit *in-situ* Schwingquarzmessungen bestimmt. Als Werte für die Gitterkonstanten dienten die – experimentell bestätigten – Literaturwerte von Takanashi und Mitarbeitern [TMHF98] (siehe Kapitel 4.1.2). Die Probenfläche wurde mit Hilfe eines Flachbettscanners und durch Ermittlung der Pixelfläche in einem Bildbearbeitungsprogramm gemessen.

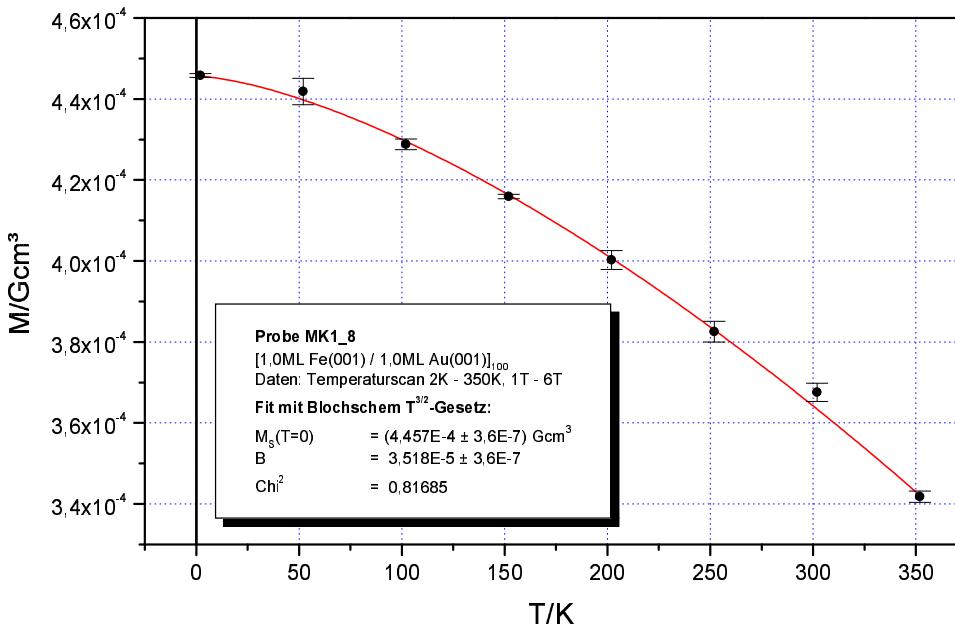


Abbildung 4.27: Messung an Probe MK1_8 mit dem Quantum-Design SQUID-Magnetometer. Man erkennt eine gute Übereinstimmung zwischen den Messwerten und der angepassten $T^{3/2}$ -Kurve. Bei dieser relativ genauen Messung ergibt sich eine Sättigungs magnetisierung bei $T = 0$ von $(2,95 \pm 0,16)\mu_B$ pro Fe-Atom und eine Austauschkonstante von $(3,82 \pm 0,03)\text{meV}$.

Ergebnisse

Alle Messungen bis auf eine wurden mit dem älteren *S.H.E.*-Magnetometer durchgeführt. Dabei war festzustellen, dass die senkrechte Probengeometrie zu einer relativ breiten Streuung der Ergebnisse von bis zu 20% führte. Als Ursache dafür kommt der

verwendete Probenhalter in Frage, der aufgrund seiner für senkrechte Messungen notwendigen Größe offenbar relativ oft die Rohrwandung des Magnetometers berührt, was zu unbrauchbaren Einzelmessungen führt und so die Messgenauigkeit stark reduziert. Eine Verbesserung konnte durch die Mittelung der Ergebnisse von 8 verschiedenen Proben erreicht werden. Daraus ergibt sich ein mittleres Moment pro Eisen-Atom bei $T = 0$ von

$$(3,07 \pm 0,29)\mu_B.$$

Eine Kontrollmessung mit dem neuen *Quantum Design*-Magnetometer stellte sich dabei als deutlich genauer heraus; das Ergebnis von $(2,95 \pm 0,16)\mu_B$ stimmt allerdings sehr gut mit dem gemittelten Wert überein.

Bei Messungen an Proben mit verschiedenen Schichtdicken im Bereich von 19–58nm konnte keine signifikante Schichtdickenabhängigkeit des Ergebnisses festgestellt werden. Dies deutet darauf hin, dass Oberflächeneffekte – wie bei den relativ großen Schichtdicken zu erwarten – keinen nennenswerten Einfluss auf die Messungen haben. Eine Änderung der Einzellagendicke auf 1,5ML bewirkt ebenfalls keine nachweisbare Abweichung vom Mittelwert $3,07\mu_B$. Diese Beobachtung deckt sich mit den Ergebnissen von Takanashi [TMHF98], der ebenfalls keinen Einfluss der Einzellagenbelegung auf das gemessene Moment feststellt. Er gibt allerdings ein etwas geringeres mittleres Fe-Moment von $(2,75 \pm 0,25)\mu_B$ an, was jedoch im Rahmen der Fehlertoleranzen noch mit dem hier ermittelten Wert übereinstimmt. Das gemessene durch Spinwellenanregungen reduzierte relative Moment bei Zimmertemperatur beträgt im Mittel

$$\frac{M(300K)}{M(0K)} = (85 \pm 9) \text{ \%}.$$

Die aus den Ergebnissen errechneten Sättigungsmagnetisierungen bei Zimmertemperatur und bei $T = 0$ sind in Tabelle 4.2 zusammengestellt. Es wurde ein L₁₀-Gitter mit 2 Fe-Atomen pro Einheitszelle angenommen (vergleiche Abbildung 1.1 auf Seite 3).

Einzellagendicke x [ML]	J_S bei $T = 0K$ [T]	J_S bei Zimmertemperatur [T]
1,0	$1,12 \pm 0,11$	$0,95 \pm 0,19$
1,5	$1,24 \pm 0,12$	$1,05 \pm 0,21$

Tabelle 4.2: Errechnete Sättigungsmagnetisierung des Viellagenschichtsystems [x ML Fe(001) / x ML Au(001)]_n

Mikromagnetische Betrachtungen erfordern die Kenntnis der mikromagnetischen Steifheitskonstante A . Zu deren Ermittlung wurde zunächst die Austauschkonstante J mit Hilfe des in Kapitel 3.3.5 skizzierten einfachen Modells berechnet. Dieses beruht allerdings auf der Annahme eines *kubischen* Kristallgitters, was durch das Vorliegen der tetragonalen L₁₀-Struktur hier nicht gegeben ist. Somit unterscheiden sich die Abstände eines Eisenatoms zu seinen nächsten Nachbar-Eisenatomen innerhalb der Schichtebene (2,87Å) und senkrecht dazu (3,85Å) merklich (vergleiche Abbildung 1.1

auf Seite 3). Aus diesem Grund stellen die an dieser Stelle durchgeführten Berechnungen tatsächlich nur eine erste Näherung dar, die diese Asymmetrie des Gitters nicht berücksichtigt. Diese Vorgehensweise rechtfertigt sich dadurch, dass in die Berechnungen der gemessene Blochsche Spinwellenparameter B eingeht, der die Reduktion des Moments aufgrund der Überlagerung aller möglichen Spinwellen-Modi in allen Raumrichtungen sozusagen ebenso isotrop beschreibt.

Zur Berechnung von J wurde B in Gleichung 3.3 eingesetzt, zusammen mit der Spinquantenzahl S und der Anzahl der Fe-Atome pro Einheitszelle Q . Im Heisenbergmodell wird Eisen häufig mit $S \approx 1$ beschrieben [Kit91, Seite 488f.]. Mangels genauerer Daten wird dieser Wert auch für das vorliegende System angenommen. Die Anzahl der Fe-Atome pro Einheitszelle im L1₀-Gitter ist $Q = 2$. Es ergibt sich eine Austauschkonstante von

$$\mathbf{J} \approx (\mathbf{5} \pm \mathbf{2}) \text{ meV}.$$

Verglichen mit einem Literaturwert für reines Eisen ($J = 11,9 \text{ meV}$ [Kit91, Seite 489]) stellt man eine Reduktion von J auf etwa die Hälfte fest, was angesichts der Tatsache, dass hier jede zweite Atomlage durch Gold ersetzt wurde, zumindest plausibel erscheint. Nach Kittel [Kit91, Seite 489] kann die Curie-Temperatur des Systems mit Hilfe der Molekularfeldtheorie folgendermaßen abgeschätzt werden:

$$T_C = \frac{2nJS(S+1)}{3k_B}$$

Im L1₀-Gitter hat ein Eisenatom 4 nächste magnetische Nachbarn in der Schichtebene und 2 etwas entfernte „nächste“ Nachbarn senkrecht dazu. Daher wird für die Zahl der nächsten Nachbarn näherungsweise $n = 6$ angenommen. Es ergibt sich:

$$\mathbf{T}_C \approx (464 \pm 186) \text{ K}.$$

Mit Hilfe von Gleichung 2.2 (Seite 8) lässt sich die mikromagnetische Steifheitskonstante berechnen. Als Gitterkonstante wurde ein Mittelwert eingesetzt, in den die Abstände zu den magnetischen Nachbaratomen des Eisens gewichtet mit deren Anzahl eingehen: die 4 nächsten Nachbarn in der Schichtebene befinden sich im Abstand $a = 2,87\text{\AA}$ und die 2 nächsten Nachbarn senkrecht dazu haben den Abstand $c = 3,85\text{\AA}$. Die mittlere Gitterkonstante ist also $(2a + c)/3$. Damit folgt:

$$\begin{aligned} \text{Einzellagendicke } 1,0\text{ML} &\Rightarrow \mathbf{A} = (\mathbf{2}, \mathbf{5} \pm \mathbf{1}, \mathbf{0}) \text{ meV}/\text{\AA}; \\ \text{Einzellagendicke } 1,5\text{ML} &\Rightarrow \mathbf{A} = (\mathbf{2}, \mathbf{6} \pm \mathbf{1}, \mathbf{0}) \text{ meV}/\text{\AA}; \end{aligned}$$

Der Unterschied aufgrund der Änderung der vertikalen Gitterkonstanten c bei variierender Einzellagenbelegung x ist also faktisch vernachlässigbar.

4.2.3 Bestimmung der magnetischen Anisotropie

Die direkte Bestimmung der Anisotropiekonstanten aus Magnetisierungskurven senkrecht zur Anisotropieachse scheiterte bei dem untersuchten Schichtsystem, da die Ausbildung von schwachen Streifendomänen unter externen Magnetfeldern parallel zur

Schichtebene eine kohärente Rotation der Magnetisierung und somit eine aussagekräftige Auswertung der Kurven verhindert (siehe Abschnitt 6.4.1 auf Seite 165).

Die magnetische Anisotropie der untersuchten Proben wurde daher mit Hilfe eines Torsionsmagnetometers gemessen. Diese Methode bietet den Vorteil, dass die Messungen im (fast) gesättigten Zustand bei hohen Feldern ablaufen, so dass eine eventuelle Beeinflussung des Ergebnisses durch Domänenauflösung ausgeschlossen ist.

Eine genaue Betrachtung zeigt, dass die Fe-Keimschicht aufgrund ihrer im Vergleich zur Fe/Au-Viellagenschicht größeren Sättigungsmagnetisierung signifikant zu den Torsionskurven beiträgt (siehe Abbildung 4.28, Seite 116), zumal sich bei einigen Proben die senkrechte intrinsische Anisotropie der Viellagenschicht und ihre Formanisotropie fast kompensieren. Der Einfluss der Keimschicht musste daher bei der Auswertung der Torsionskurven berücksichtigt werden.

Durchführung der Messungen

Bei dem untersuchten System stellt die Schichtnormale die hinsichtlich der Symmetrie der Viellagenschichten ausgezeichnete Achse dar. Aus den zuvor gemessenen Magnetisierungskurven war zudem bekannt (siehe Seite 107f.), dass diese auch die leichte Achse der Magnetisierung darstellt. Die Rotationsachse muss bei Torsionsmessungen an Systemen mit uniaxialer Anisotropie senkrecht auf der Anisotropieachse stehen und im vorliegenden Fall daher in der Schichtebene liegen. Diese dient auch als Bezug für die Bestimmung des Feldwinkels. Die Messungen wurden folglich so durchgeführt, dass das Magnetfeld anfangs parallel zur Schichtebene, also parallel zur schweren Richtung der Viellagenschicht gerichtet ist ($= 0^\circ$). Für alle Proben wurden Torsionskurven bei verschiedenen Feldern bis zu etwa 1,9T sowie eine „Nullkurve“ bei $H = 0$ gemessen. Die Nullkurve wurde von den Messungen im Feld subtrahiert, um Drehmomentanteile nichtmagnetischen Ursprungs zu entfernen. Allerdings stellte sich heraus, dass die resultierenden Kurven trotzdem häufig von einer geringen Nullpunktsdrift überlagert sind, wobei sich dieser Effekt besonders bei Proben mit schwachem Signal störend auswirkt. In einigen Fällen wurden daher die Ergebnisse mehrerer Messungen gemittelt, was die Drift im Gesamtergebnis reduzierte.

Auswertung der Messungen

Zur Auswertung der Messungen wurde der bereits in Abschnitt 3.3.4 (Seite 62 ff.) angedeutete Weg beschritten, die ermittelten Daten auf der Basis einer plausiblen Modellannahme für die Anisotropieenergie zu interpretieren und die Anisotropiekonstanten mit Hilfe eines entsprechenden Algorithmus zur Kurvenanpassung numerisch zu extrahieren. Diese Vorgehensweise erfordert allerdings eine kritische Evaluierung des zugrundegelegten Modells hinsichtlich der Konsistenz der Ergebnisse bei variierenden Parametern der Messung. Das gewählte Modell stützt sich auf folgende **Annahmen**:

1. Die Proben sind aufgrund des hohen äußeren Magnetfeldes hinreichend homo-

gen magnetisiert, so dass eine kohärente Rotation der Magnetisierung angenommen werden kann. Die magnetische Gesamtenergie der Schichten wird dann ausschließlich von Zeeman- und Anisotropieenergie bestimmt (vergleiche Abschnitt 3.3.4).

2. Wie bereits oben angedeutet, muss bei der Auswertung der Messungen die Eisen-Keimschicht mit berücksichtigt werden. Es existiert keine Kopplung zwischen Keimschicht und Viellagenschicht, da diese tatsächlich durch ca. 20nm Au separiert sind. Die Magnetisierungsrichtungen beider Schichten sind daher unabhängig voneinander.
3. Den oben angeführten Argumenten folgend und entsprechend den Ergebnissen von Bammes [Bam99] zeichnen sich sowohl Viellagenschicht als auch Keimschicht durch uniaxiale magnetische Anisotropien aus, deren Achsen senkrecht auf der Schichtebene stehen. Da die genaue Form der uniaxialen Anisotropie der Viellagenschicht nicht a priori bekannt ist, wird diese bis zur vierten Ordnung entwickelt. Nach Bammes genügt es, bei der Keimschicht nur die zweite Ordnung zu berücksichtigen. Die Anisotropie der Keimschicht in der Probenebene wird ignoriert. Dies wird durch die Tatsache gerechtfertigt, dass die Torsionsmessungen keine Abhängigkeit von der Lage der Rotationsachse in der Probenebene zeigten.
4. Entsprechend der gewählten Geometrie der Torsionsmessungen steht die Rotationsachse der Probe relativ zum Magnetfeld senkrecht auf den Anisotropieachsen. Die Magnetisierungsrichtungen beider Schichten liegen somit immer in einer Ebene senkrecht zur Rotationsachse und können durch je einen Winkel – $\vartheta^{(1)}$ für die Viellagenschicht und $\vartheta^{(2)}$ für die Keimschicht – beschrieben werden. Die Winkel sind relativ zu den Anisotropieachsen definiert¹².
5. Die Terme für die magnetische Gesamtenergie setzen sich zusammen aus Zeeman- und senkrechter Anisotropieenergie (vergleiche Abschnitt 3.3.4). Für die Viellagenschicht gilt demnach:

$$E^{(1)} = V^{(1)} \left[-H J_S^{(1)} \cos(\vartheta^{(1)} - \varphi) + K_{u1}^{\text{eff}(1)} \sin^2(\vartheta^{(1)}) + K_{u2}^{(1)} \sin^4(\vartheta^{(1)}) \right].$$

Die Energie der Keimschicht lässt sich folgendermaßen schreiben:

$$E^{(2)} = V^{(2)} \left[-H J_S^{(2)} \cos(\vartheta^{(2)} - \varphi) + K_{u1}^{\text{eff}(2)} \sin^2(\vartheta^{(2)}) \right].$$

φ bezeichnet dabei den Rotationswinkel des externen Feldes relativ zu den Anisotropieachsen. $V^{(i)}$ steht für die Volumina der Schichten. Die effektiven Anisotropiekonstanten zweiter Ordnung beinhalten die intrinsische Anisotropie zweiter

¹²Damit unterscheiden sich die Konventionen der Winkelmessung bei Auswertung und Torsionsexperiment! Es gilt: $\vartheta^{(i)} = 90^\circ$ -Feldwinkel (gemessene Kurve). Diese Wahl wurde im Hinblick auf eine klarere mathematische Formulierung des Modells getroffen.

Ordnung und die Formanisotropie:

$$K_{u1}^{\text{eff}} = K_{u1} - \frac{J_S^2}{2\mu_0}.$$

6. Das Gesamtdrehmoment auf die Probe ist gleich der Summe der Drehmomente, die das Magnetfeld auf die magnetischen Momente von Viellagenschicht und Keimschicht ausübt (vergleiche Abschnitt 3.3.4):

$$\begin{aligned}\mathbf{T} &= \mathbf{H} \times (V^{(1)} \mathbf{J}^{(1)} + V^{(2)} \mathbf{J}^{(2)}) \\ &= H [V^{(1)} J_S^{(1)} \sin(\vartheta^{(1)} - \varphi) + V^{(2)} J_S^{(2)} \sin(\vartheta^{(2)} - \varphi)].\end{aligned}$$

Zur Extraktion der effektiven Anisotropie der Viellagenschichten aus den gemessenen Torsionskurven wurde ein Verfahren entwickelt, welches im Anhang ab Seite 172 im Detail beschrieben wird. Es erlaubt die numerische Simulation von Torsionskurven sowie deren Anpassung an die Messdaten. Die Magnetisierungsrichtungen von Keim- und Viellagenschicht werden dabei für jeden Feldwinkel aus der Minimierung ihrer magnetischen Gesamtenergien ermittelt und daraus das resultierende Gesamtdrehmoment berechnet. Als Fitparameter verwendet man dabei zweckmäßigerweise anstatt von Anisotropiekonstanten die entsprechenden effektiven Anisotropiefeldstärken, definiert durch

$$H_{u1/2} = \frac{2 K_{u1/2}^{\text{(eff)}}}{J_S}.$$

Damit die Anpassung gelingen kann, müssen die Messdaten jedoch zuvor aufbereitet werden. Um geringfügige Fehljustierungen beim Anfangswinkel auszugleichen wurden die Kurven zunächst entsprechend horizontal verschoben. Eine eventuelle Nullpunktsdrift wurde falls nötig basierend auf den vom Modell vorgegebenen Nullstellen des Drehmoments abgeschätzt und abgezogen (siehe Anhang). Aufgrund der Symmetrie der Drehmomentwerte zum Feldwinkel 180° konnte eine Mittelung der Winkelbereiche $[0^\circ; 180^\circ]$ und $[180^\circ; 360^\circ]$ zur Glättung der Kurven vorgenommen werden.

Um nun Aussagen über die Anisotropiekonstanten der Viellagenschicht aus Torsionsmessungen ableiten zu können, müssen die Eigenschaften der Eisen-Keimschicht bekannt sein. Zur Abschätzung der Anisotropie wurde auf Daten zurückgegriffen, die von Florian Bammes im Rahmen seiner Diplomarbeit bestimmt wurden [Bam99]. Die Sättigungsmagnetisierung der Keimschicht bei Zimmertemperatur wurde anhand der Ergebnisse von Zölfli ermittelt [ZBK⁺97]. Die anhand dieser Literaturangaben durchgeführten Berechnungen sind im Anhang (Seite 172 ff.) zusammengefasst. Die Ergebnisse bei den für Eisen-Keimschichten verwendeten Schichtdicken zeigt Tabelle 4.3.

Bei dieser Vorgehensweise besteht allerdings eine gewisse Unsicherheit, ob die angenommenen magnetischen Eigenschaften der Eisen-Keimschicht auch tatsächlich zu treffen: es war nämlich zu befürchten, dass sich diese unter dem Einfluss erhöhter

Massenbelegung [ML]	μ_{Fe} (0K) [μ_B]	$H_{u1}^{(2)}$ (ZT) [10^5 Am^{-1}]	$J_S^{(2)}$ (ZT) [T]
5	2,32	$-4,4 \pm 0,8$	2,23
6	2,3	$-6,0 \pm 0,8$	2,21
7	2,29	$-7,2 \pm 0,8$	2,20

Tabelle 4.3: Eigenschaften von Eisen(001) auf GaAs(001), bedeckt mit Au(001): Moment bei $T = 0\text{K}$ sowie effektives Anisotropiefeld und Sättigungsmagnetisierung bei Zimmertemperatur (nach [Bam99] und [ZBK⁺97]).

Temperaturen im Bereich von ca. $90^\circ\text{C} - 140^\circ\text{C}$, wie sie bei der weiteren Probenbehandlung kurzzeitig auftreten (z.B. bei der Aushärtung von Fotolack oder PMMA, beim Aufkleben von Proben mit klarem *Gatan-Wachs* etc.), ändern könnten¹³. Zu erwarten wäre eine Reduktion des mittleren Fe-Moments, wie neuere SQUID-Messungen von W. Kipferl an Fe-Keimschichten, die über mindestens 30 Minuten Temperaturen um 250°C ausgesetzt waren, zeigen [Kip01]. Dies ist wahrscheinlich bedingt durch Diffusion von aus dem Substrat stammenden Ga oder As und Legierungsbildung mit dem Fe der Keimschicht. Die Möglichkeit einer verringerten Sättigungsmagnetisierung der Fe-Keimschicht wurde daher bei der Auswertung der Messungen mit berücksichtigt, indem diese bei der Kurvenanpassung optional als freier Parameter zugelassen wurde. Dabei wurde näherungsweise angenommen, dass sich die intrinsische Anisotropie der Keimschicht nicht verändert. Lediglich die Auswirkungen auf die Formanisotropie wurden berücksichtigt.

Zusätzlich zu den magnetischen Eigenschaften der Keimschicht wird die Sättigungsmagnetisierung der Viellagenschicht zur Auswertung benötigt. Die Werte bei Zimmertemperatur und bei $T = 0$ sind in Tabelle 4.2 auf Seite 110 zusammengestellt.

Ergebnisse

Die Auswertung der Torsionsmessungen mit der im Vorangegangenen beschriebenen Methode lieferte konsistente Ergebnisse sowohl bei verschiedenen Messungen an ein- und derselben Probe als auch beim Vergleich ähnlicher Proben untereinander. Abbildung 4.28 (rote Kurve) zeigt ein Beispiel. Man erkennt ein höheres Maß an Übereinstimmung zwischen angepasster Kurve und Messpunkten als im Fall des „naiven Mo-

¹³Eine Beeinflussung der magnetischen Eigenschaften der Viellagenschicht durch erhöhte Temperaturen im genannten Bereich konnte im Übrigen experimentell nicht nachgewiesen werden. So zeigten sich z.B. keine Änderungen der Magnetisierungskurven von behandelten Proben. Untersuchungen von Nakajima haben zwar gezeigt, dass bereits bei 100°C eine Zerstörung der L₁₀ Ordnung auftritt, allerdings erst nach relativ langer Zeit (2-3 Stunden) [NTMF98]. Dass hier keine Veränderungen beobachtet werden konnten liegt wahrscheinlich daran, dass die Proben hier für maximal 4 Minuten den erhöhten Temperaturen ausgesetzt wurden. Zudem zeigt sich das Schichtsystem bemerkenswert resistent gegenüber Oxidation: weder mehrere Monate an Umgebungsluft noch die Einwirkung eines Sauerstoffplasmas führten zu messbaren Veränderungen in Magnetisierungskurven oder Domänenstruktur.

dells“, das die Keimschicht vernachlässigt (blaue Kurve). Auffällig ist auch, dass das ermittelte Anisotropiefeld vierter Ordnung der Viellagenschicht bei Berücksichtigung der Keimschicht verschwindend gering ist, was auch bei allen weiteren ausgewerteten Messungen zutrifft. Der scheinbar vorhandene Beitrag der vierten Ordnung kann also allein auf den Einfluss der Eisen-Keimschicht zurückgeführt werden. Die Kurvenform kommt dadurch zustande, dass die Magnetisierungsrichtungen beider Schichten voneinander abweichen, also $\vartheta^{(1)} \neq \vartheta^{(2)}$, da das Feld zur Sättigung nicht ausreicht.

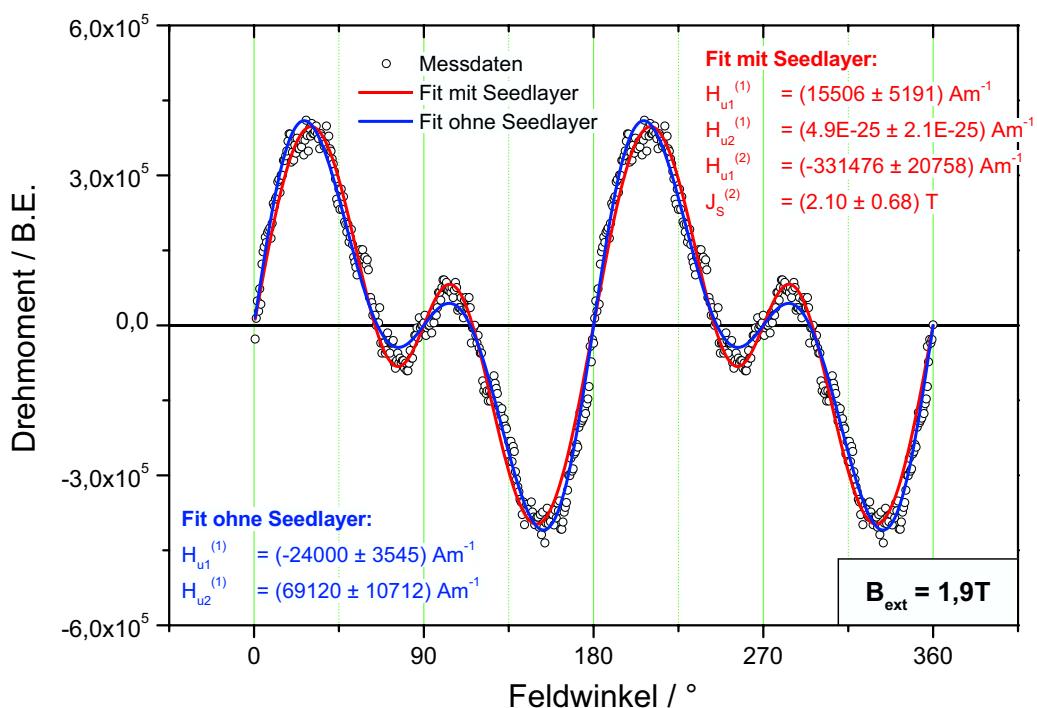


Abbildung 4.28: Torsionsmessung einer Fe/Au-Viellagenschicht (*Kreise*). Rotationsachse und Magnetfeldrichtung beim Start der Messung liegen parallel zur Schichtebene. Die Kurvenform deutet auf eine uniaxiale Anisotropie mit leichter Achse senkrecht zur Schichtebene hin, wobei der Beitrag der vierten Ordnung scheinbar dominiert (*blaue Kurve*). Die Anpassung der Messdaten unter Berücksichtigung der Keimschicht (*rote Kurve*) zeigt jedoch, dass die Kurvenform vom Einfluss der Eisen-Keimschicht herrührt: der Anisotropiebeitrag vierter Ordnung ist tatsächlich verschwindend gering. (Probe MK1_3, 100DL, Einzellagendicke 1,0ML).

Um sicherzustellen, dass die Proben während der Messung ausreichend homogen magnetisiert sind wurde die Feldabhängigkeit der Ergebnisse ermittelt. Wie in Abbildung 4.29 zu erkennen ist, steigt das ermittelte Anisotropiefeld der Viellagenschicht

mit zunehmendem Feld an, bleibt aber ab ca. 1,75T in etwa konstant. Dieses Verhalten konnte anhand weiterer Messungen an unterschiedlichen Proben bestätigt werden. Das Anisotropiefeld der Keimschicht zeigt dagegen im Rahmen der Fehlertoleranz keine Feldabhängigkeit, zumindest nicht im betrachteten Feldbereich. Somit kann angenommen werden, dass das bei den Messungen anliegende Feld von ca. 1,9T ausreicht, um verlässliche Ergebnisse zu erhalten.

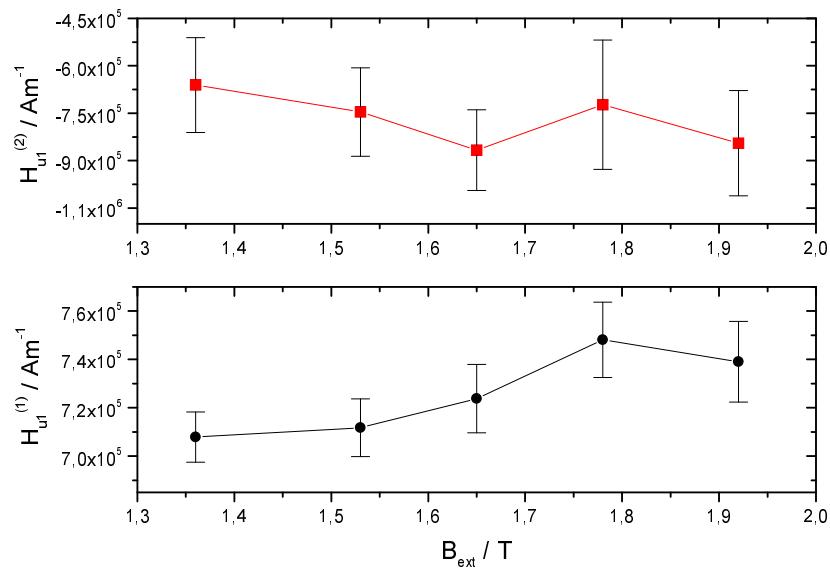


Abbildung 4.29: Feldabhängigkeit der ermittelten Ergebnisse. *Oben:* Das Anisotropiefeld der Keimschicht zeigt keine signifikante Feldabhängigkeit. *Unten:* Die Auswertung des Anisotropiefeldes der Viellagenschicht liefert ab etwa 1,75T gleichbleibende Werte. (Probe: MK1_8 75DL, Einzellagendicke 1,0ML)

Bei Messungen mit gutem Signal-Rauschverhältnis gelang zudem die Anpassung der Messkurven mit der Sättigungsmagnetisierung der Eisen-Keimschicht $J_S^{(2)}$ als freiem Parameter (siehe oben). Die Ergebnisse lagen alle im Bereich 2,1T – 2,3T bei einem geschätzten Fehler von ca. 0,1T. Im Rahmen der Messgenauigkeit ergeben sich demnach keine Abweichungen von den in Tabelle 4.3 angegebenen erwarteten Werten, was bedeutet, dass das Moment der Keimschicht *nicht* wesentlich reduziert ist. Die Keimschicht übersteht die auftretenden erhöhten Temperaturen offenbar ohne messbare Veränderungen. Die Auswertung von Messungen, bei denen die Kurven-Anpassung mit $J_S^{(2)}$ als freiem Parameter nicht gelang – etwa aufgrund zu schwachen Signals oder starker Nullpunktsdrift – geschah folglich basierend auf den erwarteten Parametern.

Abbildung 4.30 zeigt Messungen und Fitkurven von vier – ansonsten identischen – Proben mit verschiedener Schichtdicke. Es handelt sich um Proben auf vizinalem

Substrat mit einem Q -Faktor¹⁴ von knapp über 1 (siehe unten). Man erkennt, dass die Kurve der 100DL-Probe noch die Charakteristika einer senkrechten leichten Achse zeigt: positive Steigung bei 0° , die Maxima sind zu den schweren Richtungen in der Schichtebene ($0/360^\circ$ und 180°) hin verschoben. Mit abnehmender Schichtdicke gewinnt die Fe-Keimschicht mit ihrer leichten Ebene parallel zur Schicht zunehmend an Einfluss: bei ca. 75DL findet ein Übergang statt, Viellagenschicht und Keimschicht kompensieren sich nahezu. Das folglich recht verrauschte Messsignal erklärt die vergleichsweise schlechte Übereinstimmung von Messdaten und angepasster Kurve. Unterhalb von 75DL dominiert die Eisen-Keimschicht, die Kurven zeigen typische Charakteristika einer senkrechten schweren Achse: negative Steigung bei 0° und Verschiebung der Maxima hin zu 90° und 270° (die schweren Richtungen des Gesamtsystems stehen nun senkrecht auf der Schichtebene). Die ermittelten Anisotropiefelder sind in Abbildung 4.31 gegen die Schichtdicke aufgetragen, woraus sich keine signifikante Schichtdickenabhängigkeit erkennen lässt. Dieses Ergebnis wird von Messungen an Proben auf nicht-vizinalen Substraten bestätigt. Zum Vergleich zeigt Abbildung 4.32 das Ergebnis der Messung an einer Probe mit $Q \approx 2$, wo der Einfluss der Keimschicht fast nicht mehr erkennbar ist und ein gutes Signal-Rauschverhältnis der Messdaten vorliegt.

Der Q -Faktor der Viellagenschicht kann aus den ermittelten effektiven Anisotropiefeldern und der Sättigungsmagnetisierung bestimmt werden:

$$Q = \frac{K_{u1}}{K_d} = \frac{K_d + K_{u1}^{\text{eff}}}{K_d} = 1 + \frac{\frac{H_{u1}J_S}{2}}{\frac{J_S^2}{2\mu_0}} = 1 + \mu_0 \frac{H_{u1}}{J_S}.$$

Daraus folgt sofort, dass für effektive Anisotropiefelder größer Null zwingend $Q > 1$ gilt. Die Ergebnisse von Messungen an verschiedenen Proben sind in Tabelle 4.4 zusammengestellt. Man erkennt, dass die resultierenden Q -Faktoren in zwei Gruppen fallen: Proben auf nicht-vizinalen Substraten liegen im Bereich um 2,0, während Proben auf vizinalen Substraten ein Q von knapp über 1,0 aufweisen. Während die Q -Werte der Viellagenschichten auf nicht-vizinalen Substraten im Rahmen des geschätzten Fehlers eindeutig größer als eins sind, ist im Fall vizinaler Substrate der Bereich $Q < 1$ teilweise im Fehlerintervall enthalten, obwohl die effektiven Anisotropiefelder bei der Hälfte dieser Proben signifikant positiv sind, was gleichbedeutend mit $Q > 1$ ist. Dieser scheinbare Widerspruch liegt darin begründet, dass der nicht unerhebliche Fehler bei der Bestimmung von J_S in die Fehlerabschätzung von Q mit eingeht. Betrachtet man die ermittelten Q -Werte der Proben untereinander, so fällt auf, dass diese sehr viel weniger streuen, als die Fehlerintervalle vermuten lassen. Auch dies liegt im Einfluss von ΔJ_S auf ΔQ begründet, insbesondere da bei allen Proben auf die gleichen Ausgangsdaten zur Bestimmung von J_S zurückgegriffen wurde. Bei drei Proben (MK1.3 25–75DL) beinhalteten allerdings schon die Fehlerintervalle der effektiven Anisotropiefelder negative Werte. Hier liegen sowohl Q -Werte in der Nähe von 1 vor, als auch geringere Schichtdicken. Dies bewirkt eine Dominanz der Keimschicht in den gemes-

¹⁴Definition siehe Abschnitt 2.3, Seite 18.

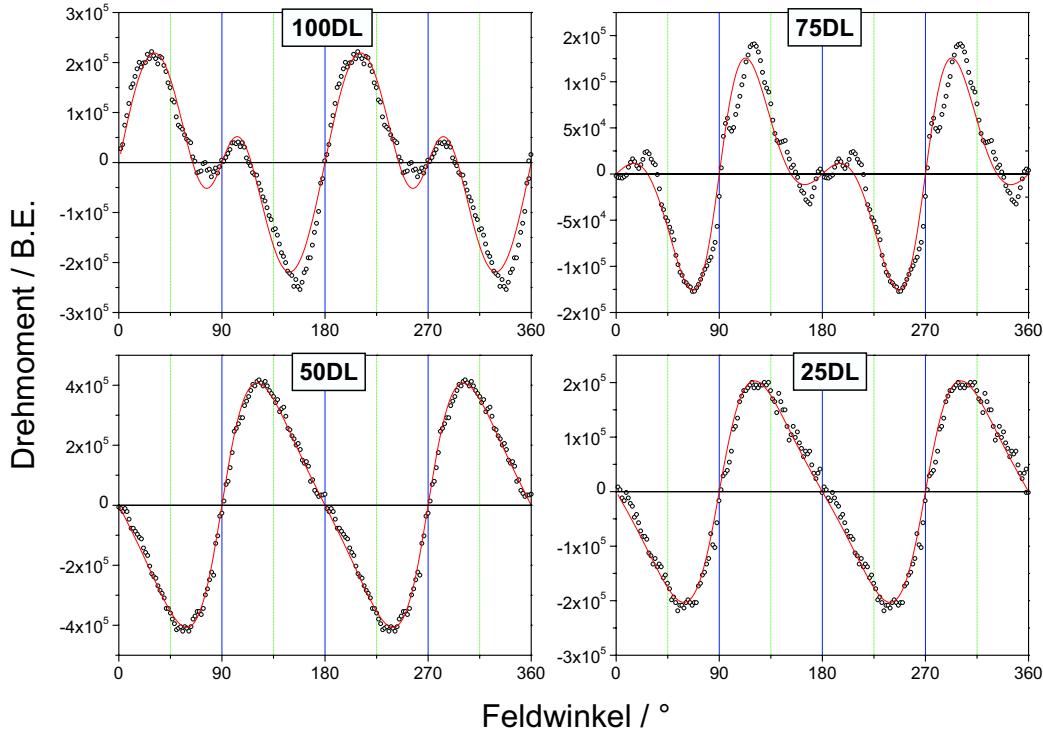


Abbildung 4.30: Messungen bei unterschiedlicher Schichtdicke. Bei der Probe mit 100DL dominiert die senkrechte leichte Achse der Viellagenschicht. Bei etwa 75DL findet ein Übergang statt, so dass bei 50DL und 25DL die senkrechte schwere Achse der Keimschicht überwiegt. (Probe: MK1_3, Einzellagendicke 1,0ML, vizinales Substrat)

senen Torsionskurven (siehe Abbildung 4.30), was sich in großen geschätzten Fehlern schon bei der numerischen Auswertung äußert. Trotzdem kann hier angesichts der geringen Streuung der Ergebnisse davon ausgegangen werden, dass die Abschätzung der Fehler seitens des Fitalgorithmus zu pessimistisch ausgefallen ist und die tatsächlichen Q -Werte im Bereich > 1 liegen, was auch Messungen der Magnetisierungskurven bestätigen.

Torsionsmessungen in der Schichtebene (also Rotationsachse senkrecht zur Schichtebene) zeigen eine uniaxiale Anisotropie mit leichter Achse parallel zur GaAs-[110]-Kristallrichtung (Abbildung 4.33). Das Signal ist sehr schwach, was eine genaue Auswertung sehr erschwert. Die Richtung der leichten Achse stimmt allerdings mit der bekannten uniaxialen Anisotropie von Fe(001) auf GaAs(001) überein [BZMB99], so dass der Ursprung der gemessenen Anisotropie höchstwahrscheinlich in der Keimschicht zu suchen ist. Darüber hinaus sind keine weiteren Anisotropiebeiträge erkennbar. Insbesondere reicht die Empfindlichkeit des Torsionsmagnetometers offenbar nicht aus, um

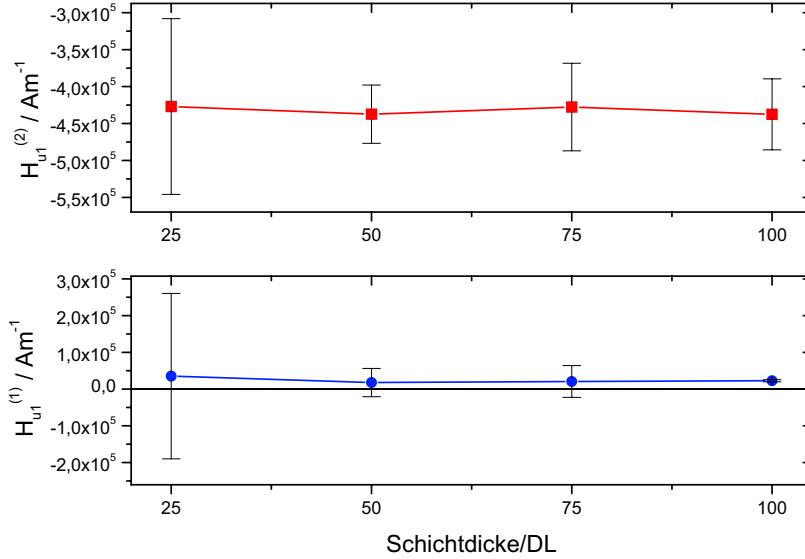


Abbildung 4.31: Ergebnisse der in Abbildung 4.30 gezeigten Messungen. Weder die Anisotropiefeldstärke der Keimschicht (*oben*) noch die der Viellagenschicht (*unten*) zeigt im Rahmen der Messgenauigkeit eine Abhängigkeit von der Schichtdicke. Angesichts der geringen Streuung der Ergebnisse erscheinen die numerisch aus dem Kurvenfit abgeleiteten Fehlerintervalle teilweise als zu pessimistisch.

Probe	$H_{u1}^{(1)} / \text{Am}^{-1}$	K_{u1} / Jm^{-3}	Q
B4_1 110DL 1,0ML	$8,63 \times 10^{05} \pm 3,63 \times 10^{04}$	$7,71 \times 10^{05} \pm 2,44 \times 10^{05}$	$2,139 \pm 0,518$
MK1_8 100DL 1,0ML	$7,42 \times 10^{05} \pm 8,54 \times 10^{03}$	$7,14 \times 10^{05} \pm 2,19 \times 10^{05}$	$1,979 \pm 0,419$
MK1_8 75DL 1,0ML	$7,39 \times 10^{05} \pm 1,67 \times 10^{04}$	$7,12 \times 10^{05} \pm 2,23 \times 10^{05}$	$1,976 \pm 0,440$
B2_1 130DL 1,15ML Fe / 1,0ML Au	$7,29 \times 10^{05} \pm 2,69 \times 10^{04}$	$7,48 \times 10^{05} \pm 2,40 \times 10^{05}$	$1,929 \pm 0,457$
MK1_3 100DL 1,0ML VZ	$2,23 \times 10^{04} \pm 6,10 \times 10^{02}$	$3,71 \times 10^{05} \pm 1,47 \times 10^{05}$	$1,029 \pm 0,234$
MK1_3 75DL 1,0ML VZ	$2,07 \times 10^{04} \pm 4,32 \times 10^{04}$	$3,70 \times 10^{05} \pm 1,67 \times 10^{05}$	$1,027 \pm 2,350$
MK1_3 50DL 1,0ML VZ	$1,77 \times 10^{04} \pm 3,86 \times 10^{04}$	$3,69 \times 10^{05} \pm 1,64 \times 10^{05}$	$1,023 \pm 2,435$
MK1_3 25DL 1,0ML VZ	$3,53 \times 10^{04} \pm 2,25 \times 10^{05}$	$3,77 \times 10^{05} \pm 2,55 \times 10^{05}$	$1,047 \pm 6,884$
MK1_6 100DL 1,0ML VZ	$1,00 \times 10^{04} \pm 3,70 \times 10^{02}$	$3,65 \times 10^{05} \pm 1,45 \times 10^{05}$	$1,013 \pm 0,240$
MK1_6 110DL 1,5ML VZ	$4,00 \times 10^{03} \pm 2,00 \times 10^{03}$	$4,44 \times 10^{05} \pm 1,78 \times 10^{05}$	$1,005 \pm 0,704$

Tabelle 4.4: Zusammenstellung der Ergebnisse von Torsionsmessungen an verschiedenen Proben: Effektives Anisotropiefeld, Anisotropie-Energiedichte zweiter Ordnung und Q-Faktor bei Zimmertemperatur. Probenbezeichnungen, die auf „vz“ enden, kennzeichnen Proben auf vizinalen Substraten.

den kubischen Beitrag zur Anisotropie der Keimschicht (oder eventuell auch der Viellagenschicht) nachzuweisen. Aussagen darüber konnten auch nicht mit Hilfe von AGM-Messungen in der Schichtebene getroffen werden, da der Verlauf der Magnetisierungskurven von der starken senkrechten Anisotropie dominiert wird. Richtung und Stärke der gemessenen uniaxialen *in-plane*-Anisotropie stimmen bei allen Messungen in etwa überein, insbesondere auch bei Proben auf vizinal geschnittenen GaAs-Substraten, bei

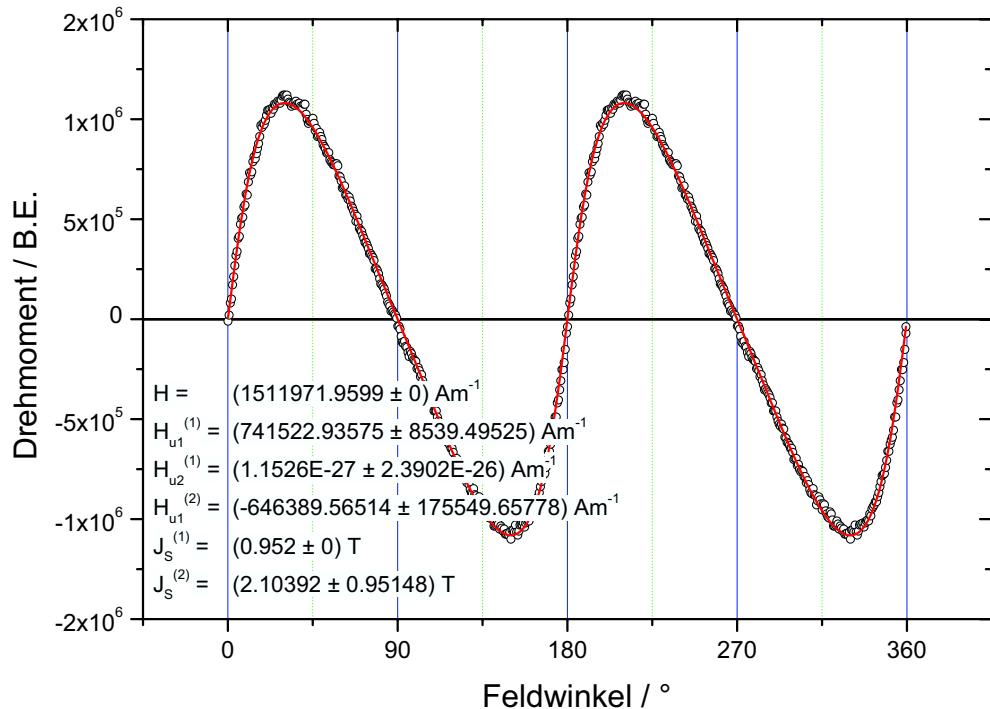


Abbildung 4.32: Torsionsmessung an Probe MK1.8, 100DL, Einzellagendicke 1,0ML auf nicht-vizinalem Substrat. Man erkennt die stark ausgeprägte leichte Achse senkrecht zur Schichtebene ($Q \approx 2$). (Feld bei der Messung $B_{ext} = 1,9\text{T}$)

denen ja eine Auszeichnung der GaAs<100>-Richtungen durch den Fehlschnitt und den erwarteten Stufenverlauf des Gold-Puffers entlang Au<110> zu erwarten wäre (vergl. Seite 86). Die Anisotropie in der Schichtebene ist also unabhängig vom Fehlschnitt des Substrats.

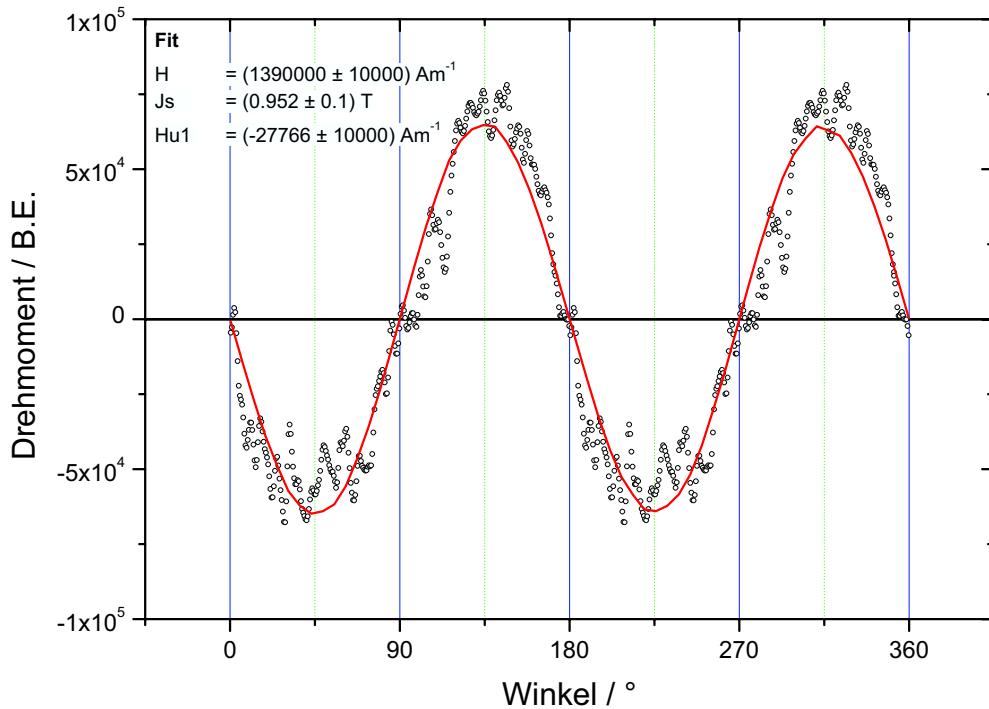


Abbildung 4.33: Torsionsmessung der *in-plane* Anisotropie (Rotationsachse senkrecht zur Schicht) von Probe MK1.8, 100DL. Start der Messung in GaAs-[110]-Richtung (= 0°). Die uniaxiale Anisotropie der Keimschicht mit leichter Achse parallel [110] ist noch erkennbar, eine kubische Anisotropie ist dagegen nicht nachweisbar (7ML Eisen-Keimschicht, $B_{ext} = 1,7\text{T}$).

4.3 Domänenbeobachtung

Die Untersuchung der Domänenstruktur der hier behandelten Viellagensysteme erfordert die Einhaltung von wechselseitigen Anforderungen zwischen Proben und Abbildungsmethoden. Aufgrund der ausgesprochen kleinen Domänenbreiten um 60nm kommen nur höchstauflösende Mikroskopieverfahren in Betracht. Wie bereits erläutert kamen drei komplementäre Methoden zum Einsatz: Magnetkraftmikroskopie (MFM), Lorentzmikroskopie (LTEM) und magnetische Transmissions-Röntgenmikroskopie (MTXM). Dabei ergeben sich aus den beiden Transmissions-Verfahren (LTEM und MTXM) Einschränkungen für den Schichtdickenbereich der Proben: Diese dürfen einerseits nicht zu dick sein, da sonst die Absorption zu groß wird, andererseits wird bei zu dünnen Schichten der Kontrast zu klein. So zeigte sich, dass die Empfindlichkeit des MTXM am BESSY I zur Untersuchung einer Viellagenschicht von ca. 20nm

(50DL) nicht mehr ausreicht. Eine Schichtdicke um 50nm erwies sich dagegen als guter Kompromiss.

4.3.1 Domänen in unstrukturierten Schichten

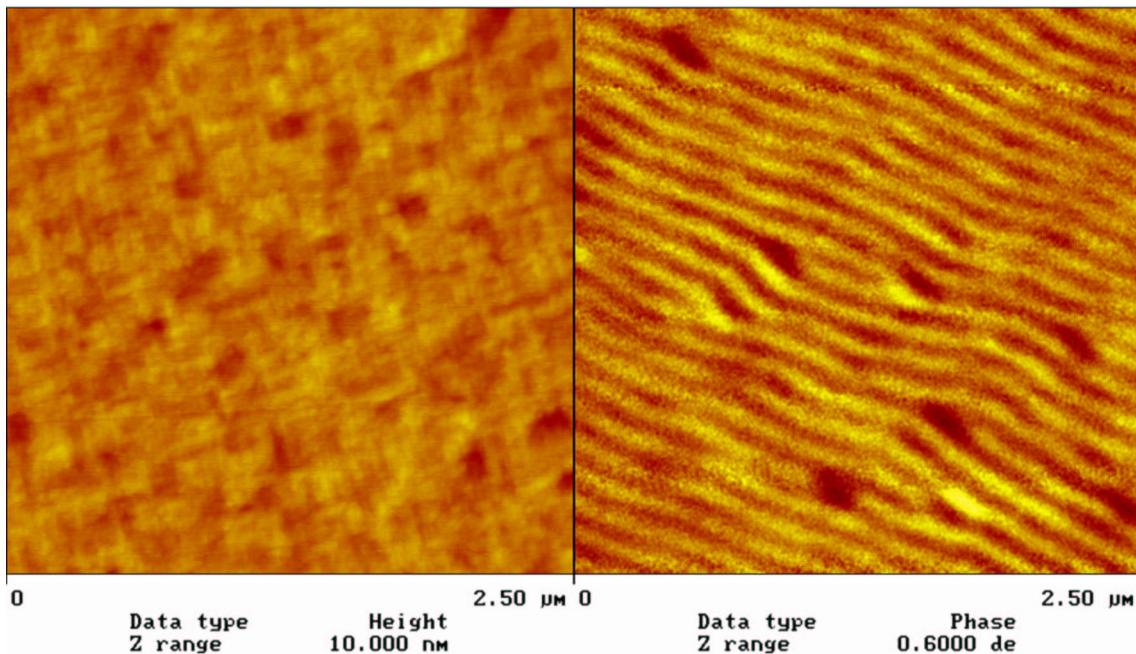


Abbildung 4.34: MFM-Aufnahme der Probe B2_1 ($[1,15\text{ML Fe} / 1,0\text{ML Au}]_{130}$, $Q \approx 2$) unmittelbar nach der Herstellung (remanenter Zustand). Die linke Bildhälfte zeigt die Topografie der sehr glatten Probenoberfläche, während der magnetische Kontrast rechts abgebildet ist. Man erkennt streifenartige Domänen mit einer Periode von $126 \pm 5 \text{ nm}$.

Erste Untersuchungen wurden mittels Magnetkraftmikroskopie (MFM) an unstrukturierten Schichten durchgeführt. Abbildung 4.34 zeigt eine Probe mit $Q \approx 2$ unmittelbar nach der Herstellung, die bis zu dieser Untersuchung keinen nennenswerten Magnetfeldern ausgesetzt war. Somit ist der abgebildete Zustand mit seinen praktisch parallel verlaufenden streifenartigen Domänen offenbar direkt während der Schichtherstellung entstanden. Die räumliche Auflösung ist besser als 40nm [Sch01, Seite 32]. Mit dieser Auflösungsfähigkeit ist die Magnetkraftmikroskopie noch gut geeignet, die nur ca. 60nm breiten Streifen zu trennen, nähere Details wie z.B. die Wandstruktur sind aber nicht zu erkennen. Aussagen über Magnetisierungsrichtungen können aus diesen Untersuchungen allein ebenfalls nicht abgeleitet werden.

Weitergehende Einsichten ergeben sich aus dem Einsatz der Lorentzmikroskopie. Dazu muss die Probe zunächst durch Herstellung mehrerer Membranen präpariert wer-

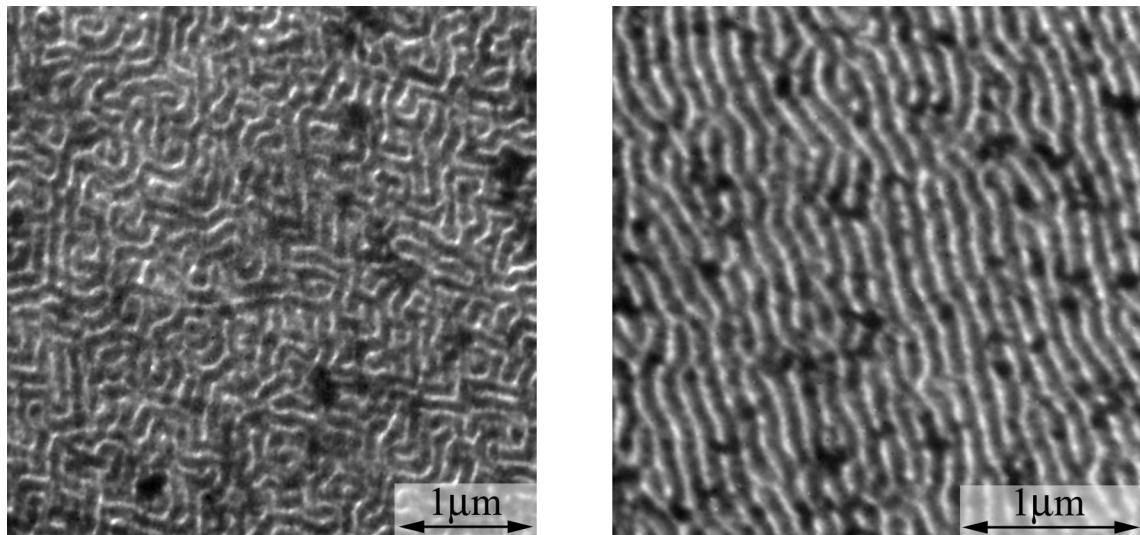


Abbildung 4.35: LTEM-Fresnel-Aufnahme von Probe B2_1 nach Sättigung (*links*) senkrecht zur und (*rechts*) in der Schichtebene. Die Probe ist um 35° gegen den Elektronenstrahl verkippt.

den. Vor allem bei geringer Vergrößerung zeigt sich im TEM bei allen Membranen ein mehr oder weniger deutlicher Biegekontrast¹⁵; in einigen Fällen mit starker Verbiegung konnten auch vereinzelt feine Risse beobachtet werden, die auf eine mechanische Überbeanspruchung hindeuten. Im Unterschied zu den spröden Siliziumnitrid-Membranen, die bei Belastung elastisch reagieren und ab einem kritischen Punkt brechen, scheinen die hier verwendeten Metallfilme weitgehend plastisch nachzugeben. Ein zu starker Biegekontrast wirkt dennoch bei Lorentzaufnahmen sehr störend, weshalb für die Untersuchung plane Bereiche auf unbeschädigten Membranen gefunden werden mussten. Ein magnetischer Kontrast konnte aber erst durch Verkippung der Probe gegen den Elektronenstrahl ab einem Kippwinkel von ca. 20° beobachtet werden. Da die Fresnel-Abbildung nur gegenüber Änderungen der Magnetisierungskomponenten senkrecht zur Strahlrichtung sensitiv ist, kann daraus einerseits geschlossen werden, dass im Rahmen der relativ hohen Auflösungsfähigkeit von ca. 10nm keine Variationen der – durch die Schichtdicke gemittelten – Magnetisierungskomponenten in der Schichtebene auftreten. Andererseits deutet dieses Ergebnis auf eine alternierende senkrechte Komponente in der Magnetisierung der Streifendomänen hin (siehe auch Abschnitt 6.3, Seite 158).

Abbildung 4.35 zeigt LTEM-Ergebnisse an der selben Probe, an der auch die oben in Abbildung 4.34 gezeigte MFM-Untersuchung durchgeführt wurde. Der Unterschied besteht lediglich in der magnetischen Vorgeschichte, da die Probe hier vor den Aufnahmen in einem Feld von ca. 2T gesättigt wurde. Nach Sättigung senkrecht zur Schicht-

¹⁵Bei Transmission durch eine gebogene oder gewellte Probe hängt die effektiv durchstrahlte Schichtdicke und somit die Transmission vom lokalen Winkel der Oberflächennormale zum Elektronenstrahl ab, was sich in Helligkeitsfluktuationen im Bild äußert.

ebene zeigt sich in Remanenz ein labyrinthartiges Domänenmuster. Die Untersuchung der Verteilung der im Bild enthaltenen Raumfrequenzen mit Hilfe der Fourier-Analyse [PTVF92] ergibt, dass die Domänen hier keine Vorzugsrichtung besitzen. Sättigt man die Probe dagegen durch Anlegen eines Feldes in der Schichtebene, so verlaufen die Streifen im Nullfeld parallel zur vormaligen Feldrichtung und es resultiert ein zu den MFM-Aufnahmen sehr ähnliches Muster. Die Domänen sind aber im Vergleich zum Zustand nach der Herstellung etwas stärker verzweigt, was auch nachfolgende MFM-Untersuchungen bestätigen. Die mittlere Streifenbreite ist allerdings in allen Fällen identisch, auch beim Labyrinth-Muster. Dies belegt, dass die magnetischen Eigenschaften der Viellagenschicht durch den Herstellungsprozess der Membranen nicht signifikant verändert werden, weil die MFM-Untersuchungen vor der Membranherstellung durchgeführt wurden. Der Kontrast entsteht bei der LTEM in Fresnel-Abbildung, wie in Abschnitt 3.4.2 erläutert, nur durch Domänenwände, wobei die hellen Wände aufgrund von Interferenzeffekten schärfer erscheinen als die dunklen. Die relativ hohe Auflösung von ca. 10nm reicht jedoch noch immer nicht aus, um die Wände im Detail abzubilden.

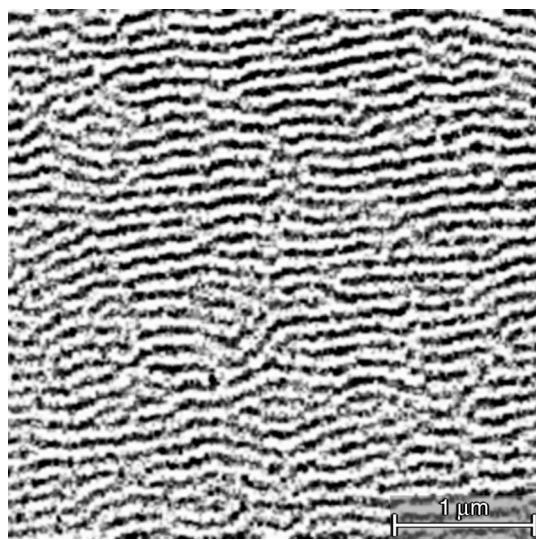


Abbildung 4.36: MTXM-Untersuchung von Probe B2_1 an der Fe L_3 -Kante (706eV) in Remanenz nach Sättigung in der Ebene, Strahl senkrecht zur Schicht. Die Auflösung der Mikrozonenplatte beträgt ca. 25nm.

Abbildung 4.36 zeigt eine MTXM-Aufnahme der bereits mit MFM und LTEM untersuchten Probe. Es zeigt sich eine zu Abbildung 4.35 (rechts) identische Streifenstruktur, die aufgrund des senkrechten Strahleinfalls als Modulation der mittleren Magnetisierungskomponente senkrecht zur Schichtebene zu interpretieren ist. Die mikromagnetische Struktur kann damit wahrscheinlich zur Klasse der Banddomänen (vergleiche Abschnitt 2.3.2, Seite 21) gezählt werden. Siehe dazu auch die Diskussion in Abschnitt 6.3, Seite 158. Ändert man die zirkulare Polarisationsrichtung der Syn-

chrotronstrahlung, so beobachtet man eine Kontrastumkehr, was den magnetischen Ursprung der beobachteten Strukturen belegt.

Im Gegensatz zu den anderen beiden magnetischen Abbildungsmethoden erlaubt die magnetische Transmissions-Röntgenmikroskopie die Beobachtung von Domänen unter dem Einfluss eines starken externen Magnetfelds. Abbildung 4.37 zeigt die Auswirkung eines senkrecht zur Schichtebene angelegten Feldes auf die Labyrinth-Struktur einer Probe mit gegenüber Abbildung 4.36 größerer Schichtdicke und Sättigungsmagnetisierung sowie deutlich geringerem Q -Faktor knapp oberhalb von eins. Zunächst fällt auf, dass diese Variation der Schichtparameter bei $H = 0$ keine signifikante Änderung des beobachteten Domänenmusters oder der Streifenperiode verursacht. Das apparativ zur Verfügung stehende maximale Feld war leider nicht ausreichend, um die Probe zu sättigen. Daher korrespondieren die gezeigten Bilder mit Punkten im linearen und weitgehend hysteresefreien Abschnitt der Magnetisierungskurve (vergleiche blaue Kurve in Abbildung 4.24 auf Seite 106). Die augenfälligste Auswirkung der Feldvariation ist, dass die Domänen mit einer senkrechten Magnetisierungskomponente in Feldrichtung („Majoritätsdomänen“) in ihrer Breite zunehmen (helle Domänen sind in der Abbildung oben rechts breiter als dunkle Domänen, unten links ist es bei entgegengesetzter Feldrichtung umgekehrt). Eine eingehendere Analyse ergibt aber auch eine damit einhergehende Variationen der Streifenperiode:

H [kOe]	Streifenperiode [nm]	Verhältnis Domänenbreite hell zu dunkel
0,0	127 ± 4	$1,0 \pm 0,1$
4,0	155 ± 7	$1,5 \pm 0,2$
-3,85	149 ± 9	$0,68 \pm 0,08$

Ein Vergleich des Verlaufs einer einzelnen Domäne mit und ohne angelegtem Feld (in der Abbildung ist eine zusammenhängende helle Domäne farblich hervorgehoben) zeigt neben der primären Änderung des Breitenverhältnisses von hellen und dunklen Domänen, dass die grundlegende Form der Domäne erhalten bleibt, wobei im Detail einige deutliche Veränderungen stattfinden: bei angelegtem Feld entgegen der Magnetisierungsrichtung der Domäne ist der markierte Bereich insgesamt kürzer; Verzweigungen und Biegungen sind weniger stark ausgeprägt. Dies hängt natürlich im Fall des Labyrinthmusters direkt mit der Periodenänderung zusammen. Mit zunehmendem Feld werden die Änderungen in der Domänenstruktur immer weniger reversibel: das Fehlen von übereinstimmenden Domänenmerkmalen zwischen Anfangs- und Endkonfigurationen bei $H = 0$ weist darauf hin, dass der kurze Feldpuls von ca. 4,5kOe zwischen den Aufnahmen oben rechts und unten links größtenteils unumkehrbare Änderungen bewirkt hat. Übereinstimmend findet man in der Magnetisierungskurve (Abbildung 4.24) bei dieser Feldstärke auch bereits eine Öffnung der Kurve.

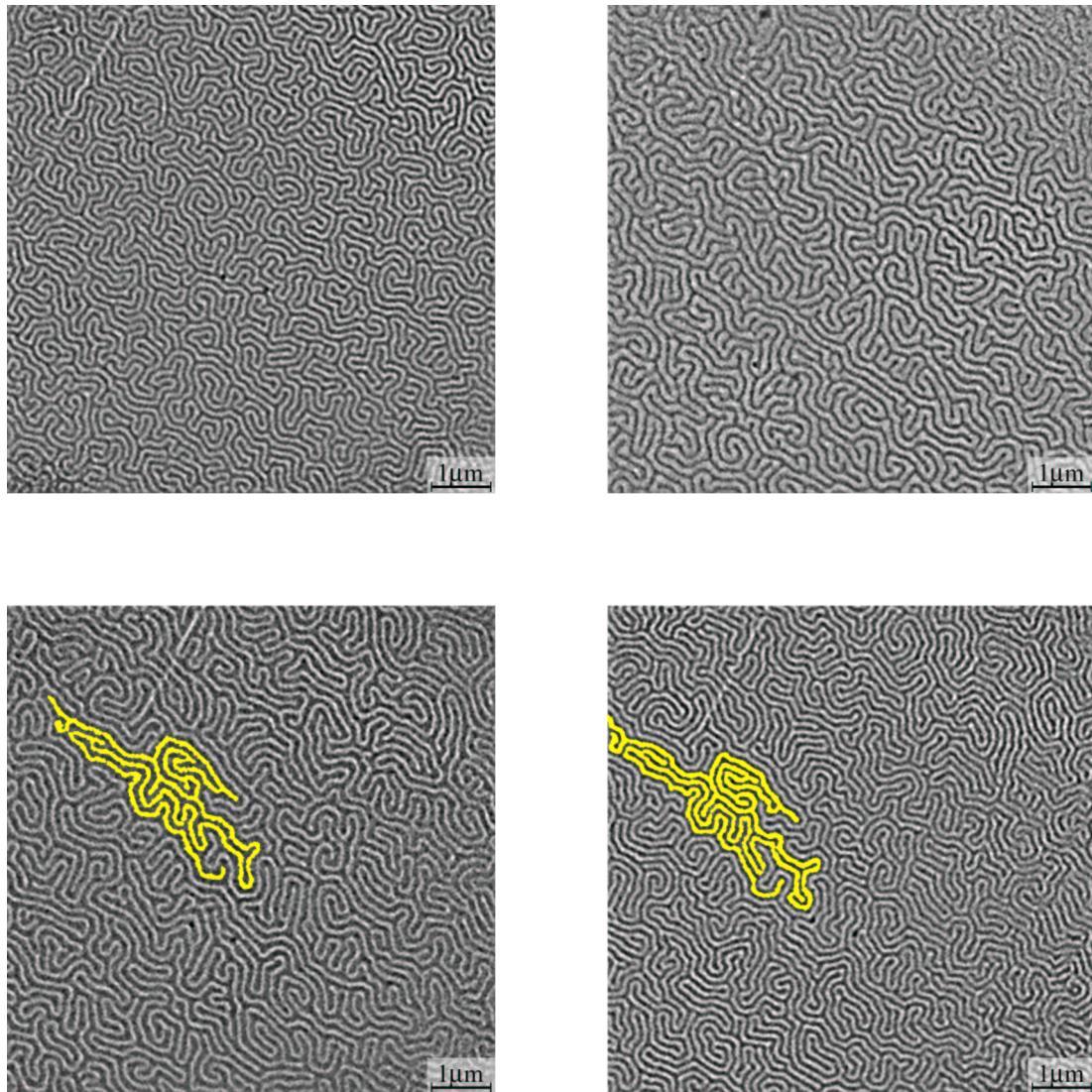


Abbildung 4.37: MTXM-Aufnahmen von Probe MK1_6 ($[1,5\text{ML Fe} / 1,5\text{ML Au}]_{110}$, $Q = 1,005$) unter Einfluss eines senkrechten externen Magnetfeldes. *Oben links:* Ausgangskonfiguration, **0Oe**. Weiter entsprechend des zeitlichen Ablaufs: *oben rechts: +4kOe; ohne Bild:* kurzer Puls von ca. 4,5kOe; *unten links: -3,85kOe;* *unten rechts: 0kOe*. Die Ausschnitte zeigen jeweils ungefähr den gleichen Ort auf der Probe. Unten ist die Entwicklung einer hellen Domäne farblich hervorgehoben. Aufgenommen bei senkrechtem Strahleinfall an der Fe L_3 -Kante, Auflösung der Mikrozonenplatte ca. 20nm.

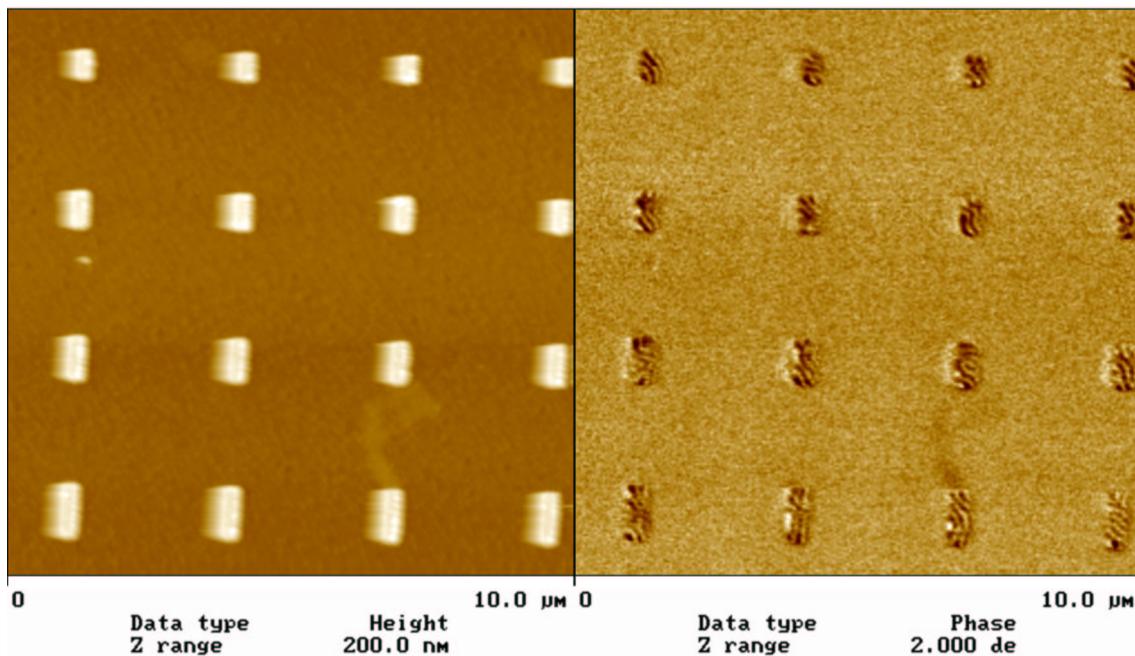


Abbildung 4.38: MFM-Untersuchung an rechteckigen Nanostrukturen (Probe MK1_6, $Q = 1,005$) von ca. 350nm Breite und Variierender Höhe im Bereich 500 – 1000nm. Die linke Bildhälfte stellt die Topografie dar, rechts ist der magnetische Kontrast abgebildet. Weder das variierende Aspektverhältnis noch die Strukturkanten lassen einen Einfluss auf das Domänenmuster erkennen.

4.3.2 Domänen in Nanostrukturen

Abbildung 4.38 zeigt eine MFM-Aufnahme von rechteckigen Nanopartikeln mit variierendem Aspektverhältnis. Es überrascht, dass die Strukturierung so wenig Einfluss auf das Domänenmuster zu haben scheint. Ein ähnliches Resultat liefert die MTXM-Untersuchung von quadratischen Dots der selben Probe in Abbildung 4.39: die Domänen schneiden die Strukturkanten offenbar unter beliebigen Winkeln, die Streifenperiode ist zur unstrukturierten Schicht (Abbildung 4.37) identisch. Einen Hinweis auf die Ursache dieses Verhaltens liefert Abbildung 4.40: man erkennt, dass sich die Streifen trotz der räumlichen Trennung über die Nanopartikel fortsetzen. Angesichts der geringen Auswirkung der Strukturkanten auf die mikromagnetische Ordnung fällt es hier schwer, an eine Wechselwirkung durch Streufelder zu glauben, ganz besonders wenn man bedenkt, dass eine solche Streifenstruktur räumlich sehr nahe beieinander liegende magnetische Pole besitzt, was zwar lokal sehr starke Felder erzeugt, die aber mit der Entfernung schnell abklingen. Eine naheliegendere Erklärung ist folgende¹⁶: die Probe war nach der Strukturierung keinen nennenswerten Magnetfeldern mehr ausgesetzt. Somit ist das ursprüngliche Domänenmuster der durchgehenden Schicht während

¹⁶Anregung von Rudolf Schäfer.

der folgenden Probenpräparation einfach erhalten geblieben. Diese Hypothese konnte leider aus Zeitgründen nicht mehr getestet werden.

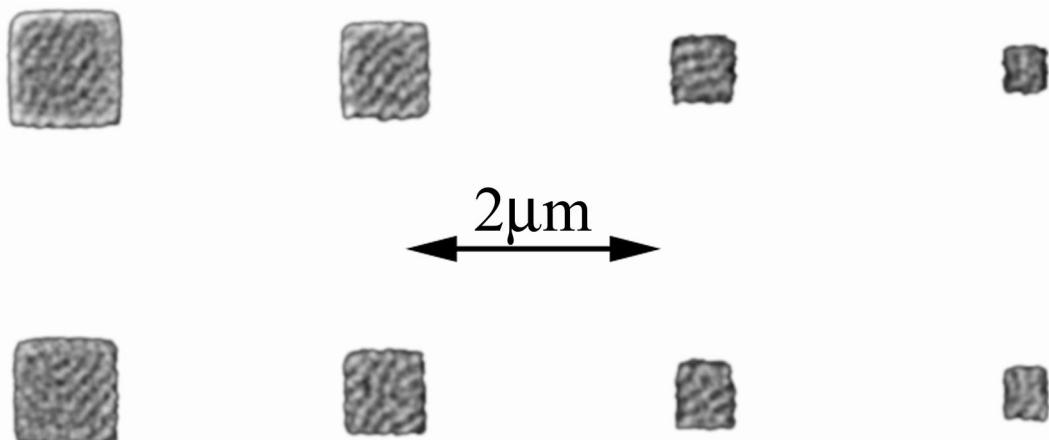


Abbildung 4.39: MTXM-Aufnahme quadratischer Nanostrukturen (Probe MK1_6) mit variierenden Seitenlangen von 300 – 900nm.

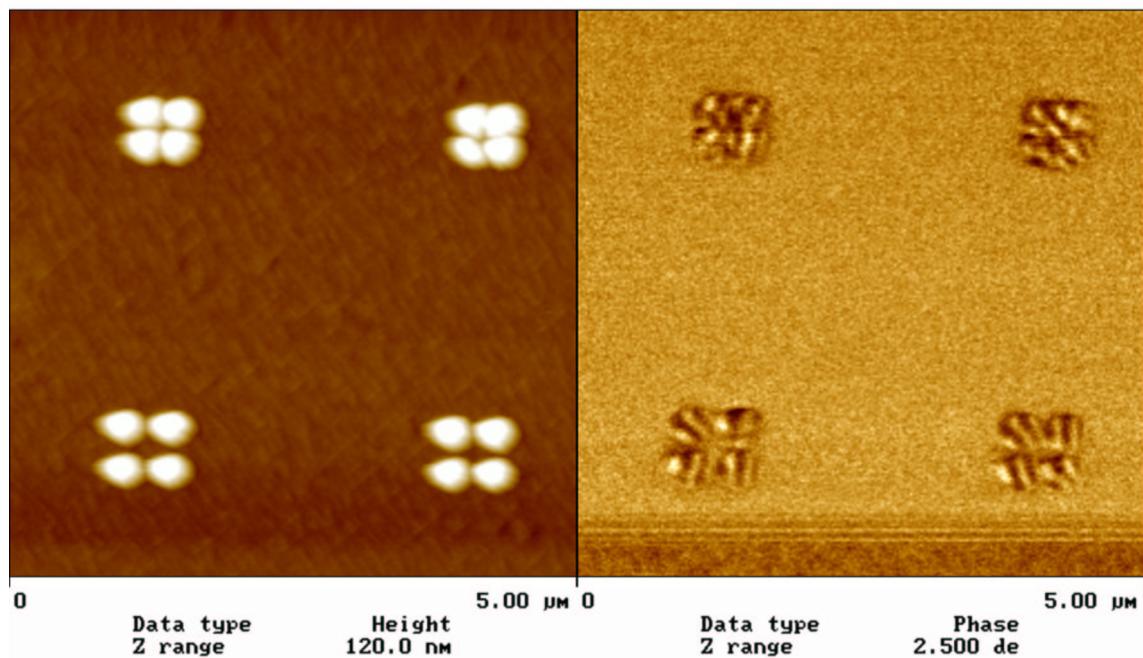


Abbildung 4.40: Runde Dots von 270nm Durchmesser mit variierendem Abstand, untersucht mit MTXM (Probe MK1.6). Die Topografische Abbildung (*linke* Bildhälfte) zeigt, dass die Partikel bis auf die Gruppe oben rechts deutlich separiert sind.

Zur Klärung des Sachverhalts wurde das Verhalten von Fe/Au-Nanostrukturen

im Magnetfeld mittels MTXM beobachtet. Leider konnte auch hier keine Sättigung erreicht werden, es lassen sich aus Abbildung 4.41 aber zumindest einige Tendenzen ablesen: zunächst zeigt sich die schon in der durchgehenden Schicht beobachtete Veränderung von Streifenbreiten und -Periode. Bei positivem Feld sind die hellen Streifen deutlich breiter, bei negativem die dunklen. Interessant ist auch der bei $H = 0$ vorhandene S-förmige Wirbel im Quadrat unten links, der im angelegten Feld fast völlig verschwindet. Im Dot oben links lässt sich eine Winkeländerung der Streifen im Feld ausmachen, so dass diese die Strukturränder fast im rechten Winkel schneiden. Die anderen Quadrate zeigen dieses Verhalten dagegen nicht.

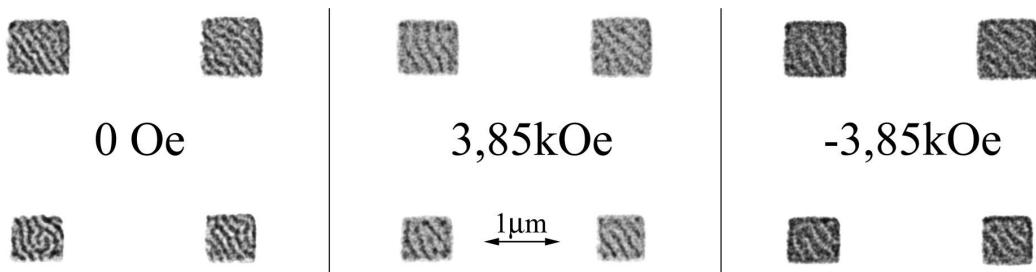


Abbildung 4.41: Verhalten der Quadratischen Dots (Probe MK1_6) im Feld, beobachtet per MTXM in senkrechter Geometrie an der Fe- L_3 -Kante.

Die bislang diskutierten Nanostrukturen wurden ausschließlich per ESL produziert. Daher soll hier zum Vergleich noch eine Untersuchung von per optischer Lithografie und BaF₂-*Lift-off* hergestellten Strukturen präsentiert werden (Abbildung 4.42). Abgesehen von den deutlich raueren Strukturrändern fallen auf den ersten Blick einige Unterschiede ins Auge. So sind die Domänen hier stärker verzweigt als bei allen anderen beobachteten Proben. Zudem besteht offenbar die Tendenz der Domänen, sich an die Strukturränder anzuschmiegen, was besonders gut bei den kreisförmigen Elementen sichtbar wird. Außerdem zeigt sich in der Magnetisierungskurve der durchgehenden Schicht eine geringere Kurvenöffnung als bei allen anderen untersuchten Proben ähnlicher Schichtdicke. Dies legt den Verdacht nahe, dass dieses Herstellungsverfahren geringfügige strukturelle Abweichungen der Schichten verursacht. Möglicherweise konnte das Bariumfluorid doch nicht vollständig von der Gold-Oberfläche entfernt werden, was zu einer erhöhten Dichte von Nukleationskeimen für Domänen führt. Somit wäre auch die geringere Hysterese-Aufspaltung der Magnetisierungskurve sowie der höhere Verzweigungsgrad der Domänenstruktur erklärbar.

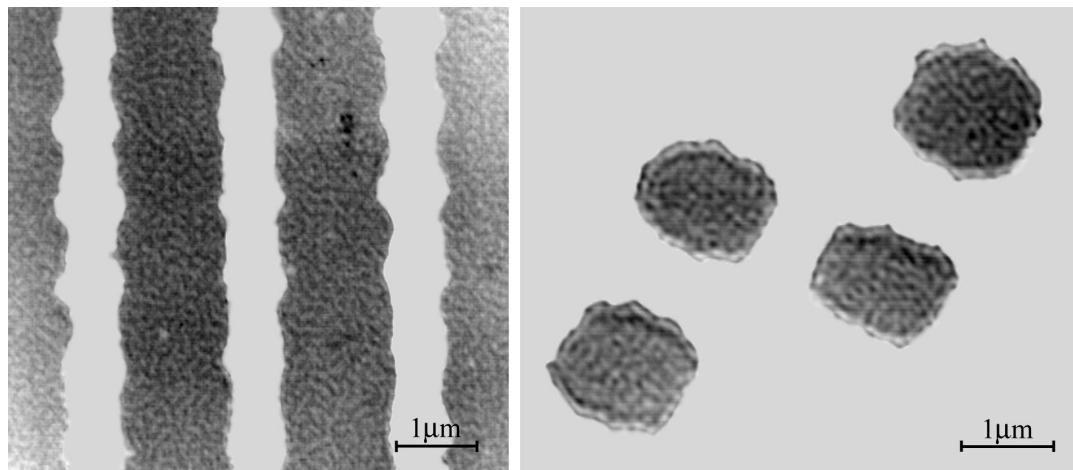


Abbildung 4.42: MTXM-Aufnahmen von Streifen und Dots, die mittels optischer Lithografie und *Lift-off* hergestellt wurden. Die Viellagenschicht besteht aus 110 Doppelagen von jeweils einer Monolage Eisen und Gold. Die Domänen sind relativ stark verzweigt und besitzen die Tendenz, sich an die Strukturränder anzuschmiegen.

Kapitel 5

Mikromagnetische Behandlung

Trotz der Leistungsfähigkeit der angewandten Techniken zur Domänenbeobachtung entziehen sich wichtige Details der mikromagnetischen Konfiguration aller hier behandelten Schichtsysteme der direkten Beobachtung, vornehmlich die Struktur der Domänenwände. Aus diesem Grund wurden mikromagnetische Simulationen durchgeführt, basierend auf den experimentell ermittelten Materialparametern. Die experimentellen Beobachtungen wurden zum Vergleich sowohl mit den Simulationsergebnissen als auch mit den Vorhersagen eines domänentheoretischen Modells herangezogen.

5.1 Mikromagnetische Simulationen

Zur Simulation der mikromagnetischen Struktur kam der *LLG Micromagnetics Simulator*¹ von M.R. Scheinfein in der Version 2.01 zum Einsatz. Das Programm stellt ein Problem auf einem gleichmäßigen Raumgitter diskretisiert dar und berechnet eine Gleichgewichts-Magnetisierungskonfiguration minimaler Energie durch Lösung der *Landau-Lifshitz-Gilbert*-Gleichung (Gleichung 2.12 auf Seite 17) mittels Relaxation und Integration. Im hier gewählten Modus bearbeitet das Programm jeweils ganze Ebenen des Simulationsvolumens senkrecht zur z -Achse mit Hilfe eines schnellen realen 2D-FFT-Algorithmus, weshalb die Anzahl der Zellen in x - und y -Richtung jeweils eine Potenz von 2 sein sollte.

Aufgrund der offenbar sehr feinen Struktur der hier auftretenden Domänenwände ist davon auszugehen, dass eine Zellengröße im Bereich weniger Nanometer zur Diskretisierung herangezogen werden muss. Speicher- und Rechenzeitbeschränkungen² legen daher eine obere Grenze des simulierbaren Volumens in der Größenordnung von 10^6 nm^3 fest, weshalb praktisch keine durchgehenden Schichten, sondern lediglich Nanostrukturen im unteren Bereich der hier experimentell realisierten Abmessungen der Berechnung zugänglich sind.

¹<http://llgmicro.home.mindspring.com/>

²Verwendete Hardware: Dual Pentium III Xeon 650MHz mit 512MB PC-800 RDRAM: Relaxationszeit bei 330000 Zellen ca. 2 Tage.

Parametersatz	A [pJ/m]	J_S [T]	K_u $[10^5 \text{ J/m}^3]$	Q	Bloch-Wandenergie γ_w [mJ/m ²]
Q1	4,17	1,05	4,44	1,005	5,44
Q1,5	5,2	1,13	7,6	1,50	7,95
Q2	4,01	0,95	7,09	1,97	6,74

Tabelle 5.1: Bei der Simulation verwendete Materialparametersätze, benannt nach dem jeweiligen Q -Faktor

Die Simulationen wurden mit insgesamt 3 Sätzen von Materialparametern durchgeführt, die in Tabelle 5.1 zusammengestellt sind: Q1 entspricht den gemessenen Werten der Probe MK1_6 ([1,5ML Fe / 1,5ML Au]₁₁₀, vizinales Substrat) und repräsentiert Proben mit $Q \approx 1$ und verringriger Wandenergie. Q2 entspricht MK1_8 ([1,0ML Fe / 1,0ML Au]_{25,50,75,100DL}, singuläres Substrat) und steht für Systeme mit $Q \approx 2$ und größerer Wandenergie. Zum Zeitpunkt der Durchführung erster Voruntersuchung standen die endgültigen Materialparameter noch nicht fest, so dass die verwendeten Werte von diesen leicht abweichen (zum Teil noch innerhalb des geschätzten Fehlers). Der entsprechende Parametersatz heißt „Q1,5“, da sein Q -Faktor 1,5 beträgt und somit zwischen den später ermittelten Werten von ca. 1 und 2 liegt.

5.1.1 Simulation der Wandstruktur

Ein erster, unerlässlicher Schritt zur Durchführung aussagekräftiger Simulationen ist die Bestimmung einer vernünftigen Zellgröße, so dass das Diskretisierungsgitter einerseits fein genug ist, um die kleinsten auftretenden Strukturen gerade noch aufzulösen, andererseits aber die Rechenzeit wegen der wachsenden Zahl der Zellen nicht unpraktikabel lang wird. Um einen optimalen Wert zu ermitteln, wurde ein Modellproblem definiert und mit immer kleineren Zellgrößen berechnet. Auf diese Weise konnte eine maximale Gitterperiode bestimmt werden, ab der das Ergebnis nicht mehr von der Zellgröße abhängt.

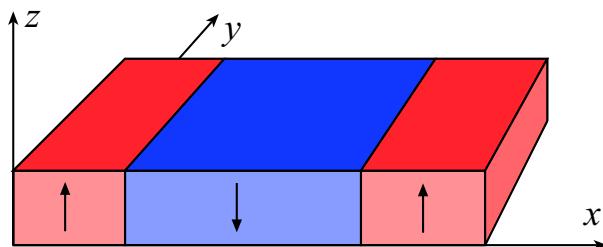


Abbildung 5.1: Modellstruktur zur Bestimmung von Wandenergie und maximaler Zellgröße.

Das verwendete Modellproblem simuliert ein Schichtvolumen der Dicke 40nm (z -Richtung) – entsprechend ca. 104 Doppellagen bei einer Einzellagenbelegung von ei-

ner Monolage – mit den lateralen Abmessungen 256nm x 16nm. Um das Verhalten einer ausgedehnten Schicht anzunähern, kamen in der Schichtebene (also in x - und y -Richtung) periodische Randbedingungen zum Einsatz. Das Simulationsvolumen wurde mit einer Ausgangskonfiguration bestehend aus 3 senkrechten Domänen und 2 Wänden so initialisiert, dass die Wände parallel zur schmalen Seite (y -Richtung) verlaufen und das Gesamtmoment des Probenvolumens Null beträgt (siehe Abbildung 5.1). Die vorgegebenen Wände haben dabei die Breite Null, d.h. die senkrechten Domänen grenzen direkt aneinander an. Betrachtet man diese Konfiguration unter Einbeziehung der periodischen Randbedingungen, so sind effektiv nur 2 Domänen gleicher Größe vorhanden, da die Wände in x -Richtung bei 25% und 75% der Gesamtlänge positioniert sind. Hätte man nur eine Wand in der Mitte des Simulationsvolumens gewählt, so wäre durch die periodischen Randbedingungen eine weitere Wand bei $x = 0$ eingeführt worden, von der nicht klar war, ob sie korrekt simuliert wird. Als Materialparameter kam hier der Parametersatz Q1,5 zum Einsatz.

Als Konvergenzkriterium wurde eine Untergrenze für die größte in einem Zeitschritt aufgetretene Magnetisierungsänderung vorgegeben. Einem Vorschlag des Handbuchs folgend wurde für dieses minimale Residuum ein Wert von 2×10^{-4} gewählt, da kleinere Fluktuationen auf numerische Fehler zurückgehen können. Als Zeitdifferenz pro Iteration wurde vom Programm der größtmögliche Wert ermittelt, der noch eine stabile Lösung der Differenzialgleichungen zulässt. Dieser lag typischerweise bei 0,2 – 0,4 ps. Angesichts einer Rechenzeit pro Iteration von bis zu 30s wird klar, dass innerhalb einer Gesamtdauer von einigen Tagen nur ein Zeitraum von wenigen Nanosekunden simulierbar ist. Es kann daher nicht ausgeschlossen werden, dass langsamer ablaufende Relaxationsprozesse von der Simulation nicht erfasst werden. Um dies zu überprüfen wurde in einem Testlauf die Simulation nach Erreichen des a priori willkürlichen Konvergenzkriteriums noch fortgeführt, bis das doppelte der zur Konvergenz benötigten Anzahl von Zeitschritten erreicht wurde. Dies bewirkte jedoch keine wahrnehmbare Änderung der Lösung, was das gewählte Konvergenzkriterium – innerhalb gewisser Grenzen – bestätigt.

Die Simulation des Problems ergab, dass die anfangs vorgegebene Domänenstruktur während der Relaxation im Großen erhalten bleibt, wobei lediglich Änderungen im Bereich der Domänenwände auftreten. Die aus Gründen der Simulationsdauer und des Speicherbedarfs minimale verwendete Zellgröße betrug 1nm. Um zu untersuchen, wie sich eine Vergrößerung der Gitterperiode auf das Simulationsergebnis auswirkt, wurden die bei Erreichen des Konvergenzkriteriums berechneten Werte der Anisotropie-Austausch- und Streufeldenergie des Modellproblems für Zellgrößen von 2nm und 4nm mit den Werten bei 1nm verglichen (Abbildung 5.2): Während die Abweichungen bei 2nm maximal 11,2% betragen, zeigen sich bei einer Gitterperiode von 4nm erhebliche Abweichungen in der Größenordnung von über 50% bei der errechneten Anisotropieenergie, was auf deutliche Abweichungen in der simulierten Wandstruktur schließen lässt. Auf Grund dieser Ergebnisse wurden im Folgenden alle Simulationen falls möglich mit einer Zellgröße von 1nm durchgeführt, ansonsten wurde 2nm als noch tragbarer

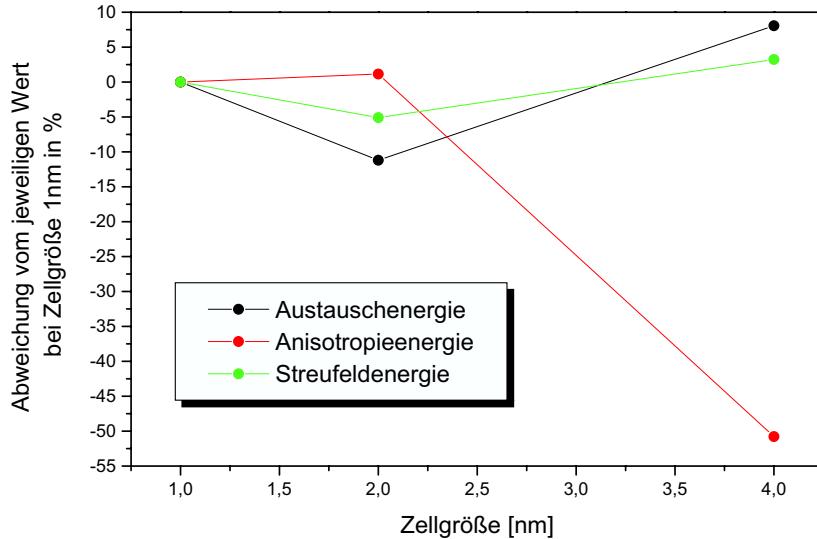


Abbildung 5.2: Prozentuale Abweichung der berechneten Anisotropie-, Austausch- und Streufeldenergie des Modellproblems bei verschiedenen Zellgrößen von den jeweiligen Werten bei Zellgröße 1nm.

Kompromiss zwischen Rechenzeit bzw. Speicherbedarf und Genauigkeit gewählt.

Da die vorgegebene Lage und Größe der Domänen unverändert bleibt, konnte die Untersuchung auf die quantitative Analyse der resultierenden Wandstruktur ausgedehnt werden. Abbildung 5.3 zeigt einen Querschnitt durch die simulierte Magnetisierungsverteilung einer Wand. Man erkennt ausgeprägte Abschlusskonfigurationen an der Schichtober- und unterseite, die die Wand als Magnetisierungsvortex erscheinen lassen und die sich deutlich weiter erstrecken als deren Zentrum (grün hervorgehoben), dessen laterale Ausdehnung³ ca. 7nm beträgt. In diesem treten zudem Magnetisierungskomponenten parallel zum Wandverlauf auf. Dieses Ergebnis stimmt mit der auf Seite 27 beschriebenen Struktur einer verwundenen Blochwand in dünnen Schichten mit senkrechter leichter Achse überein und liefert so einen weiteren Hinweis darauf, dass die hier durchgeführten Berechnungen aussagekräftig sind.

Die simulierten Domänen wurden ungefähr doppelt so breit gewählt (in x -Richtung) wie in entsprechenden experimentell untersuchten Schichten, um eine eventuelle gegenseitige Beeinflussung der beiden Wände zu reduzieren. Aus den Ergebnissen der Simulationen für verschiedene Wandlängen (also y -Ausdehnungen des Systems) bei einer Zellgröße von 2nm konnte ein Wert für die spezifische Wandenergie (also Anisotropie- und Austauschenergie pro Wandfläche) ermittelt werden. Das in Abbildung 5.4 dar-

³Zellen, deren Magnetisierungsrichtung um mehr als 10° von der Senkrechten abweichen, werden hier zur Wand gerechnet.

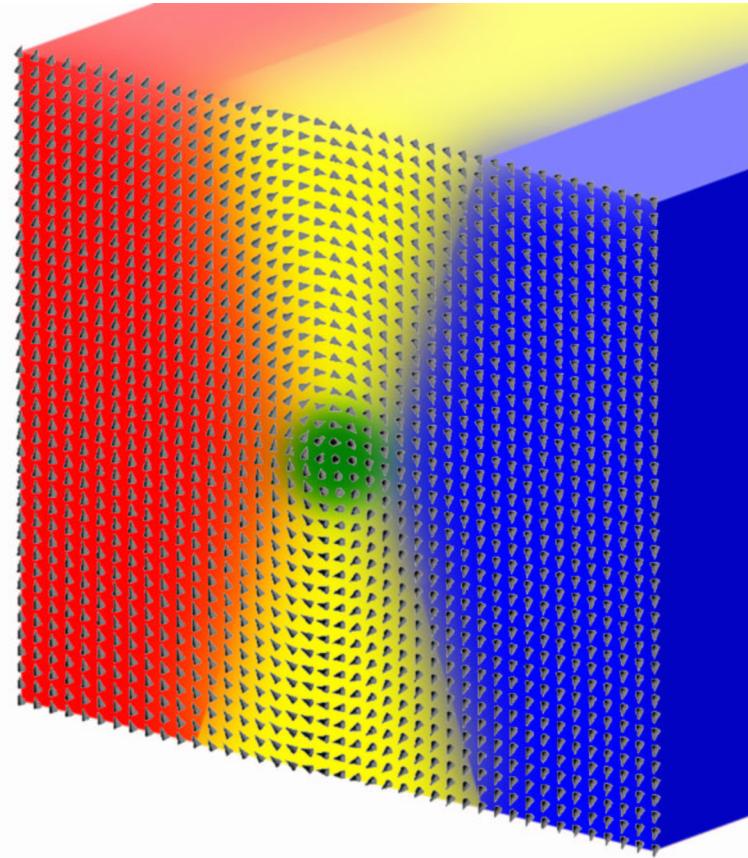


Abbildung 5.3: Querschnitt durch eine Domänenwand (Schnittebene entspricht x - y -Ebene in Abbildung 5.1): rot und blau kennzeichnen nach oben und unten magnetisierte Domänen. Gelb gibt die Ausdehnung der Wand wieder, und grün markiert Bereiche, die Magnetisierungskomponenten parallel zur Wand besitzen. Jeder Pfeil steht für eine Zelle der Größe 1nm (Schichtdicke 40nm, Materialparametersatz Q1,5).

gestellte Ergebnis zeigt, dass die Wandenergie gegen die Wandlänge aufgetragen tatsächlich eine Ursprungsgerade ergibt, deren Steigung die Wandenergie pro Wandfläche darstellt. Der für den Parametersatz Q1,5 ermittelte Wert von 10,5 mJ/m² ist nur wenig größer als das entsprechende analytische Ergebnis für die spezifische Blochwandenergie $\gamma_w = 4\sqrt{AK_u}$ von 7,95 mJ/m². Diese Erhöhung ist darauf zurückzuführen, dass eine Blochwand-Struktur hier nur im Schichtzentrum vorliegt, während sich in der Nähe der Oberflächen Abschlusskonfigurationen ausbilden, die einen zusätzlichen Beitrag zur Wandenergie liefern (und gleichzeitig die Streufeldenergie des Gesamtsystems reduzieren). Dieses Simulationsergebnis ist somit gegenüber dem analytischen Wert als realistischer einzuschätzen.

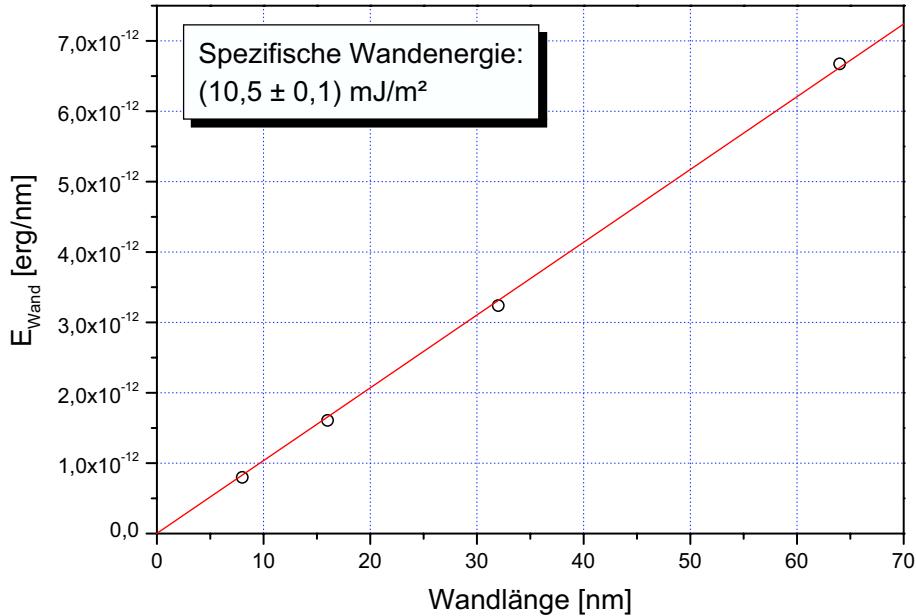


Abbildung 5.4: Auftragung der Energie einer Wand pro nm Schichtdicke gegen die Wandlänge (Parametersatz Q1,5). Es ergibt sich eine fast exakte Ursprungsgerade, deren Steigung die spezifische Wandenergie bezogen auf die Wandfläche darstellt.

5.1.2 Simulation von Nanostrukturen

Die Annäherung an das Verhalten einer ausgedehnten Schicht durch den Einsatz von periodischen Randbedingungen besitzt den Nachteil, dass dem System eine Periodizität aufgezwungen wird, die vom natürlichen Gleichgewichtszustand abweicht. Daher wurde der Vergleich zum Experiment anhand von Nanostrukturen angestrebt, zumal die damit verbundene laterale Begrenzung, wie Domänenbeobachtungen gezeigt haben, in der Realität hinsichtlich der mikromagnetischen Konfiguration keine große Rolle zu spielen scheint.

Simulation des remanenten Zustands

Die Durchführung erster Simulationen zeigte, dass der senkrecht gesättigte Zustand bei $H_{\text{ext}} = 0$ metastabil ist und keine spontane Nukleation von Domänen auftritt. Daher wurde eine komplett zufällige Momentverteilung als Ausgangskonfiguration gewählt. Die Software stellt zwar eine solche Option zur Initialisierung bereit, diese ist jedoch im physikalischen Sinn fehlerhaft implementiert, da sie keine echte Zufallsverteilung erzeugt, sondern den Zellen nur positive x -, y -, und z - Komponenten der Magnetisie-

rung zuweist. Daher musste zunächst ein kleines C++ -Programm geschrieben werden, das eine *.llg_dom*-Datei mit zufälliger Momentverteilung erzeugt, welche dann von der Software als Ausgangskonfiguration geladen werden kann. Zur Simulation wurden in diesem Abschnitt der Materialparametersatz Q2 bei einer Zellgröße von 2nm gewählt (siehe Tabelle 5.1).

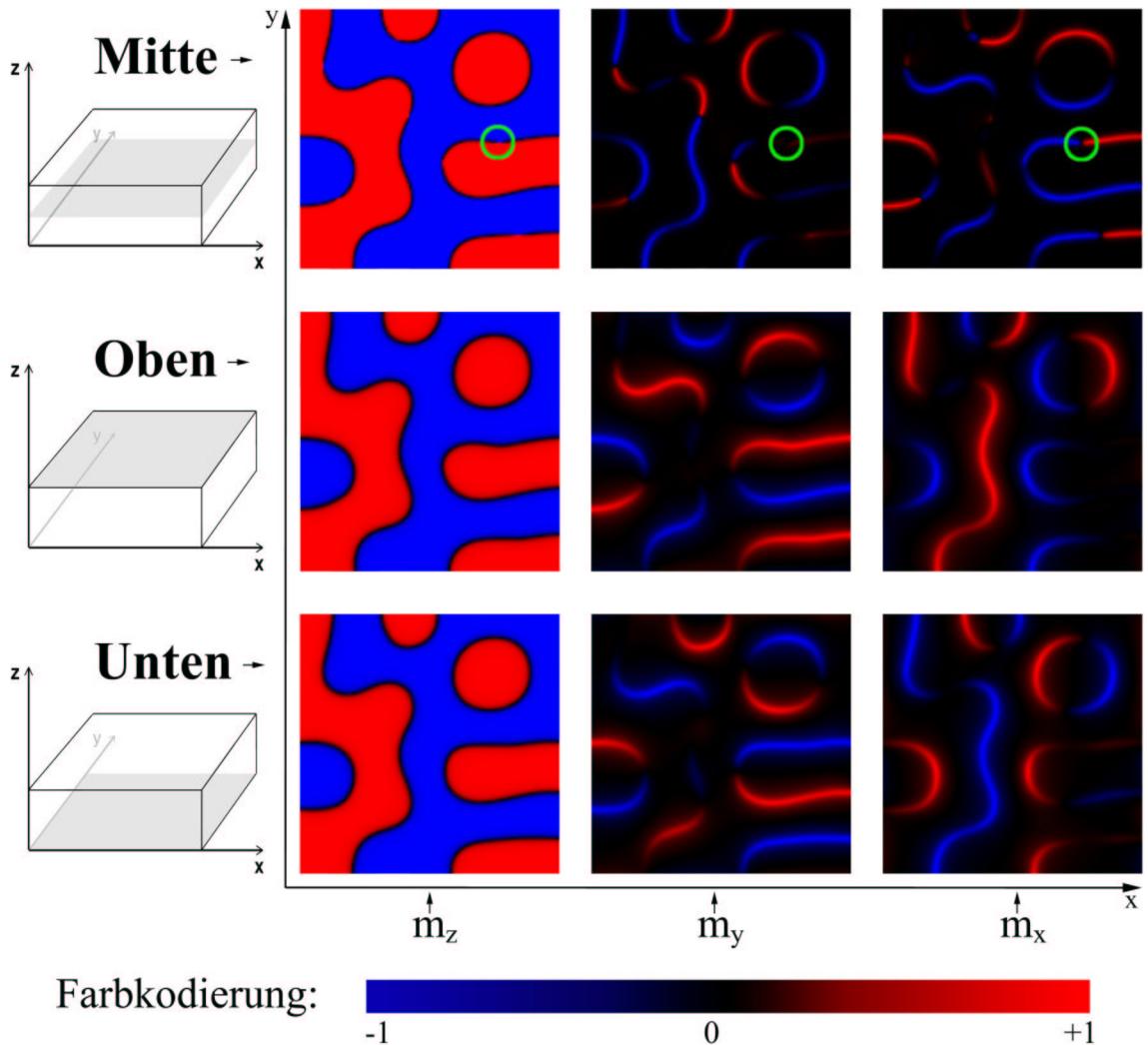


Abbildung 5.5: Magnetisierungsverteilung eines quadratischen Teilchens mit 256nm Kantenlänge und 40nm Schichtdicke (Materialparametersatz Q2, Zellgröße 2nm). Gezeigt sind die z -, y - und x - Komponenten der Magnetisierung auf Schnittebenen, die parallel zur Schichtebene in der Mitte der Schicht sowie an der oberen und unteren Grenzfläche liegen. Die grünen Kreise markieren die Position einer Blochlinie.

Abbildung 5.5 zeigt das Resultat für ein quadratisches Teilchen mit 256nm Kantenlänge und einer Schichtdicke von 40nm. Die Materialparameter entsprechen einer Schicht von 104 Doppellagen bei einer Einzellagenbelegung von einer Monolage auf

singulärem Substrat. Aus der zufälligen Anfangskonfiguration entwickelt sich zunächst eine körnige Struktur aus kleinen Domänenkeimen, die sich in einer ersten Phase zu größeren Domänen zusammenschließen. Ist eine gewisse Domänengröße erreicht, so finden fast nur noch Wandverschiebungen statt, bis sich das in Abbildung 5.5 gezeigte Muster aus Banddomänen (und einer Zylinderdomäne) mit senkrechter Magnetisierung bildet, das den experimentellen Ergebnissen sehr gut entspricht. Interessant ist die Tatsache, dass es sowohl Domänen gibt, die die Struktukanten senkrecht schneiden, als auch solche, die sich an diese anschmiegen (obere Hälfte der linken Kante). Genauer betrachtet zeigt sich, dass dabei die Wände mit den Kanten ausschließlich einen Winkel von 90° bilden, was im Widerspruch zu den experimentellen Beobachtungen steht (vergleiche z.B. Abbildung 4.39 auf Seite 129). Das Fehlen dieses Verhaltens in den realen Nanostrukturen kann mehrere Ursachen haben: einerseits ist deren Kantenstruktur im Gegensatz zu den simulierten Dots bei weitem nicht perfekt. Andererseits wurden die Proben wie bereits erläutert nach der Strukturierung nicht mehr magnetisch gesättigt, so dass das beobachtete Domänenmuster wahrscheinlich von der Gleichgewichtskonfiguration abweicht, die sich aus der Sättigung kommend formieren würde. In diesem Licht ist auch eine weitere Abweichung von Experiment und Simulation zu sehen: die Domänen in Abbildung 5.5 zeigen eine relativ stark schwankende Breite, die im Mittel bei $(52 \pm 11)\text{nm}$ liegt⁴ und mit den experimentellen Ergebnissen noch übereinstimmt, jedoch diesen gegenüber eine größere Variation von bis zu 30nm aufweist. Das System ist offenbar bestrebt, eine möglichst gleichmäßige Magnetisierungsverteilung mit geringer Streufeldenergie zu entwickeln, stößt dabei aber an die durch Struktukanten und andere Domänen vorgegebenen Grenzen und kann einen energetisch vorteilhafteren Zustand eben nur noch durch Variation der Domänenbreiten erreichen, d.h. durch die gegebenen Einschränkungen kann nur eine metastabile Konfiguration erreicht werden, die vom Zustand minimaler Energie leicht abweicht. Umgekehrt zeigt die Simulation bei Initialisierung mit einem Muster aus absolut parallelen Streifendomänen, dass diese hochgeordnete Struktur während der Relaxation erhalten bleibt. Des Weiteren erkennt man in der Abbildung die schon in den Vorversuchen ermittelte Wandstruktur mit ausgedehnter Abschlusskonfiguration senkrecht zum Wandverlauf an den Schichtoberflächen, sowie das schmälere Zentrum in der Mitte des Simulationsvolumens, in dem die Magnetisierung in Wandrichtung weist. Auffällig ist zudem das Auftreten von verwundenen vertikalen Blochlinien (vergleiche Abbildung 2.11 auf Seite 28), bei denen Wandsegmente mit verschiedener *in-plane*-Komponente im Zentrum aufeinandertreffen. Sie entstehen offenbar beim Zusammenschluss von Wänden mit gegensätzlichem Umlaufsinn. Damit hängt die Wahrscheinlichkeit für deren Entwicklung allerdings auch stark vom Mechanismus der Keimbildung ab, den die Simulation nicht immer realitätsgetreu wiedergeben kann, und es muss davon ausgegangen werden, dass die Häufigkeit

⁴Rechnergestützte Bestimmung durch Auffinden von Wandzellen und Ermittlung des senkrechten Abstands zur nächsten Wand, wobei Werte außerhalb eines vorgegebenen Akzeptanzintervalls verworfen werden. Die Einzelergebnisse wurden gemittelt und die Standardabweichung als Fehler angegeben.

von Blochlinien in den experimentell untersuchten Systemen von den Simulationsergebnissen abweicht. So ist beispielsweise zu erwarten, dass bei der Formation paralleler Banddomänen durch Sättigung in der Schichtebene die *in-plane*-Komponenten im Zentrum der Wände alle parallel zur Richtung des Sättigungsfeldes liegen und somit keine Blochlinien auftreten.

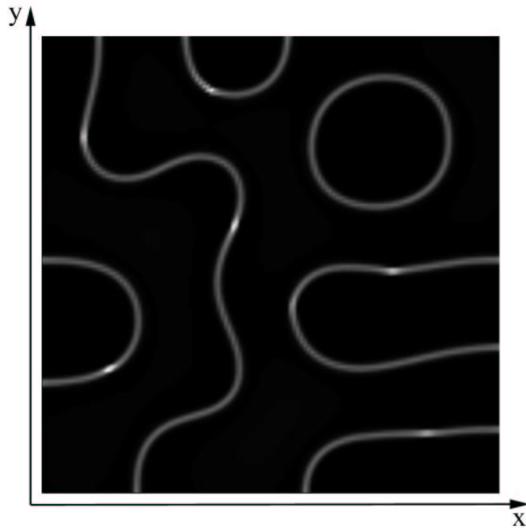


Abbildung 5.6: Energiedichtevektorfeld im Schichtzentrum (entspricht Abbildung 5.5 oben links)

Die Energiedichtevektorfeld im Schichtzentrum ist in Abbildung 5.6 dargestellt. Demnach tritt ein nennenswerter Energiebeitrag nur in den Domänenwänden auf. Dieser ist an den Schichtoberflächen geringer als im Zentrum, wo die Blochlinien – im Gegensatz zu den Oberflächen – durch eine Erhöhung der lokalen Energiedichte deutlich hervortreten. Demnach ist das Auftreten von Blochlinien ebenfalls als metastabile Konfiguration mit erhöhter Gesamtenergie einzustufen. Weiter ist festzustellen, dass an den Strukturkanten keinerlei Energieerhöhung auftritt, weder in den Domänen, noch in den Wänden. Dies erklärt den geringen Einfluss der Strukturierung auf die experimentell beobachteten Domänenmuster.

Das Verhalten des Systems wurde auch unter Variation der Schichtdicke untersucht; die Ergebnisse sind in Abbildung 5.7 dargestellt. Die augenfälligsten Unterschiede stellen sich bei den Domänenbreiten ein, was aus Abbildung 5.8 noch deutlicher hervorgeht: ausgehend von 40nm fällt die Domänenbreite mit der Schichtdicke leicht ab, erreicht um 30nm ein Minimum und steigt bei noch dünnern Schichten stark an. Die geringe Steigung um 40nm erklärt, warum bei den mittels magnetischer Mikroskopie untersuchten Proben (Schichtdickenbereich 38–57nm) im Rahmen der Fehlertoleranz übereinstimmende Domänenbreiten gefunden wurden. Die Neigung zur Ausbildung von *Bubble*-Domänen scheint von $d = 40\text{nm}$ bis zu $d = 20\text{nm}$ zuzunehmen, wobei eine gesicherte Aussage hier mangels experimenteller Vergleichsdaten nicht getroffen

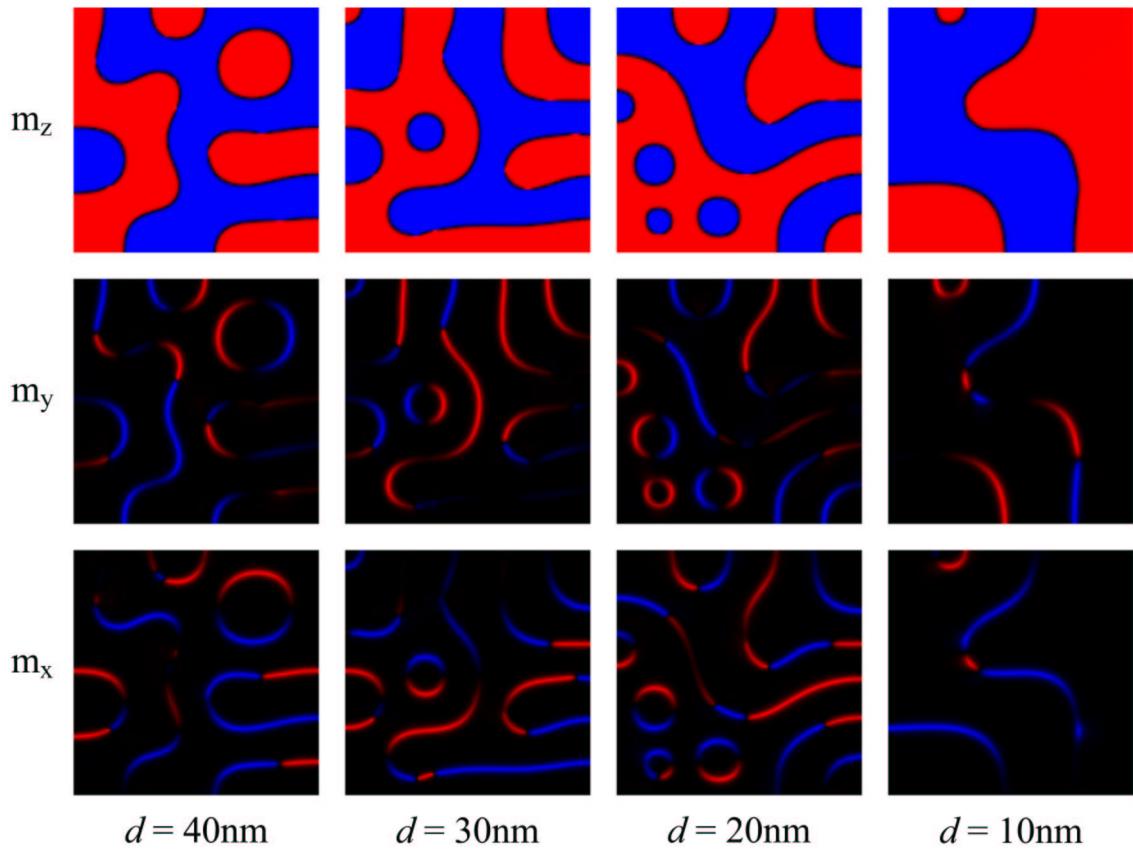


Abbildung 5.7: Vergleich der Simulationsergebnisse für verschiedene Schichtdicken d (Parametersatz Q2, wie oben). Der Schnitt liegt in der Mitte der Probe parallel zur Schichtebene.

werden kann. Gleiches gilt für die Anzahl der Blochlinien, die bei 20nm ebenfalls ein Maximum erreicht. Bei 10nm sind die Domänen deutlich breiter, es tritt keine Zylinderdomäne mehr auf, sowie deutlich weniger Blochlinien, vermutlich aufgrund der Tatsache, dass das Simulationsvolumen relativ zur mikromagnetischen Periodizität hier einen viel kleineren Ausschnitt zeigt.

Die experimentell untersuchten Proben weisen gewisse Schwankungen ihrer Materialparameter auf, was vor allem den Q -Faktor betrifft. Um festzustellen, wie sehr diese Variationen die mikromagnetische Konfiguration beeinflussen, wurden zunächst zwei Simulationen mit den Parametersätzen Q1 und Q2, ausgehend von der gleichen zufälligen Initialkonfiguration durchgeführt. Abbildung 5.9 zeigt das Ergebnis. Die Verringerung der Wandenergie beim Übergang von Q2 nach Q1 bewirkt eine Verringerung der mittleren Domänenbreite von $(51,3 \pm 17,9)$ nm auf $(46,5 \pm 9,7)$ nm. Offenbar aufgrund der kleineren Strukturen verringern sich auch die Variationen der Domänenabmessungen. Außerdem ist eine geringfügige Verbreiterung der Wände im Schichtzentrum erkennbar. Im Ganzen betrachtet ist dennoch eine gewisse Ähnlichkeit der beiden Ergebnisse auszumachen, die zeigt, in welchem Maße die zufällige Anfangs-

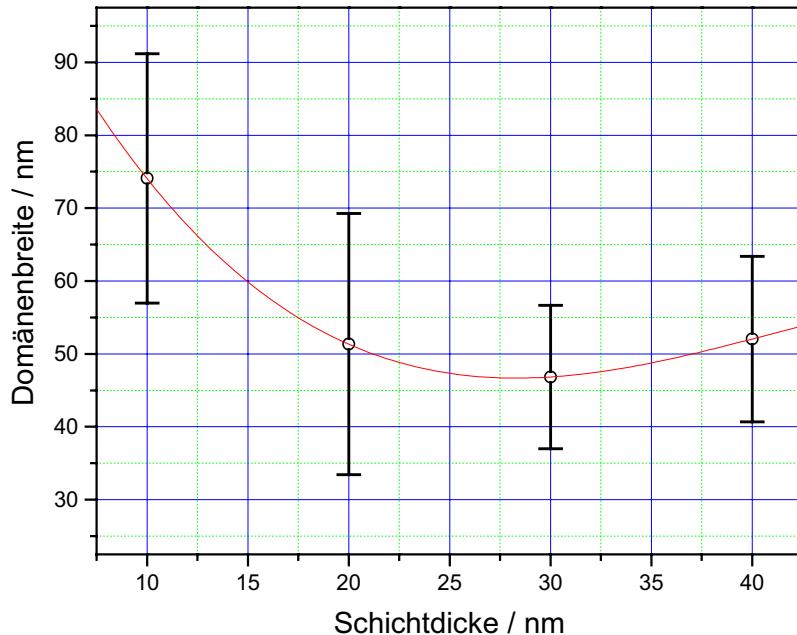


Abbildung 5.8: Mittlere Domänenbreite der schichtdickenabhängigen Simulationsergebnisse aus Abbildung 5.7.

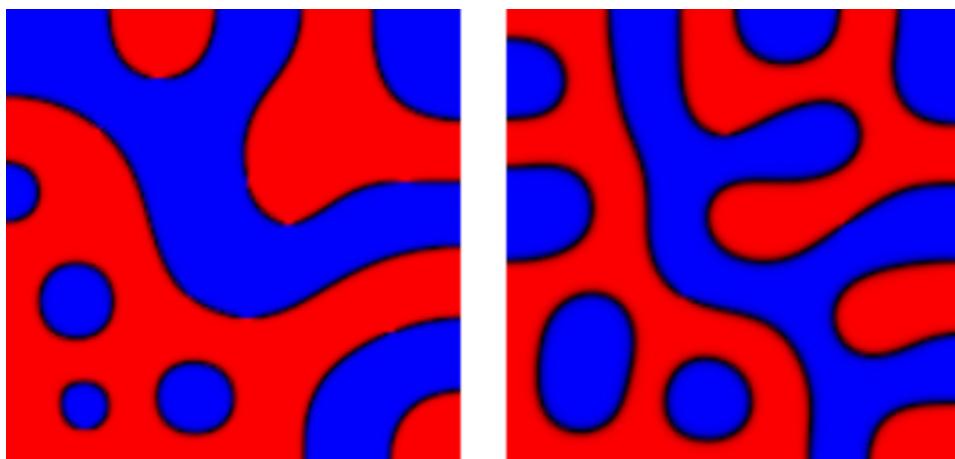


Abbildung 5.9: Vergleich der Ergebnisse bei verschiedenen Materialparametern (Schnittebene: Schichtzentrum). Links: Parametersatz Q2, rechts: Q1. Die Schichtdicke beträgt 20nm, die Zellgröße ist 2nm.

konfiguration auf das Endresultat durchschlägt: Die Anfangskonfiguration bestimmt offenbar durch Fluktuationen in der zufälligen Magnetisierungsverteilung die Orte der Domänenkernkulation. Die magnetischen Parameter und die Schichtdicke bestimmen dann die Breite der sich daraus entwickelnden Domänen. Die resultierende Gleichge-

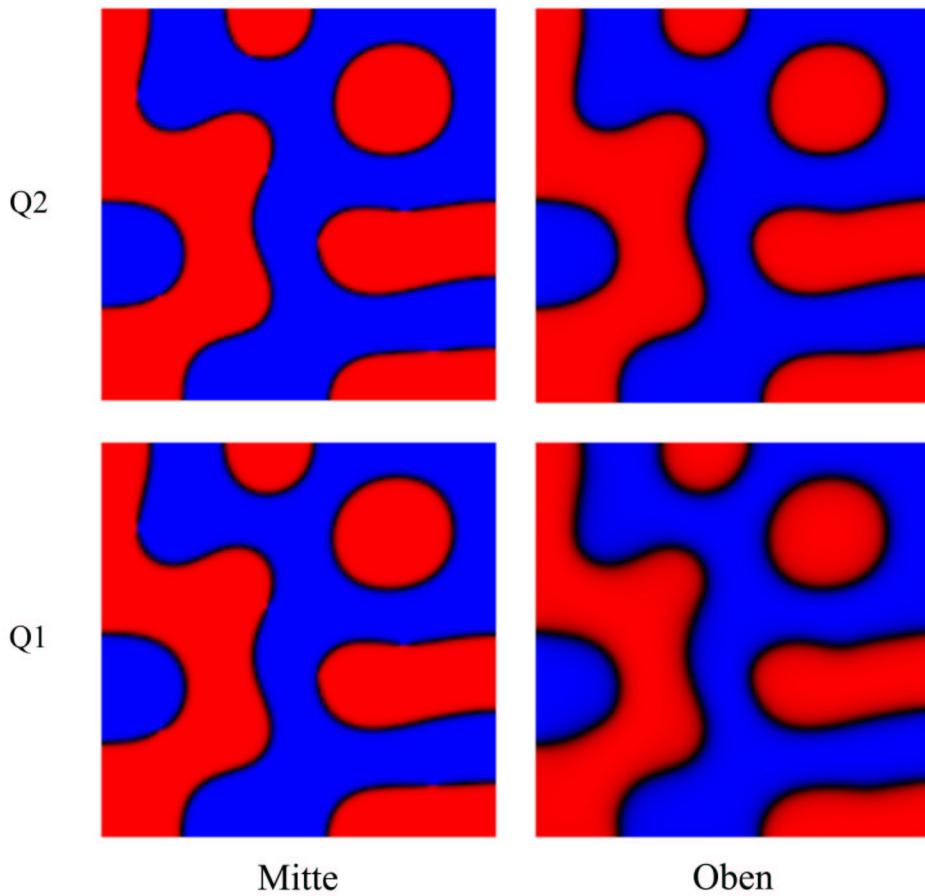


Abbildung 5.10: Wird das Resultat für die Materialparameter Q2 als Ausgangskonfiguration einer Simulation mit dem Parametersatz Q1 verwendet, so ergeben sich lediglich Änderungen der Wandbreite, vor allem an der Oberfläche (Schichtdicke 40nm, Zellgröße 2nm).

wichtskonfiguration hängt somit maßgeblich von diesen beiden Faktoren ab. Aufgrund dieser Beobachtung wurde ein Simulationsergebnis mit hoher Wandenergie (Q2) als Ausgangskonfiguration einer Berechnung mit dem Parametersatz Q1 verwendet, welche sich dann als metastabil erwies, wie Abbildung 5.10 zeigt: oben ist die Ausgangskonfiguration gezeigt (Q2), unten das Ergebnis mit geänderten Parametern (Q1). Es entwickeln sich lediglich die erwarteten Unterschiede bei der Wandbreite: Während diese im Zentrum der Wand allerdings noch gering ausfallen, ist die Abschlusskonfiguration an der Schichtoberfläche bei geringerem Q -Faktor deutlich breiter und stärker ausgeprägt. Das System war nicht mehr in der Lage, den geänderten magnetischen Parametern entsprechende Domänenbreiten auszubilden.

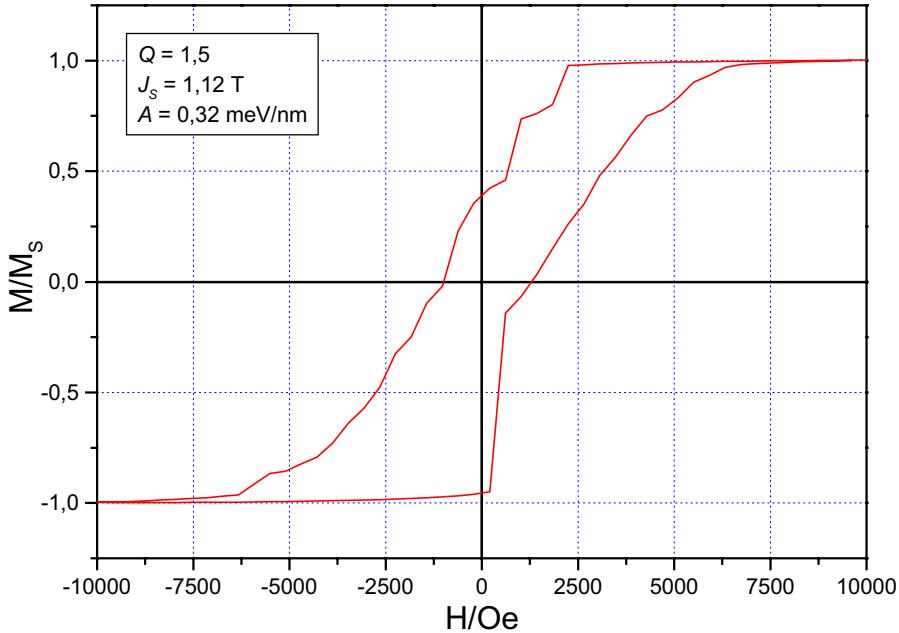


Abbildung 5.11: Simulierte Hysteresekurve mit zufällig verteilten gepinnten Zellen, die als Nukleationskeime fungieren (Materialparameter Q1,5).

Magnetfelder senkrecht zur Schichtebene

Im Folgenden wurde versucht, gemessene Hysteresekurven in der Simulation nachzuempfinden. Dabei stellte sich leider die Simulation der Domänennukleation als ausgesprochen problematisch heraus: Ohne weitere Eingriffe in das System bleibt der gesättigte Zustand nämlich bis zum Erreichen der entgegengesetzten Sättigungsfeldstärke stabil und schlägt dann plötzlich um, so dass eine absolut rechteckige Form der Magnetisierungskurve resultiert. Dies entspricht dem Verhalten nach Stoner und Wohlfarth, was aufgrund der fehlenden Domänenausbildung auch zu erwarten ist. Ganz offenbar besitzt das natürliche System Nukleationskeime, die in der Simulation natürlich fehlen, oder der Prozess der Domänenbildung ist thermisch aktiviert, was aber aufgrund der experimentellen Befunde bereits bei $T = 2\text{K}$ ablaufen muss (siehe Abbildung 4.25 auf Seite 107). Es wurden daher zwei Möglichkeiten untersucht, die Keimbildung in der Simulation nachzuempfinden:

- Der *LLG Micromagnetics Simulator* besitzt die Möglichkeit, thermische Fluktuationen nachzubilden. Die genaue Funktionsweise des Algorithmus geht aus der Dokumentation nicht hervor, er hat sich allerdings als wenig brauchbar erwiesen: selbst bei einer gewählten Temperatur von 10000K bleibt der gesättigte Zustand stabil. Es scheint, als ob die thermischen Anregungen lediglich Präzessionsbewe-

gungen der Zellenmomente um das (im gesättigten Zustand senkrechte) effektive Feld bewirken. Eine Magnetisierungsumkehr tritt dabei selbst nach mehreren Tagen Simulationszeit überhaupt nicht auf.

- Das Programm bietet auch die Möglichkeit, für einzelne Zellen des Simulationsvolumens ein *Pinning*-Feld vorzugeben. Dadurch war es möglich, durch ein sehr großes Feld von 10^6 Oe die Magnetisierungsrichtung an beliebigen Orten fest vorzugeben.

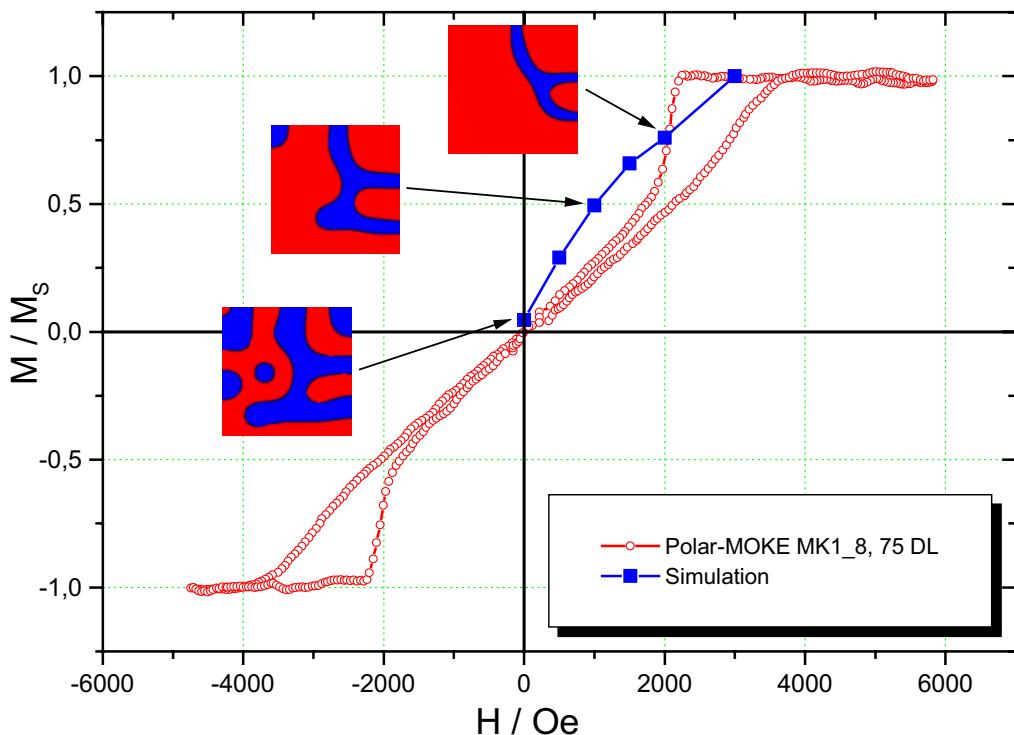


Abbildung 5.12: Vergleich einer realen Magnetisierungskurve mit der simulierten Entwicklung eines Nanopartikels mit korrespondierender Materialparametern ausgehend vom remanenten Zustand ($H = 0$) bis zur Sättigung (Abmessungen $256\text{nm} \times 256\text{nm} \times 30\text{nm}$, Zellgröße 2nm, Materialparameter Q2).

Durch einen begrenzten Anteil (4%) von zufällig verteilten Zellen, deren Magnetisierung je zur Hälfte in $+z$ und $-z$ - Richtung festgelegt wurde, war es möglich, Nukleation noch vor Erreichen der Feldumkehr zu erzielen, wie Abbildung 5.11 zeigt. Die Nukleation setzt dennoch erst bei viel zu kleinen Feldstärken ein, so dass sich eine stark geöffnete Kurve ergibt, die eher dem in Abbildung 2.6 (Seite 23) gezeigten Fall entspricht als den hier untersuchten Proben. Außerdem ist die Nukleationsfeldstärke durch diese Maßnahme nicht exakt festgelegt: die Nukleation setzt im oberen Zweig

der Kurve bei einer anderen Feldstärke ein als im unteren. Eine Erhöhung des Anteils von gepinnten Zellen verbesserte die Übereinstimmung mit dem experimentell beobachteten Verhalten nicht und beeinträchtigte zunehmend die Ergebnisse, angefangen bei einer Reduktion der Sättigungsmagnetisierung bis hin zu einer durch die Nukleationskeime fest vorgegebenen zufälligen Magnetisierungsverteilung, die sich während der Relaxation nicht maßgeblich veränderte und ein völlig unphysikalisches Verhalten unabhängig von weiteren Simulationsparametern zeigte. Weitere Versuche mit vertikal durch das Simulationsvolumen verlaufenden gepinnten Säulen erbrachten ebenfalls keine zuverlässige Domänenbildung.

Zusammengenommen liefern diese Erfahrungen einen Hinweis auf ein prinzipielles Problem mit dem Simulationsalgorithmus: dieser berücksichtigt – ohne die Einbeziehung thermischer Fluktuationen – nämlich ausschließlich Variationen der Magnetisierungskonfiguration, die die Gesamtenergie reduzieren. Zur Nukleation von Domänen muss aber offenbar eine gewisse Energieschwelle überwunden werden, die aber angesichts der Tatsache, dass die experimentell bei $T = 2\text{K}$ beobachtete Nukleationsfeldstärke derjenigen bei Zimmertemperatur entspricht, nicht sehr groß sein kann, nämlich maximal in der Größenordnung von $k_B T \approx 0,17\text{meV}$. Somit wäre es angebracht, einen Simulationsalgorithmus zu verwenden, der auch ein begrenztes Anwachsen der Energie zulässt. Solange auf eine mehr oder weniger realistische Nachbildung der Dynamik keinen Wert gelegt wird, kämen hier Monte-Carlo-Verfahren wie *Simulated Annealing* oder *Threshold Accepting* in Frage. Zusätzlich sollte die dabei verwendete Dynamik die Möglichkeit von Spin-Flips um 180° berücksichtigen, zur Verkürzung der Simulationszeit wären möglicherweise sogar kollektive Anregungen, etwa von vertikal durch das Simulationsvolumen verlaufenden Säulen, hilfreich. Vermutlich erklärt die unangemessene Dynamik die Wirkungslosigkeit der vom *LLG Micromagnetics Simulator* nachgebildeten thermischen Fluktuationen im vorliegenden System bei begrenzten Simulationszeiten. Das Fehlen jeglicher Möglichkeit zur Überwindung – auch kleinster – Energiebarrieren bedeutet zudem, dass die Simulation immer dem im Phasenraum nächstliegendsten *metastabilen* Zustand entgegen strebt. Somit muss davon ausgegangen werden, dass die Simulationsergebnisse mitunter energetisch suboptimale Zustände widerspiegeln, was durchaus auch Abweichungen bei resultierenden Größen wie Domänenbreiten etc. bewirken kann. Trotzdem scheinen die Endkonfigurationen nicht all zu weit von experimentell beobachteten Gleichgewichtszuständen entfernt zu sein.

Abgesehen von der Nukleationsproblematik sollte es immerhin möglich sein, das Verhalten eines realen Systems ausgehend vom remanenten Zustand bis zur Sättigung nachzubilden. Abbildung 5.12 zeigt, dass die Ergebnisse von Simulation und Experiment dennoch spürbar voneinander abweichen. Betrachtet man die Entwicklung der simulierten Domänenkonfiguration, so wird die Ursache dafür deutlich: der Sättigungsmechanismus besteht nicht wie erwartet im Zusammenziehen der Minoritätsdomänen zu Zylinderdomänen und schließlich deren Kollaps, sondern im Verdrängen selbiger aus dem Simulationsvolumen. Dadurch setzt die Sättigung noch vor Erreichen der

Kollapsfeldstärke ein. Die Abweichungen sind demnach nicht auf Schwächen der Simulationsmethode zurückzuführen, sondern darauf, dass ein Nanopartikel mit einem ausgedehnten System verglichen wird, was offensichtlich problematisch ist. Ob ein ähnliches Verhalten in experimentell realisierten Nanostrukturen vorliegt kann hier nicht mit Sicherheit gesagt werden, es erscheint aber immerhin plausibel. Zur Klärung müssten Magnetisierungskurven an Nanostrukturen gemessen werden, was entweder mit Hilfe von Mikrosonden geschehen könnte (z.B. nanostrukturierte Mikro-SQUID-Elemente), oder mit Hilfe empfindlicher klassischer Methoden (z.B. AGM) kollektiv an einer sehr großen Zahl von identischen Nanostrukturen auf einer Probe.

Magnetfelder in der Schichtebene

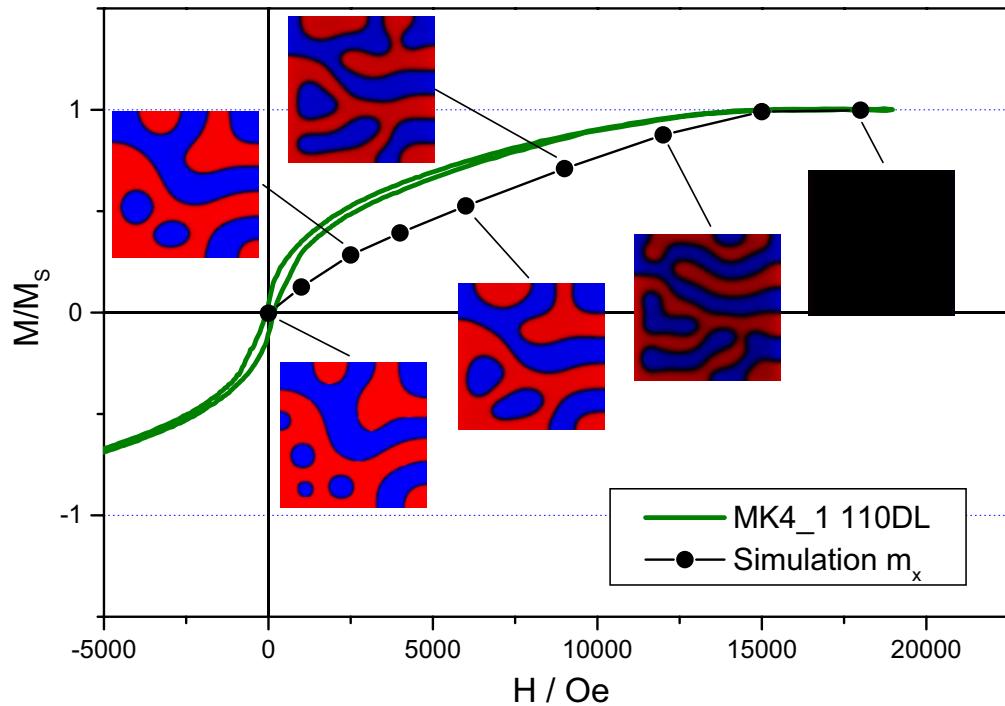


Abbildung 5.13: Auswirkung eines Magnetfeldes in x -Richtung auf Domänenkonfiguration (m_z) und mittlere Magnetisierung \bar{m}_x des Nanopartikels (Abmessungen $256\text{nm} \times 256\text{nm} \times 20\text{nm}$, Zellgröße 2nm , Materialparameter Q2) ausgehend vom remanenten Zustand. Zum Vergleich ist die *in-plane* AGM-Messung einer Probe mit ähnlichen Materialparametern, jedoch größerer Schichtdicke eingezeichnet (B4.1, $D \approx 45\text{nm}$). Die Aufspaltung der Kurve um den Feld-Nullpunkt resultiert aus einer leichten Verkipfung der Probe während der Messung.

Abbildung 5.13 zeigt ein simuliertes System unter Einwirkung eines Magnetfeldes

in der Schichtebene zwischen remanentem Zustand und Sättigung in der x -Richtung (zur Definition des Koordinatensystems siehe Abbildung 5.1). Zum Vergleich ist außerdem eine gemessene *in-plane*-Magnetisierungskurve angegeben. Abbildung 5.14 stellt ergänzend die mikromagnetische Konfiguration bei 9kOe im Detail dar. Es ist klar ersichtlich, dass das Feld eine Verkipfung der Momente in die Feldrichtung bewirkt. Dennoch existieren Domänen mit abwechselnden z -Komponenten bis zum Sättigungspunkt. Diese gehen offensichtlich durch Wandverschiebungen aus der ursprünglichen Konfiguration hervor, wobei eine deutliche Tendenz zur Ausbildung von Streifen-domänen parallel zur Feldrichtung zu beobachten ist, die anhand ihrer *in-plane*-Komponente als *schwache Streifendomänen* identifiziert werden können (vergleiche Abbildung 2.2 (a) auf Seite 19). Dies korrespondiert eindeutig mit der Beobachtung, dass nach Sättigung parallel zur Schichtebene in Remanenz ein zur Feldrichtung paralleles Streifenmuster auftritt. Offenbar bilden sich bei der Nukleation schwache Streifendomänen in Feldrichtung, deren Anordnung während des gesamten Zyklus einer Magnetisierungskurve erhalten bleibt. Die Simulation zeigt außerdem, dass die Streifenbreiten mit zunehmendem Feld abnehmen, was mit der Bildung zusätzlicher Wände einhergeht. Die *in-plane*-Komponente im Wandzentrum richtet sich schon sehr früh in Feldrichtung aus, was das Verschwinden sämtlicher Bloch-Linien bewirkt. Allerdings ist bis zu sehr hohen Feldstärken eine Abschlusskonfiguration an den Schichtoberflächen auszumachen.

Die simulierte Magnetisierungskurve zeigt analog zum Experiment eine deutliche Rechtskrümmung, die allerdings schwächer ausgeprägt ist. Für die Abweichung gibt es mehrere Erklärungsmöglichkeiten: einerseits besteht ein deutlicher Unterschied zwischen der Schichtdicke des simulierten (20nm) und des gemessenen Systems (45nm). Des Weiteren wurde hier eine Neukurve simuliert, bei der offensichtlich zusätzliche Energie in Wandverschiebungen zum Erreichen paralleler Domänen investiert werden muss, was zudem nicht vollständig gelingt. Trotzdem zeigt sich eine gute Übereinstimmung von Simulation und Experiment bei der Sättigungsfeldstärke.

5.2 Domänentheoretische Behandlung nach Blake

Die Standard-Theorie von C. Kooy und U. Enz (siehe Seite 29ff.) zur domänentheoretischen Beschreibung von sogenannten *Bubble*-Materialien kann bei den hier untersuchten Proben keine korrekten Ergebnisse liefern, da die Näherung $Q \gg 1$ in deren Herleitung einfließt. Um auch Materialien mit kleinerem $Q > 1$ der Beschreibung zugänglich zu machen, haben Blake und Mitarbeiter Korrekturformeln hergeleitet, die auf numerischen Berechnungen der – bei solchen Proben nicht mehr vernachlässigbaren – Wandstruktur beruhen [BSTT82].

Das statische Verhalten von Band- und Zylinderdomänen wird natürlich von den Materialparametern Schichtdicke D , Sättigungsmagnetisierung J_S , uniaxiale Anisotropiekonstante K_u und Austauschkonstante A bestimmt. Praktischer und aussagekräftiger

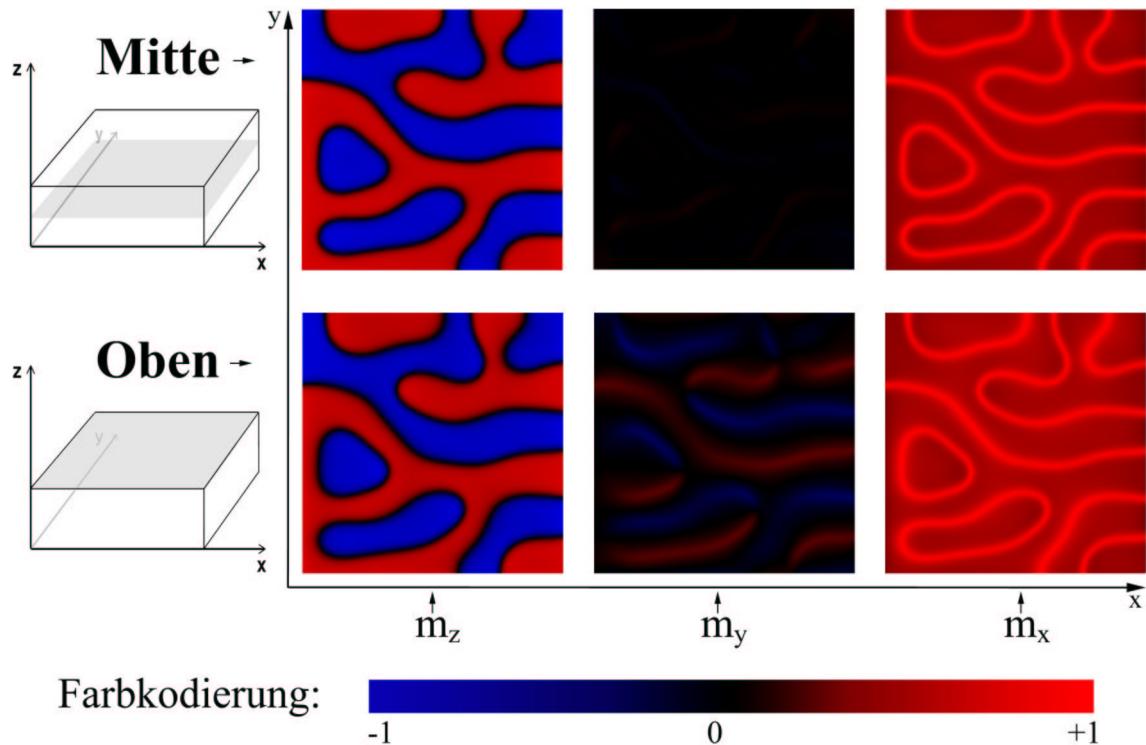


Abbildung 5.14: Detaillierte Darstellung der Domänenkonfiguration bei 9kOe aus Abbildung 5.13.

ger sind allerdings die abgeleiteten Größen

$$\text{Formanisotropiekonstante } K_d = \frac{J_S^2}{2\mu_0},$$

$$\text{Reduzierte Anisotropie } Q = \frac{K_u}{K_d},$$

$$\text{Spezifische Blochwandenergie } \gamma_w = 4\sqrt{AK_u},$$

$$\text{Charakteristische Länge } l_c = \frac{\gamma_w}{2K_d} \text{ und}$$

$$\text{Lilley-Wandbreite } W_L = \pi\sqrt{A/K_u}.$$

In der folgenden Tabelle sind die Materialparameter einiger wichtiger Proben zusammengestellt:

Probenbezeichnung	MK1_3	MK1_6	MK1_8	B2_1	B4_1
Lagenbelegung [ML]	1,0	1,5	1,0	Fe: 1,15 / Au: 1,0	1,0ML
Anz. Doppellagen	(25/50/75) 100	110	(25/50/75) 100	130	110
Substrat	vizinal	vizinal	singulär	singulär	singulär
Schichtdicke D [nm]	$38,0 \pm 1,9$	$57,4 \pm 2,9$	$38,6 \pm 1,9$	$52,3 \pm 2,6$	$44,7 \pm 2,2$
J_S [T]	$0,95 \pm 0,19$	$1,05 \pm 0,21$	$0,95 \pm 0,19$	$0,99 \pm 0,20$	$0,95 \pm 0,19$
K_u [10^5 Jm $^{-3}$]	$3,71 \pm 1,47$	$4,44 \pm 1,78$	$7,14 \pm 2,19$	$7,48 \pm 2,40$	$7,71 \pm 2,44$
A [pJ m $^{-1}$]	$4,01 \pm 1,60$	$4,17 \pm 1,60$	$4,01 \pm 1,60$	$4,01 \pm 1,60$	$4,01 \pm 1,60$
K_d [10^5 Jm $^{-3}$]	$3,61 \pm 1,44$	$4,42 \pm 1,77$	$3,61 \pm 1,44$	$3,88 \pm 1,55$	$3,61 \pm 1,44$
Q	$1,029 \pm 0,234$	$1,005 \pm 0,704$	$1,979 \pm 0,419$	$1,929 \pm 0,457$	$2,139 \pm 0,518$
γ_w [mJ m $^{-2}$]	$4,88 \pm 1,96$	$5,44 \pm 2,14$	$6,74 \pm 2,40$	$6,92 \pm 2,50$	$7,03 \pm 1,97$
l_c [nm]	$6,77 \pm 5,43$	$6,15 \pm 4,88$	$9,35 \pm 7,07$	$8,93 \pm 6,79$	$9,75 \pm 6,63$
W_L [nm]	$10,3 \pm 4,1$	$9,62 \pm 3,78$	$7,47 \pm 2,66$	$7,27 \pm 2,62$	$7,16 \pm 2,01$

Die Proben fallen in zwei Gruppen mit $Q \approx 1$ ($\gamma_w \approx 5\text{mJ m}^{-2}$, $l_c \approx 6\text{nm}$, $W_L \approx 10\text{nm}$) und $Q \approx 2$ ($\gamma_w \approx 7\text{mJ m}^{-2}$, $l_c \approx 9\text{nm}$, $W_L \approx 7\text{nm}$). Die Lilley-Wandbreiten stimmen gut mit den Simulationsergebnissen im Schichtzentrum überein (vergleiche Seite 135), wohingegen die Abschlusskonfigurationen an der Schichtoberfläche lateral um einiges weiter ausgedehnt sind, was deutlich unterstreicht, dass die Domänenwände nur im Zentrum Blochwand-Charakter besitzen und somit die Notwendigkeit der Korrekturen nach Blake verdeutlicht. Man erkennt auch, dass die auf magnetometrischen Messungen basierenden Werte – besonders die der wichtigen charakteristischen Länge – eine nicht unerhebliche Unsicherheit aufweisen.

Zur Kontrolle der experimentell bestimmten Materialparameter bietet sich ein Vergleich gemessener Sättigungsfeldstärken mit dem von Blake vorhergesagten Kollaps-Feld für Zylinderdomänen H_{bc} an⁵. Voraussetzung dafür ist natürlich das Auftreten von Zylinderdomänen in der Nähe der Sättigung, was hier aufgrund der hohen Schichtqualität verbunden mit einer geringen Dichte von Pinningzentren zu erwarten ist. Nach Thiele [Thi71] kann H_{bc}^* für $Q \gg 1$ aus der reduzierten charakteristische Länge $\lambda_c = l_c/D$ und der Sättigungsmagnetisierung errechnet werden. Blake gibt dafür einen vereinfachten Ausdruck an [BSTT82, Gleichung (2)]:

$$H_{bc}^* = \frac{J_S}{\mu_0} \left[1,0016 - 1,63 \sqrt{\lambda_c} + 0,535 \lambda_c + 0,152 \lambda_c^2 \right].$$

Zur Korrektur des Ergebnisses für den Fall endlicher Q nennt Blake einen Faktor $R_0 = H_{bc}/H_{bc}^* - 1$, der näherungsweise folgender Gleichung genügt:

$$R_0 = q_1 \tan^{-1} \exp(q_2 \sqrt{\lambda_c} - q_3) + e^{q_4}, \quad \text{mit}$$

$$\begin{aligned} q_1 &= -0,133 + 0,442 Q^{-1/2}, \\ q_2 &= 9,811 - 3,373 Q^{-1/4}, \\ q_3 &= 5,649 - 2,072 Q^{-4/3}, \\ q_4 &= -4,121 - 0,0011 Q^4. \end{aligned}$$

⁵Im Folgenden werden unkorrigierte Größen nach der Standard-Theorie ($Q \gg 1$) mit einem Stern (*) gekennzeichnet.

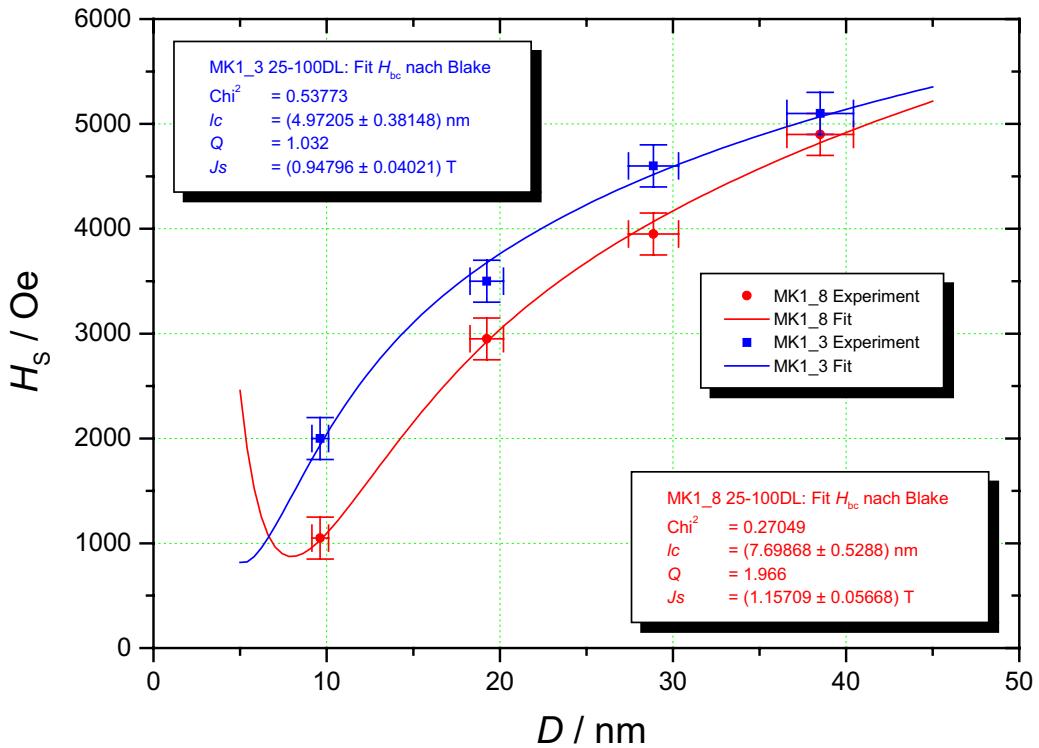


Abbildung 5.15: Kurvenanpassung des nach Blake korrigierten Verlaufs der Kollapsfeldstärke von Zylinderdomänen an gemessene Sättigungsfeldstärken von Proben mit $Q \approx 1$ (blau) und $Q \approx 2$ (rot) als Funktion der Schichtdicke D .

Verwendet man die Daten von Proben, bei denen während der Herstellung verschiedene Schichtdicken über eine Schattenblende realisiert wurden, die ansonsten aber identische Materialparameter besitzen, so lassen sich die Sättigungsfeldstärken in Abhängigkeit von D mit obiger Gleichung anpassen. Wird Q dabei fest vorgegeben, so ist es möglich, die freien Fitparameter l_c und J_s eindeutig zu bestimmen. Abbildung 5.15 zeigt, dass der Verlauf von H_s gut durch die Theorie beschrieben wird. Der Kollaps von Zylinderdomänen kann somit als der das Sättigungsverhalten dominierende Prozess identifiziert werden. Die Resultate für charakteristische Länge und Sättigungsmagnetisierung stimmen unter Berücksichtigung der Fehlertoleranzen mit den oben angenommenen Werten überein. Wie erwartet ist die charakteristische Länge für $Q \approx 1$ kleiner als bei $Q \approx 2$. Übereinstimmend mit den Resultaten von Abschnitt 4.2.1 zeigt sich im experimentell abgedeckten Bereich eine Zunahme von H_s mit wachsender Schichtdicke und abnehmendem Q .

Eine weitere Vergleichsmöglichkeit mit Experiment und Simulation bietet die Domänenbreite w . Diese ist nach der Standard-Theorie über folgende Gleichung mit der Schichtdicke D und der reduzierten charakteristischen Länge $\lambda_c = l_c/D$ verknüpft

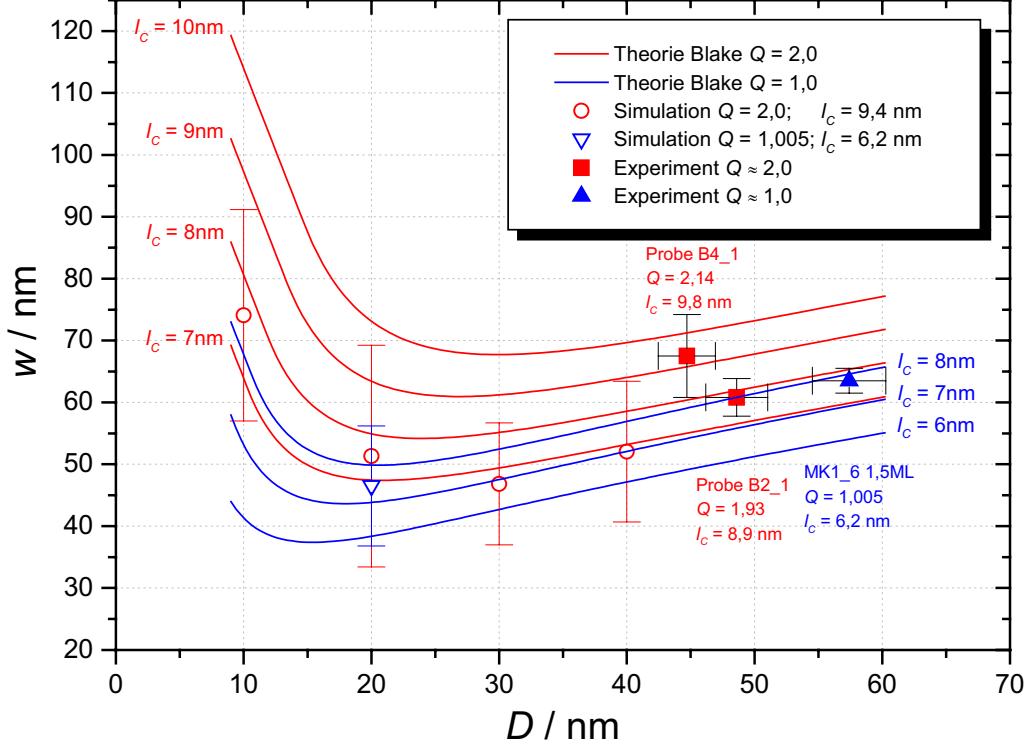


Abbildung 5.16: Vergleich der aus Experimenten und Simulationen ermittelten Domänenbreiten w als Funktion der Schichtdicke D mit den Vorhersagen der für kleine Q korrigierten Standard-Theorie.

[BSTT82, Gleichung (1)]:

$$\lambda_c^* = \frac{4}{\pi s} \left\{ \sum_{n \text{ ungerade}} \left(\frac{s}{n} \right)^3 \left[1 - \left(1 + \frac{n}{s} \right) e^{-n/s} \right] \right\}, \quad s = \frac{w}{\pi D}.$$

Den relativen Korrekturfaktor für kleine Q gibt Blake mittels einer empirische Formel an:

$$\frac{\lambda_c}{\lambda_c^*} \approx \exp[r(\delta) g(Q)], \quad \delta = 2w/D, \quad \text{mit}$$

$$\begin{aligned} r(\delta) &= \frac{1}{2} \left[1 + \tanh \left(0,8353 + 0,1935 \delta - \frac{4.641}{\delta} \right) \right], \\ g(Q) &= 0,607 \frac{1}{Q} - 0,952 \frac{1}{Q^2} + 0,585 \frac{1}{Q^3}. \end{aligned}$$

Abbildung 5.16 zeigt den Verlauf der nach Blake korrigierten Domänenbreite für verschiedene Parameter im Vergleich mit experimentellen- und Simulationsergebnissen. Es

zeigt sich eine gute Übereinstimmung der experimentellen Daten mit der Theorie. Die Simulationsergebnisse weichen von den Vorhersagen nach Blake leicht ab: für $Q \approx 1$ liegt das Simulationsergebnis etwas zu hoch; die Resultate für $Q \approx 2$ zeigen zwar relativ zueinander etwa den gleichen Verlauf wie die entsprechende theoretische Kurve, liegen aber im Mittel etwas zu tief. Für diese Abweichungen bieten sich zwei Erklärungsmodelle an: erstens sind per Simulation lediglich endliche Volumina zugänglich, während die domänentheoretische Betrachtung von unendlich ausgedehnten Schichten ausgeht. Zweitens kommt auch das oben angesprochene Problem der Relaxation in einen „guten“ Gleichgewichtszustand in Frage, die ohne die Möglichkeit zur Überwindung von Energiebarrieren eventuell nur unzureichend gelingen kann⁶. Eine weitere Fehlerquelle stellt obendrein die rechnergestützte Auswertung der variierenden Domänenbreiten in den Simulationsergebnissen dar.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass eine recht gute Übereinstimmung der Resultate von Simulation, Theorie und Experiment vorliegt. Die Domänenbreiten nehmen allgemein mit Q und l_c ab. Dies ist leicht verständlich, wenn man sich das Zusammenspiel von Streufeld- und Wandenergie verdeutlicht: die Streufeldenergie verringert sich mit abnehmender Domänenbreite, da sich die magnetischen Pole an der Oberfläche dann gegenseitig besser kompensieren können. Dies ist aber mit einer Zunahme an Wandenergie verbunden, da mehr Wände pro Schichtfläche eingeführt werden müssen. Daraus ergibt sich ein von der Schichtdicke abhängiges Gleichgewicht. Eine Verringerung von Q oder l_c bei gleichbleibendem J_S kommt einer Reduktion der Wandenergie gleich und erlaubt somit kleinere Domänen. Betrachtet man die Abhängigkeit dieser Größen von den Materialparametern A , K_u und J_S , so wird klar, dass die in den untersuchten Systemen beobachteten sehr kleinen Domänenbreiten um 60nm eine direkte Folge der relativ schwachen Austauschwechselwirkung und des sehr kleinen Q -Faktors bis fast an die Grenze für das Auftreten von Band- und Zylinderdomänen bei $Q = 1$ sind, bei einer für eventuelle Anwendungen immer noch befriedigenden Sättigungsmagnetisierung im Bereich von 1T bei Zimmertemperatur. Wie aus Abbildung 5.16 hervorgeht, sollten Domänenbreiten von unter 40nm durchaus realisierbar sein, was einer theoretischen Speicherdichte von ca. 400Gbit/in² gleichkäme.

⁶Es kommt dabei natürlich auf die Details der Energieverteilung im Phasenraum an.

Kapitel 6

Diskussion der Ergebnisse

6.1 Korrelation von Struktur und magnetischen Eigenschaften

Die senkrechte magnetische Anisotropie von atomar geschichteten Eisen/Gold(001) - Viellagenschichten zeigt eine oszillatorische Abhangigkeit von der Einzellagendicke x , wobei maximale Werte bei ganzzahligen x erreicht werden, minimale Anisotropiestarken dagegen bei halb geschlossenen Einzellagen (siehe Abbildung 1.3 auf Seite 5). Takanashi und Mitarbeiter haben die Vermutung aufgestellt, dass dieses Verhalten in der Storung der Lagenstruktur durch nicht abgeschlossene Einzellagen begrundet liegt [TMHF98]. Diese These konnte in der vorliegenden Arbeit durch die Verwendung vizinal gestufter GaAs-Substrate untermauert werden. Die Reduktion der Anisotropie ist dabei fast so stark wie im Fall halbzahliges x : Die Kombination beider Faktoren bewirkt praktisch keine weitere Abschwachung der Anisotropie. Dies belegt, dass sich strukturelle Storungen im untersuchten System sehr empfindlich auf die Anisotropie auswirken. Eine Beeinflussung des magnetischen Grundzustandsmoments pro Eisenatom oder der Austauschenergie durch die geringfige Variation der Einzellagenbelegungen konnte dagegen nicht nachgewiesen werden.

Sowohl Fehlschnitt-induzierte Stufen als auch nicht abgeschlossenen Einzellagen bewirken im vorliegenden Fall offenbar eine Storung der Lagenstruktur ahnlichen Ausmaes. Folgende Uberlegungen zum Wachstumsmodus der Viellagenschichten (Abschnitt 4.1.1) sollen zur Klarung des Sachverhalts beitragen: Die Entwicklung der RHEED-Intensitat und somit der mittleren Rauhigkeit zeigt eine relativ rasche Relaxation uber wenige Doppellagen hin zu einem Gleichgewichts-Wachstumsmodus, der bei Einzellagendicken von 1,0ML, wie STM-Untersuchungen gezeigt haben, durch eine relativ zur Gold-Pufferschicht groere Stufendichte mit ca. 3-4 gleichzeitig wachsenden Atomlagen und mittleren Terrassenbreiten von ca. 10nm gekennzeichnet ist. Dieser angestrebte Zustand der Oberfache wird durch das Gleichgewicht von Diffusions- und Adsorptionsprozessen bestimmt und kann somit durch die Wachstumsparameter

Temperatur und Depositionsraten beeinflusst werden. Die Deposition von halbzahligen Einzellagen bewirkt aufgrund des Materialdefizits offensichtlich eine Reduktion der mittleren Terrassenbreiten und somit eine stärkere Störung der Lagenstruktur. Ein Fehlschnitt von $1,5^\circ$ entspricht andererseits bei einer mittleren Stufenhöhe des $L1_0$ -Gitters von $1,93\text{\AA}$ einer Terrassenbreite von $7,4\text{nm}$, was ebenfalls einer Reduktion der mittleren Terrassenbreiten gleichkommt, die offenbar in der Größenordnung der durch halbzahlige Einzellagen verursachten Störungen liegt.

6.2 Magnetische Materialparameter

Die in dieser Arbeit mit Hilfe integraler Methoden ermittelten magnetischen Materialparameter der untersuchten Systeme stellen die Grundlage für mikromagnetische Simulationen und domänentheoretische Betrachtungen dar und wirken sich so direkt auf deren Aussagekraft aus. Daher sollen die bestimmten Werte hier einer kritischen Bewertung, vor allem im Vergleich mit Literaturdaten (soweit vorhanden), unterzogen werden. Dazu muss angemerkt werden, dass magnetostriktive Effekte in der gesamten Arbeit aus der Betrachtung völlig ausgeklammert wurden. Es kann zwar nicht ausgeschlossen werden, dass diese einen Einfluss auf das Systemverhalten besitzen, angesichts der erfolgreichen Modellierung der mikromagnetischen Konfigurationen unter Vernachlässigung der Magnetostriktion ist aber anzunehmen, dass die damit zusammenhängenden Effekte eher marginaler Natur sind.

6.2.1 Magnetisches Grundzustandsmoment

Das hier ermittelte magnetische Grundzustandsmoment pro Eisenatom beträgt $(3,07 \pm 0,29)\mu_B$. Eine Abhängigkeit von der Einzellagendicke konnte – wie bereits erwähnt – im Bereich von $1,0 - 1,5$ Monolagen nicht festgestellt werden. Dies deckt sich im Rahmen der Fehlergrenzen mit dem Ergebnis von Takanashi [TMHF98], der ebenfalls keinen Einfluss der Einzellagenbelegung auf das gemessene Moment von $(2,75 \pm 0,25)\mu_B$ feststellt. Eine deutlich bessere Übereinstimmung zeigt der Vergleich mit experimentellen Arbeiten von Zölfy [ZBK⁺97] und Höpfl [Höp96], die für das System Au / 1.0ML Fe (001) / Au einen Wert von $2,9 - 3,0\mu_B$ angeben. Fu und Mitarbeiter nennen einen errechneten Wert von $2,92\mu_B$ für eine Monolage Fe(001) zwischen Au(001), erhalten jedoch ein zusätzliches induziertes Moment von $0,08\mu_B$ in den Gold-Grenzflächenatomen [Fu85]. Da die Gold-Lagen in den hier untersuchten Viellagenschichten je zwei Grenzflächen zu Eisen besitzen, kann dieser Wert nicht direkt auf diese Arbeit übertragen werden. Das Vorhandensein eines induzierten Moments im Gold würde allerdings bedeuten, dass das ermittelte Moment der Fe-Atome möglicherweise leicht nach unten korrigiert werden muss. Die ohnehin sehr gute Übereinstimmung mit dem theoretischen Ergebnis würde sich in diesem Fall noch weiter verbessern.

6.2.2 Magnetische Anisotropie

Die durchgeführten torsionsmagnetometrischen Untersuchungen zeigen das Vorhandensein einer uniaxialen senkrechten Anisotropie 2. Ordnung bei vernachlässigbar kleiner 4. Ordnung. Die intrinsische Anisotropiekonstante K_u der Klasse von Proben mit den geringsten Störungen der L1₀-Struktur (1,0ML Einzellagendicke auf singulärem Substrat) beträgt im Mittel $(7,5 \pm 2) \cdot 10^5 \text{ Jm}^{-3}$.

Ein Vergleich mit den Ergebnissen von Takanashi [TMHF98] (siehe Abbildung 1.3 auf Seite 5) zeigt, dass die dort für vergleichbare Systeme ermittelte *effektive* senkrechte Anisotropieenergiedichte von ca. $2,3 \cdot 10^6 \text{ Jm}^{-3}$ plus der Formanisotropiekonstante von ca. $3,6 \cdot 10^5 \text{ Jm}^{-3}$ eine deutlich höhere intrinsische Anisotropiekonstante von $2,7 \cdot 10^6 \text{ Jm}^{-3}$ ergibt. Dazu muss allerdings einschränkend gesagt werden, dass die von Takanashi und Mitarbeitern angewandte Methode zur Bestimmung der Anisotropiekonstanten allenfalls eine grobe Abschätzung darstellen kann, da K_{\perp}^{eff} aus der Differenz der Ummagnetisierungsarbeiten parallel zur Schichtebene und in senkrechter Orientierung bestimmt wurde. Diese Energiebeträge wurden jeweils aus den entsprechenden Magnetisierungskurven unter Herausmittelung von Hystereseeffekten gewonnen. Die hier durchgeführten Untersuchungen haben jedoch gezeigt, dass besonders senkrechte Magnetisierungskurven von Effekten dominiert werden, die auf Domänenaufspaltung und Wandverschiebungen beruhen, wofür zusätzliche Arbeit aufgewendet werden muss. Dies gilt in ähnlicher Form auch für Magnetisierungskurven parallel zur Schichtebene, was in Abschnitt 6.4.1 noch ausführlich diskutiert wird. Speziell die Annahme, dass die Formanisotropiekonstante noch zu dem ermittelten Wert hinzugerechnet werden muss, um die intrinsische Anisotropie zu erhalten, erscheint angesichts der Abschwächung des entmagnetisierenden Feldes durch die Aufspaltung in Domänen als problematisch. Dennoch zeigen die dort abgebildeten *in-plane* Magnetisierungskurven eine erhöhte Sättigungsfeldstärke von ca. 25kOe (siehe Abbildung 1.3) gegenüber maximal 18kOe bei den im Rahmen dieser Arbeit hergestellten Proben, was tatsächlich auf eine größere Anisotropie der Proben von Takanashi hindeutet. Dies liegt möglicherweise in der Tatsache begründet, dass die dort verwendete Gold-Pufferschicht mit 50nm ca. doppelt so dick gewählt wurde als in der vorliegenden Arbeit, da hier auf transmissionsmikroskopische Untersuchungen Rücksicht genommen werden musste. Eine dickere Pufferschicht stellt aufgrund ihrer perfekteren Oberflächenbeschaffenheit ein besseres Substrat für das Wachstum der Viellagenschicht dar, die somit bei Takanashi offenbar weniger stark gestört ist und somit eine größere senkrechte Anisotropie aufweist. Möglicherweise spielt auch die Verwendung von MgO als Substrat eine Rolle, das eine Glättung der Pufferschicht bei höheren Temperaturen ermöglicht als dies bei GaAs aufgrund der Gefahr der Diffusion von Ga und As der Fall ist [Köh97]. Dadurch kann auch die Dichte von Schraubenversetzungen stark reduziert werden, von denen angenommen werden kann, dass sie die Fe/Au-Lagenstruktur empfindlich stören.

Riedling und Mitarbeiter [RKM⁺99] haben die senkrechte Anisotropiekonstante mittels *Brillouin Light Scattering* bestimmt. Sie geben einen Wert von $1,54 \cdot 10^5 \text{ Jm}^{-3}$

an. Aus der Publikation geht nicht hervor, ob dieser Wert die Formanisotropie mit berücksichtigt. Angesichts des in der vorliegenden Arbeit ermittelten K_d von $(3,61 \pm 1,44) \cdot 10^5 \text{ Jm}^{-3}$ und der Tatsache, dass Riedling eine senkrechte Magnetisierung beobachtet, muss davon ausgegangen werden, dass der angegebene Wert die effektive Anisotropieenergiedichte darstellt, da Q ansonsten kleiner als 1 wäre. Es ergibt sich somit ein intrinsisches K_u von ca. $5 \cdot 10^5 \text{ Jm}^{-3}$. Dieser Wert stimmt im Rahmen der Fehlergrenzen mit den hier bestimmten Anisotropiekonstanten überein. Riedling verwendet wie Takanashi ein MgO-Substrat und eine Gold-Pufferschicht von 50nm. Die Wachstumstemperatur der Viellagenschicht ist mit 60°C angegeben, so dass die Vermutung einer Reduktion der Anisotropie durch geringfügige Durchmischungsprozesse nahe liegt.

First-Principles-Berechnungen von Kyuno und Mitarbeitern [KHYA96] sagen für perfekt geordnete Fe/Au-Viellagensysteme im Grundzustand ein sehr hohes K_u von $4,7 \cdot 10^6 \text{ Jm}^{-3}$ voraus. Da diese idealisierte Struktur experimentell nicht realisierbar ist, muss dieser Wert als Obergrenze des Erreichbaren angesehen werden.

Überraschend ist allerdings die Tatsache, dass bei den hier durchgeföhrten Untersuchungen keine Kristallanisotropie in Form einer Richtungsabhängigkeit der Magnetisierungsenergie in der Schichtebene nachgewiesen werden konnte. Dies mag auf messtechnische Probleme zurückzuföhren sein, da die ausgeprägte senkrechte Anisotropie die wahrscheinlich sehr viel schwächeren eventuellen *in-plane*-Anteile bei vielen Untersuchungen schlichtweg überdeckt. Denkbar ist zudem, dass Störungen der L1₀-Struktur durch atomare Stufen eine Reduktion des kubischen Anisotropiebeitrags bewirken. Gegen diese These spricht jedoch, dass selbst vizinale Substrate keine messbare Anisotropie in der Schichtebene bewirkt haben.

Zusammenfassend ist festzustellen, dass in der Literatur große Abweichungen bezüglich der Aussagen über die uniaxialen Anisotropie von Fe/Au-L1₀-Systemen bestehen. Dies ist auf experimenteller Seite angesichts der durch strukturelle Störungen verursachten starken Reduktion der Anisotropie nicht weiter verwunderlich. Der Vergleich mit den hier bestimmten Werten scheint am ehesten im Fall der Arbeit von Riedling und Mitarbeitern zulässig zu sein. Die Werte von Takanashi sind aufgrund der genannten Probleme schwer einzuordnen, die Anisotropie der dort untersuchten Proben ist aber offensichtlich deutlich größer.

6.2.3 Austauschkopplung und Curie-Temperatur

Bezüglich der Austauschkopplung in den untersuchten Systemen liegen kaum experimentelle Literaturdaten vor. Riedling und Mitarbeiter [RKM⁺99] haben allerdings Messungen der Curie-Temperatur durchgeföhrte. Für die L1₀-Konfiguration konnte lediglich $T_C > 460\text{K}$ angegeben werden, in Übereinstimmung mit dem hier ermittelten Wert von 464K. In der genannten Veröffentlichung wird überdies einen Wert für die spezifische Wandenergie von $14,4 \text{ mJ/m}^2$ angegeben, der allerdings durch Anpassung gemessener Magnetisierungskurven an ein Domänenmodell bestimmt wurde, das

auf der Annahme unendlich dünner Domänenwände beruht. Dies erscheint angesichts der hier vorgestellten Ergebnisse problematisch, zumal der Wert deutlich über den in Kapitel 5 ermittelten Werten liegt. Rechnet man das Ergebnis über die Beziehung $\gamma_w = 4\sqrt{AK_u}$ um, so erhält man eine Abschätzung der Steifheitskonstante A von ca. 26pJ/m, was deutlich über der Austauschkonstante von reinem Eisen liegt und somit wenig glaubhaft erscheint.

Wang und Mitarbeiter [WZWK00] haben eine theoretische Arbeit zur Austauschkopplung in Fe/Au-Viellagensystemen veröffentlicht, behandeln darin aber leider nur Eisen-Einzellagendicken ab 2ML. Zu den Ergebnissen der Publikation zählt allerdings, dass die Curie-Temperatur fast ausschließlich von der Austauschwechselwirkung in der Schichtebene und der Zwischenlagenkopplung abhängt, während der Einfluss der Anisotropie sehr gering ist. Im Ergebnis nimmt T_C mit der Eisen-Einzellagendicke n kontinuierlich ab, entsprechend dem Weiss'schen Gesetz. Eine Extrapolation für $n \rightarrow 1$ ergibt somit ein $T_C < 200K$, was den experimentellen Ergebnissen klar widerspricht. Es wird allerdings festgestellt, dass für kleine n aufgrund einer erhöhten Austauschwechselwirkung an den Grenzflächen eine signifikante Erhöhung von T_C über das Weiss'sche Gesetz auftritt.

Von allen mikromagnetischen Materialparametern besteht in der Literatur bezüglich der Austauschkopplung des vorliegenden Systems die größte Unsicherheit. Dies gilt in gleicher Weise für die Werte, die in Abschnitt 4.2.2 auf starken Vereinfachungen basierend ermittelt wurden (≈ 4 pJ/m). Auf der anderen Seite muss festgestellt werden, dass die darauf basierenden Ergebnisse mit den experimentellen Beobachtungen konsistent sind, so dass sich die durch die Vereinfachungen bedingten Abweichungen offenbar in akzeptablen Grenzen halten. Aus dem Vergleich mit dem Wert von Eisen (13pJ/m) ergibt sich eine Reduktion um etwa den Faktor 3, was ebenfalls plausibel erscheint.

6.3 Domänenbeobachtung

Die erfolgreiche Präparation von einkristallinen Membranen ermöglichte die Beobachtung von Domänen neben der magnetischen Rasterkraftmikroskopie (MFM) auch mit den komplementären Transmissions-Methoden MTXM (magnetische Transmissions-Röntgenmikroskopie) und LTEM (Lorentz-Mikroskopie). Domänenbeobachtungen gelangen mit allen drei Methoden und ergaben konsistente Ergebnisse, was einen wichtigen Hinweis darauf liefert, dass die Membranpräparation keine Auswirkungen auf die untersuchten Proben hat. Die Synthese der mikromagnetischen Untersuchungsmethoden liefert zusätzliche Erkenntnisse, wie Abbildung 6.1 zeigt:

Zu Beginn der Arbeit war nicht klar, welche Magnetisierungsrichtung die mittels MFM beobachteten streifenförmigen Domänen aufweisen. Die Frage konnte durch Kombination von MTXM und LTEM eindeutig geklärt werden: Die mit MTXM bei senkrechtem Strahleinfall beobachtete Kontrastvariation belegt eine Variation

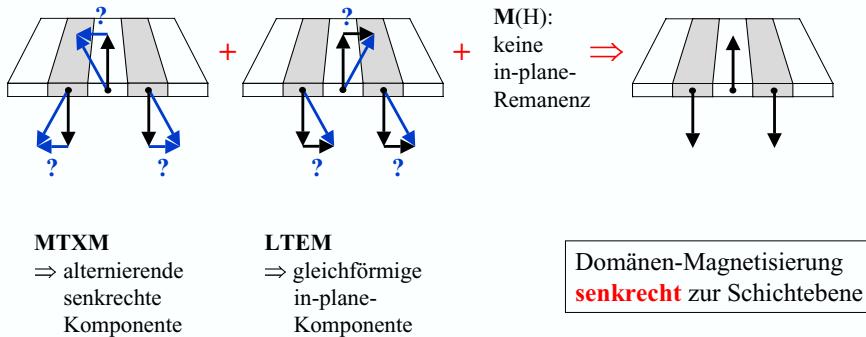


Abbildung 6.1: Bestimmung der Magnetisierungsrichtung (über die Schichtdicke gemittelt) in Streifendomänen aus der Kombination von MTXM und LTEM. Die Auflösung der Methoden reichte nicht aus, um Aussagen über die Domänenwände abzuleiten.

der senkrechten Magnetisierungskomponenten zwischen benachbarten Streifen. Somit konnten die in Frage kommenden Domänenstrukturen auf dichte Streifendomänen mit einer – eventuell variierenden – *in-plane*-Komponente oder senkrechte Banddomänen eingegrenzt werden. Die Untersuchung mit Fresnel-Lorentzmikroskopie erbrachte keinerlei magnetischen Kontrast ohne Verkipfung der Probe gegen den Elektronenstrahl, woraus geschlossen werden kann, dass die Magnetisierungskomponente in der Schichtebene uniform ist, was starke Streifendomänen und somit eine Verkipfung der Anisotropieachse ausschließt (vergleiche Abschnitt 2.3.1). Die Auswahl beschränkte sich daher auf schwache Streifendomänen und Banddomänen. Unter Berücksichtigung der fehlenden Remanenz bei Magnetisierungskurven in der Schichtebene konnte schließlich das beobachtete Domänenmuster als Banddomänen mit senkrechter Magnetisierung identifiziert werden. Die Kombination von MFM, MTXM und LTEM hat sich somit als durchaus sinnvoll herausgestellt.

Wie die Simulationsergebnisse zeigen, sollte die Struktur der Domänenwände deutlich ausgeprägte Magnetisierungskomponenten in der Schichtebene sowohl im Zentrum der Wand als auch in den Abschlusskonfigurationen an Schichtober- und Unterseite aufweisen. Trotzdem konnte mittels LTEM bei senkrechter Durchstrahlung kein magnetischer Kontrast beobachtet werden. Die Erklärung hierfür ist darin zu suchen, dass das Wandzentrum nur ein sehr geringes Volumen besitzt, das deutlich unterhalb der Empfindlichkeitsgrenze der Methode liegt. Des weiteren heben sich die Wirkungen der genau entgegengesetzt magnetisierten Abschlusskonfigurationen an Schichtober- und Unterseite auf die transmittierten Elektronen gegenseitig genau auf. Zur Untersuchung der Abschlusskonfiguration bietet sich daher als ergänzende Methode im Prinzip die oberflächensensitive Rasterelektronenmikroskopie mit Polarisationsanalyse (SEMPA) an. Erste Untersuchungen am Max-Planck-Institut für Mikrostrukturphysik in Halle erbrachten aber keine eindeutigen Ergebnisse.

6.4 Vergleich von Experiment und Theorie

Insgesamt zeigt sich eine gute Übereinstimmung der Ergebnisse von integralen Messungen, mikromagnetischen Beobachtungen, Simulationen und domänentheoretischen Berechnungen, die insbesondere auch bei Variation der Probenparameter erhalten bleibt. Diese Tatsache sowie die vielfachen Wechselbeziehungen zwischen den einzelnen untersuchten Aspekten gewähren ein hohes Maß an Sicherheit bezüglich der hier getroffenen Schlussfolgerungen. Geringfügige Abweichungen, z.B. bei den ermittelten Domänenbreiten, sind unter Einbeziehung der geschätzten Ungenauigkeiten bei der Bestimmung der Materialparameter nicht signifikant.

Die Simulationsresultate geben die experimentellen Befunde gut wieder, allerdings mit der Einschränkung, dass die Nukleation von Domänen von dem verwendeten Algorithmus nur unzulänglich nachgebildet wird, da dieser nicht in der Lage ist, kleine Energiebarrieren im Phasenraum zu überwinden. Trotzdem konnten wertvolle zusätzliche Erkenntnisse über die magnetische Mikrostruktur der untersuchten Systeme, die experimentell nicht zugänglich waren, gewonnen werden, nämlich über die Struktur der Domänenwände und das Verhalten in hohen externen Magnetfeldern.

Bedingt durch den relativ geringen Q -Faktor versagt die Theorie von Kooy und Enz bei der quantitativen Beschreibung der vorliegenden Systeme. Die korrigierte domänentheoretische Beschreibung von Blake und Mitarbeitern hat sich dagegen bewährt und ermöglicht Vorhersagen über die idealisierte Gleichgewichts-Domänenkonfiguration in Remanenz sowie die Kollapsfeldstärke von Zylinderdomänen in Abhängigkeit von den Probenparametern. Umgekehrt ist eine Bestimmung mikromagnetischer Parameter durch Anpassung an experimentelle Ergebnisse möglich. Die so gewonnenen Parameter stimmen im Rahmen der Fehlertoleranz mit den aus integralen magnetometrischen Messungen ermittelten Werten überein.

6.4.1 Synthese

Die Kombination der gewonnenen Erkenntnisse vermittelt ein umfassendes Bild der magnetischen Eigenschaften von atomar geschichteten Eisen-Gold-Viellagenschichten auf mikroskopischer und makroskopischer Ebene.

Das mikroskopische Verhalten wird von der starken senkrechten Anisotropie im Wechselspiel mit den erheblichen Streufeldern bei senkrechter Magnetisierung bestimmt. Dies führt zur Aufspaltung in senkrechte Band- und Zylinderdomänen, wobei letztere vor allem in höheren externen Feldern auftreten. Dies bewirkt eine effektive Reduktion der Streufeldenergie, wobei allerdings im Gegenzug Wandenergie aufgewendet werden muss. Das Wechselspiel beider Energiebeiträge bestimmt die Gleichgewichts-Domänenbreiten, sowie unter Hinzunahme der Zeeman-Energie das Verhalten im Magnetfeld (siehe unten). Die Domänenwände sind durch ausgeprägte Abschluss-Konfigurationen an den Schichtoberflächen gekennzeichnet und besitzen eine eindeutige Orientierung, die durch die Richtung der *in-plane*-Komponente im Zen-

trum der Wand gegeben ist. Durch das Zusammentreffen von Wandabschnitten mit entgegengesetzter Orientierung können sogenannte Bloch-Linien entstehen. Auf der Basis dieser Erkenntnisse lassen sich auch die makroskopischen magnetischen Eigenschaften des Systems verstehen, die sich in den Magnetisierungskurven widerspiegeln.

Senkrechte Magnetisierungskurven

Kleine senkrechte Magnetfelder bewirken sowohl ein Anwachsen der Streifenperiode als auch eine Vergrößerung der Breite von in Feldrichtung magnetisierten Majoritätsdomänen, wie Domänenbeobachtungen mit MTXM und Simulationen zeigen. Im Fall des Labyrinthmusters, das nach Sättigung einer Probe in einem senkrechten Feld entsteht, konnte zudem ein Anwachsen der Länge und des Verzweigungsgrades von Majoritätsdomänen beobachtet werden. Beides geschieht durch weitgehend reversible Wandverschiebungen und erklärt den linearen, hysteresefreien Abschnitt der Magnetisierungskurven (vergleiche Abbildung 4.23 auf Seite 105). Wandbewegungen laufen in mikromagnetischen Simulationen ohne thermische Unterstützung ab; Temperaturabhängige Messungen (Abbildung 4.25, Seite 107) legen allerdings nahe, dass derartige Prozesse bei Zimmertemperatur zumindest beschleunigt ablaufen. Der Vergleich beobachteter Sättigungsfeldstärken mit den Vorhersagen der Blake'schen Theorie für das Bubble-Kollapsfeld (Abbildung 5.15 auf Seite 151) zeigt, dass der Zusammenbruch von Zylinderdomänen der für den Sättigungsprozess maßgebliche Mechanismus ist.

Die Messung von Magnetisierungskurven bei unterschiedlichen Temperaturen (Abbildung 4.25) zeigt, dass die Nukleation von Domänen in gesättigten Proben bei einer klar definierten Nukleationsfeldstärke H_N stattfindet, die weitgehend temperaturunabhängig ist. Die Probleme bei der Nachbildung von Nukleationsprozessen per Simulation weisen allerdings darauf hin, dass dabei eine gewisse Energiebarriere überwunden werden muss. Diese kann jedoch angesichts der Tatsache, dass der Prozess auch bei 2K ungehindert abläuft, nicht sehr hoch sein, da thermische Fluktuationen bei dieser Temperatur nur in der Größenordnung von $k_B T = 0,17\text{meV}$ liegen. Zudem zeigt sich, dass H_N mit der Schichtdicke deutlich abnimmt (Abbildung 4.23). Offensichtlich markiert diese Feldstärke einen eindeutig von den Probenparametern abhängigen Punkt, ab dem die Bildung von Domänen energetisch günstig ist. Man darf zwar erwarten, dass das Vorhandensein von Nukleationskeimen eine Voraussetzung für die Domänenentstehung darstellt, so dass deren Abwesenheit eine weitere Verringerung von H_N bewirkt, eine Untersättigung an Keimen scheint im vorliegenden Fall jedoch nicht gegeben zu sein, da für diesen Fall wohl eine starke Temperaturabhängigkeit von H_N angenommen werden müsste. Aus dem Vorangegangenen ist noch nicht offensichtlich, wie die Nukleation abläuft und welche Prozesse dabei maßgeblich beteiligt sind. Zur Klärung des Sachverhalts soll daher das folgende einfache Modell dienen.

Modell zur Beschreibung der Domänennukleation: Ausgangspunkt der Betrachtung sei o.B.d.A. eine in positiv senkrechter Richtung gesättigte Schicht der Dicke

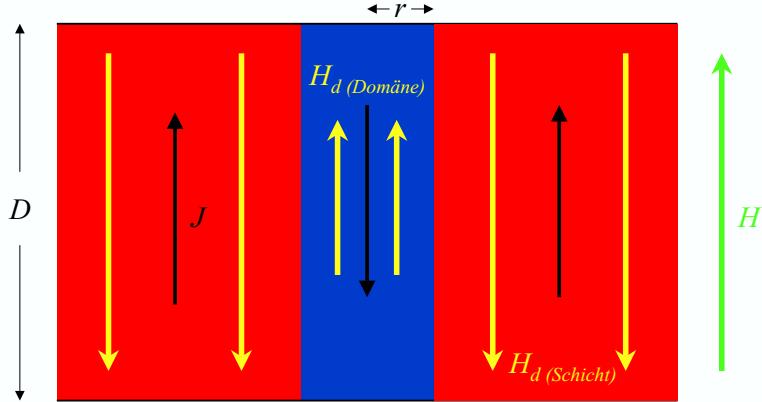


Abbildung 6.2: Modellsystem bestehend aus einer Zylinderdomäne mit Radius r (blau) in einer ansonsten homogen gesättigten Schicht mit Dicke D (rot). Neben den Magnetisierungsrichtungen J sind auch die entmagnetisierenden Felder H_d sowie das externe Feld H schematisch eingezeichnet.

D in einem ebenfalls positiven externen Magnetfeld H . Das effektive Feld in der Probe setzt sich nun aus dem externen Magnetfeld und dem entmagnetisierenden Feld zusammen, das aufgrund der homogenen Magnetisierung durch $-J_S/\mu_0$ gegeben ist und bei den betrachteten Proben bei ca. 10kOe liegt. Es kann davon ausgegangen werden, dass eine Nukleation nur in *negativen* effektiven Feldern stattfinden kann, also für $H < 10\text{kOe}$, was mit den experimentellen Ergebnissen übereinstimmt. Nun soll die Energiebilanz für die Bildung einer Zylinderdomäne mit negativer Magnetisierungsrichtung und Radius r betrachtet werden. Dabei ist zu berücksichtigen, dass das entmagnetisierende Feld der Domäne lokal in Richtung von H wirkt, also positiv zu zählen ist. Die Situation ist in Abbildung 6.2 schematisch dargestellt. Um diesen Effekt grob abzuschätzen soll die Domäne als kleine Störung betrachtet werden, die das Streufeld der Gesamtschicht nicht beeinflusst, was nur für kleine r näherungsweise gelten kann. Somit setzt sich das Feld am Nukleationsort aus dem externen Feld, dem entmagnetisierenden Feld der umgebenden Schicht und dem entmagnetisierenden Feld der Zylinderdomäne zusammen. Letzteres wird bestimmt durch den Entmagnetisierungsfaktor N , der von der Geometrie der Zylinderdomäne, also von Domänenradius r und der Schichtdicke abhängt:

$$H_{eff} = H - \frac{J_S}{\mu_0}(1 - N). \quad (6.1)$$

N wird vereinfachend durch den entmagnetisierenden Faktor des einbeschriebenen Rotationsellipsoids angenähert [HS98, Seite 120f.]:

$$N = \begin{cases} \frac{\alpha^2}{1-\alpha^2} \left[\frac{1}{\sqrt{1-\alpha^2}} \operatorname{arcsinh} \left(\frac{\sqrt{1-\alpha^2}}{\alpha} \right) - 1 \right] & , \text{für } \alpha < 1 \\ \frac{1}{3} & , \text{für } \alpha = 1 \\ \frac{\alpha^2}{\alpha^2-1} \left[1 - \frac{1}{\sqrt{\alpha^2-1}} \operatorname{arcsin} \left(\frac{\sqrt{\alpha^2-1}}{\alpha} \right) \right] & , \text{für } \alpha > 1 \end{cases} \quad (6.2)$$

mit dem Aspektverhältnis

$$\alpha = \frac{2r}{D}.$$

Für $r \rightarrow 0$ geht N gegen 0 und das entmagnetisierende Feld der Schicht wird durch die Domäne nicht beeinflusst.

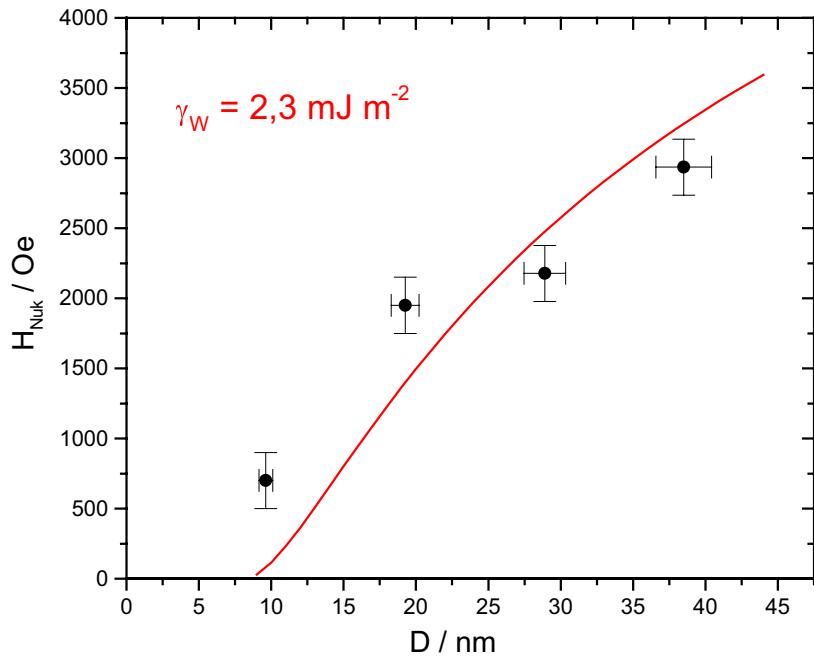


Abbildung 6.3: Vergleich experimentell ermittelter Nukleationsfeldstärken (Messpunkte von Proben MK1_8 25–100DL) mit den Voraussagen des Modells als Funktion der Schichtdicke D für eine Wandenergie von $2,3 \text{ mJ/m}^2$ (durchgezogene Linie).

In die Energiebilanz gehen der Energiegewinn (für $H_{\text{eff}} < 0$) durch die Zeeman-energie E_H im effektiven lokalen Feld sowie der für die Ausbildung der Domänenwand mit der spezifischen Wandenergie γ_w aufzuwendende Energiebeitrag E_W ein:

$$E = E_H + E_W = J_S H_{\text{eff}} r^2 \pi D + 2\pi r D \gamma_w. \quad (6.3)$$

Die Bildung einer Zylinderdomäne ist energetisch günstig für $E \leq 0$. Aus der Bedingung $E = 0$ folgt der kritische Domänen-Radius in Abhängigkeit von der effektiven Feldstärke (Gleichung 6.1):

$$r_{krit} = -\frac{2 \gamma_w}{J_S H_{eff}}. \quad (6.4)$$

Einsetzen in Gleichung 6.1 ergibt das kritische externe Feld als Funktion von H_{eff} :

$$H_{krit} = H_{eff} + \frac{J_S}{\mu_0} (1 - N(r_{krit}(H_{eff}), D)). \quad (6.5)$$

Diese Funktion ist für $H_{eff} < 0$ monoton rechtsgekrümmt und besitzt ein Maximum, das der größten externen Feldstärke entspricht, bei der eine stabile Zylinderdomäne existiert. Diese kritische Feldstärke entspricht somit der Nukleationsfeldstärke H_N . Durch Einsetzen der zugehörigen lokalen effektiven Feldstärke H_{eff} in Gleichung 6.4 erhält man den kritischen Domänenradius bei der Nukleation.

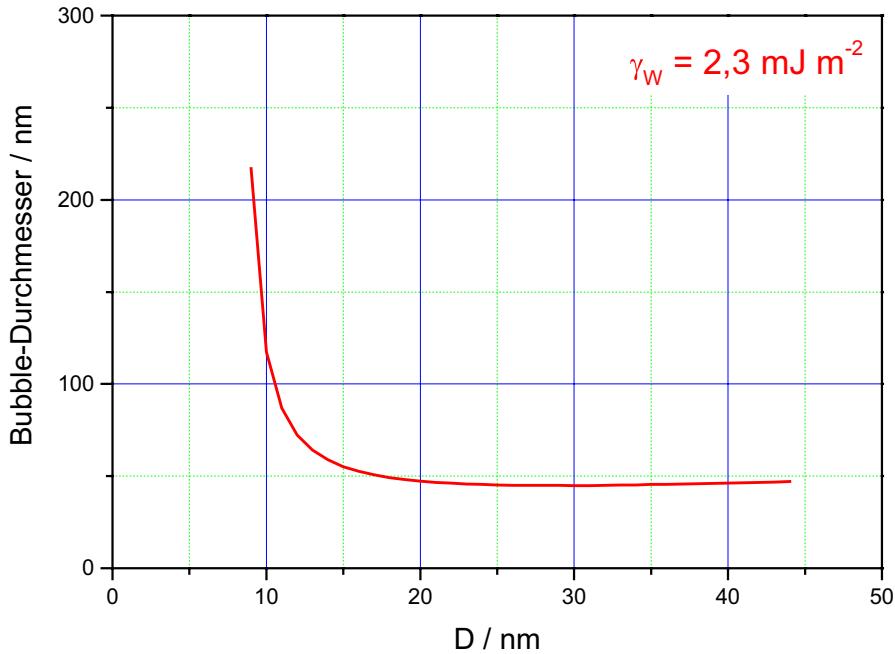


Abbildung 6.4: Kritische Domänendurchmesser in Abhängigkeit von der Schichtdicke D nach dem Nukleations-Modell.

Abbildung 6.3 zeigt das numerisch¹ ausgewertete Ergebnis für eine Wandenergie von $2,3 \text{ mJ/m}^2$ im Vergleich zu experimentell aus Magnetisierungskurven ermittelten

¹Auffinden des Maximums durch Intervallschachtelung.

Nukleationsfeldstärken von Proben mit einer theoretischen Bloch-Wandenergie von $(6,7 \pm 2,4) \text{ mJ/m}^2$. Das einfache Modell ist somit immerhin in der Lage, die experimentellen Daten ungefähr zu beschreiben und gibt insbesondere die Reduktion der Nukleationsfeldstärke mit der Schichtdicke gut wieder. Dabei zeigt sich allerdings nur dann eine gute Übereinstimmung, wenn die im Modell angenommene spezifische Wandenergie deutlich kleiner ist als die theoretische Bloch-Wandenergie der Vergleichsproben². Abbildung 6.4 zeigt die zugehörigen kritischen Domänendurchmesser. Der Verlauf der Kurve entspricht qualitativ den Vorhersagen der Blake'schen Theorie für die Gleichgewichts-Domänengrößen (Abbildung 5.16 auf Seite 152) mit einem starken Anstieg bei kleinen Schichtdicken und einem Minimum zwischen $D = 25\text{nm}$ und $D = 30\text{nm}$. Die kritischen Domänenbreiten von ca. 50nm im experimentell abgedeckten Schichtdickenbereich liegen ebenfalls in der richtigen Größenordnung. Die starken Vereinfachungen des Modells schlagen sich offenbar hauptsächlich in einer Fehlgewichtung der Wandenergie nieder. Das Modell könnte in dieser Hinsicht z.B. durch eine Berücksichtigung der Reduktion des entmagnetisierenden Feldes der Zylinderdomäne durch die Bildung von Abschlusskonfigurationen in der Wand verbessert werden, was genau dem Ansatz von Blake und Mitarbeitern entspricht.

Magnetisierungskurven in der Schichtebene

Magnetfelder in der Schichtebene bewirken, wie mikromagnetische Simulationen gezeigt haben, die Ausbildung von schwachen Streifendomänen, deren energetisch günstigste Ausrichtung parallel zur Feldrichtung verläuft (siehe Abschnitte 5.1.2 und 2.3.1). Dementsprechend erinnern die resultierenden experimentellen und numerischen Magnetisierungskurven qualitativ an die für diese Domänenkonfiguration typischen Magnetisierungskurven (Abbildung 2.3 auf Seite 20), mit Ausnahme der Aufspaltung in geringen Feldern, bei denen aufgrund $Q > 1$ ein Übergang zu senkrechten Banddomänen stattfindet. Die beobachteten Kurven weisen eine deutliche Krümmung auf, was darauf hindeutet, dass der Ummagnetisierungsprozess nicht durch kohärente Rotation der Magnetisierungsrichtungen beschrieben werden kann. In diesen Fall würde man nach Stoner und Wohlfarth [SW48] für homogen magnetisierte uniaxiale Schichten nämlich ein lineares Anwachsen der Magnetisierung mit der Feldstärke bis zum effektiven Anisotropiefeld $H_{eff} = 2K_u/J_S - 2K_d/J_S$ erwarten. Die beobachteten Sättigungsfeldstärken weichen jedoch deutlich von H_{eff} ab. Eine Erklärung der Kurvenkrümmung durch eine Anisotropie vierter Ordnung scheidet ebenfalls aus, da erstens ein derartiger Anisotropiebeitrag in Torsionsmessungen nicht beobachtet werden konnte und zweitens die Krümmung auch in Simulationen auftritt, die lediglich eine uniaxiale Anisotropie zweiter Ordnung berücksichtigen (siehe Abbildung 5.13 auf Seite 147). Das Verhalten liegt demnach offensichtlich in der Domänaufspaltung begründet. Einerseits reduziert diese, wie in Abbildung 6.5 gezeigt, das entmagneti-

²Wie die Simulationsergebnisse gezeigt haben, liegt die tatsächliche Wandenergie noch etwas über der Bloch-Wandenergie.

sierende Feld H_d , so dass das Sättigungsfeld nur etwas unterhalb von $2K_u/J_S$ liegen sollte, was für $Q \approx 2$ auch tatsächlich beobachtet werden kann. Die Krümmung der Kurve könnte sowohl einer Feldabhängigkeit der Reduktion von H_d entspringen, als auch in der Tatsache begründet sein, dass bei zunehmendem Feld zusätzliche Wände in das System eingeführt werden, deren Wandenergie in die Ummagnetisierungsarbeit $\int \mathbf{H} \cdot d\mathbf{m}$ eingeht. Allerdings konnten für $Q \approx 1$ Sättigungsfeldstärken gemessen werden, die ein wenig oberhalb von $2K_u/J_S$ liegen. Die Abweichung liegt zwar noch innerhalb der Fehlergrenzen, wurde jedoch bei mehreren Proben beobachtet, so dass die Frage nach einer möglichen Ursache des Phänomens berechtigt erscheint. Eine mögliche Erklärung könnte in den bei kleineren Q stärker ausgeprägten Abschlusskonfigurationen an den Schichtoberflächen liegen. Wie aus Abbildung 6.5 hervorgeht, wirkt das entmagnetisierende Feld innerhalb der Domänen entgegen der senkrechten Magnetisierungsrichtung (vergleiche Abbildung 5.13) und begünstigt so die Rotation in die Schichtebene. Innerhalb der Abschlusskonfigurationen sind Magnetisierung und entmagnetisierendes Feld jedoch näherungsweise parallel. Dies wird in Abbildung 6.6 noch einmal schematisch verdeutlicht. Dieser Feldbeitrag wirkt somit stabilisierend auf die Abschlusskonfigurationen und muss zur Sättigung der Schicht überwunden werden, was die Sättigungsfeldstärke erhöht.

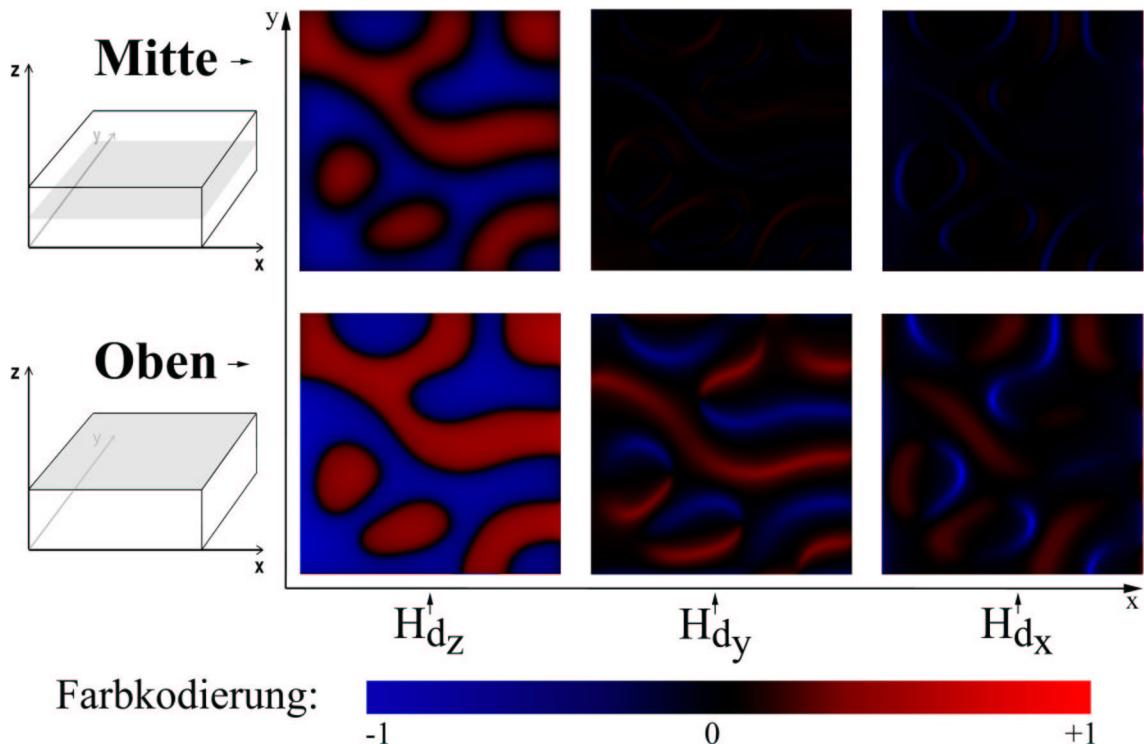


Abbildung 6.5: Simuliertes entmagnetisierendes Feld eines Nanopartikels bei $H_x = 6\text{kOe}$ (Abmessungen $256\text{nm} \times 256\text{nm} \times 20\text{nm}$, Zellgröße 2nm, Materialparameter Q2).

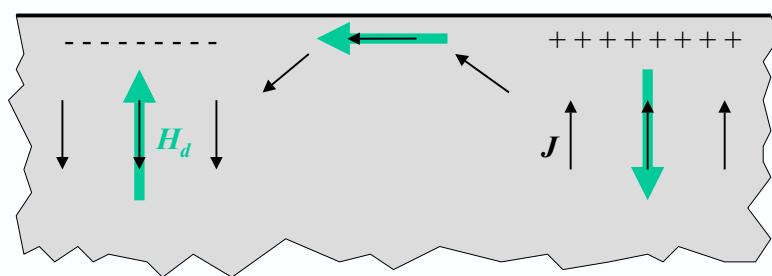


Abbildung 6.6: Magnetisierungsrichtungen und entmagnetisierende Felder nahe der Schichtoberfläche bei einer Wand. In der Abschlusskonfiguration liegt das entmagnetisierende Feld parallel zur Magnetisierungsrichtung. Zur Verdeutlichung sind die Quellen des entmagnetisierenden Feldes als „magnetische Ladungen“ eingezeichnet.

Kapitel 7

Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit den magnetischen Eigenschaften von atomar geschichteten Eisen-Gold-Viellagensystemen auf makroskopischer und mikroskopischer Skala und deren Abhängigkeit von der Probenstruktur auf atomarer Ebene. Wie bereits aus früheren Arbeiten bekannt [TMS⁺95], ist es mittels Molekularstrahl-epitaxie möglich, durch alternierende Deposition einzelner Atomlagen von Fe(001) und Au(001) eine aufgrund der sehr geringen Mischbarkeit dieser Elemente in der Natur nicht vorkommende künstliche Legierung mit tetragonaler L1₀-Kristallstruktur herzustellen, die eine starke uniaxiale magnetische Anisotropie mit der leichten Achse senkrecht zur Schichtebene aufweist. Die Stärke der Anisotropie reagiert empfindlich auf Variationen der Einzellagenbelegung, was die Möglichkeit eröffnet, die Anisotropiekonstante gezielt einzustellen. Dieser Umstand erklärt das wachsende Interesse an diesem Materialsystem hinsichtlich potentieller Anwendungen in der Datenspeicherung sowie als Studienobjekt in der Grundlagenforschung. Das gängige Erklärungsmodell dieses Phänomens besteht in der Annahme, dass nicht abgeschlossene Atomlagen die Lagenstruktur der Schichten stören, was eine Verringerung der Anisotropie zur Folge hat. Diese These stützt sich auf das beobachtete oszillatorische Verhalten der Anisotropiekonstante, wobei jeweils bei ganzzahligen Einzellagenbelegungen ein Maximum erreicht wird.

Die Zielsetzung dieser Arbeit besteht in der Untersuchung der bislang unerforschten magnetischen Domänenstruktur bzw. Mikrostruktur von atomar geschichteten Fe/Au-Viellagensystemen, deren Auswirkungen auf das integrale magnetische Verhalten sowie in der Aufklärung des Zusammenhangs von magnetischen Eigenschaften und Probenstruktur. Dazu wurde die neu entwickelte magnetische Transmissions-Röntgenmikroskopie eingesetzt und die Ergebnisse wurden durch Untersuchungen mit weiteren hochauflösenden magnetischen Mikroskopieverfahren verifiziert und ergänzt. Dazu mussten Präparationsmethoden zur Herstellung röntgentransparenter epitaktischer Proben entwickelt werden. Zur Verallgemeinerung und Erweiterung der gewonnenen Erkenntnisse wurden mikromagnetische Simulationen und domänentheoretische Berechnungen durchgeführt, die sich auf experimentell zu bestimmende mikromagnetische Materi-

alparameter stützen. Hinsichtlich möglicher Anwendungen des Viellagensystems als Speichermedium wurde die Auswirkung einer lateralen Nanostrukturierung auf die Domänenstruktur untersucht. Dies ermöglichte zudem den direkten Vergleich von Simulationsergebnissen mit experimentellen Systemen gleicher Abmessungen, da nur sehr begrenzte Volumina der numerischen Behandlung zugänglich sind.

Zur Herstellung einer Viellagenschicht durch Molekularstrahlepitaxie wurde zuerst ein GaAs(001)-Substrat im Ultrahochvakuum durch simultanes Heizen auf ca. 600°C und gleichzeitigen Beschuss mit Argon-Ionen gereinigt. Eine Keimschicht aus 6–7 Monolagen (ML) Fe(001) ermöglicht das epitaktische Wachstum der Au(001)-Pufferschicht von etwa 25nm Dicke, deren Qualität durch einen Temperschritt bei ca. 200°C verbessert wurde. Aus dem Substrat stammende Ga- und As-Verunreinigungen wurden durch einen Beschuss der noch heißen Schicht mit Argon-Ionen entfernt. Die resultierende saubere und weitgehend atomar glatte Goldoberfläche diente im Folgenden als Substrat für das Wachstum der Viellagenschicht. Diese wurde durch abwechselnde Deposition von Eisen- und Goldlagen hergestellt, unter ständiger Kontrolle der einkristallinen Qualität mittels RHEED. Die Schichtdicke wurde durch Quarzmikrowagen bestimmt. Zur bestmöglichen Vermeidung von Durchmischungseffekten fand das Schichtwachstum bei Zimmertemperatur statt. Die Untersuchung der Oberfläche durch *in-situ*-Rastertunnelmikroskopie ergab relativ kleine Terrassenbreiten in der Größenordnung von 10nm, was auf ein unvollständiges Lagenwachstum schließen lässt. Abschließend wurde eine Gold-Abdeckschicht von 10–20 ML aufgebracht, die zum Schutz vor Oxidation dient.

Die *ex-situ*-Charakterisierung der Schichtstruktur mittels Röntgenbeugung ergab mit den Literaturangaben übereinstimmende Gitterkonstanten des $L1_0$ -Gitters. Das Auftreten des (001)-Reflexes belegt das Vorhandensein einer langreichweitigen Ordnung der Lagenstruktur. Mit Hilfe von Messungen im SQUID-Magnetometer konnte die Sättigungsmagnetisierung der Proben bestimmt werden, woraus sich in guter Übereinstimmung mit theoretischen Vorhersagen ein magnetisches Moment pro Eisenatom von $(3,07 \pm 0,29)\mu_B$ ergibt. Außerdem wurde ein vereinfachtes Modell angewandt, um aus der Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung die Stärke der Austauschkopplung abzuschätzen. Die resultierende Austauschkonstante ist gegenüber Eisen auf ungefähr die Hälfte reduziert, was einer Curie-Temperatur von ca. 464K entspricht. Magnetische Anisotropien der Proben wurden durch torsionsmagnetometrische Messungen quantitativ bestimmt. Dazu musste in der Auswertung der Einfluss der Eisen-Keimschicht berücksichtigt werden. Es ergibt sich eine starke uniaxiale Anisotropie zweiter Ordnung, deren leichte Achse senkrecht auf der Schichtebene steht. Das Verhältnis Q von uniaxialer- zu Formanisotropie beträgt etwa 2. Proben, die auf GaAs-Substraten mit einem Fehlschnitt hergestellt wurden, zeigen eine deutliche Reduktion der Anisotropie auf Q -Faktoren knapp oberhalb von 1. Daraus kann gefolgert werden, dass die bei Variation der Einzellagenbelegung beobachteten Änderungen der Anisotropie tatsächlich auf strukturelle Störungen der Lagenstruktur zurückgeführt werden können. Magnetisierungskurven wurden mittels polarem MOKE und einem

Wechselgradientenmagnetometer gemessen. Die Kurven zeigen faktisch keine Remanenz sowohl parallel zur Schichtebene als auch in senkrechter Orientierung, was auf die Ausbildung einer Gleichgewichts-Domänenkonfiguration hindeutet.

Die Präparation von Nanostrukturen mit Größen zwischen 200nm und 1 μm erfolgte durch Elektronenstrahllithografie, wobei der Materialabtrag durch Argon-Ionenätzen unter ständiger Tiefenkontrolle durch Beobachtung des oberflächlichen Eisen-Anteils in einem Scanning-Auger-Mikroskop stattfand. Auf diese Weise wurde die Gold-Pufferschicht durch den Ätzprozess nicht angegriffen. Dies stellte eine Grundvoraussetzung bei der Herstellung transparenter Proben für transmissionsmikroskopische Untersuchungen dar: dazu wurde mit Hilfe eines laseraktivierten nasschemischen Ätzprozesses ein lateral sehr kleines Loch durch die Substratrückseite bis zur Gold-Pufferschicht erzeugt. Diese dient somit als Ätz-Stoppschicht und als einkristalline Membran, die die zu untersuchenden Schichten oder Nanostrukturen trägt. Der durch die Fokussierung des verwendeten Lasers bestimmte Durchmesser der Membran von unter 50 μm gewährleistet deren mechanische Stabilität.

Zur Beobachtung der Domänenstruktur wurden drei sich ergänzende hochauflösende magnetische Abbildungsverfahren gewählt. Die magnetische Transmissions-Röntgenmikroskopie (MTXM) konnte erfolgreich zur Bestimmung der Verteilung von senkrechten Magnetisierungskomponenten eingesetzt werden, während die Lorentzmikroskopie Informationen über *in-plane*-Komponenten lieferte. Beide Verfahren arbeiten in Transmission und machen daher die aufwändige Präparation von Membranen notwendig. Die in dieser Hinsicht deutlich anspruchslosere Magnetkraftmikroskopie wurde für qualitative Voruntersuchungen herangezogen. Zusammen mit magnetometrischen Messungen konnte durch Kombination der Resultate gezeigt werden, dass in den Proben alternierend senkrecht magnetisierte Banddomänen mit sehr kleinen Breiten um 60nm vorliegen. Eine Sättigung der Proben senkrecht zur Schichtebene vor der Untersuchung in Remanenz bringt eine labyrinthartige Domänenkonfiguration hervor, während Proben, die starken *in-plane*-Feldern ausgesetzt waren, parallele Streifendomänen in Feldrichtung aufweisen. MTXM-Beobachtungen in Magnetfeldern bis 3,5kOe gaben Aufschluss über die Reaktion der Domänenmuster auf kleine Felder, die durch weitgehend reversible Wandverschiebungen und ein Anwachsen von Streifenperiode und Breite der Majoritätsdomänen gekennzeichnet ist. Untersuchungen von Nanostrukturen zeigten keinen erkennbaren Einfluss der Strukturbarten auf die mikromagnetische Konfiguration.

Basierend auf den mit integralen magnetometrischen Methoden ermittelten Materialparametern wurden mikromagnetische Simulationen durchgeführt. Dazu wurde der „LLG Micromagnetics Simulator“ von M.R. Scheinfein eingesetzt. Damit gelang es, die experimentell beobachteten Domänenmuster in Nanopartikeln mit gut übereinstimmenden Domänenbreiten nachzubilden. Außerdem konnte die Struktur von Domänenwänden untersucht werden, die aufgrund der im Vergleich zur Formanisotropie nicht allzu starken senkrechten Anisotropie eine Breite von etwa 8nm im Schichtzentrum und wegen ausgeprägter Abschlusskonfigurationen an den Schichtoberflächen

eine Breite von mehreren 10nm aufweisen. Eine Reduktion der Anisotropie bewirkt eine Verbreiterung der resultierenden Wandstruktur. Im Zentrum der Wand trat eine *in-plane*-Komponente parallel zum Wandverlauf auf, die dieser eine eindeutige Orientierung verleiht. Dieser Bereich besitzt einen Durchmesser von weniger als 3 nm und liegt damit unterhalb der Nachweisgrenze der verwendeten experimentellen Methoden. Treffen Wandabschnitte mit entgegengesetzter Orientierung aufeinander, so kommt es zur Ausbildung von Bloch-Linien. Aus den Simulationsergebnissen konnte eine spezifische Wandenergie ermittelt werden, die etwas über der theoretischen Blochwandenergie liegt. Die Simulation von Hysteresekurven konnte nur eingeschränkt durchgeführt werden, da der verwendete Algorithmus, der auf die strikte Minimierung der Gesamtenergie eines Systems ausgelegt ist, nicht in der Lage ist, die Nukleation von Domänen korrekt nachzubilden, da hierzu eine geringe Energiebarriere überwunden werden muss. Dagegen konnte das Sättigungsverhalten von bestehenden Gleichgewichts-Domänenkonfigurationen qualitativ nachgebildet werden. Im Fall eines in der Schichtebene angelegten Magnetfelds findet demnach ein Übergang zu sogenannten schwachen Streifendomänen mit einer *in-plane*-Magnetisierungskomponente statt, die sich sukzessive parallel zur Feldrichtung ausrichten, was die experimentell beobachtete Ausbildung von parallelen Streifendomänen durch Sättigung in der Schichtebene erklärt.

Mit Hilfe einer für kleine Q nahe 1 korrigierten domänentheoretischen Beschreibung von Blake und Mitarbeitern [BTT82] konnten die Sättigungsfeldstärken in gemessenen senkrechten Magnetisierungskurven gut durch errechnete Kollapsfeldstärken von Zylinderdomänen beschrieben werden. Der Zusammenbruch von magnetischen Bubbledomänen konnte daher als der diesbezüglich maßgebliche Prozess identifiziert werden. Zudem ergab sich eine gute Übereinstimmung der vorhergesagten Gleichgewichts-Domänenbreiten mit experimentellen und Simulationsergebnissen. Die Abhängigkeit der Nukleationsfeldstärke in senkrechten Magnetisierungskurven von den Probenparametern konnte zudem auf der Basis eines simplen domänentheoretischen Modells näherungsweise wiedergegeben werden.

Es ist somit gelungen, die mikromagnetischen Eigenschaften der untersuchten Schichtsysteme im Zusammenhang mit der Probenstruktur aufzuklären und darauf aufbauend ein Verständnis des makroskopischen magnetischen Verhaltens zu entwickeln.

Kapitel 8

Anhang

8.1 Auswertung der Torsionsmessungen

Aufgrund des starken Einflusses der Eisen-Keimschicht auf die gemessenen Torsionskurven wurde ein numerischer Simulationsalgorithmus entwickelt, welcher das Verhalten von Keimschicht und Viellagenschicht separat berechnet und das resultierende Gesamtdrehmoment bestimmt. Der Algorithmus lässt sich in das Messdatenvisualisierungs- und Auswertungsprogramm *Origin* der Firma *Microcal* so einbinden, dass er simulierte Torsionskurven als Funktion für *Origins* nichtlinearen Kurvenanpassungsalgorithmus bereitstellt.

8.1.1 Modell

Folgende Annahmen gehen in das dem Simulationsalgorithmus zugrundeliegende Modell ein:

1. Die Proben sind aufgrund des hohen äußeren Magnetfeldes weitgehend homogen magnetisiert, so dass eine kohärente Rotation der Magnetisierung angenommen werden kann.
2. Sowohl Viellagenschicht als auch Keimschicht besitzen eine uniaxiale magnetische Anisotropie, deren Achsen senkrecht auf der Schichtebene stehen.
3. Es existiert keine Kopplung zwischen Keimschicht und Viellagenschicht (da diese tatsächlich durch ca. 20nm Au separiert sind). Die Simulation behandelt daher beide Schichten unabhängig voneinander.
4. Die Rotationsachse des externen Feldes steht senkrecht auf der Anisotropieachse. Die Magnetisierungsrichtungen beider Schichten liegen dann immer in der Ebene senkrecht zur Rotationsachse, so dass diese durch je einen Winkel – $\vartheta^{(1)}$ für die Viellagenschicht und $\vartheta^{(2)}$ für die Keimschicht – beschrieben werden können. Die

Winkel werden relativ zur Anisotropieachse gemessen. Sie werden beim ersten Aufruf des Algorithmus mit 0 initialisiert und im folgenden statisch gespeichert, d.h. der magnetische Zustand der Schichten bleibt zwischen den Aufrufen definiert erhalten. Der Rotationswinkel des externen Feldes relativ zur Anisotropieachse ist φ .

5. Die magnetische Gesamtenergie der Schichten wird von Zeeman- und Anisotropieenergie bestimmt. Der Algorithmus beruht darauf, für jede Schicht den energetisch günstigsten Zustand zu finden. Die Magnetisierungswinkel werden dazu in Richtung des negativen Energiegradienten variiert, um so das nächstgelegene Energieminimum mit Hilfe eines Intervallschachtelungsverfahrens aufzufinden. Dazu genügt es, jeweils nur reduzierte Energien zu betrachten:

$$e = \frac{2E}{V J_S} = -2H \cos(\vartheta - \varphi) + H_{u1} \sin^2(\vartheta) + H_{u2} \sin^4(\vartheta) \dots$$

Dabei sind $H_{ui} = 2K_{ui}^{\text{eff}}/J_S$ ($i = 1, 2$) die effektiven Anisotropiefeldstärken zweiter und vierter Ordnung.

6. Die uniaxiale Anisotropie wird bei der Viellagenschicht bis zur vierten, bei der Keimschicht nur bis zur zweiten Ordnung berücksichtigt. Die reduzierte Energie der Viellagenschicht lautet daher:

$$e^{(1)} = -2H \cos(\vartheta^{(1)} - \varphi) + H_{u1}^{(1)} \sin^2(\vartheta^{(1)}) + H_{u2}^{(1)} \sin^4(\vartheta^{(1)}) ,$$

die Keimschicht wird durch

$$e^{(2)} = -2H \cos(\vartheta^{(2)} - \varphi) + H_{u1}^{(2)} \sin^2(\vartheta^{(2)})$$

beschrieben.

7. Das Gesamtdrehmoment berechnet sich aus der Summe der Drehmomente von Viellagenschicht und Keimschicht nach

$$T = -V^{(1)} H \left[J_S^{(1)} \sin(\vartheta^{(1)} - \varphi) + A^{(2)} J_S^{(2)} \sin(\vartheta^{(2)} - \varphi) \right] .$$

Dabei ist $A^{(2)} = V^{(2)}/V^{(1)}$ der Volumenanteil der Keimschicht, also das Verhältnis des Volumens $V^{(2)}$ der Keimschicht relativ zu dem der Viellagenschicht ($V^{(1)}$). Er kann folgendermaßen abgeschätzt werden:

$$A^{(2)} = \frac{0,5 n_S g_S}{d_V g_V} .$$

n_S ist die Dicke der Keimschicht in Monolagen, d_V die Dicke der Viellagenschicht in Doppelagen, g_S die vertikale Gitterkonstante der Keimschicht (2,8665 Å) und g_V die vertikale Gitterkonstante der Viellagenschicht (3,85 Å bei 1,0ML Fe und Au pro Doppelage, 3,48 Å bei 1,5ML [TMHF98]). $V^{(1)}$ dient als freier Proportionalitätsfaktor, da das verwendete Torsionsmagnetometer nicht geeicht ist und somit keine absoluten Drehmomentswerte liefert. $J_S^{(1)}$ und $J_S^{(2)}$ sind die Sättigungsmagnetisierungen von Viellagen- und Keimschicht.

8.1.2 Magnetische Eigenschaften der Keimschicht

Nach Bammes [Bam99] setzt sich die effektive Anisotropiefeldstärke der Keimschicht $H_{u1}^{(2)} = 2K_{u1}^{\text{eff}(2)}/J_S^{(2)}$ aus Formanisotropiefeld $-J_S^{(2)}/\mu_0$, Volumenanteil H_{uv} und Oberflächenanteil H_{us} zusammen:

$$H_{u1}^{(2)} = -\frac{J_S^{(2)}}{\mu_0} + H_{uv} + \frac{H_{us}}{N} \quad \text{mit} \quad H_{uv} = (-2,55 \pm 1,11) \times 10^5 \text{ Am}^{-1} \quad (8.1)$$

und $H_{us} = (5,41 \pm 0,72) \times 10^6 \text{ Am}^{-1} \text{ ML},$

wobei N die Dicke der Keimschicht in Monolagen angibt. Nach Zölfli [ZBK⁺⁹⁷] haben Fe-Atome an der Au-Grenzfläche bei $T = 0\text{K}$ ein Moment von $2,9\mu_B$, an der GaAs-Grenzfläche ein Moment von $2,1\mu_B$ und ansonsten das gewöhnliche Fe-Moment von $2,2\mu_B$. Die Sättigungsmagnetisierung der Keimschicht bei $T = 0\text{K}$ lässt sich aus

$$J_S = N_{EZ} \mu_{Fe} \mu_B \mu_0 / V_{EZ}, \quad (8.2)$$

bestimmen, wobei μ_{Fe} das mittlere Moment eines Eisenatoms in μ_B angibt, N_{EZ} ist die Anzahl der Fe-Atome pro Einheitszelle (2 für bcc-Gitter) und V_{EZ} ist das Volumen der Einheitszelle ($2,8665\text{\AA}^3$). Durch Spinwellenanregungen reduziert sich das gemessene Moment bei Zimmertemperatur um ca. 3% [ZBK⁺⁹⁷].

8.1.3 Aufbereitung der Messdaten

Eine erfolgreiche Kurvenanpassung erforderte zunächst eine Aufbereitung der Messdaten. Um geringfügige Fehljustierungen beim Anfangswinkel auszugleichen wurden die Kurven zunächst entsprechend horizontal verschoben. Trotz der Subtraktion einer Torsionskurve bei Feld 0 zur Entfernung nichtmagnetischer Anteile waren die Kurven in manchen Fällen immer noch von einer Drift des Drehmoment-Nullpunkts überlagert. Da diese meistens eine mehr oder weniger stark ausgeprägte Symmetrie zu 180° zeigte, konnte sie bereits durch die Mittelung der einander entsprechenden Perioden in den Winkelbereichen $[0^\circ; 180^\circ]$ und $[180^\circ; 360^\circ]$ stark reduziert werden. Aufgrund der damit verbundenen Glättung der Kurven wurde diese Mittelung bei allen Messungen durchgeführt. Stark verrauschte Daten wurde zusätzlich durch eine Nächste-Nachbar-Mittelung über 5 Messpunkte geglättet. Eine eventuell verbleibende Nullpunktsdrift ließ sich in Grenzen empirisch durch Subtraktion einer Geraden oder eines Polynoms 4. Grades herausrechnen, wobei folgende Annahmen, die mit dem verwendeten Auswertungsmodell kompatibel sind, in die Bestimmung der Driftfunktion eingehen:

Gerade $T(0^\circ) = T(360^\circ) = 0$.

Polynom zusätzlich $T(90^\circ) = T(180^\circ) = T(270^\circ) = 0$.

8.1.4 Realisierung

Der Algorithmus ist in C⁺⁺ realisiert und definiert eine dynamische Bibliothek (DLL), die von einem Compiler erzeugt werden kann. Die DLL stellt *Origin* eine Funktion zur Verfügung, die den Feldwinkel relativ zur Schichtebene als unabhängige Variable akzeptiert und das Gesamtdrehmoment T als Ergebnis liefert. H , $H_{u1}^{(1)}$, $H_{u2}^{(1)}$, $H_{u1}^{(2)}$, $J_S^{(1)}$, $J_S^{(2)}$, $V^{(1)}$ und $A^{(2)}$ werden als Parameter übergeben. Dabei sind nur die Anisotropiefeldstärken $H_{uj}^{(i)}$ und das Volumen der Viellagenschicht $V^{(1)}$ freie Parameter (das Volumen muss frei sein, da das verwendete Torsionsmagnetometer nicht geeicht ist und somit keine absoluten Drehmomentswerte liefert). Das Magnetfeld H bei der Messung, der Volumenanteil $A^{(2)}$ der Keimschicht und die Sättigungsmagnetisierung der Viellagenschicht $J_S^{(1)}$ sind fest vorgegeben. Die Sättigungsmagnetisierung der Keimschicht $J_S^{(2)}$ ist mit deren Anisotropiefeldstärke $H_{u1}^{(2)}$ über Gleichung 8.1 als allgemeine lineare Randbedingung verknüpft. Wird $J_S^{(2)}$ fest vorgegeben, so liefert diese Randbedingung das erwartete Anisotropiefeld der Keimschicht. Bei $J_S^{(2)}$ als freiem Parameter kann so die Auswirkung einer geringen Reduktion der Sättigungsmagnetisierung – durch eventuelle Temperaturbedingte Legierungsbildung mit Ga oder As aus dem Substrat – auf die Formanisotropie der Keimschicht abgeschätzt werden. Der Quellcode des Programms für *Microsoft Visual C⁺⁺* lautet:

```
// SimAnisoMag.dll
// Version 0.4
// DLL zum Import als Fitfunktion in Origin 5.0
// Matthias Köhler, August 2001

#include <windows.h>
#include <math.h>

#define DllExport __declspec(dllexport)
#define Pi 3.1415926535
#define mu0 1.2566370614e-6

//
// Die DLL simuliert eine magnetische Schicht und zusätzlich einen (ungekoppelten) Seedlayer,
// beide mit senkrechter uniaxialer Anisotropie, unter Annahme kohärenter Rotation.
// Alle Winkel werden in Grad angegeben (intern dagegen in rad!),
// Anisotropiefeldstärken A/m, Sättigungsmagnetisierungen in T (SI).
//
// Es wird folgende Funktion zur Verfügung gestellt:
// FitTorsion: Unabhängige Variable: gamma (Winkel von H gegen Schichtebene in Grad)
// => Feld rotiert um Achse in der Ebene
// Abhängige Variable: D Resultierendes Drehmoment
// Parameter: H, Hu11, Hu12, Hu21, Js1, Js2, V1, A2
//

//
// Klassendeklarationen
//

class Magnet_Klasse
{
    double H, phi; // Betrag/Winkel Magnetfeld
```

```

double Hu1, Hu2; // Uniaxiale Anisotropiefelder 2. und 4. Ordnung
double theta; // Winkel Magnetisierung
double Ea; // Aktuelle Energie
double epsilon, Schrittweite, Genauigkeit; // Minimierungs-Parameter

inline double E(); // Berechnet Energie (Ea)

public:
Magnet_Klasse() // Konstruktor
{
    H = phi = Hu1 = Hu2 = theta = 0;
    epsilon = 1E-9; // Kleine Schrittweite zur Bestimmung des Gradienten
    Schrittweite = Pi/180; // Suchschrittweite ca. 1 Grad (= minimale Winkelgenauigkeit)
    Genauigkeit = 1E-8; // Angestrebte Winkelgenauigkeit (rad)
    E();
};

void FindeMinE(double, double, double, double); // Energie-Minimierungsfunktion

double MvonH(); // Magnetisierung in Richtung von H
double Drehmoment(double, double); // Berechnet Drehmoment
};

// Berechnet auf Js normierte Energiedichte

inline double Magnet_Klasse::E()
{
    static double s;

    s = sin(theta);
    s *= s;

    Ea = -2*H*cos(theta-phi) + Hu1*s + Hu2*s*s;
    return Ea;
}

// Energie-Minimierungsfunktion: Aktualisiert Winkel

void Magnet_Klasse::FindeMinE(double H-, double phi-, double Hu1-, double Hu2-)
{
    double sw, E0, theta0, delta;

    H = H-; phi = phi-;
    Hu1 = Hu1-; Hu2 = Hu2-;
    // Energie aktualisieren
    E();
    // Suchschleife
    sw = Schrittweite;
    do {
        for (int i = 0; i < 10000; i+=1) { // Max. 10000 Suchschritte bis Abbruch
            E0 = Ea; theta0 = theta; // Ausgangswerte merken
            theta += epsilon; // Richtung zum nächsten Minimum best.
            if (E()-E0 > 0) delta = -sw;
            else delta = sw;
            theta = theta0 + delta; // Magnetisierungswinkel variieren
            if (E() >= E0) { // Falls keine Energiereduktion:
                Ea = E0; // ...Ausgangswerte wiederherstellen
                theta = theta0;
                break; // ...und Schleife abbrechen
            }
        } // Solange Energie reduziert: weitersuchen
        sw *= 0.1; // Schrittweite verkleinern
    }
}

```

```

        } while (sw > Genauigkeit); // Mit neuer Schrittweite weitersuchen bis Genauigkeit erreicht
    }

    // Berechnet Drehmoment im Feld
    // FindeMinE mu zuvor aufgerufen werden sein!

double Magnet_Klasse::Drehmoment(double Js, double V)
{
    return -V*Js*H*sin(theta-phi);
}

//
// Statische Variable (Konstruktion beim Import aus der DLL):
//
static Magnet_Klasse Schicht, Seedlayer;

//
// FitTorsion
//
// Fitfunktion zum Import in Origin 5.0:
// Unabhängige Variable: gamma (Winkel von H gegen Schichtebene in Grad)
// Parameter: H, Hu11, Hu12, Hu21, Js1, Js2, V1, A2
// Liefert resultierendes Drehmoment zurück

int DllExport WINAPI FitTorsion(HWND hWnd, double* lpValue,short nParam,
                                double* lpParam, FARPROC lpfn)
{
    double H, phi, Hu11, Hu12, Hu21, Js1, Js2, V1, A2;

    if (nParam != 8) return 1; // Fehler: Falsche Anzahl Parameter

    H = lpParam[0]; // Feld
    phi = (90-*lpValue) * Pi/180; // Winkel Feld (gegen Schichtnormale)
    Js1 = lpParam[4]; Js2 = lpParam[5]; // Sättigungsmagnetisierungen
    V1 = lpParam[6]; A2 = lpParam[7]; // Volumen Schicht, Volumenanteil Seedlayer
    Hu11 = lpParam[1]; // Anisotropiefeld 2.Ordnung Schicht incl. Formanisotropie
    Hu12 = lpParam[2]; // Anisotropiefeld 4.Ordnung Schicht
    Hu21 = lpParam[3]; // Anisotropiefeld 2.Ordnung Seedlayer incl. Formanisotropie

    Schicht.FindeMinE(H, phi, Hu11, Hu12); // Magnetisierungsrichtungen aktualisieren
    Seedlayer.FindeMinE(H, phi, Hu21, 0);

    // Drehmoment = Summe Drehmomente Schicht+Seedlayer
    *lpValue = Schicht.Drehmoment(Js1, V1) + Seedlayer.Drehmoment(Js2, A2*V1);
    return 0; // Gültiges Ergebnis in *lpValue
}

```

8.1.5 Einbinden der DLL in *Origin*

Die Simulationsroutine kann in *Origin 5.0* eingebunden werden, indem die erzeugte .dll - Datei in das *Origin*-Programmverzeichnis kopiert wird. Als nächstes sollte dort die Datei NLSF.INI mit dem Texteditor geöffnet werden, um unter [Category] die Zeile **Torsion=FitFunc** und am Ende der Datei die Zeile **[Torsion]** hinzuzufügen. Beim nächsten Start von *Origin* kann die neue Fitfunktion unter **Analysis→Non-linear Curve Fit** definiert werden. Dazu muss der eventuell aktivierte **Basic Mode** ver-

lassen, die neue Fuktionskategorie **Torsion** ausgewählt und unter **Function→New** die Eingabemaske für eine neue Funktion aufgerufen werden. Als Funktionstyp ist **External DLL** einzustellen und darunter der Name der .dll-Datei mit .1 als Endung einzutragen (**Torsion.1**, steht z.B. für die erste Funktion in der DLL **Torsion.dll**). Nach der Aktivierung von **User Defined Parameter Names** können die Parameter der Funktion angegeben werden (**H**, **Hu11**, **Hu12**, **Hu21**, **Js1**, **Js2**, **V1** und **A2**). Als unabhängige Variable trägt man **gamma** ein und als abhängige Variable **T**. Unter **Options→Constraints** kann die lineare Randbedingung $Hu21 = -Js2/1.2566370614e-6 + 2.55e+5 + 5.41e+6/N$ (für **N** ist die Dicke der Keimschicht in Monolagen einzutragen) angegeben werden. Nachdem evtl. noch weitere Einstellungen gemacht wurden (Initialisierungen, Randbedingungen, Umbenennen der Fitfunktion, Auswahl der freien Parameter) steht die Simulationsroutine zur Kurvenanpassung zur Verfügung.

Literaturverzeichnis

- [Adv02] Advanced Light Source, Berkeley Lab, University of California, <http://www.als.lbl.gov>. *High Resolution, Transmission X-Ray Microscope (XM-1), Beamline 6.1.2: Specifications*, 2002.
- [Ash96] C. I. H. Ashby. Wet etching of GaAs. In M. R. Brozel and G. E. Stillman, editors, *Properties of Gallium Arsenide*, number 16 in EMIS Datareviews Series. IEE/INSPEC, London, third edition, 1996.
- [Bam99] Florian Bammes. *Polarer magneto-optischer Kerr-Effekt: Aufbau einer Meßapparatur und Untersuchung ultradünner Eisenschichten*. Diplomarbeit, Universität Regensburg, 1999.
- [Bau58] E. Bauer. *Z. Kristallogr.*, 110:372, 1958.
- [BCF51] W.K. Burton, N. Cabrera, and F.C. Frank. *Philos. Trans. R. Soc. London*, Ser. A:299, 1951.
- [Ben91] H. Beneking. *Halleiter-Technologie*. Teubner, Stuttgart, 1991.
- [Ben94] Frank Bensch. *Spinwellenanregungen in dnnen Ni/Au - Viellagenschichten*. Diplomarbeit, Universität Regensburg, 1994.
- [Ben01] Frank Bensch. *Der magnetische Phasenübergang und das Einsetzen des Ferromagnetismus bei dünnen Eisenschichten auf Galliumarsenid*. Dissertation, Universität Regensburg, 2001.
- [Bie95] Justin Bierner. *Growth of Fe on the reconstructed Au(001) surface*. Diplomarbeit, Universität Regensburg und Universidad Autónoma de Madrid, 1995.
- [Blo30] F. Bloch. *Z. Phys.*, 61:206, 1930.
- [Bro63] W. F. Brown, Jr. *Micromagnetics*. Number 18 in Interscience Tracts on Physics and Astronomy. Wiley, New York, 1963.

- [Bro00] Matthias Brockmann. *Epitaxie und magnetische in-plane-Anisotropie dünner Fe(001)-Schichten auf Au(001) und GaAs(001)*. Dissertation, Universität Regensburg, 2000.
- [BTT82] T. G. W. Blake, C.-C. Shir, Y. Tu, and E. Della Torre. Effects of finite anisotropy parameter q in the determination of magnetic bubble material parameters. *IEEE Trans. Magn.*, MAG-18(5):985–988, 1982.
- [BZMB99] M. Brockmann, M. Zölf, S. Miethaner, and G. Bayreuther. In-plane volume and interface magnetic anisotropies in epitaxial Fe films on GaAs(001). *J. Magn. Magn. Mater.*, 198–199:384–386, 1999.
- [Car89] G. S. Cargill. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, 151:231, 1989.
- [Cho79] K.L. Chopra. *Thin Film Phenomena*. Robert E. Krieger Publishing Company, Huntington, New York, 1979.
- [CTAW93] P. Carra, B. T. Thole, M. Altarelli, and X. Wang. *Phys. Rev. Lett.*, 70:694, 1993.
- [CXC⁺86] S.A. Chambers, F. Xu, H.W. Chen, I.M. Vitomirov, S.B. Anderson, and J.H. Weaver. Simultaneous epitaxy and substrate out-diffusion at a metal-semiconductor interface: Fe/GaAs(001)-c(8 × 2). *Phys. Rev. B*, 34(10):6605–6611, 1986.
- [dBKvMH88] F. J. A. den Broeder, D. Kuiper, A. P. van de Mosselaer, and W. Hoving. Perpendicular magnetic anisotropy of Co-Au multilayers induced by interface sharpening. *Phys. Rev. Lett.*, 60(26):2769, 1988.
- [DeB73] W.J. DeBonte. Properties of thick-walled cylindrical magnetic domains in uniaxial platelets. *J. Appl. Phys.*, 44:1793–1797, 1973.
- [Dör66] Werner Döring. *Mikromagnetismus*. In *Handbuch der Physik*, Band XVIII/2, Seite 341-437. Herausgegeben von S. Flügge, Freiburg. Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 1966.
- [EFK⁺01] T. Eimüller, P. Fischer, M. Köhler, M. Scholz, P. Guttmann, G. Denbeaux, S. Glück, G. Bayreuther, G. Schmahl, D. Attwood, and G. Schütz. Transmission x-ray microscopy using x-ray magnetic circular dichroism. *Appl. Phys. A*, 73:697–701, 2001.
- [Eim02] Thomas Eimüller. Mitteilungen, 1998-2002.

- [EKF⁺00] Th. Eimüller, R. Kalchgruber, P. Fischer, G. Schütz, P. Guttmann, G. Schmahl, M. Köhler, K. Prügl, M. Scholz, F. Bammes, and G. Bayreuther. Quantitative imaging of magnetization reversal in FeGd multilayers by magnetic transmission x-ray microscopy. *J. Appl. Phys.*, 87(9):6478–6480, 2000.
- [FE84] H.W. Fink and G. Ehrlich. *Surf. Sci.*, 143:125, 1984.
- [FES⁺98] P. Fischer, T. Eimüller, G. Schütz, P. Guttmann, G. Schmahl, K. Pruegl, and G. Bayreuther. Imaging of magnetic domains by transmission x-ray microscopy. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 31:649–655, 1998.
- [FSS⁺96] P. Fischer, G. Schütz, G. Schmahl, P. Guttmann, and D. Raasch. Imaging of magnetic domains with the X-ray microscope at BESSY using X-ray magnetic circular dichroism. *Z. Phys. B*, 101:313–316, 1996.
- [Fu85] C. L. et al. Fu. Prediction of strongly enhanced two-dimensional ferromagnetic moments on metallic overlayers, interfaces, and superlattices. *Phys. Rev. Lett.*, 54:2700, 1985.
- [Ham99] Franz Hampel. *Magnetische Untersuchungen an Co/Tb-Viellagenschichten*. Diplomarbeit, Universität Regensburg, 1999.
- [Hei28] Werner Heisenberg. *Z. Physik*, 40:619, 1928.
- [Hen96] M. Henzler. Growth of epitaxial monolayers. *Surf. Sci.*, 357-358:809–819, 1996.
- [Höp96] Thomas Höpfl. *Atomare magnetische Momente ultradünner ferromagnetischer Schichten*. Diplomarbeit, Universität Regensburg, 1996.
- [HS98] Alex Hubert and Rudolf Schäfer. *Magnetic Domains*. Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 1998.
- [KE60] C. Kooy and U. Enz. Experimental and theoretical study of the domain configuration in thin layers of BaFe₁₂O₁₉. *Philips Res. Repts.*, 15:7–29, 1960.
- [KH91] R. Khare and E. L. Hu. Dopant selective photoelectrochemical etching of GaAs homostructures. *J. Electrochem. Soc.*, 138(5):1516–1519, 1991.
- [KHYA96] K. Kyuno, J.-G. Ha, R. Yamamoto, and S. Asano. First-principles calculation of the magnetic anisotropy energies of Ag/Fe(001) and Au/Fe(001) multilayers. *J. Phys. Soc. Japan*, 65(5):1334–1339, 1996.
- [Kip01] Wolfgang Kipferl. Mündliche Mitteilung, 2001.

- [Kis94] G. Kisters. *Strukturelle und magnetische in-situ Untersuchungen an Pd/Fe(100)-Schichtsystemen auf MgO*. Dissertation, Universität Köln und Forschungszentrum Jlich, 1994.
- [Kit91] Charles Kittel. *Einführung in die Festkörperphysik*. R. Oldenbourg Verlag, München, 1991. 9. verbesserte Auflage.
- [Köh97] Matthias Köhler. *Untersuchung von Wachstum und Struktur dünner Metallschichten auf Galliumarsenid*. Diplomarbeit, Universität Regensburg, 1997.
- [Lag93] Max G. Lagally. Atom motion on surfaces. *Physics Today*, pages 24–31, November 1993.
- [Lee98] Tobias Leeb. *Herstellung und Charakterisierung ultradünner Eisenschichten auf vizinalen Oberflächen*. Diplomarbeit, Universität Regensburg, 1998.
- [Lil50] B.A. Lilley. Energies and widths of domain boundaries in ferromagnetics. *Phil. Mag.*, 41(7):792–813, 1950.
- [LL35] L.D. Landau and E. Lifshitz. On the theory of the dispersion of magnetic permeability in ferromagnetic bodies. *Phys. Z. Sowjetunion*, 8:153–169, 1935.
- [Lug82] Günther Lugert. *Magnetisierung ultra-dünner Eisenschichten*. Diplomarbeit, Universität Regensburg, 1982.
- [Mie94] Stefan Miethaner. *In-situ-Magnetometermessungen an ultradünnen Schichten*. Dissertation, Universität Regensburg, 1994.
- [MM78] H. Melle and E. Menzel. *Z. Naturforsch.*, 33a:282, 1978.
- [MTN⁺96] S. Mitani, K. Takanashi, H. Nakajima, K. Sato, R. Schreiber, P. Grünberg, and H. Fujimori. Structural and magnetic properties of Fe/nobel metal monatomic multilayers equivalent to $L1_0$ ordered alloys. *J. Magn. Magn. Mater.*, 56:7–10, 1996.
- [MW85] S.D. Mukherjee and D.W. Woodard. Etching and surface preparation of GaAs for device fabrication. In M. J. Howes and D. V. Morgan, editors, *Gallium Arsenide*. John Wiley & Sons Ltd, 1985.
- [NSG⁺] B. Niemann, G. Schneider, P. Guttmann, D. Rudolph, and G. Schmahl. In: Aristov, V. V. and Erko, A. I. (Hrsg.), *X-ray Microscopy IV*. Bogorodski Pechatnik Publishing Company, Chernogolovka, Moscow region, 1994, S.66.

- [NTMF98] H. Nakajima, K. Takanashi, S. Mitani, and H. Fujimori. Thermal stability and interdiffusion in artificial L₁₀-type ordered AuFe alloy fabricated by alternate monatomic deposition. *Mater. Trans., JIM*, 39(12):1180–1184, 1998.
- [OSRED82] R. M. Osgood, Jr., A. Sanchez-Rubio, D. J. Ehrlich, and V. Daneu. Localized laser etching of compound semiconductors in aqueous solution. *Appl. Phys. Lett.*, 40(5):391–393, 1982.
- [PGO84] D. V. Podlesnik, H. H. Gilgen, and R. M. Osgood, Jr. Deep-ultraviolet induced wet etching of GaAs. *Appl. Phys. Lett.*, 45(5):563–565, 1984.
- [PGO86] D. V. Podlesnik, H. H. Gilgen, and R. M. Osgood, Jr. Waveguiding effects in laser-induced aqueous etching of semiconductors. *Appl. Phys. Lett.*, 48(7):496–498, 1986.
- [PLH⁺96] C.J. Pastor, C. Limones, J.J. Hinarejos, J.M. Garcia, R. Miranda, J. Gómez-Goni, J.E. Ortega, and H.D. Abruna. Strain-induced enhanced solubility of Au in epitaxial films of Fe. *Surf. Sci.*, 364:L505–L510, 1996.
- [PTVF92] W.H. Press, S.A. Teukolsky, W.T. Vetterling, and B.P. Flannery. *Numerical Recipes in C: The Art of Scientific Computing*. Cambridge University Press, second edition, Cambridge, 1992.
- [Reg96] Johann Regensburger. *Untersuchung von Wachstum und Struktur dünner Metallschichten mittels LEED und Auger-Spektroskopie*. Diplomarbeit, Universität Regensburg, 1996.
- [RKM⁺99] S. Riedling, N. Knorr, C. Mathieu, J. Jorwick, S. O. Demokritov, B. Hillebrands, R. Schreiber, and P. Grünberg. Magnetic ordering and anisotropies of atomically layered Fe/Au(001) multilayers. *J. Magn. Magn. Mat.*, 198-199:348–350, 1999.
- [Sat98] Robert Sattler. *Lorentzmikroskopie an magnetischen Nanostrukturen auf ultradünnen Si₃N₄-Membranen*. Diplomarbeit, Universität Regensburg, 1998.
- [Sch98] Dieter Schuh. Einführung in die Elektronenstrahlolithografie, Vortrag 1998.
- [Sch00] Thomas Schmidt. Mündliche Mitteilung, 2000.
- [Sch01] Thomas Schweinböck. *Raster-Hall-Mikroskopie*. Dissertation, Universität Regensburg, 2001.

- [SHT⁺⁰⁰] M. M. Schwickert, K. A. Hannibal, M. F. Toney, M. Best, L. Folks, J.-U. Thiele, A. J. Kellock, and D. Weller. Temperature dependent chemical ordering in FePt(001) and FePt(110) films. *J. Appl. Phys.*, 87(9):6956–6958, 2000.
- [SM91a] Ken-ichi Sano and Tsugio Miyagawa. RHEED investigations of the Au(001)-p(2x2)-As structure induced by the deposition-concurrent surface segregation of As. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 30(11A):2878–2882, 1991.
- [SM91b] Ken-ichi Sano and Tsugio Miyagawa. Surface segregations during epitaxial growth of Fe / Au multilayers on GaAs(001). *Jpn. J. Appl. Phys.*, 30(7):1434–1441, 1991.
- [SM92] Ken-ichi Sano and Tsugio Miyagawa. Microscopic processes in deposition-concurrent surface segregation. *Appl. Surf. Sci.*, 60/61:813–819, 1992.
- [SPD93] J.A. Stroscio, D.T. Pierce, and R.A. Dragoset. *Phys. Rev. Lett.*, 70:3615, 1993.
- [SS66] R.L. Schwoebel and E.J. Schipsey. *J. Appl. Phys.*, 37:3682, 1966.
- [Stö99] J. Stöhr. Exploring the microscopic origin of magnetic anisotropies with x-ray magnetic circular dichroism (xmcd) spectroscopy. *J. Magn. Magn. Mat.*, 200:470–497, 1999.
- [SVdGBL90] A. Scherer, B. P. Van der Gaag, E. D. Beebe, and P. S. D. Lin. Fluoride etch masks for high-resolution pattern transfer. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 8(1):28–32, 1990.
- [SW48] E.C. Stoner and E.P. Wohlfarth. A mechanism of magnetic hysteresis in heterogeneous alloys. *Phil. Trans. Roy. Soc. A*, 240:599–644, 1948.
- [SWW⁺⁸⁷] G. Schütz, W. Wagner, W. Wilhelm, P. Kienle, R. Zeller, R. Frahm, and G. Materlik. *Phys. Rev. Lett.*, 58:737, 1987.
- [TCSvdL92] B. T. Thole, P. Carra, F. Sette, and G. van der Laan. *Phys. Rev. Lett.*, 68:1943, 1992.
- [Thi71] A. A. Thiele. Device implications of the theory of cylindrical magnetic domains. *Bell System Tech. J.*, 50(3):743, 1971.
- [TJ83] G. C. Tisone and A. W. Johnson. Laser-controlled etching of chromium-doped <100> GaAs. *Appl. Phys. Lett.*, 42(6):530–532, 1983.

- [TMHF98] K. Takanashi, S. Mitani, K. Himi, and H. Fujimori. Oscillatory perpendicular magnetic anisotropy and lattice plane spacing in Fe/Au superlattices. *Appl. Phys. Lett.*, 72(6):737, 1998.
- [TMS⁺95] K. Takanashi, S. Mitani, M. Sano, H. Fujimori, H. Nakajima, and A. Osawa. Artificial fabrication of an L1₀-type ordered FeAu alloy by alternate monatomic deposition. *Appl. Phys. Lett.*, 67(7):1016–1018, 1995.
- [VH⁺81] M.A. Van Hove et al. The surface reconstructions of the (100) crystal faces of iridium, platinum and gold. *Surf. Sci.*, 103:189–217, 1981.
- [vN90] J. van de Ven and H. J. P. Nabben. Anisotropic photoetching of III-V semiconductors. *J. Electrochem. Soc.*, 137(5):1603–1610, 1990.
- [WSZW01] R. Wood, Y. Sonobe, J. Zhen, and B. Wilson. Perpendicular recording: the promise and the problems. *J. Magn. Magn. Mater.*, 255:1–9, 2001.
- [WZWK00] J.-T. Wang, L. Zhou, D.-S. Wang, and Y. Kawazoe. Exchange interaction and magnetic phase transition in layered Fe/Au(001) superlattices. *Phys. Rev. B*, 62(5):3354, 2000.
- [ZBK⁺97] M. Zölfli, M. Brockmann, M. Köhler, S. Kreuzer, T. Schweinböck, S. Miethaner, F. Bensch, and G. Bayreuther. Magnetic films epitaxially grown on semiconductors. *J. Magn. Magn. Mater.*, 175(1–2):16–22, 1997.
- [Zöl97] Michael Zölfli. *Epitaktische Fe(001)-Schichten auf GaAs(001) ohne „magnetisch tote“ Lagen*. Diplomarbeit, Universität Regensburg, 1997.

Danke!

Ich möchte mich an dieser Stelle herzlich bei all denen bedanken, die durch ihre Mithilfe, ihren Rat und ihre Unterstützung zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Allen voran danke ich Herrn Prof. GÜNTHER BAYREUTHER, der diese Arbeit angeregt und betreut hat und es mir so ermöglichte, viele faszinierende Einblicke und Erfahrungen zu gewinnen. Mit wertvollen Ratschlägen und interessanten Diskussionen hat er es stets geschafft, meinen Blick von Problemen im Detail auf das Wesentliche zu lenken, was mir eine große Hilfe war.

Ich bedanke mich auch ganz herzlich bei Frau Prof. GISELA SCHÜTZ für die Möglichkeit, die faszinierende Arbeit an und mit Synchrotronstrahlenquellen kennenzulernen, sowie natürlich für die Beschäftigung an Ihrem Lehrstuhl.

Herrn Prof. HORST HOFFMANN danke ich für die Möglichkeit, diese Arbeit an seinem Lehrstuhl durchführen zu können.

Allen Mitgliedern des ehemaligen Lehrstuhls Hoffmann – insbesondere der Arbeitsgruppe Bayreuther – möchte ich für die freundschaftliche Atmosphäre und die hervorragende Zusammenarbeit danken. Diesbezüglich besonders hervorzuheben sind Herr Prof. JOSEF ZWECK für seine hervorragende Einweisung am TEM und die Hilfe bei diversen Untersuchungen, Dr. J. VANCEA für seine wertvolle Hilfe bei Experimenten mit dem SAM, THOMAS SCHMIDT für seine Unterstützung bei Messungen am TM und bei XRD-Untersuchungen und nicht zuletzt RUPERT MOOSBÜHLER und Dr. FRANK BENSCH für ihre Hilfe am STM.

Den Mitarbeitern der Arbeitsgruppe Schütz danke ich für die freundschaftliche Aufnahme als „externes Mitglied“ in ihre Reihen und für die hervorragende Zusammenarbeit. Allen voran gilt mein Dank Dr. habil. PETER FISCHER für viele wertvolle Tipps, seine Unterstützung in verwaltungstechnischen Angelegenheiten und seine Hilfe bei MTXM-Untersuchungen, zu denen auch Dr. THOMAS EIMÜLLER einen erheblichen Beitrag geleistet hat. Den Betreuern der Röntgenmikroskope am ALS und am BESSY, GREG DENBEAUX und PETER GUTTMANN, gilt in gleicher Weise mein Dank.

Ein riesengroßes Dankeschön geht an Herrn Prof. DIETER WEISS sowie an alle Mitarbeiter des Lehrstuhls Weiss – insbesondere Dr. THOMAS SCHWEINBÖCK, RALF PULWEY und Dr. STEFAN KREUZER – für die Möglichkeit, die Einrichtungen an ihrem Lehrstuhl zu benutzen, für die hervorragende Einweisung in deren Bedienung und die stete Hilfsbereitschaft bei allen Fragen und Problemen sowie für die Durchführung diverser Untersuchungen (hauptsächlich am MFM).

Last but not least möchte ich mich noch bei denen bedanken, ohne die diese Arbeit sicherlich nicht hätte entstehen können:

Zum einen gebührt dieser Dank MEINEN ELTERN, die mir meine Ausbildung erst ermöglicht, und meine Familie und mich stets unterstützt haben.

Dr. ALEXANDER KANTNER danke ich dafür, dass er vor Jahren zum ersten mal mein Interesse an der Physik geweckt hat und es seither immer wieder tut.

ANGELIKA, ich danke Dir für Deine große Geduld in den turbulenten zurückliegenden Jahren, für Dein Verständnis, und für die Kraft, die Du mir gegeben hast.