



GERHARD-MERCATOR-UNIVERSITÄT

GESAMTHOCHSCHULE DUISBURG

LABORATORIUM FÜR ANGEWANDTE PHYSIK

FACHBEREICH PHYSIK/TECHNOLOGIE

Herstellung und Charakterisierung magnetischer Metall-Isolator-Heteroschichten

Diplomarbeit
zur Erlangung des akademischen Grades eines
Diplom-Physikers

eingereicht im: Juli 1998

von: Holger van Husen

geboren am 17. März 1970

in Kranenburg (Niederrhein)

Inhaltsverzeichnis

1	Einführung	5
1.1	Motivation und Forschungsgegenstand	5
1.2	Aufgabenstellung und Ziel	7
2	Grundlagen	8
2.1	Kristallines Fe	8
2.2	Kristallines FeCl ₂ und FeBr ₂	10
2.2.1	FeCl ₂	10
2.2.1.1	Die Kristallstruktur von FeCl ₂	10
2.2.1.2	Die magnetischen Eigenschaften von FeCl ₂	11
2.2.2	FeBr ₂	12
2.2.2.1	Die Kristallstruktur von FeBr ₂	12
2.2.2.2	Die magnetischen Eigenschaften von FeBr ₂	13
2.3	Heteroschichten und Exchange-Bias	14
3	Experimenteller Aufbau	18
3.1	Schichtdickenmonitor	18
3.2	Hochvakuumanlage	21
3.2.1	Gesamtapparatur	21
3.2.2	Bestimmung des Geometriefaktors	22
3.2.3	Kalibrierung der Thermoelemente	24

3.3	Schichtherstellung	25
4	Meßmethoden	27
4.1	Röntgenbeugung	27
4.1.1	Kleinwinkelröntgenbeugung	28
4.1.2	Weitwinkelröntgenbeugung	29
4.2	SQUID-Magnetometrie	30
4.3	Optische Nahfeldmikroskopie	31
5	Experimentelle Ergebnisse	32
5.1	Einfachschichten	32
5.2	Metall-Isolator-Heteroschichten	34
5.2.1	FeCl ₂ /Fe-Zweifachschichten	34
5.2.1.1	Röntgenbeugung	34
5.2.1.2	Magnetisierungsmessungen	37
5.2.2	FeBr ₂ /Fe-Zweifachschichten	39
5.2.2.1	Röntgenbeugung	39
5.2.2.2	Magnetisierungsmessungen	40
5.2.2.3	Suszeptibilitätsmessung	49
5.2.2.4	Rasterkraftmikroskopaufnahmen	51
6	Diskussion der Meßergebnisse	54
6.1	Bestimmung der Röntgenreflexe	54
6.1.1	FeCl ₂	54
6.1.2	FeBr ₂	58
6.2	Magnetisierungsmessungen und Spin-Modell	59
6.3	Rasterkraftmikroskopaufnahmen	62

7 Zusammenfassung und Ausblick	63
Literaturverzeichnis	65
Eigenständigkeitserklärung	68
Danksagung	69
Stichwortverzeichnis	71

Kapitel 1

Einführung

1.1 Motivation und Forschungsgegenstand

Untersuchungen an mehrlagigen Fe/Cr-Schichten führen 1986 zum ersten experimentellen Nachweis einer Austauschkopplung ferromagnetischer Schichten über nichtmagnetische, metallische Zwischenschichten. Dabei koppeln benachbarte Fe-Schichten bei Zwischenschichtdicken des Cr von weniger als 3nm antiferromagnetisch. Der Nachweis erfolgt beispielsweise in Fe/Cr/Fe-Schichtsystemen anhand des Lichtstreuungsspektrums von Oberflächenmagnonen [1].

Die Beobachtung des Riesenmagnetowiderstands¹ an (001)Fe/(001)Cr-Vielfachschichten [2] im Jahre 1988 verstärkt daraufhin das Interesse an austauschgekoppelten Schichten wesentlich. An derartigen Vielfachschichten sinkt der elektrische Widerstand bei Stromfluß entlang der Schichtebene² in Abhängigkeit vom äußeren Magnetfeld bis auf 55% des ursprünglichen Werts bei $H = 0$ ab. Für äußere Magnetfelder $H > H_s$ bleibt der elektrische Widerstand auf seinem Minimalwert. Mit der Sättigungsfeldstärke H_s wird die Feldstärke bezeichnet, bei der die Magnetisierungen der Fe-Filme parallel ausgerichtet sind.

Seit 1990 ist allerdings bekannt, daß die antiferromagnetische (AF) Kopplung für das Auftreten des GMR-Effekts nicht unbedingt notwendig ist[3], sondern die antiparallele Ausrichtung zweier entkoppelter ferromagnetischer Schichten durchaus ausreicht. Die Ausrichtung wird entweder durch das Umpolen zweier ferromagnetischer Schichten unterschiedlicher Koerzitivfeldstärken erreicht[4], oder durch das Festhalten³ der Magnetisierung einer Schicht. Dies kann durch Kopplung einer antiferromagnetischen an die ferromagnetische

¹ *engl.* Giant Magneto-Resistance (GMR)

² *engl.* current in plane (CIP)

³ *engl.* pinning

Schicht geschehen, was zu einer Verschiebung der $M(H)$ -Kurve längs der H -Achse und damit zur Änderung der Koerzitivfeldstärke führt[7]. Dieses Phänomen bzw. die Verschiebung der Koerzitivfeldstärke ΔH_c um das Austauschfeld $H_E = H_c$ wird auch „Exchange-Bias“ genannt. Beruht das Auftreten des GMR-Effekts – wie in den letzten beiden Fällen – nicht auf der AF-Kopplung zweier ferromagnetischer Schichten, so spricht man von sogenannten „Spin-Ventil“-Systemen⁴. Obwohl hier konzeptionell unterschieden wird, führt man sowohl die AF-Kopplung als auch den GMR-Effekt auf denselben physikalischen Mechanismus eines Austausches spinpolarisierter Elektronen zwischen den benachbarten ferromagnetischen Schichten zurück.

Als Ergebnis dieser und künftiger Grundlagenforschung öffnet sich ein breites Spektrum von Anwendungen. Es zeichnen sich drei Schwerpunktgebiete ab[5, 6]:

- Sensorik,
- Informations- und Speichertechnologie,
- aktive Bauelemente.

Auf dem Gebiet der Sensorik sind vor allem Feldsensoren, Winkel- und Drehzahlmesser auf der Grundlage von antiferromagnetisch gekoppelten Mehrlagenschichten von Interesse. Einfache Spin-Ventil-Systeme versagen hier, da Hystereseeffekte die Kennlinie des Sensorsignals je nach magnetischer Vorgeschichte des Materials beeinflussen können. Spin-Ventil-Systeme finden jedoch künftig u. U. Anwendung in Leseköpfen von magnetischen Massenspeichern oder als MRAMs⁵. Ebenfalls wird an der Verwirklichung eines Spin-Valve Transistors gearbeitet[8], der als Schalter ein aktives Bauelement darstellt.

1.2 Aufgabenstellung und Ziel

Aufgrund der Bedeutung der Spin-Ventil-Systeme ist der Exchange-Bias-Effekt von zunehmenden Interesse, da durch die Verschiebung der Koerzitivfeldstärke H_c um das Austauschfeld H_E das Umpolen einzelner ausgesuchter ferromagnetischer Schichten möglich ist. Die Kopplung findet hierbei direkt an der Grenzfläche des antiferromagnetischen mit dem ferromagnetischen Material statt – im Gegensatz zur AF-Kopplung zweier ferromagnetischer Schichten, die sich über eine unmagnetische dünne Zwischenschicht vollzieht.

⁴ *engl.* „spin-valve“-system

⁵ *engl.* **M**agnetic **R**andom **A**ccess **M**emory

Zur weiteren Untersuchung dieses Kopplungsmechanismus, der 1957 von Meiklejohn und Bean entdeckt worden ist[9], sind im Rahmen der vorliegenden Diplomarbeit Metall–Isolator–Zweifachschichten hergestellt worden. Dabei gilt zunächst dem System FeCl_2/Fe besonderes Interesse, da bei Experimenten an den verwandten FeF_2/Fe –Zweifachschichten der Exchange-Bias–Effekt beobachtet wird[7]. Erstmals ergibt sich hier die Möglichkeit, ein antiferromagnetisches System mit senkrechter Anisotropie an einen weichmagnetischen Ferromagneten zu koppeln.

Im weiteren Verlauf des Studiums ist es jedoch notwendig geworden ebenfalls FeBr_2/Fe –Zweifachschichten zu untersuchen, da die antiferromagnetische Phase von FeBr_2 bis zu einer Flußdichte $B = 3 \text{ T}$ erhalten bleibt, während beim FeCl_2 bereits vor der Sättigung der Fe–Schicht ein Spin-Flip stattfindet und damit der Antiferromagnetismus zerstört ist. Neben der Herstellung dieser Zweifachschichten soll als weiteres Ziel der Exchange-Bias–Effekt mittels SQUID⁶–Magnetometrie nachgewiesen werden. Hinzu kommt die Charakterisierung der Schichten durch Röntgenbeugung mittels eines $\theta/2\theta$ –Röntgendiffraktometers. Um zusätzliche Erkenntnisse über die Schichtqualität und die Topographie der Proben zu erhalten, sind Aufnahmen mit einem Rasterkraftmikroskop⁷ angefertigt worden.

⁶ *engl.* **S**uperconducting **Q**uantum **I**nterference **D**evice

⁷ *engl.* **S**canning **F**orce **M**icroscopy (SFM)

Kapitel 2

Grundlagen

2.1 Kristallines Fe

Das Element Eisen mit dem chemischen Zeichen Fe¹ ist ein Übergangsmetall der Nebengruppe VIII B mit der Ordnungszahl 26 und der mittleren relativen Atommasse 55,847. Die Elektronenkonfiguration im Grundzustand lautet [Ar] 3d⁶ 4s²[10]. Es zeigt alle typischen Eigenschaften eines Metalls, wie beispielsweise eine hohe elektrische Leitfähigkeit, eine große Wärmeleitfähigkeit, metallischen Glanz und Verformbarkeit.

Fe kristallisiert in kubisch-raumzentrierter Struktur[11]. Das entsprechende Kristall- bzw. Basisvektorsystem $\{\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2, \mathbf{a}_3\}$ wird durch paarweise orthogonale Basisvektoren $\mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j = 0$, für $i \neq j$, charakterisiert. Die Basisvektoren besitzen die einheitliche Länge $a = |\mathbf{a}_1| = |\mathbf{a}_2| = |\mathbf{a}_3|$. Die Größe a heißt auch Gitterkonstante und nimmt für Fe den Wert $a = 2,866 \text{ \AA}$ an[12].

Für Gitter mit nur einer Atomsorte gibt es nach Bravais im kubischen Kristallsystem drei Translationsgitter des Raumes:

1. das kubisch-primitive Gitter,
2. das kubisch-raumzentrierte² Gitter,
3. das kubisch-flächenzentrierte³ Gitter.

Nur bei dem kubisch-primitiven Gitter, das man erhält, wenn man ein Atom als Basis in den Koordinatenursprung setzt, läßt sich aus der kleinstmöglichen Zelle die volle Sym-

¹ *lat.* Ferrum

² *engl.* body centered cubic (bcc)

³ *engl.* face centered cubic (fcc)

metrie unmittelbar erkennen. Die von den drei Basisvektoren \mathbf{a}_1 , \mathbf{a}_2 und \mathbf{a}_3 aufgespannte primitive Einheitszelle enthält deshalb auch nur $s = 1$ Atom. Im Gegensatz dazu muß bei den beiden anderen Gittern eine Zelle mit mehreren gleichen Atomen gewählt werden. Dies veranschaulicht Abb. 2.1.

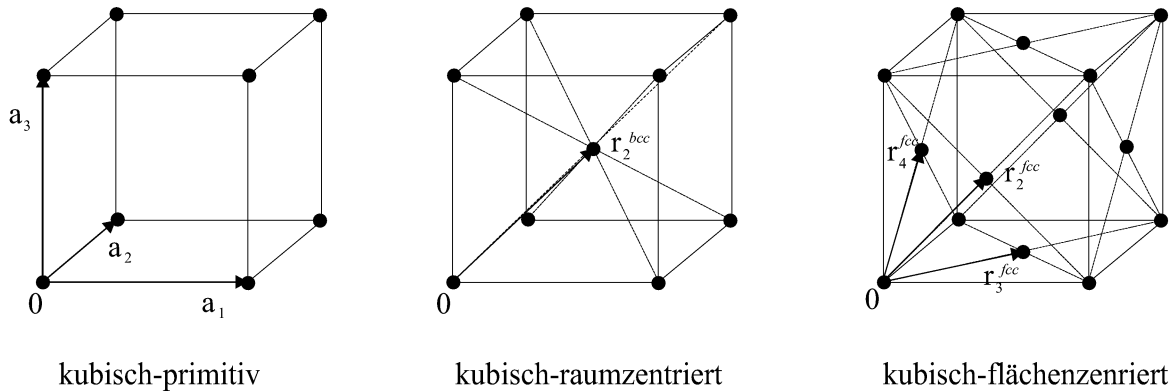


Abbildung 2.1: Einheitszellen des kubischen Kristallsystems.

Die Basis des Raumgitters bei kubisch-raumzentrierter Struktur besteht aus $s = 2$ Atomen an den Orten $\mathbf{r}_1^{bcc} = (0, 0, 0)$ und $\mathbf{r}_2^{bcc} = \left(\frac{a}{2}, \frac{a}{2}, \frac{a}{2}\right)$, die des kubisch-flächenzentrierten Gitters aus $s = 4$ Atomen mit den Ortsvektoren $\mathbf{r}_1^{fcc} = (0, 0, 0)$, $\mathbf{r}_2^{fcc} = \left(\frac{a}{2}, 0, \frac{a}{2}\right)$, $\mathbf{r}_3^{fcc} = \left(\frac{a}{2}, \frac{a}{2}, 0\right)$ und $\mathbf{r}_4^{fcc} = \left(0, \frac{a}{2}, \frac{a}{2}\right)$. Durch Anordnung der entsprechenden Basis an allen Orten der linearen Hülle von $\{\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2, \mathbf{a}_3\}$ werden kubisch-raumzentriertes und kubisch-flächenzentriertes Gitter aufgebaut. Die entsprechenden Einheitszellen enthalten zwei bzw. vier Atome, d. h., sie sind mehrfach-primitiv[13].

Zelle und Basis können bei ein und demselben Gitter durchaus verschieden gewählt werden. Besitzt die oben dargestellte kubisch-flächenzentrierte Einheitszelle eine Basis von $s = 4$ Atomen, kann unter Verzicht auf orthogonale Vektoren $\{\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2, \mathbf{a}_3\}$ zu dem Vektorsystem $\{\mathbf{r}_2^{fcc}, \mathbf{r}_3^{fcc}, \mathbf{r}_4^{fcc}\}$ übergegangen werden, mit dem man alle Punkte des Gitters von einem Atom aus durch reine Translation erreicht. Man benutzt in diesem Fall ein nicht mehr kubisches Primitivgitter mit nur $s = 1$ Atom in der sogenannten rhomboedrischen Einheitszelle.

Auf die teilweise willkürliche Wahl von Zelle und Basis zur Beschreibung von Kristallgittern wird an dieser Stelle anhand des einfachen kubischen Kristallsystems hingewiesen, da im folgenden Abschnitt auch die Struktur von FeCl_2 sowohl mit einer rhomboedrischen, als auch mit einer hexagonalen Einheitszelle beschrieben werden kann.

Durch die kubisch-raumzentrierte Struktur gehört Fe in der Notation von Schönflies der Punktsymmetrieklasse O_h an. Als Symmetrieelemente besitzt es drei 4-zählige Drehachsen

parallel zu den Basisvektoren, eine 3-zählige Drehachse in Richtung der Raumdiagonalen und ein Inversionszentrum.

Fe ist ein typischer Ferromagnet. Die Magnetisierung zeigt daher in Abhängigkeit von einem äußeren Magnetfeld unterhalb einer kritischen Temperatur $T_c = 1043\text{K}$ eine deutliche Hysterese[14]. Der g -Faktor von Fe mit $g \approx 2$ weist darauf hin, daß die magnetischen Eigenschaften im wesentlichen durch die Elektronenspins bestimmt werden. Dies ist typisch für Ferromagnetika, während bei Isolatoren und Supraleitern gelegentlich Faktoren von $g \approx 1$ gemessen werden. Sie zeigen, daß in diesem Fall hauptsächlich die Bahnmomente der Elektronen eine Rolle spielen[15]. Der Zusammenhang zwischen magnetischen Momenten \mathbf{m} und den mechanischen Drehimpulsen \mathbf{L} lautet

$$\mathbf{m} = g \frac{\mu_B}{\hbar} \mathbf{L} \quad \text{mit} \quad \mu_B = \frac{e\hbar}{2m} = 9,2740 \cdot 10^{-24} \frac{\text{J}}{\text{T}}.$$

2.2 Kristallines FeCl_2 und FeBr_2

2.2.1 FeCl_2

2.2.1.1 Die Kristallstruktur von FeCl_2

Abb. 2.2 zeigt die Kristallstruktur von FeCl_2 . Analog zu den Ausführungen in Abschnitt 2.1 in bezug auf die Wahl der Einheitszelle sind sowohl die Basisvektoren $\{\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2, \mathbf{r}_3\}$ der primitiven rhomboedrischen, als auch die Basisvektoren $\{\mathbf{h}_1, \mathbf{h}_2, \mathbf{h}_3\}$ der hexagonalen Einheitszelle eingezeichnet.

Die primitive rhomboedrische Zelle enthält per definitionem eine chemische Formeleinheit. Das Fe^{2+} -Kation befindet sich im Ursprung $\mathbf{r}_{\text{Fe}} = (0, 0, 0)$ und die beiden Cl^- -Anionen an den Orten $\mathbf{r}_{\text{Cl},1} = u_1 \cdot (1, 1, 1)$ und $\mathbf{r}_{\text{Cl},2} = u_2 \cdot (1, 1, 1)$ mit $u_1 = 0,2543 \cdot h_3$, $u_2 = 0,7457 \cdot h_3$ und $h_3 = 17,536\text{Å}$. Für die Basisvektoren gilt

$$\mathbf{r}_i \cdot \mathbf{r}_j = r^2 \cos \alpha_r \quad \text{mit} \quad i, j = 1, 2, 3, i \neq j, r = 6,2\text{Å}, \alpha_r = 33^\circ 33'.$$

D. h., die Basisvektoren besitzen alle gleiche Länge und bilden paarweise den Winkel α_r zueinander[16].

Bei der übersichtlicheren Darstellung mit Basis $\{\mathbf{h}_1, \mathbf{h}_2, \mathbf{h}_3\}$ enthält die nicht-primitive hexagonale Einheitszelle hingegen drei chemische Formeleinheiten. \mathbf{h}_1 und \mathbf{h}_2 bilden einen Winkel $\alpha_h = 120^\circ$ miteinander, \mathbf{h}_3 steht senkrecht auf \mathbf{h}_1 und \mathbf{h}_2 . Für die Längen gilt $h_1 = h_2 = 3,579\text{Å}$ und $h_3 = 17,536\text{Å}$. Die \mathbf{h}_i lassen sich als Linearkombinationen aus den rhomboedrischen Basisvektoren konstruieren

$$\mathbf{h}_1 = \mathbf{r}_1 - \mathbf{r}_2 \quad , \quad \mathbf{h}_2 = \mathbf{r}_2 - \mathbf{r}_3 \quad \text{und} \quad \mathbf{h}_3 = \mathbf{r}_1 + \mathbf{r}_2 + \mathbf{r}_3.$$

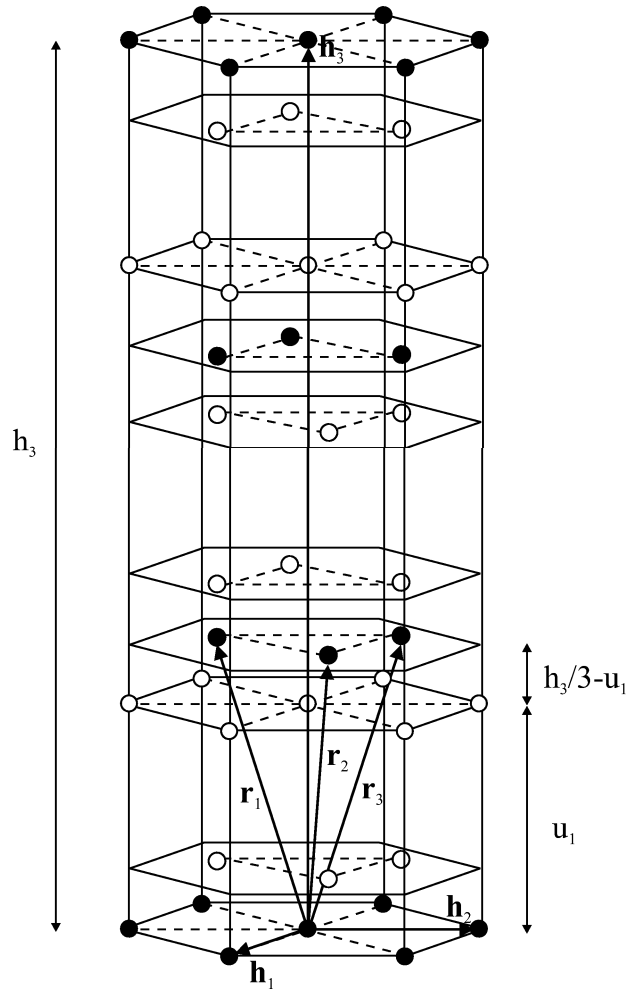


Abbildung 2.2: Kristallstruktur von FeCl_2 mit hexagonalem und rhomboedrischem Basisvektorsystem. Die Fe^{2+} -Kationen sind durch volle, die Cl^- -Anionen durch offene Kreise dargestellt.

Die genaue Kenntnis der Kristallstruktur ist für die Berechnung der Strukturpeaks zur Charakterisierung der Materialien mit Hilfe von Röntgendiffraktogrammen wesentlich. Dies wird in den folgenden Kapiteln dieser Arbeit noch deutlich werden.

2.2.1.2 Die magnetischen Eigenschaften von FeCl_2

Die magnetischen Eigenschaften von FeCl_2 zeigt das Phasendiagramm in Abb. 2.3. FeCl_2 ist ein typischer Metamagnet, dessen Kennzeichen ein feldgetriebener Phasenübergang 1. Ordnung ist. Bei diesem Phasenübergang findet ein Spin-Flip von der antiferromagnetischen (AF) in die paramagnetisch gesättigte Phase (PM) statt. Unterhalb der trikritischen Temperatur $T_t = 21,7\text{K}$ spaltet diese Phasenlinie im äußeren Magnetfeld in ein Mischphasengebiet auf. In dieser Mischphase koexistieren Antiferro- und Paramagnetismus. Die reine antifer-

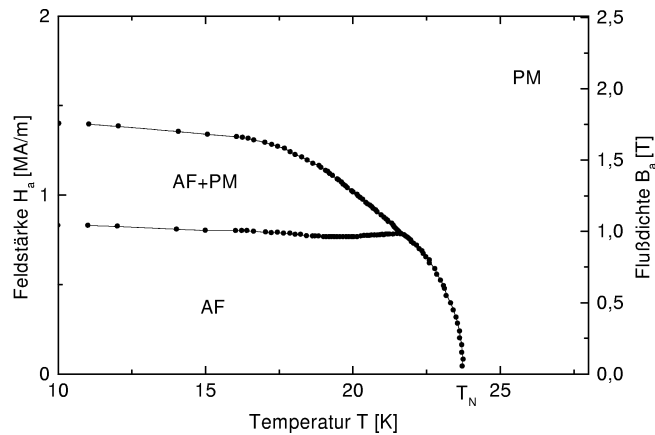


Abbildung 2.3: Magnetisches Phasendiagramm von FeCl_2 (Kreise). Eine antiferromagnetische Phase kann nur unterhalb der Néel-Temperatur $T_N = 23,7\text{ K}$ existieren.

romagnetische Phase existiert nur bei magnetischen Flußdichten unterhalb von etwa einem Tesla und kleinen Temperaturen. Sie verschwindet bei der Néel-Temperatur $T_N = 23,7\text{ K}$ im Nullfeld und geht in die paramagnetische Phase über.

2.2.2 FeBr_2

2.2.2.1 Die Kristallstruktur von FeBr_2

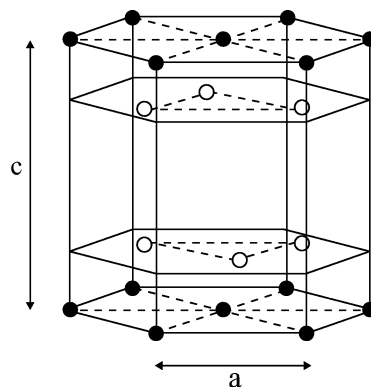


Abbildung 2.4: Kristallstruktur von FeBr_2 . Die Fe^{2+} -Kationen sind durch volle, die Br^- -Anionen durch offene Kreise dargestellt. a und c sind die Gitterparameter der hexagonalen Elementarzelle.

Die Kristallstruktur des Eisenhalogenids FeBr_2 zeigt Abb. 2.4. Die Elementarzelle ist hexagonal. Die entsprechenden Gitterkonstanten nehmen die Werte $a = 3,74 \text{ \AA}$ und $c = 6,17 \text{ \AA}$ an. FeBr_2 ist ebenso wie FeCl_2 stark hygroskopisch, d. h. diese Substanzen reagieren sofort mit dem in der Luft vorhandenen Wasserdampf und verändern ihre kristalline Struktur. Deshalb präpariert und lagert man diese Eisenhalogenide unter einer Helium- bzw. Stickstoffatmosphäre.

2.2.2.2 Die magnetischen Eigenschaften von FeBr_2

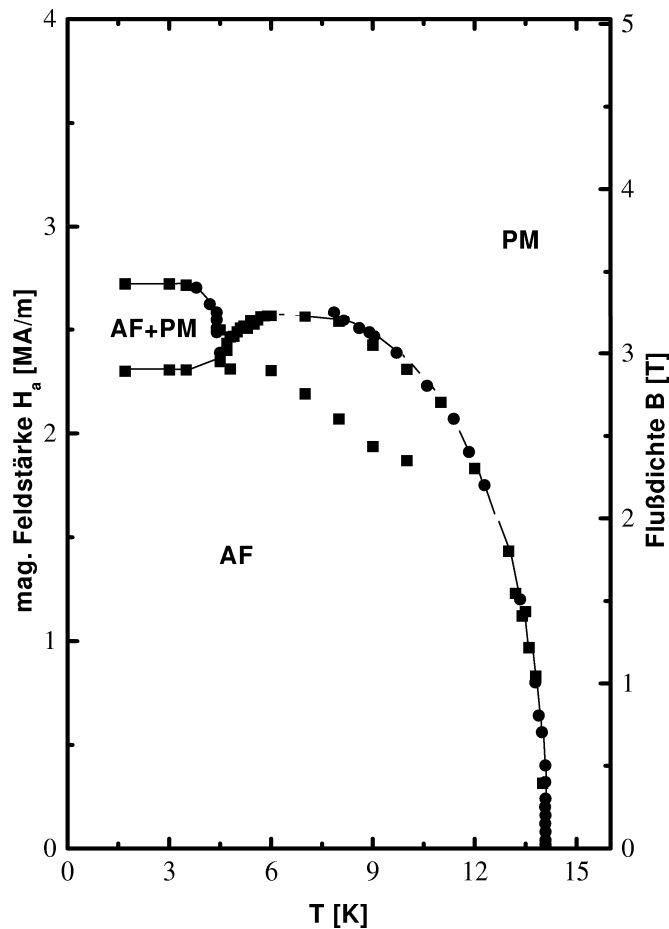


Abbildung 2.5: Magnetisches Phasendiagramm von FeBr_2 bestimmt durch Magnetisierungsmessungen in Abhängigkeit von der Temperatur (Kreise) und des angelegten Feldes (Quadrate).

Die Abb.2.5 zeigt das magnetische Phasendiagramm von FeBr_2 . In diesem Diagramm sind aus Gründen der Übersichtlichkeit nur Meßpunkte der Magnetisierungsmessungen in Abhängigkeit von der Temperatur und dem äußeren Feld eingetragen[17]. Ähnlich wie FeCl_2 zeigt auch FeBr_2 einen metamagnetischen Übergang in Abhängigkeit vom angelegten axia-

len Magnetfeld für Temperaturen $T < T_m = 4,6$ K. Das Koexistenzgebiet zwischen antiferromagnetischen und paramagnetischen Domänen ist eine Folge des Entmagnetisierens der Felder. Die Aufspaltung der metamagnetischen Phasenlinie 1. Art endet am multikritischen Punkt ($T_m = 4,6$ K, $H_m = 2,4$ MA/m), der möglicherweise ein kritischer Endpunkt ist. An ihm entspringt zum einen die ballonartig aufgewölbte kritische Linie, die mit Abnehmen der Feldstärke schließlich für $H = 0$ bei der Néel-Temperatur $T_N = 14,1$ K endet. Zum anderen verläuft unterhalb dieser kritischen Linie, die die antiferromagnetische von der paramagnetischen Phase trennt, eine weitere Linie 1. Art, die bei $T_{BCE} \approx 11$ K und $H_{BCE} \approx 1,1$ MA/m wahrscheinlich in einem bikritischen Endpunkt mündet[38]. Diese kürzlich entdeckte Linie 1. Art trennt zwei antiferromagnetische Phasen AF I und AF II voneinander. Die Details des magnetischen Phasendiagramms von FeBr₂ sind derzeit noch Gegenstand aktueller Forschung und für die Betrachtung des Exchange-Bias-Effekts nicht relevant.

Vielmehr sind zwei Unterschiede in den Phasendiagrammen zwischen FeCl₂ und FeBr₂ wesentlich. Zum einen ist die Néel-Temperatur des FeBr₂ mit 14,1 K erheblich niedriger als beim FeCl₂ mit 21,7 K und des weiteren ist die antiferromagnetische Phase des FeBr₂ gegenüber äußeren Magnetfeldern wesentlich stabiler. So bleibt der Antiferromagnetismus beim FeBr₂ über dem Temperaturbereich $0 \leq T \leq 12$ K auch bei Flußdichten bis zu ca. 2,5 T erhalten. Beim FeCl₂ hingegen ist der Antiferromagnetismus bereits bei Flußdichten $B > 1,0$ T zerstört.

Vor allem die letztgenannte Eigenschaft des FeBr₂ ist ein Grund dafür, weshalb nur die magnetometrischen Messungen an den FeBr₂/Fe-Zweifachschichten zum gewünschten Erfolg führen, da die Sättigungsflußdichte der Fe-Schicht ungefähr 2,0 T beträgt.

2.3 Dünne Metall-Isolator-Heteroschichten und Exchange-Bias

Die kontrollierte Herstellung dünner Schichten bestimmter Zusammensetzung mit definierten strukturellen Eigenschaften hat in der Vergangenheit durch die Weiterentwicklung präparativer Verfahren, die sich der Abscheidung von Material aus der Gasphase unter Verwendung der Ultrahochvakuumtechnik sowie weiterer analytischer und chemischer Verfahren bedient, enorme Fortschritte gemacht. Dabei ist die Bezeichnung *dünn* in bezug auf die Schichtdicke abhängig von den zu untersuchenden Eigenschaften des entsprechenden Schichtsystems. Neue physikalische Phänomene sind immer dann zu erwarten, wenn die Dicken der Einzelschichten, der Überperiodenlängen Λ oder der Gesamtsysteme in der Größenordnung der charakteristischen Längenskalen der interessierenden physikalischen Ei-

genschaften liegen. So ist beispielsweise bei der Untersuchung elektrischer Transporteigenschaften in Metallen oder Phänomenen der Supraleitung die mittlere freie Weglänge der Elektronen bzw. die Kohärenzlänge des Supraleiters ausschlaggebend. In diesem Fall sind Schichten mit einer Dicke $d < 100$ nm als dünn zu bezeichnen.

Werden hingegen magnetische Austauschkopplungseffekte im Rahmen von RKKY⁴-Wechselwirkung[18] untersucht, wie z. B. die in Abschnitt 1.1 erwähnte AF-Kopplung ferromagnetischer Schichten über spinpolarisierte Leitungselektronen in nichtmagnetischen Metallschichten, so gelten erst Schichten von wenigen Monolagen ($d < 1$ nm) als dünn[19]. Es zeigt sich, daß auch ferromagnetische Kopplung über eine derartige Zwischenschicht vorkommt, wobei sogar oftmals die Kopplung in Abhängigkeit von der Zwischenschichtdicke bis hin zu 10 nm zwischen ferromagnetischen und antiferromagnetischen Verhalten alterniert[20].

Charakteristische neue Eigenschaften können darüber hinaus jedoch auch durch reine Grenzflächeneffekte entstehen. Ein solcher Grenzflächeneffekt ist der schon in Abschnitt 1.1 erwähnte *Exchange-Bias*. Da es sich hier um einen Grenzflächeneffekt handelt, spielen die einzelnen Schichtdicken nur eine untergeordnete Rolle. Der Exchange-Bias tritt auf, wenn eine FM/AF-Zweifachschicht durch Feldkühlen auf eine Temperatur unterhalb der Néel-Temperatur T_N des Antiferromagneten abgekühlt wird. Die Hystereseurve $M = M(H)$ des Ferromagneten liegt in diesem Fall nicht mehr punktsymmetrisch, d. h. $-M(H) \neq M(-H)$, zum Ursprung, sondern ist um das sogenannte Austauschfeld H_E verschoben. Dieses Phänomen ist schematisch in Abb. 2.6 veranschaulicht. Die dort eingezeichneten Punkte sind keine Meßdaten, sondern lediglich zur Veranschaulichung des Effektes künstlich erzeugte Daten. Die experimentellen Ergebnisse werden in Kapitel 5 präsentiert.

Die theoretischen Modelle zur Beschreibung des Exchange-Bias gehen überwiegend von einer Kopplung der magnetischen Momente nächster Nachbarn an der Grenzfläche aus, d. h., das Austauschfeld ist die Folge der Kopplung der ersten magnetischen Schicht eines jeden Materials. Das Austauschfeld H_E kann dann wie folgt beschrieben werden[21]

$$H_E = n|J| \frac{S_F S_{AF}}{t_F M_F}.$$

Dabei sind S_F und S_{AF} die magnetischen Momente des Ferromagneten bzw. des Antiferromagneten an der Grenzfläche, t_F und M_F die Dicke und die Magnetisierung des Ferromagneten, J die Spin-Spin-Wechselwirkung zwischen S_F und S_{AF} und n die Zahl der nächsten Nachbarn pro Fläche an der FM/AF-Grenzfläche. Leider versagt diese Formel quantitativ bei der Beschreibung der Meßergebnisse aufgrund der zu hohen Werte von J . Neuere Arbeiten zeigen, daß der Exchange-Bias-Effekt ebenfalls an FM/X/AF-Systemen ($X \equiv \text{Cu, Ag, Au}$) mit Zwischenschichtdicken bis zu 5 nm auftritt[22]. Damit ist eine Beschreibung allein durch Wechselwirkung nächster Nachbarn offensichtlich unzureichend,

⁴Akronym für **R**udermann-**K**ittel-**K**asuya-**Y**osida-Wechselwirkung

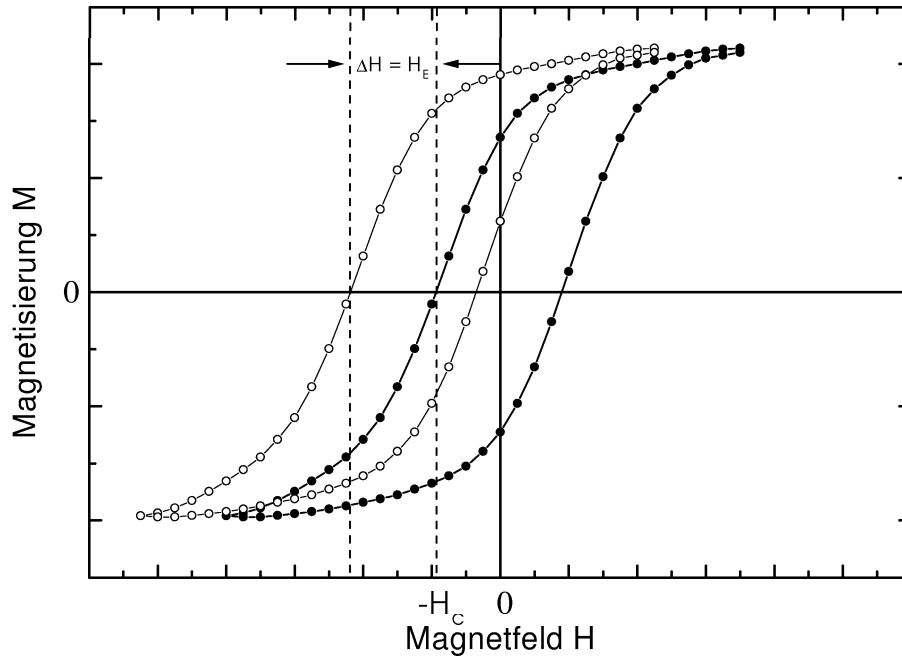


Abbildung 2.6: Exchange-Bias. Die punktsymmetrische Hysterese einer ungestörten FM-Schicht (geschlossene Kreise) wird bei einer FM/AF-Zweifachschicht durch Kopplung um das Austauschfeld H_E verschoben (offene Kreise). Die Punkte repräsentieren keine Meßdaten.

sondern muß durch eine langreichweitige Wechselwirkung erweitert werden.

In dieser Arbeit soll jedoch nicht das Augenmerk auf eine mögliche langreichweitige Komponente beim Exchange-Bias gelegt werden, sondern auf die Materialkombination Metall-Isolator. Dazu sind aus dem metallischen Fe und den Isolatoren FeCl_2 bzw. FeBr_2 Metall-Isolator-Heteroschichten hergestellt worden. An dem ähnlichen System FeF_2/Fe ist der Exchange-Bias bereits nachgewiesen worden[7]. Während jedoch bei den FeF_2/Fe -Systemen bisher ausschließlich FeF_2 -Schichten mit der leichten c -Achse in der Schichtebene verwendet worden sind, sollen in der vorliegenden Arbeit auch Schichten mit leichter antiferromagnetischer Achse normal zur Schichtebene untersucht werden.

Kapitel 3

Experimenteller Aufbau

3.1 Schichtdickenmonitor

Zur Kontrolle und Überwachung der Schichtdicke während und nach dem Aufdampfprozeß ist bei der Herstellung der Metall-Isolator-Zweifachschichten für jedes Probenmaterial ein Schichtdickenmonitor auf- bzw. in die Apparatur eingebaut worden. Ein Schichtdickenmonitor besteht aus folgenden Modulen

- Schwingquarz und Halterung,
- Oszillator und Schmitt-Trigger,
- Prozeßrechner mit Zählerkarte und Steuerungsprogramm.

Bei den Schwingquarzen handelt es sich um kreisrunde Scheiben aus SiO_2 mit der Dichte $\rho_q \approx 2,65 \text{ g/cm}^3$. Die Ober- und Unterseite ist zur elektrischen Kontaktierung mit einer dünnen Au^1 -Schicht versehen. Eine dieser Elektroden ist auf eine kleine Fläche im Zentrum der Scheibe beschränkt, so daß beim Anlegen eines elektrischen Wechselfeldes nur dieser zentrale Bereich des Quarzes schwingt. Damit ist sichergestellt, daß die Schwingung durch das Einklemmen des äußeren Randes der Quarzscheibe in den Schwingquarzhalter nicht gestört wird.

Die verwendeten Schwingquarze besitzen in der Nähe von sechs Megahertz ein diskretes Spektrum von Resonanzfrequenzen. Diese Eigenfrequenzen sind nur im Temperaturbereich $0^\circ\text{C} < T < 50^\circ\text{C}$ konstant. Damit die Temperatur während des Aufdampfens in diesem Bereich bleibt, werden die Quarzhalter - eingelassen in eine kreisrunde Cu-Scheibe – indirekt über diese Cu-Scheibe mittels einer Wasserkühlung thermisch stabilisiert. Diagramme

¹lat. Aurum, Gold.

und Abbildungen zur Temperaturabhängigkeit der Eigenfrequenzen, dem Eigenfrequenzspektrum und zur genauen Form der Elektrodengeometrie der Quarze findet man in [34]. Die Bestimmung der aufgedampften Schichtdicke beruht auf folgendem Meßprinzip. Zu Beginn des Aufdampfprozesses schwingt der Quarz mit seiner Eigenfrequenz $\nu_q \approx 6$ MHz. Durch Deposition der verdampften Substanz auf der dem Ofen zugewandten Seite des Schwingquarzes wird dieser mit einer Masse belegt, die die Eigenfrequenz geringfügig verringert. Die Frequenz ν wird gemessen und aus der Frequenzänderung $\Delta\nu$ kann man dann die aufgedampfte Schichtdicke d nach folgender Gleichung berechnen

$$d = D_{AT} \cdot \frac{\rho_q}{\rho} \cdot \frac{\nu_q - \nu}{\nu_q^2} = -D_{AT} \cdot \frac{\rho_q}{\rho} \cdot \frac{\Delta\nu}{\nu_q^2}.$$

Die Schichtdicke ist offensichtlich proportional zur Frequenzänderung $\Delta\nu$ und umgekehrt proportional zur Dichte ρ des aufgedampften Materials. $D_{AT} \approx 0,166$ MHz · cm ist hierbei die Frequenzkonstante des sogenannten AT-Schnitts des Schwingquarzes.

Das elektrische Wechselfeld zur Anregung des Schwingquarzes wird von einem selbstgebauten Oszillator bereitgestellt, dessen geliefertes Meßsignal anschließend mittels eines nachgeschalteten Schmitt-Trigges in eine Rechteckspannung umgewandelt wird. Den Schaltplan zeigt die folgende Abb. 3.1. Die Oszillatorschaltung wird mit einer 15 V Gleichspannung

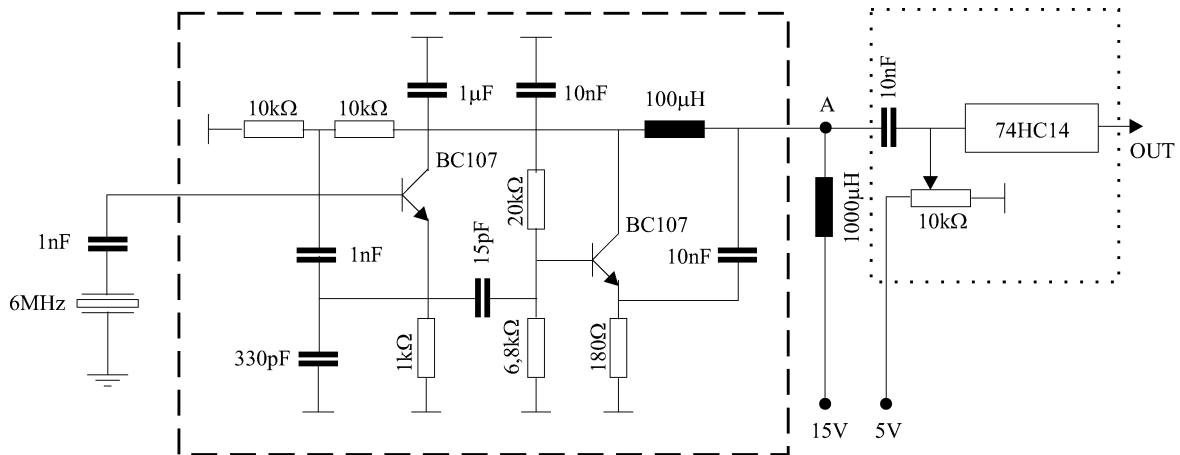


Abbildung 3.1: Schaltplan des Oszillators (Striche) zur Anregung der Schwingquarze und nachgeschaltetem Schmitt-Trigger (Punkte) zur Signalaufbereitung.

betrieben. Sie regt den Quarz zur Schwingung an und liefert am Punkt A ein sinusförmiges Signal mit der Resonanzfrequenz des Schwingquarzes. Da Versorgungs- und Signalspannung über dasselbe BNC-Kabel laufen, liegt am Punkt A die mit der Signalspannung modulierte Versorgungsspannung an. Für den Gleichspannungsanteil ist der Kondensator am

Eingang des Schmitt-Triggers ein unendlich hoher Widerstand, während für den Wechselspannungsanteil die Induktivität $L = 1000 \mu\text{H}$ einen hohen Widerstand darstellt, so daß am Eingang des integrierten Bausteins 74HC14 nur das Wechselspannungssignal anliegt. Dieses kann noch mittels des Drehpotentiometers abgestimmt werden. Beim integrierten Baustein 74HC14 handelt es sich um einen High-Speed-CMOS², der sechs invertierende Schmitt-Trigger implementiert. Der Baustein benötigt eine Versorgungsspannung von 5 V und liefert an jedem Ausgang ein für die Zählerkarte unproblematisches TTL³-Signal. In unserem konkreten Fall wird die schwache sinusförmige Wechselspannung am Eingang in eine 5 V Rechteckspannung mit gleicher Frequenz am Ausgang (OUT) aufbereitet.

Diese Rechteckspannung wird über die Sub-D-Buchse der Zählerkarte *Meilhaus Electronic ME-15A/B* auf einen ihrer vier Eingänge geschickt. Die Zählerkarte besitzt einen Zeitgeberbaustein über den die Torzeit des Eingangs auf eine halbe Sekunde eingestellt wird. In dieser halben Sekunde werden alle abfallenden Flanken des TTL-Signals am Eingang gezählt. Multiplikation dieses Wertes mit 2 liefert direkt die Frequenz des Signals und damit die Frequenz des Schwingquarzes.

Die Elektronik der gesamten Apparatur stellt vier derartige Schichtdickenmonitore bereit und das Steuerungsprogramm des Prozeßrechners berechnet nach obiger Gleichung direkt die aufgedampfte Schichtdicke und stellt sie auf dem Monitor dar. Zusätzlich werden alle relevanten Meßdaten in eine Protokolldatei geschrieben. Bei diesen Schichtdicken handelt es sich natürlicherweise um die aufgedampften Schichtdicken an den Positionen der Schwingquarze. Da die Position der Schwingquarze während des Aufdampfprozesses nicht mit der Position des Substrats übereinstimmen kann, geht in die Berechnung der Schichtdicke auf dem Substrat noch ein sogenannter Geometriefaktor ein, der von der relativen Position des Schwingquarzes zum Substrat abhängt. Wie dieser Faktor bestimmt wird ist im Abschnitt 3.2.2 beschrieben.

3.2 Hochvakuumanlage

3.2.1 Gesamtapparatur

Zur Herstellung der Metall-Isolator-Heteroschichten steht eine kommerzielle Hochvakuumanlage der Firma Edwards Modell E306A zur Verfügung. Sie ist mit einer Rotationsvakuum-pumpe vom Typ E2M8 und einer Öldiffusionspumpe vom Typ E04 ausgestattet. Damit ist in der Vakuumkammer – einer Glasglocke mit etwas mehr als 30 cm Durchmesser – ein

²complementary metal oxide semiconductor

³Transistor-Transistor-Logic

minimaler Druck von $p \approx 1,5 \cdot 10^{-6}$ mbar erreicht worden. Die Druckmessung erfolgt für $p > 10^{-3}$ mbar mit einem Pirani-Meßgerät und unterhalb dieses Drucks mit einem Penning-Vakuummeter.

Das Pirani-Meßgerät ist ein Wärmeleitungsvakuummeter mit konstanter Heizung. Dabei wird ein Heizdraht mit konstanter Spannung betrieben und der Widerstand des Heizdrahts als Maß für dessen Temperatur in Abhängigkeit vom Druck gemessen. Beim Pirani-Vakuummeter bildet der Heizdraht einen Zweig einer mit konstanter Spannung U_B betriebenen Wheatstoneschen Brücke. Ändert der Heizdraht infolge Druckänderung seine Temperatur, so ändert sich auch sein Widerstand. Diese Widerstandsänderung hat eine Verstimmung der Brücke zur Folge, die auf dem oberen Anzeigeelement der Bedienungskonsole als Spannung bzw. aufgrund der Kalibrierung des Anzeigeelements als Druck p angezeigt wird.

Unterschreitet der Druck in der Glasglocke den Wert 10^{-3} mbar mißt man den Druck mit dem Penning-Vakuummeter. Hierbei handelt es sich um ein Ionisationsvakuummeter bei dem die Druckmessung auf indirekte Weise durch Messung einer der Teilchenzahldichte n proportionalen elektrischen Größe erfolgt[35]. Zur Erzeugung dieser elektrischen Größe wird das Restgas ionisiert und der Gasentladungsstrom gemessen. Über einen dreistufigen Drehschalter lassen sich drei Meßbereiche des Penning-Vakuummeters einstellen.

Um die Herstellung von dünnen Zweifachschichten zu ermöglichen, sind in die Vakuumkammer drei Öfen, ein Abschirmblech, drei Schwingquarze, eine Wasserkühlung, zwei Thermoelemente, eine Halogenlampe und ein Substrathalter mit einem vierten, dem sogenannten Eichquarz eingebaut worden.

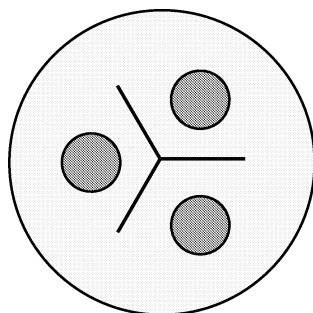


Abbildung 3.2: Anordnung der Öfen und des Abschirmblechs in Draufsicht (schematisch).

Die Glasglocke und somit auch die Vakuumkammer besitzen eine kreisförmige Grundfläche. Knapp über dem Boden der Vakuumkammer sind die drei Öfen sternförmig mit gleichem Abstand zum Mittelpunkt angeordnet. Sie werden durch ein ebenfalls sternförmiges Abschirmblech mit einer Höhe von 9,5 cm voneinander getrennt. Die einzelnen Flügel des

Abschirmbleches bilden paarweise einen Winkel von 120° . Abb. 3.2 zeigt schematisch die Anordnung in der Draufsicht. Die folgenden Elemente sind in Abb. 3.2 nicht eingezeichnet. Genau 10 cm über jedem Ofen sind in einem Cu-Ring jeweils ein Schwingquarz eingelassen und elektrisch mit einem Oszillator verbunden. Der Cu-Ring wird von zwei dünnen VA-Stahlrohren getragen, durch die zur Kühlung des Cu-Rings und der Schwingquarze ständig Wasser fließt. Knapp 15 cm über diesem Cu-Ring befindet sich der Substrathalter. Als Substrat wird ein rechteckiges Objektträgerdeckglas verwendet, das so positioniert ist, daß sein Mittelpunkt mit dem Mittelpunkt der kreisrunden Grundfläche der Vakuumkammer übereinstimmt. Zwischen Substrat und Cu-Ring befindet sich ein Shutter, der im geschlossenen Zustand verhindert, daß verdampftes Material das Substrat erreicht. Oberhalb des Substrats befindet sich die Halogenlampe (s. Abb. 3.3).

3.2.2 Bestimmung des Geometriefaktors

Abbildung 3.3 zeigt schematisch die Vakuumkammer als Querschnitt durch den Mittelpunkt der Grundfläche. Aus Gründen der Übersichtlichkeit ist nur ein Ofen eingezeichnet. Das Abschirmblech fehlt ebenfalls.

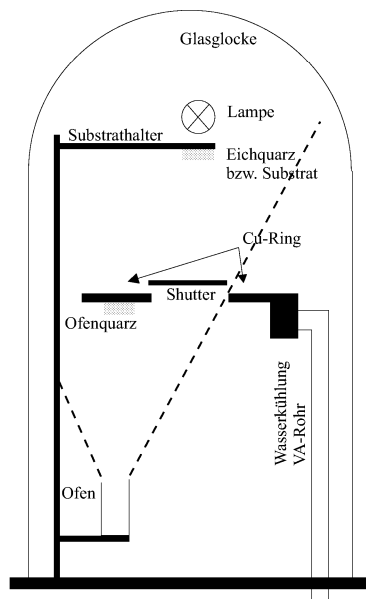


Abbildung 3.3: Querschnitt der Vakuumkammer (schematisch). Es ist nur ein Ofen eingezeichnet, das Abschirmblech fehlt und an der Stelle des Substrats befindet sich der Eichquarz.

Während des Aufdampfprozesses eines Materials wird die auf dem Ofenquarz aufgedampfte Schichtdicke mittels des Schichtdickenmonitors entsprechend den Ausführungen in Ab-

schnitt 3.1 ermittelt. Dabei ist jedoch davon auszugehen, daß sich die niedergeschlagene Materialschicht am Ofenquarz von der am Substrat aufgrund der verschiedenen Positionen erheblich unterscheiden. Auf dem weit vom Ofen entfernten Substrat wird sich wesentlich weniger Material niederschlagen, als auf dem Ofenquarz direkt über der Verdampferquelle. Deshalb muß man zunächst für jeden Ofen den sogenannten Geometriefaktor bestimmen mit dem man die Schichtdicken an den Ofenquarzen multipliziert, so daß sie den tatsächlich am Substrat aufgedampften Schichtdicken entsprechen. Dazu setzt man den Eichquarz an die Position des Substrats und mißt bei geöffnetem Shutter sowohl die Aufdampfrate am Ofenquarz als auch am Eichquarz. Der Quotient aus beiden Aufdampfraten ergibt den Geometriefaktor. Die Abbildung 3.4 zeigt exemplarisch die Ergebnisse für den FeCl_2 -Ofen.

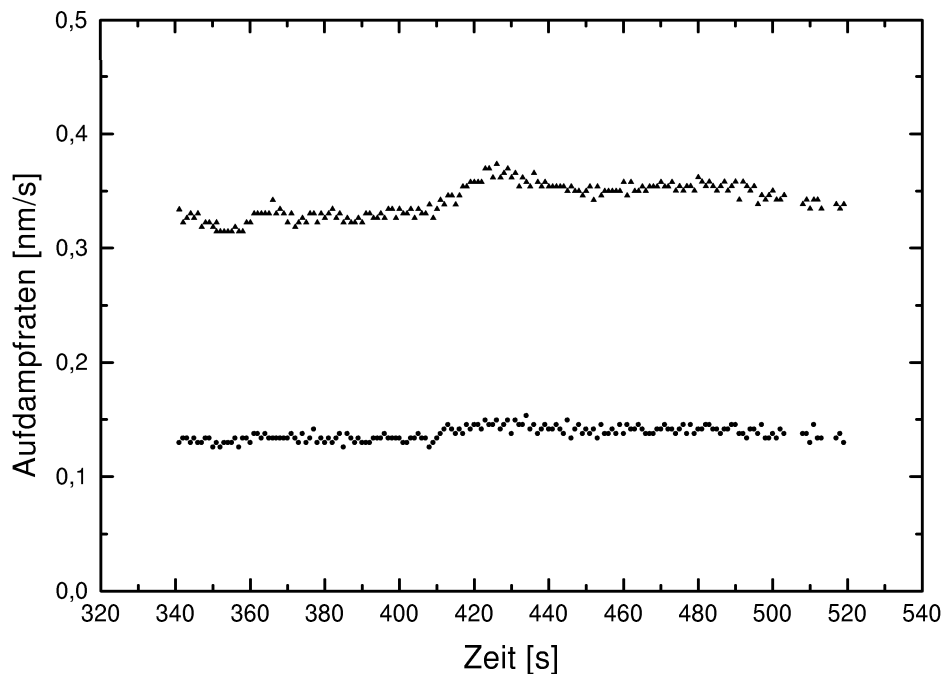


Abbildung 3.4: Bestimmung des Geometriefaktors für den FeCl_2 -Ofen. Die Aufdampfrate am Ofenquarz (Dreiecke) ist wesentlich höher als am Eichquarz (Kreise).

Aus Abbildung 3.4 ergibt sich der Geometriefaktor als Mittelwert des Quotienten zu $GF = 0,403$, d. h., wenn am Ofenquarz beispielsweise $10,0 \text{ nm}$ Material aufgedampft wird, sind es am Substrat nur $4,03 \text{ nm}$. Hat man den Geometriefaktor einmal für jeden Ofen bestimmt, kann man dem zuvor beschriebenen Meßprogramm diesen Wert als Parameter mitgeben, so daß das Programm aus den Frequenzänderungen der Ofenquarze direkt die korrekten

Werte für die Schichtdicken am Substrat berechnet. Auf diese Weise ist sowohl für das V-förmig gebogene Ta-Schiffchen des Fe-Ofens, als auch für den mit einem Wolframfaden als Heizwendel umwickelten Keramikofen für die Eisenhalogenide verfahren worden.

3.2.3 Kalibrierung der Thermoelemente

Um die genaue Substrattemperatur ermitteln zu können, sind in die Vakuumkammer zwei Cr/Al-Thermoelemente eingebaut worden. Durch Eintauchen der Kontaktstelle Cr/Al in Eiswasser und in kochendes Wasser konnte überprüft werden, ob die Elemente die richtigen Werte liefern. In der Tat sind mit der verwendeten Digitalanzeige 0°C und 100°C gemessen worden.

Um von den Werten T_F des Thermoelements, das etwas entfernt vom Substrat installiert worden ist auf die tatsächliche Substrattemperatur T_S direkt unter der Halogenlampe zu schließen, muß dieser Fühler (1. Thermoelement) einmalig kalibriert werden. Dazu ist das 2. Thermoelement direkt auf dem Substrat unter der Halogenlampe befestigt worden. Nach der Evakuierung der Kammer heizt man mit der Halogenlampe und nimmt die Temperaturen beider Thermoelemente auf. Die Meßergebnisse zeigt Abbildung 3.5.

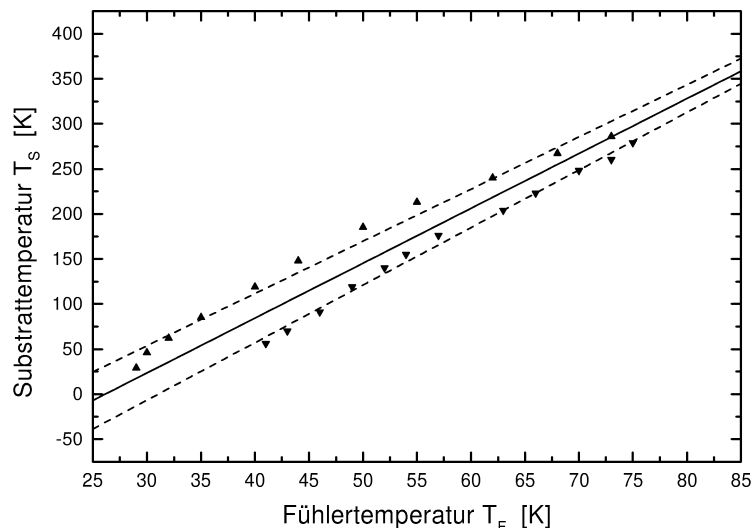


Abbildung 3.5: Kalibrierung des Temperaturfühlers. Die Dreiecke mit der Spitze nach oben sind die Werte beim Abkühlvorgang, die mit der Spitze nach unten beim Heizvorgang. Die durchgezogene Linie entspricht der linearen Regression aller Werte.

Das Thermoelement direkt unter der Halogenlampe wird fortan nicht mehr benötigt. Beim Aufdampfen und Tempern des Substrats bzw. des Schichtsystems wird nur noch die Fühlertemperatur T_F gemessen. Mit diesem Meßwert kann man dann aus Abb. 3.5 direkt die tatsächliche Substrattemperatur bestimmen. Die durchgezogene Linie ist das Ergebnis der linearen Regression der Meßergebnisse für den Heiz- und den Abkühlvorgang.

3.3 Schichtherstellung

Wie in den vorherigen Abschnitten dieses Kapitels beschrieben, werden zunächst die Geometriefaktoren für die einzelnen Öfen bestimmt und mit den entsprechenden Materialdichten als Parameter in das Meß- und Steuerungsprogramm eingetragen. Nach der Compilierung wird das Programm gestartet und die Funktionstüchtigkeit der Schwingquarze überprüft. Danach reinigt und entfettet man das Substrat mit Ethanol und anschließend mit Aceton, schneidet es mit dem Glasschneider in Probenstücke passender Größe für die Röntgenanlage, das SQUID-Magnetometer und das SNOM, markiert die Rückseite mit einem Stift und legt die Stücke vorsichtig in den Substrathalter. Man startet bei geschlossenen Ventilen die Rotations- und Diffusionspumpe, öffnet die Wasserzufuhr für die Kühlung und wartet bis sich Betriebstemperatur bzw. thermisches Gleichgewicht eingestellt haben. Danach werden die Öfen mit Material bestückt und die Vakuumkammer zunächst nur mit der Rotationspumpe evakuiert. Die Halogenlampe zum Heizen des Substrats wird eingeschaltet. Erreicht der Druck einen Wert von ca. $3 \cdot 10^{-3}$ mbar werden die Ventile der Diffusionspumpe zur Vakuumkammer geöffnet. Bei einem Enddruck von ca. $1,5 \cdot 10^{-6}$ mbar kann die Aufdampfprozedur beginnen. Bei geschlossenen Shutter verdampft man zunächst das Eisenhalogenid bis sich eine konstante Aufdampfprate einstellt. Anschließend öffnet man den Shutter solange bis der Schichtdickenmonitor die gewünschte Schichtdicke anzeigt. Die Eisenhalogenidschicht wird eine halbe Stunde bei einer Temperatur oberhalb 200°C getempert. Die Halogenlampe wird danach abgeschaltet und nach einer kurzen Abkühlzeit mit dem Aufdampfen der Fe-Schicht begonnen. Nach dem Ende des Aufdampfprozesses werden die Ventile geschlossen, die Vakuumkammer belüftet und die Proben im Exicator zu den Meßapparaturen transportiert und analysiert.

Kapitel 4

Meßmethoden

4.1 Röntgenbeugung

Neben der Licht- und Neutronenstreuung ist die Röntgenbeugung eine der klassischen Methoden zur Untersuchung kondensierter Materie. Seit der Entdeckung dieser elektromagnetischen Strahlung mit Wellenlängen von $\lambda \approx 10^{-10}$ m im Jahr 1895 durch W. C. Röntgen¹ erschließen sich der Strukturforschung mittels Röntgenstreuung bis heute immer neue Anwendungsgebiete. So beispielsweise in der Werkstoffprüfung zur Spannungsermittlung oder in der Biochemie bei der Proteinkristallographie [25].

Das Auflösungsvermögen von spektroskopischen bzw. mikroskopischen Verfahren, die auf Beugung und Interferenz elektromagnetischer Wellen beruhen, liegt in der Größenordnung der Wellenlänge der verwendeten Strahlung. Bei Röntgenbeugung im atomaren Bereich von ungefähr einem Ångström. Die Eindringtiefe der Röntgenstrahlung in metallische Schichten liegt in der Größenordnung $d_e \approx 100 \mu\text{m}$. Röntgenbeugung ist eine zerstörungsfreie Analysemethode und eignet sich deshalb sehr gut zur Untersuchung der hergestellten dünnen Metall-Isolator-Zweifachschichten.

Zur Charakterisierung der Schichtsysteme steht ein $\theta/2\theta$ -Röntgendiffraktometer der Fa. Philips² zur Verfügung. Den schematischen Aufbau verdeutlicht die Abb. 4.1. In der Röntgenanlage werden an einer Glühkathode Elektronen erzeugt und aufgrund der angelegten Spannung von 10 – 45 kV im elektrischen Feld zwischen Kathode und Anode beschleunigt. Beim Erreichen der Cu-Anode werden sie gebremst. Dadurch entsteht ein kontinuierliches Spektrum elektromagnetischer Strahlung mit Wellenlängen $\lambda > \lambda_{min}$. Die vom Anodenmaterial unabhängige Wellenlänge λ_{min} dieses sogenannten Bremsspektrums ist nur von der

¹Wilhelm Conrad Röntgen (1845-1923), 1901 erster Nobelpreisträger für Physik.

²Typbezeichnung PW 1730

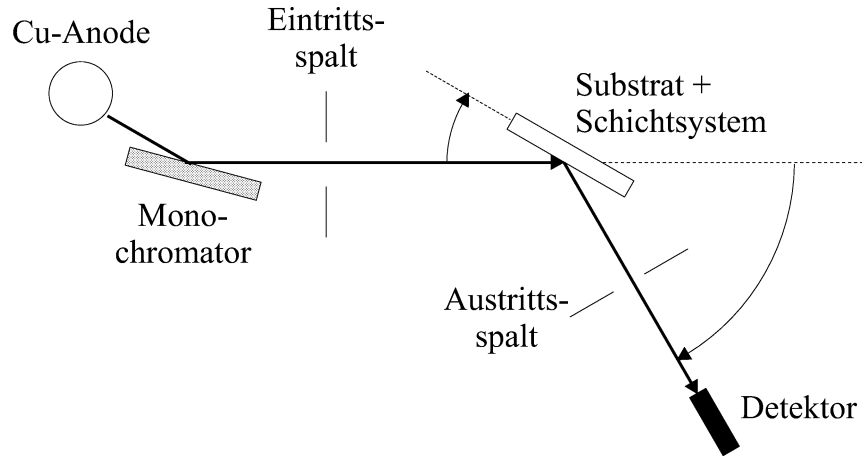


Abbildung 4.1: Schematischer Aufbau des Röntgendiffraktometers.

maximalen Energie der Elektronen abhängig, also von der angelegten Beschleunigungsspannung.

Dem Bremsspektrum ist eine vom Anodenmaterial abhängige Strahlung diskreter Wellenlängen mit hoher Intensität überlagert, die der Emission von Photonen bestimmter Elektronenübergänge im Anodenmaterial entspricht. Der Einkristall-Monochromator aus Graphit selektiert aus diesem Spektrum die K_α -Linie des Kupfers mit $\lambda_{Cu, K_\alpha} = 1,539 \text{ \AA}$ [24]. Die monochromatische Röntgenstrahlung trifft dann nach Passieren des Eintrittspalts auf die Probe und die gestreute Strahlung wird anschließend detektiert. Die Bezeichnung $\theta/2\theta$ weist darauf hin, daß der Detektor zur Messung der gebeugten Röntgenstrahlung bei Drehung der Probe um den Winkel θ zum Einfallstrahl, stets um den zweifachen Winkel 2θ gedreht wird. Damit ist sichergestellt, daß die gebeugte Strahlung unter demselben Winkel zur Probe detektiert wird, unter dem auch der Primärstrahl auf die Probe trifft. In dieser Anordnung ist die Bragg-Bedingung für konstruktive Interferenz der Sekundärwellen an Netzebenen parallel zur Schicht unter dem Winkel θ somit stets erfüllt.

4.1.1 Kleinwinkelröntgenbeugung

Im Kleinwinkelbereich $2\theta < 15^\circ$ findet konstruktive Interferenz an den Grenzflächen zwischen verschiedenen Doppellagen und an der Gesamtschichtdicke statt[26]. Da hier nur Zweifachschichten untersucht werden, ist die Übergitterperiodenlänge Λ mit der Gesamtschichtdicke d identisch. Eine detaillierte Betrachtung ist also nur für kompliziertere Multischichtsysteme sinnvoll und kann im Rahmen dieser Arbeit vernachlässigt werden.

Metalle besitzen für Röntgenstrahlung einen Brechungsindex $n < 1$, so daß unterhalb eines Grenzwinkels θ_c Totalreflexion auftritt. Im Bereich $\theta < \theta_c$ führt dies zu einer konstanten

Intensität der gestreuten Röntgenstrahlung. Für $\theta > \theta_c$ nimmt die Intensität proportional zu θ^{-4} stark ab. Aufgrund der Interferenz der gestreuten Strahlung an den Grenzflächen zwischen unterschiedlichen Schichtmaterialien und Substrat sind dieser Intensität jedoch Schichtdickenoszillationen überlagert (siehe Abb. 5.1). Mit Hilfe der Winkelpositionen zweier benachbarter Maxima kann aus der Bragg-Gleichung die Schichtdicke d folgendermaßen berechnet werden

$$d = \frac{\lambda}{2 \cdot (\sin \theta_{n+1} - \sin \theta_n)}. \quad (4.1)$$

Als Folge der Totalreflexion kommt es jedoch für kleine Winkel $2\theta < 3^\circ$ zu einer Verschiebung der Beugungsmaxima [27]. Deshalb wird die Bragg-Gleichung mit einem Korrekturterm 2δ modifiziert, wobei $1 - \delta$ den Realteil des mittleren Brechungsindex des entsprechenden Schichtsystems mit typischen Werten von $\delta \approx 3 \cdot 10^{-3}$ repräsentiert. Mit

$$\sin^2 \theta = \left(\frac{n\lambda}{2d} \right)^2 + 2\delta \quad (4.2)$$

folgt für die tatsächliche Schichtdicke d_t

$$d_t = \frac{\lambda}{2 \cdot \left(\sqrt{\sin^2 \theta_{n+1} - 2\delta} - \sqrt{\sin^2 \theta_n - 2\delta} \right)}. \quad (4.3)$$

4.1.2 Weitwinkelröntgenbeugung

Bei der Weitwinkelröntgenbeugung wird im Winkelbereich $2\theta > 15^\circ$ gemessen. Aus den Winkeln, an denen Intensitätsmaxima im Diffraktogramm auftauchen, können über die Bragg-Gleichung die Netzebenenabstände der untersuchten Materialien bestimmt werden. Der Vergleich mit den Literaturwerten ermöglicht die Identifizierung der Elemente bzw. kristallinen Substanzen.

4.2 SQUID-Magnetometrie

Die Magnetisierungs- und Suszeptibilitätsmessungen werden mit dem rf³-SQUID-Magnetometer *Quantum Design MPMS⁴ 5S* durchgeführt. Die physikalischen Grundlagen der SQUID-Magnetometrie sind in der Fachliteratur [28], die Funktionsweise speziell dieses Geräts in verschiedenen Diplomarbeiten [29, 30] sehr gut dokumentiert, so daß an dieser Stelle nur der grobe Aufbau skizziert und die technischen Möglichkeiten erläutert werden.

³radio frequency

⁴Magnetic Properties Measurement System (MPMS)

Die Proben­temperatur im SQUID-Magnetometer kann im Bereich $1,9\text{ K} < T < 400\text{ K}$ variiert werden, bei einer Temperaturstabilität von 50 mK . Eine supraleitende Spule ermöglicht magnetische Feldstärken bis zu $\pm 3,98\text{ MA/m}$. Durch Flußverankerung bleibt jedoch auch im nominellen Nullfeld ein Restfeld der Größenordnung $0,4\text{ kA/m}$ in der Spule, das jedoch durch Einspeisen von Kompensationsströmen verringert werden kann.

Das minimal meßbare magnetische Moment beträgt $\pm 1,0 \cdot 10^{-10}\text{ Am}^2$ bei $H = 0,8\text{ MA/m}$ bzw. $\pm 5,0 \cdot 10^{-10}\text{ Am}^2$ bei maximaler Feldstärke $H = 3,98\text{ MA/m}$ [31].

Das Magnetometer besteht aus einem Dewar-Gefäß, in das der sogenannte Sondenkopf eingelassen ist. Der Sondenkopf ist ein komplexes technisches Gebilde, das den Probenraum mit Schleuse und Transportvorrichtung, das Kühl- und Heizsystem, das SQUID, die supraleitende Spule und den Heliumfüllstandsanzeiger umfaßt. Das Heliumreservoir im Dewar-Gefäß hat ein Volumen von ungefähr 54 Litern .

Der Sondenkopf ist an ein rechnergestütztes Kontroll- und Regelmodul angeschlossen, das sämtliche Regelgrößen, wie Temperatur, Ströme, Magnetfeld und Heliumfluß einstellt. Das Meßprogramm des SQUIDs ermöglicht eine programmgesteuerte Durchführung einer oder mehrerer unterschiedlicher Meßreihen mittels einer leicht erlernbaren, proprietären Skriptsprache.

Das Meßverfahren eines SQUIDs beruht auf dem *Josephson-Effekt*. B. D. Josephson sagte im Jahr 1962 Tunnelübergänge von Cooper-Paaren zwischen zwei Supraleitern voraus. Der resultierende Strom I_{CP} zeigt eine periodische Abhängigkeit von der Feldstärke eines äußeren Magnetfeldes. Diese Abhängigkeit kann zur Messung der magnetischen Feldstärke benutzt werden.

Abschließend wird in der Abb. 4.2 noch der benutzte Rotatorprobenhalter vorgestellt. Die

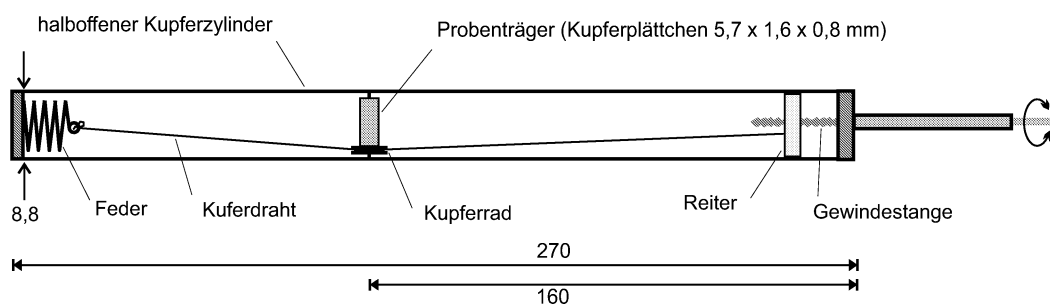


Abbildung 4.2: Rotatorprobenhalter ermöglicht die Drehung der Probe um 90° . Damit sind Magnetisierungsmessungen in planarer und polarer Geometrie möglich[32].

Probe wird mit Sekundenkleber auf dem Probenträger in der Mitte des halboffenen Kupferzylinders befestigt. An dem Probenträger befindet sich ein Kupferrad über das ein Draht läuft. Der Draht ist mit einem Reiter verbunden, der die Rotation der Gewindestange in

eine horizontale Translationsbewegung umsetzt und somit das Kupferrad mitsamt der Probe dreht. Damit der Draht am Kupferrad keinen Schlupf hat, wird er durch eine Feder auf Spannung gehalten.

4.3 Optische Nahfeldmikroskopie

Seit kurzem steht auch ein optisches Nahfeldmikroskop⁵ der Firma Topometrix zur Verfügung. Das optische Nahfeldmikroskop ist ein Rastersondenmikroskop, das für unsere Aufnahmen zur Topographie der Schichtsysteme zunächst nur als konventionelles Rasterkraftmikroskop betrieben worden ist. Das Funktionsprinzip beruht auf der van-der-Waals Wechselwirkung zwischen Sondenspitze und Probenoberfläche. Das Auflösungsvermögen hängt von den Abmessungen der Sonde bzw. der Sondenapertur (SNOM) und vom Abstand Sonde-Probe ab. Eine erste detailliertere Beschreibung der Prinzipien der Rastersondenmikroskopie findet sich in [33].

⁵Scanning Near-field Optical Microscopy (SNOM)

Kapitel 5

Experimentelle Ergebnisse

5.1 Einfachschichten

Vor dem Beginn der Herstellung komplizierterer Metall-Isolator-Zweifachschichten steht das Aufdampfen dünner Einfachschichten aus Fe und FeCl_2 . Die Abb. 5.1 zeigt ein Kleinwinkel-

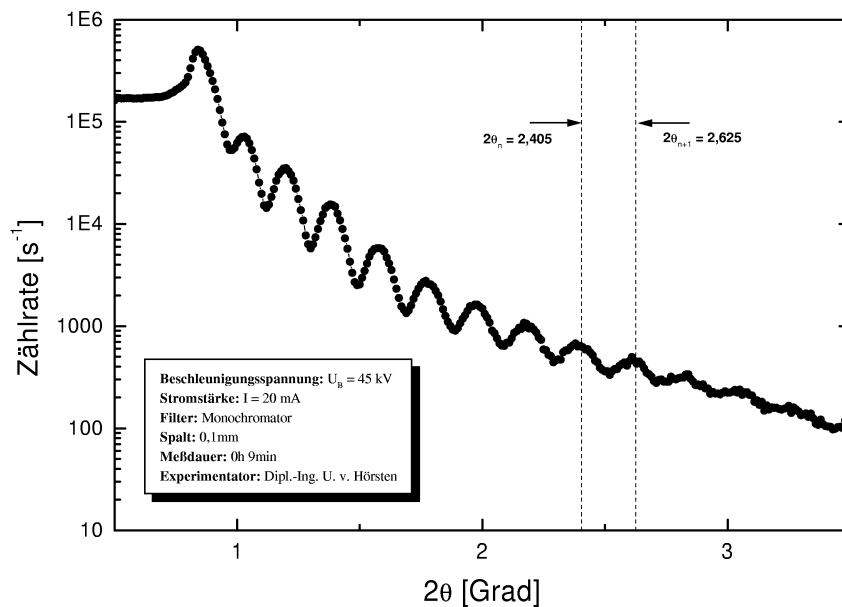


Abbildung 5.1: Kleinwinkeldiffraktogramm einer Fe-Schicht. Die Schichtdickenoszillationen sind deutlich zu erkennen. Aus dem Abstand zweier benachbarter Extrema ergibt sich nach der Bragg-Gleichung die Schichtdicke $d_{KW} = 40,1 \text{ nm}$.

diffraktogramm an einer Fe-Schicht, deren Dicke laut Schichtdickenmonitor $d_{SM} = 27,2$ nm beträgt. Die Zählrate pro Sekunde ist logarithmisch gegen den Winkel 2θ aufgetragen. Die Schichtdickenoszillationen sind bis zu Winkeln $2\theta < 3^\circ$ sehr gut zu erkennen und beweisen, daß das schlichte Substratmaterial – ein Objektträgerdeckglas – durchaus die nötige Ebenheit besitzt, die ein kristallines Aufwachsen von Fe mit homogener Dicke ermöglicht. Aus den Oszillationen der Kleinwinkelröntgenbeugung kann die tatsächliche Schichtdicke der Fe-Schicht bestimmt und mit den Werten des Schichtdickenmonitors verglichen werden. Die Gleichung (4.1) liefert für die in Abb. 5.1 durch gestrichelte senkrechte Linien markierten Maxima eine Schichtdicke von

$$d_{KW} = \frac{\lambda_{Cu, K\alpha}}{2 \cdot (\sin \theta_{n+1} - \sin \theta_n)} = \frac{1,539 \text{ \AA}}{2 \cdot (\sin 1,3125^\circ - \sin 1,2025^\circ)} \approx 40,1 \text{ nm.}$$

Aufgrund der schon zuvor in Unterabschnitt 4.1.1 erwähnten Verschiebung der Beugungsmaxima für Winkel $2\theta < 3^\circ$, ist es notwendig das Resultat mit der modifizierten Bragg-Gleichung zu korrigieren. Die tatsächliche Schichtdicke lautet dann

$$d_t = \frac{\lambda_{Cu, K\alpha}}{2 \cdot \left(\sqrt{\sin^2 \theta_{n+1} - 2\delta} - \sqrt{\sin^2 \theta_n - 2\delta} \right)} \approx 37,5 \text{ nm} \quad \text{mit} \quad \delta \approx 3 \cdot 10^{-5}.$$

Trotz der Korrektur weicht der Wert des Schichtdickenmonitors d_{SM} enorm von dem Resultat der Röntgenbeugung d_t ab. Der relative Fehler beträgt ca. 27,5%.

Neben der Schichtdickenbestimmung durch Kleinwinkelbeugung ist auch die Identifizierung und Charakterisierung des Probenmaterials durch Zuordnung einzelner, definierter Strukturpeaks im Weitwinkeldiffraktogramm von Interesse. Dies zeigt Abb. 5.2. Wiederum wird die Zählrate gegen den Winkel 2θ aufgetragen. Aufgrund der geringen Schrittweite des Winkels in $0,01^\circ$ -Schritten liegen die Punkte im betrachteten Winkelintervall $30^\circ < 2\theta < 100^\circ$ sehr dicht. Beim Winkel $2\theta = 44,84^\circ$ ist ein deutliches Maximum erkennbar. Diesem Maximum kann zweifelsfrei der (110)-Reflex des Eisens zugeordnet werden, so daß das Material – wie nicht anders zu erwarten war – als Fe identifiziert werden kann. Sowohl die Kleinwinkel- als auch die Weitwinkelröntgenbeugung ist somit an unseren metallischen Einfachschichten erfolgreich durchführbar.

Dieselben Analysen an einer laut Schichtdickenmonitor 92,6 nm dicken FeCl_2 -Schicht schlagen hingegen fehl. Die Kleinwinkelmessung zeigt keinerlei Oszillationen und im Weitwinkeldiffraktogramm finden sich keine ausgeprägten Peaks, die eine Identifizierung des Materials ermöglichen. Offensichtlich reagiert das stark hygroskopische FeCl_2 sofort mit dem Wasserdampf in der Luft und verändert durch diese Reaktion seine kristalline Struktur. Diese Vermutung wird auch durch die Beobachtung bestätigt, wonach die FeCl_2 -Schicht im Hochvakuum der Aufdampfanlage nahezu transparent ist, während sie sich unmittelbar nach dem Brechen des Vakuums innerhalb weniger Minuten milchig weiß verfärbt. Selbst

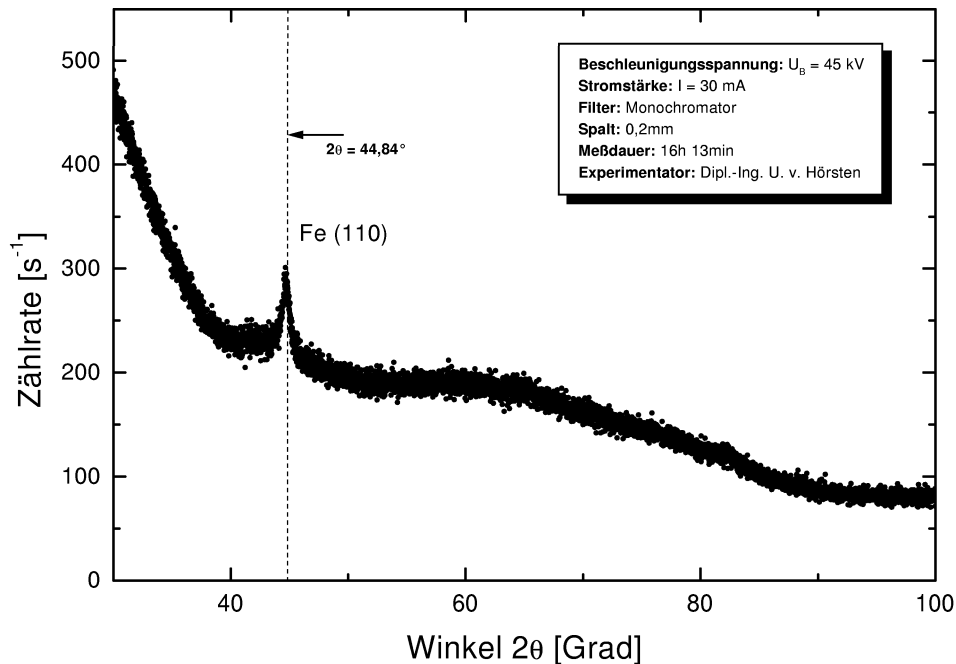


Abbildung 5.2: Weitwinkeldiffraktogramm der Fe-Schicht. Die Übereinstimmung des Maximums bei $2\theta = 44,84^\circ$ mit der theoretisch berechneten Position des (110)-Reflexes identifiziert das Probenmaterial eindeutig als Fe. Die Beugung findet an den (110)-Netzebenen statt.

der geschützte Transport in einem Exiccator ist hier wenig erfolgversprechend, da die Probe beispielsweise während einer Weitwinkelmessung in der Röntgenanlage stets mehrere Stunden der Atmosphäre ausgesetzt ist.

5.2 Metall-Isolator-Heteroschichten

5.2.1 FeCl₂/Fe-Zweifachschichten

5.2.1.1 Röntgenbeugung

Um die FeCl₂-Einfachschicht vor der Atmosphäre zu schützen und somit eine Charakterisierung mittels Röntgenbeugung zu ermöglichen, liegt es nahe, sie mit einer metallischen Schutzschicht zu versehen. An dieser Stelle ist aber bereits deutlich darauf hinzuweisen,

daß die Fe-Schicht nicht nur zum Schutz der Eisenhalogenide aufgedampft wird, sondern als ferromagnetische Schicht für die Untersuchung des Exchange-Bias an einem AF/FM-Schichtsystem natürlicherweise unabdingbar ist.

Das Weitwinkeldiffraktogramm einer $\text{FeCl}_2(90\text{ nm})/\text{Fe}(4\text{ nm})$ -Zweifachschicht zeigt Abb. 5.3. In dem Diagramm sind trotz Schutzschicht keine Reflexe des FeCl_2 zu erkennen, selbst der

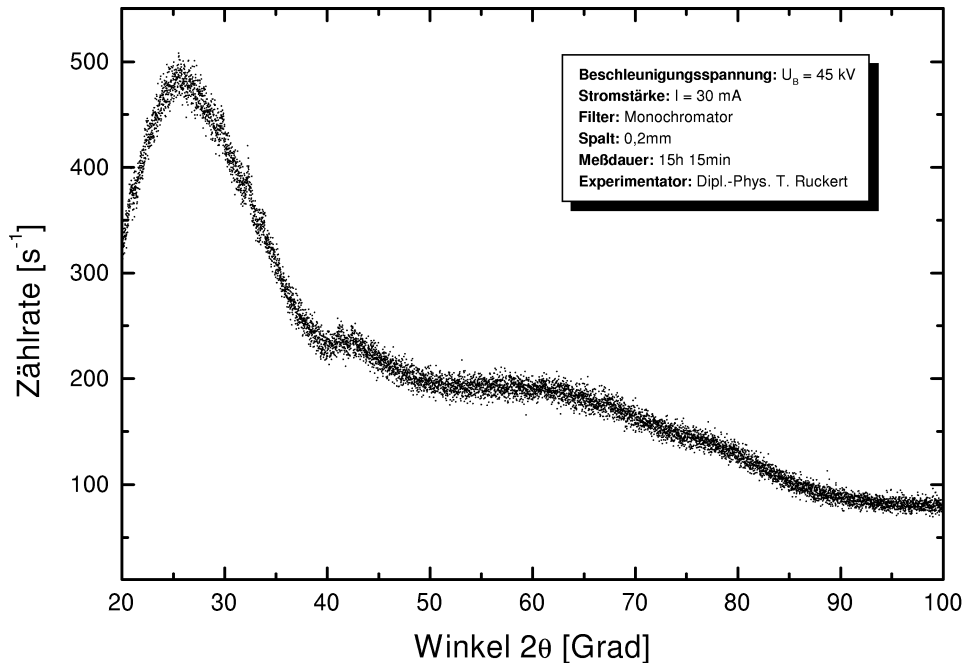


Abbildung 5.3: Weitwinkeldiffraktogramm einer $\text{FeCl}_2(90\text{ nm})/\text{Fe}(4\text{ nm})$ -Zweifachschicht. Es bilden sich keine Röntgenreflexe aus. Das Diffraktogramm zeigt lediglich den Untergrund und für kleine Winkel das breite Maximum des amorphen Glassubstrats.

Fe-Reflex aus Abb. 5.2 reproduziert sich nicht. Deshalb kann davon ausgegangen werden, daß das FeCl_2 unter den bisherigen Bedingungen nicht kristallin aufwächst, eine sehr rauhe Oberfläche besitzt und dem Eisen bei der folgenden Deposition diese Oberflächenrauigkeit aufprägt, so daß Röntgenbeugung an der Fe-Schicht, die zuvor beim Aufdampfen auf einem ebenen Substrat möglich gewesen ist, nunmehr unmöglich ist.

Tatsächlich besitzen FeCl_2 -Schichten, die durch Deposition aus der Gasphase entstehen im Temperaturbereich zwischen 60 K und 350 K eine amorphe Zwischenphase, die durch Tempern bei Temperaturen oberhalb 350 K bis hin zu 800 K in eine kristalline Phase überführt werden kann[23]. Deshalb ist der Einbau einer Halogenlampe und zweier Thermoelemente

in die Hochvakuumkammer notwendig geworden. Sie ermöglichen das Tempern des Substrats und dessen ständige Temperaturkontrolle auch während des Aufdampfprozesses. Des weiteren schützt die 4 nm dicke Fe-Schicht das FeCl_2 nicht ausreichend, denn nach der Entnahme aus der Röntgenanlage ist die Probe deutlich verfärbt. Aus diesem Grund ist die Erhöhung der Fe-Schichtdicke sinnvoll. Die zeitliche strukturelle Veränderung der Metall-Isolator-Zweifachschichten verdeutlichen auch die Rasterkraftmikroskopaufnahmen an einer FeBr_2/Fe -Zweifachschicht am Ende dieses Kapitels, bei denen die Schutzschicht wesentlich dicker gewesen ist.

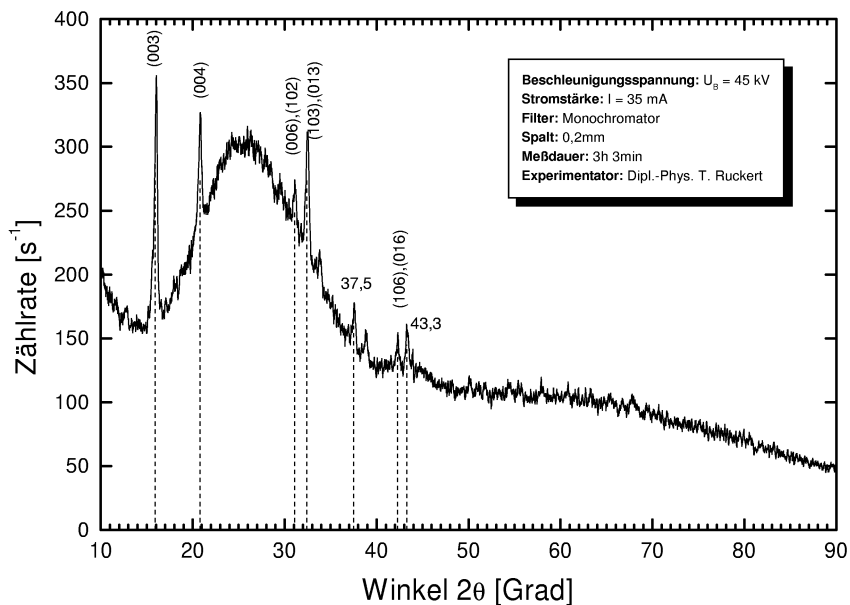


Abbildung 5.4: Weitwinkeldiffraktogramm einer $\text{FeCl}_2(330 \text{ nm})/\text{Fe}(15 \text{ nm})$ -Zweifachschicht. Auf dem Untergrund des amorphen Glassubstrats sind deutliche Intensitätsmaxima erkennbar. Die Kurve ist durch Mittelung eines jeden Meßpunkts über seine 10 nächsten Nachbarn geglättet. Die Identifizierung der Röntgenreflexe beruht auf den Aussagen in Kap. 6.1.1.

Das relativ starke Rauschen der Zählrate zeigt sich an der Breite des Kurvenverlauf in Abb. 5.2 und 5.3. Auf eine Glättung der Kurven durch Mittelung über nächste Nachbarn ist hier bewußt verzichtet worden.

Die Kleinwinkelröntgenaufnahme zeigt keine Schichtdickenszillation. Ein weiterer Hinweis auf eine unbefriedigende Schichtqualität. Im Rahmen dieser Diplomarbeit können bei allen weiteren Kleinwinkelröntgendiffraktogrammen keine Schichtdickenszillationen an Schichtsystemen beobachtet werden, an denen ein Eisenhalogenid beteiligt ist. Daher ist eine Ka-

librierung oder Korrektur der Schichtdickenangaben, die der Schichtdickenmonitor liefert, nicht möglich. Im folgenden beziehen sich die Angaben der Schichtdicke immer auf die gemessenen Werte des Schichtdickenmonitors.

Als Konsequenz aus diesen Erfahrungen ist eine weitere FeCl_2/Fe -Zweifachschicht präpariert worden. Bei einer Substrattemperatur von $T_s = 495 \text{ K}$ sind 330 nm FeCl_2 mit einer mittleren Aufdampftrate von $v = 0,35 \text{ nm s}^{-1}$ aufgedampft worden. Nach zwanzig Minuten ist das Tempern beendet und die FeCl_2 -Schicht wird mit 15 nm Fe bedeckt. Nun sind im Weitwinkelröntgendiffraktogramm dieser Schicht in Abb. 5.4 deutlich mehrere Intensitätsmaxima zu erkennen. Die Berechnung der Positionen der Röntgenreflexe für das FeCl_2 und die Identifikation der einzelnen Maxima in Abb. 5.4 wird im nächsten Kapitel durchgeführt und diskutiert. Eine detaillierte Behandlung führt hier zu weit, da zum einen die Berechnung umfangreich, und zum anderen eine genaue Charakterisierung des Schichtsystems nur in Zusammenhang mit den Ergebnissen der magnetometrischen SQUID-Messungen von Interesse ist. Deshalb soll nun das Augenmerk auf die magnetischen Eigenschaften derartiger Schichtsysteme gerichtet werden.

5.2.1.2 Magnetisierungsmessungen

Alle SQUID-Messungen an der $\text{FeCl}_2(330 \text{ nm})/\text{Fe}(15 \text{ nm})$ -Zweifachschicht finden in polarer Geometrie statt, d. h., das äußere magnetische Feld H_a steht parallel zum Normalvektor der Schicht. Abb. 5.5 veranschaulicht die Ergebnisse der interessantesten Messungen. Im Diagramm ist das gesamte magnetische Moment m der Probe gegen das äußere Magnetfeld H_a aufgetragen. Die drei Kurven im Diagramm entsprechen drei Hysteresen, die für die Feldstärkebereiche $|H_a| < 0,04 \text{ MA m}^{-1}$ (Rauten), $|H_a| < 0,08 \text{ MA m}^{-1}$ (Dreiecke) und $|H_a| < 0,12 \text{ MA m}^{-1}$ (Kreise) abgefahren werden. Dabei variiert das Magnetfeld in Schritten $\Delta H_a = 2 \cdot 10^{-3} \text{ MA m}^{-1}$ und durchläuft für jede Meßreihe nacheinander die Werte 0 , $H_{a,max}$, $H_{a,min} = -H_{a,max}$ bis wiederum hin zu $H_{a,max}$.

Vor dem Beginn jeder Messung wird die Probe von einer Temperatur $T_1 = 50 \text{ K}$ weit oberhalb der Néel-Temperatur des FeCl_2 auf die Temperatur $T_2 = 10 \text{ K}$ unterhalb T_N im Nullfeld abgekühlt.

Nach den Einzelmessungen am Schichtsystem baut man die Probe aus und führt unter gleichen Bedingungen die Meßreihen für ein gleich großes Stück Substratmaterial nochmals durch. Aus diesen Messungen erhält man dann das magnetische Moment des Substrats und subtrahiert es von dem magnetischen Moment der Probe. Die derart korrigierten Meßergebnisse sind in dem Inset in Abb. 5.5 dargestellt.

Alle Kurven zeigen eine deutliche Hysterese. Dieser Hystereseeffekt wächst mit der Grö-

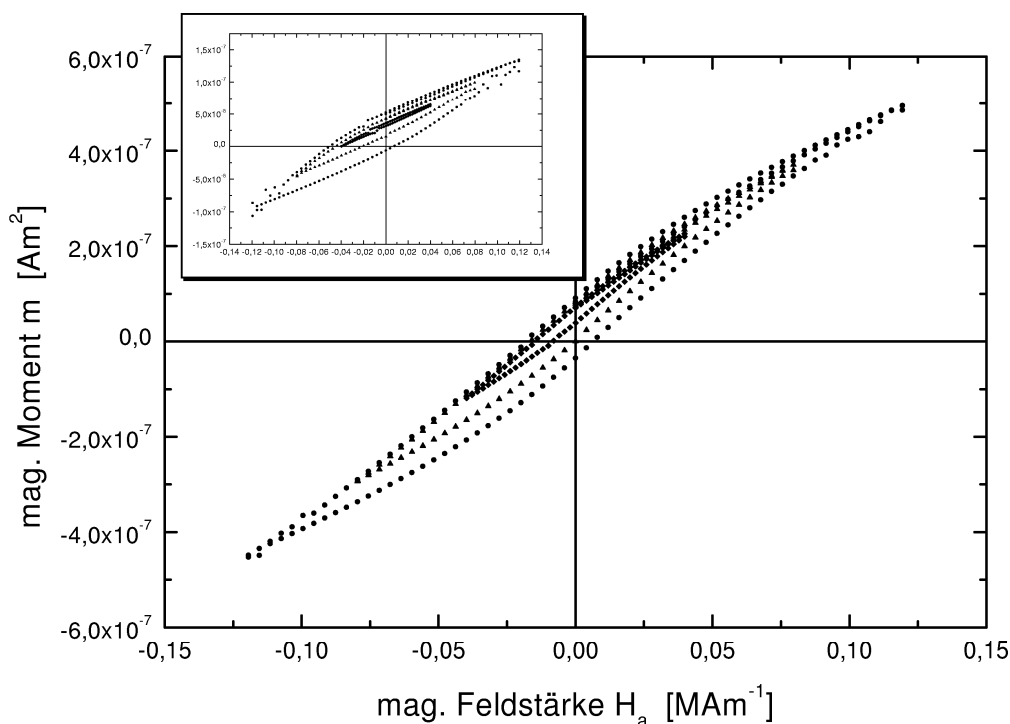


Abbildung 5.5: Das magnetische Moment m einer $\text{FeCl}_2(330\text{ nm})/\text{Fe}(15\text{ nm})$ -Zweifachschicht in Abhängigkeit vom äußeren Feld H_a bei Nullfeldkühlung von 50 K auf 10 K . $|H_a| < 0,04\text{ MA m}^{-1}$ (Rauten), $|H_a| < 0,08\text{ MA m}^{-1}$ (Dreiecke) und $|H_a| < 0,12\text{ MA m}^{-1}$ (Kreise). Das Inset zeigt die mit Hilfe der Substratmessungen bereinigten Resultate.

ße des durchfahrenen Feldstärkebereichs und wird durch die ferromagnetische Fe-Schicht hervorgerufen. Die Tatsache, daß nur für $|H_a| < 0,12\text{ MA m}^{-1}$ (Kreise) der Koordinatenursprung innerhalb des von der Hysterese umschlossenen Gebiets liegt, die Remanenz aber für alle drei Kurven fast identisch ist, weist darauf hin, daß immer nur eine partielle bzw. eine Teilhysterese gemessen worden ist.

Um in den Sättigungsbereich des Eisens zu gelangen, sind in polarer Geometrie Feldstärken der Größe $H_s \approx 1,76\text{ MA m}^{-1}$ notwendig, da sich bei dünnen Fe-Schichten die magnetischen Momente des Eisens leichter in der Ebene ausrichten. Geht man davon aus, daß der Basisvektor \mathbf{h}_3 (siehe Abb. 2.2) und damit die antiferromagnetische Ordnung des FeCl_2 im Schichtsystem parallel zum Magnetfeld liegt, so wird bei Magnetfeldern in der Größenordnung der Sättigungsfeldstärke H_s gerade diese antiferromagnetische Ordnung durch einen Spin-Flip zerstört. Dies geht aus dem magnetischen Phasendiagramm des FeCl_2 (Abb. 2.3) hervor.

Deshalb ist zum Nachweis des Exchange-Bias die Verwendung eines Antiferromagneten wie FeBr_2 geeigneter, da der Antiferromagnetismus bei diesem Eisenhalogenid (siehe Abb. 2.5) bei Temperaturen $T < 12\text{ K}$ und magnetischen Feldstärken von bis zu $2,0\text{ MA m}^{-1}$ erhalten bleibt. Somit können bei FeBr_2/Fe -Zweifachschichten Felder in der Größenordnung der Sättigungsfeldstärke von Fe eingestellt werden, ohne den Antiferromagnetismus und damit die Grenzflächeneffekte zu zerstören.

Da sich die magnetischen Momente bei dünnen Fe-Schichten infolge von Formanisotropie leichter planar ausrichten (leichte Ebene), ist es sinnvoll, das Magnetfeld sowohl polar (senkrecht) zur Schichtebene, als auch planar (parallel) dazu anlegen zu können. Deshalb ist bei den folgenden Messungen im SQUID ein Rotatorprobenhalter verwendet worden, der Messungen in beiden Geometrien ermöglicht.

5.2.2 FeBr_2/Fe -Zweifachschichten

Um den Exchange-Bias nachweisen zu können, findet nun aus zuvor erwähnten Gründen das Eisenhalogenid FeBr_2 Anwendung. Dazu wird im Hochvakuum ($p \approx 1,5 \cdot 10^{-6}\text{ mbar}$) bei einer Substrattemperatur von $T = 560\text{ K}$ eine 35 nm dicke FeBr_2 -Schicht aufgedampft, die anschließend bei gleicher Temperatur dreißig Minuten getempert wird. Die Deposition von 17 nm Fe findet erst nach dem Abkühlen statt.

5.2.2.1 Röntgenbeugung

Auch von dieser Schicht sind die obligatorischen Kleinwinkel- und Weitwinkelröntgendiffraktogramme erstellt worden. Das Kleinwinkeldiffraktogramm ermöglicht zwar keine Schichtdickenbestimmung durch Analyse der Schichtdickenoszillationen, zeigt aber im Gegensatz zu den Messungen an den anderen Metall-Eisenhalogenid-Zweifachschichten als einzige Messung wenigstens ein Maximum. Dies ist ein erster Hinweis auf eine verbesserte Schichtqualität.

Im Weitwinkeldiffraktogramm dieser Schicht sind ebenfalls deutliche Strukturpeaks zu erkennen. Die folgende Abb. 5.6 zeigt jedoch das Diffraktogramm einer anderen FeBr_2/Fe -Zweifachschicht, das rauschärmer ist und die Strukturpeaks wesentlich deutlicher erkennen läßt, obwohl letztere auch sämtlich im Diffraktogramm der $\text{FeBr}_2(35\text{ nm})/\text{Fe}(17\text{ nm})$ -Zweifachschicht erkennbar sind. Die Diskussion dieser Ergebnisse erfolgt ebenfalls erst im folgenden Kapitel.

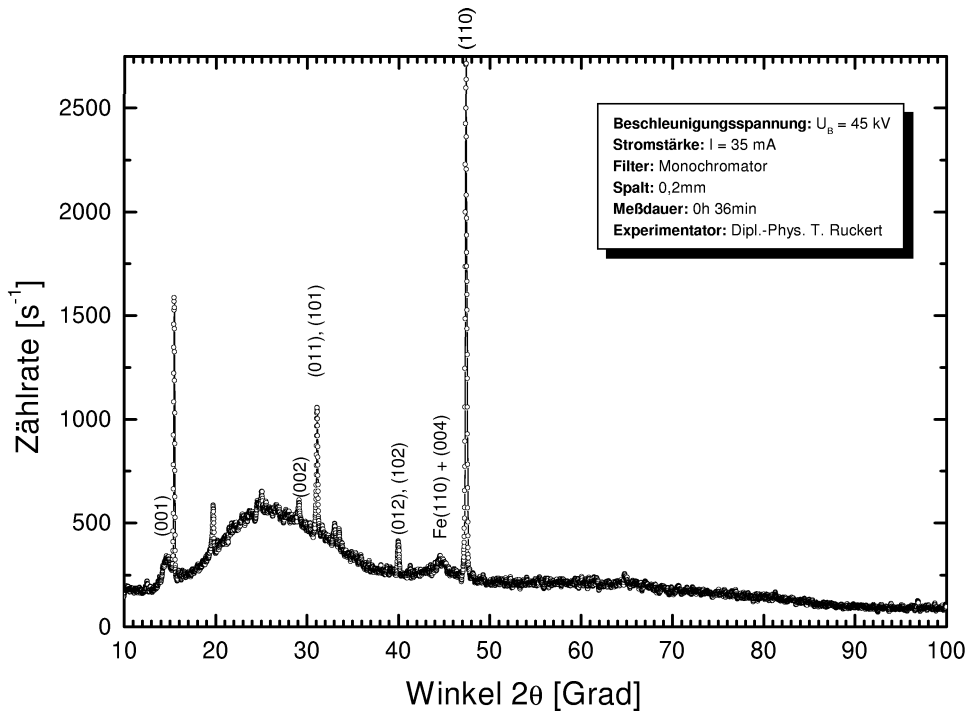


Abbildung 5.6: Weitwinkeldiffraktogramm einer $\text{FeBr}_2(300\text{ nm})/\text{Fe}(40\text{ nm})$ -Zweifachschicht. Aufdampftemperatur $T = 588,7\text{ K}$. Glättung durch Mittelung über 5 nächste Nachbarmesspunkte.

5.2.2.2 Magnetisierungsmessungen

Alle magnetometrischen Messungen werden an der $\text{FeBr}_2(35\text{ nm})/\text{Fe}(17\text{ nm})$ -Zweifachschicht durchgeführt. Bei den Hysteresen in den Abbildungen 5.7–5.10 ist darauf zu achten, daß nicht die Magnetisierung M , sondern jeweils das magnetische Gesamtmoment m der Probe in Abhängigkeit vom äußeren Magnetfeld H_a aufgetragen worden ist. Die Magnetisierung der Zweifachschicht läßt sich dann unter Verwendung der Definitionsgleichung $M = m/V$ berechnen. Handelt es sich bei m um Werte, die mittels der Substratmessungen korrigiert worden sind, so lautet das Schichtvolumen $V = d \cdot A$ mit der Gesamtschichtdicke $d = 52\text{ nm}$ und der Substratfläche $A = a \cdot b$. Die Kantenlängen dieser rechteckigen Fläche lauten $a = 2,45\text{ mm}$ und $b = 4,10\text{ mm}$.

Jede Abbildung zeigt die Hysterese des Schichtsystems bei einer bestimmten Temperatur T unterhalb der Néel-Temperatur des FeBr_2 von $T_N = 14,1\text{ K}$. Auf diese Temperatur kühlt man die Probe im Nullfeld ab und variiert das Magnetfeld im Bereich $|H_a| < 2,0\text{ MA m}^{-1}$

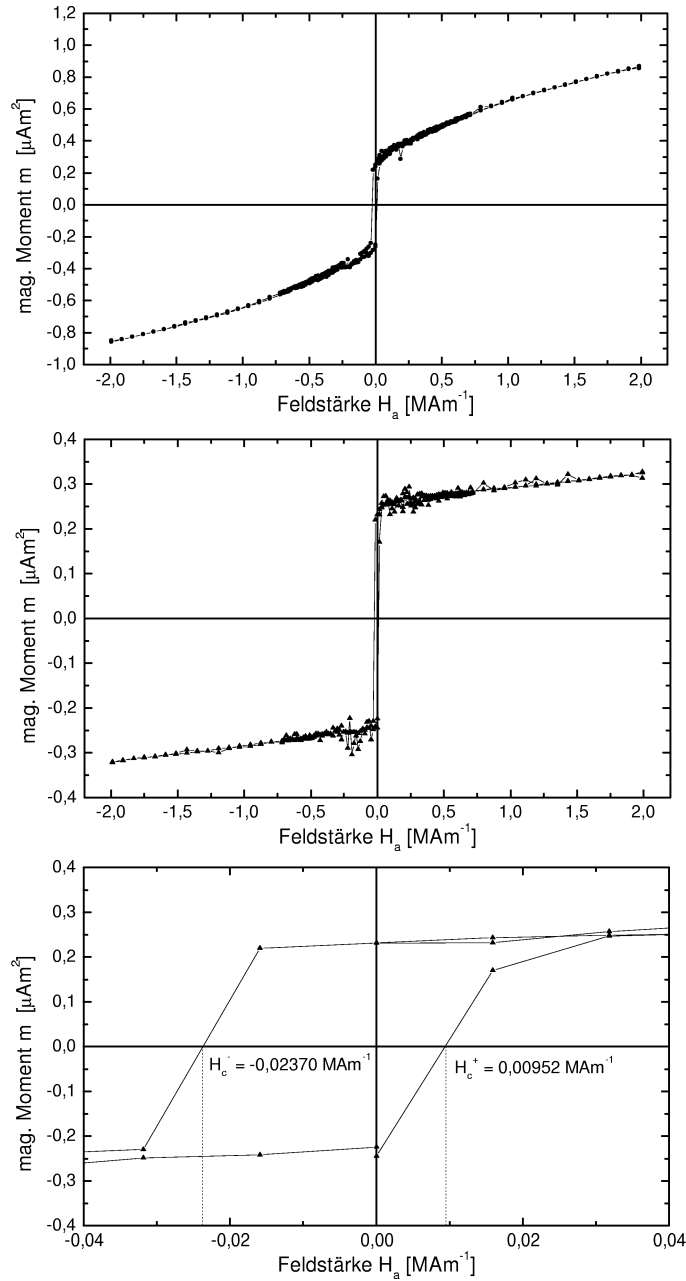


Abbildung 5.7: Hysterese $m = m(H_a)$ einer $\text{FeBr}_2(35 \text{ nm})/\text{Fe}(17 \text{ nm})$ -Zweifachschicht bei $T = 4,5 \text{ K}$ und Nullfeldkühlung in planarer Geometrie (oben), ohne Substratbeitrag (Mitte). Der Bereich der Koerzitivfeldstärken H_c^\pm aus dem mittleren Diagramm ist nochmals vergrößert dargestellt (unten).

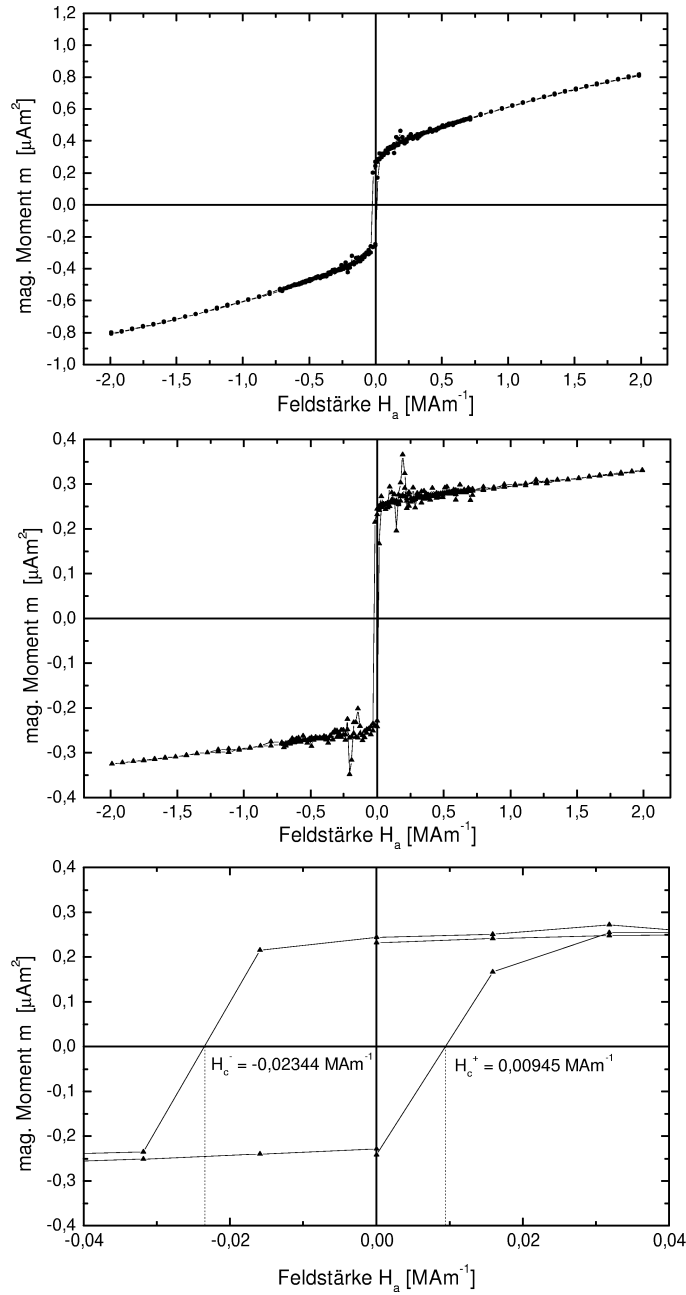


Abbildung 5.8: Hysterese $m = m(H_a)$ einer $\text{FeBr}_2(35 \text{ nm})/\text{Fe}(17 \text{ nm})$ -Zweifachschicht bei $T = 7,0 \text{ K}$ und Nullfeldkühlung in planarer Geometrie (oben), ohne Substratbeitrag (Mitte). Der Bereich der Koerzitivfeldstärken H_c^\pm aus dem mittleren Diagramm ist nochmals vergrößert dargestellt (unten).

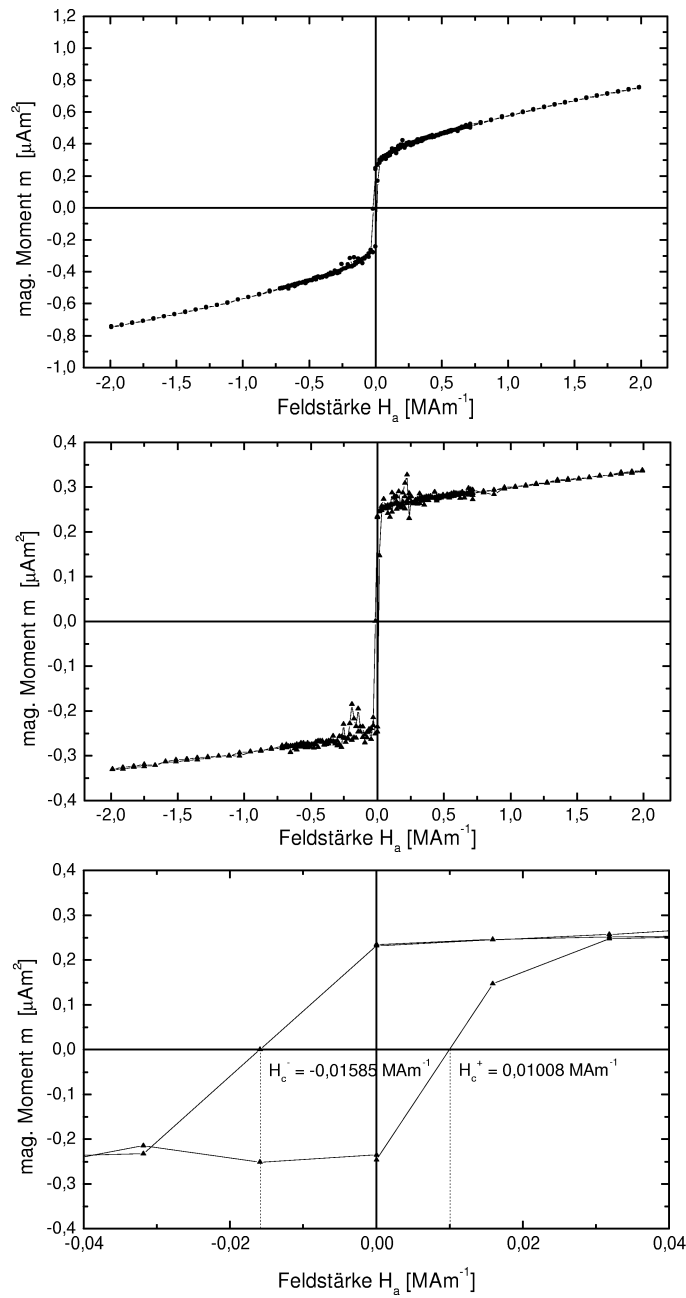


Abbildung 5.9: Hysterese $m = m(H_a)$ einer $\text{FeBr}_2(35 \text{ nm})/\text{Fe}(17 \text{ nm})$ -Zweifachschicht bei $T = 11,0 \text{ K}$ und Nullfeldkühlung in planarer Geometrie (oben), ohne Substratbeitrag (Mitte). Der Bereich der Koerzitivfeldstärken H_c^\pm aus dem mittleren Diagramm ist nochmals vergrößert dargestellt (unten).

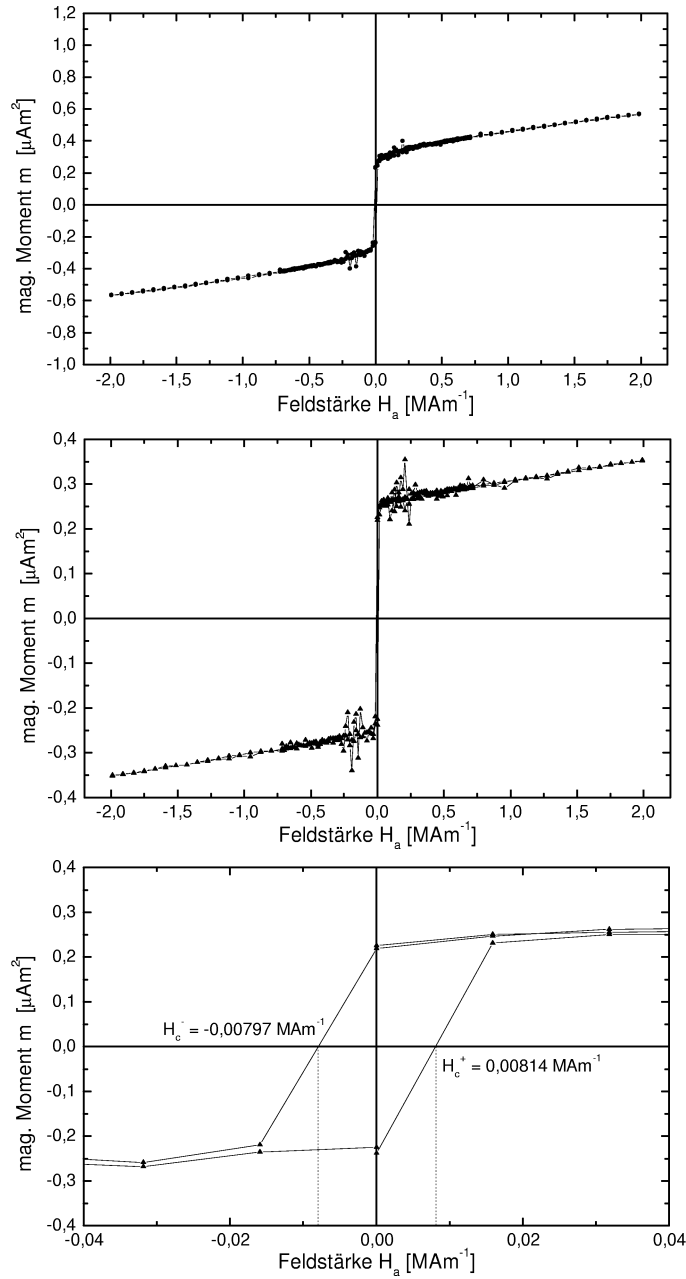


Abbildung 5.10: Hysterese $m = m(H_a)$ einer $\text{FeBr}_2(35 \text{ nm})/\text{Fe}(17 \text{ nm})$ -Zweifachschicht bei $T = 30,0 \text{ K}$ und Nullfeldkühlung in planarer Geometrie (oben), ohne Substratbeitrag (Mitte). Der Bereich der Koerzitivfeldstärken H_c^\pm aus dem mittleren Diagramm ist nochmals vergrößert dargestellt (unten).

mit einer Schrittweite

$$\Delta H_a = \begin{cases} 0,016 \text{ MAm}^{-1} & : |H_a| < 0,72 \text{ MAm}^{-1} \\ 0,080 \text{ MAm}^{-1} & : \text{sonst} \end{cases}.$$

Die Meßpunkte werden also für kleine Felder dichter gesetzt, insbesondere für den Bereich in der Nähe des Koordinatenursprungs, weil dort die Koerzitivfeldstärken H_c^+ und H_c^- bestimmt werden, an deren Verschiebung sich der Exchange-Bias-Effekt manifestiert. Das äußere Magnetfeld liegt parallel zur Schichtebene. Die Probe befindet sich in der sogenannten planaren Geometrie.

Für jede der Temperaturen 4,5 K, 7,0 K, 11,0 K und 30,0 K sind in den einzelnen Abbildungen 5.7–5.10 jeweils drei Diagramme dargestellt. Das obere Diagramm zeigt die unkorrigierten Meßdaten. Das magnetische Moment ist damit die Summe aus den Beiträgen des Substrats und des Schichtsystems. In den mittleren Diagrammen ist der Beitrag des Substrats subtrahiert worden, was sich in den wesentlich geringeren Signalstärken äußert. Für kleine Feldstärken wird durch die Korrektur mit Hilfe unabhängiger anschließend durchgeführter Substratmessungen ein geringes Rauschen in die Messung hineingetragen, was sich aber bei der Bestimmung der positiven bzw. negativen Koerzitivfeldstärken H_c^\pm kaum störend auswirkt. Zu diesem Zweck ist in den unteren Diagrammen nochmals der interessante Bereich nahe des Koordinatenursprungs stark vergrößert angezeigt. Aus den ermittelten Werten für H_c^+ und H_c^- läßt sich das Austauschfeld H_E (siehe Abb. 2.6) nach folgender Formel berechnen

$$H_E = \frac{1}{2} (H_c^+ + H_c^-).$$

Die ermittelten Werte sind in der Tabelle zusammengefaßt:

Austauschfeld H_E in planarer Geometrie (Kühlen im Nullfeld)			
T [K]	H_c^- [MAm $^{-1}$]	H_c^+ [MAm $^{-1}$]	H_E [MAm $^{-1}$]
4,5	-0,02370	0,00952	$-7,09 \cdot 10^{-3}$
7,0	-0,02344	0,00945	$-7,00 \cdot 10^{-3}$
11,0	-0,01585	0,01008	$-2,89 \cdot 10^{-3}$
30,0	-0,00797	0,00814	$0,09 \cdot 10^{-3}$

Dort ist die kontinuierliche Abnahme des Betrags des Austauschfelds $|H_E|$ mit steigender Temperatur sehr schön zu erkennen. Bei $T = 30$ K oberhalb der Néel-Temperatur verschwindet H_E erwartungsgemäß fast vollständig, da das FeBr₂ bei dieser Temperatur paramagnetisch ist und die AF/FM-Kopplung an der Grenzfläche nicht mehr besteht. Es

kann dann auch kein Exchange-Bias mehr auftreten. Die Temperaturabhängigkeit des Austauschfelds H_E wird in Abb. 5.11 graphisch veranschaulicht. Dabei repräsentiert die Ordinate das negative Austauschfeld $-H_E$ und die Abszisse die Temperatur T mit den Werten aus obiger Tabelle. Die Punkte zeigen keinen linearen Verlauf, sondern der Betrag des Aus-

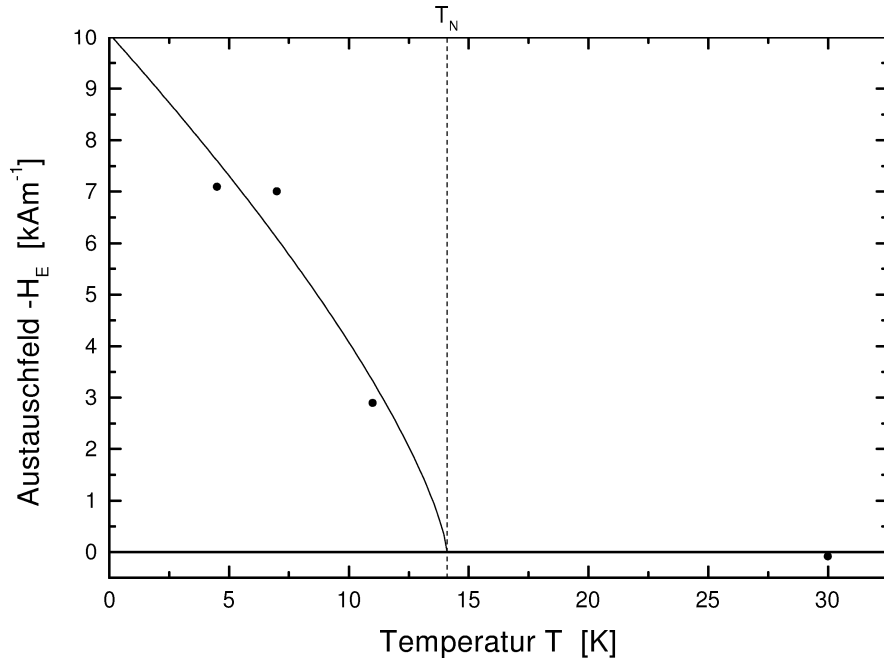


Abbildung 5.11: Austauschfeld $-H_E$ in Abhängigkeit von der Temperatur bei planarer Geometrie (Kreise). Die Kurve stellt einen Fit mit $H_E = a(T_N - T)^b$ dar ($a = 1,45 \cdot 10^{-3}$, $b = 0,73$), [H_E] = kA/m).

tauschfelds nimmt offenbar für kleinere Temperaturen langsamer ab als in der Nähe der Néel-Temperatur von $T_N = 14,1$ K. Für $T > T_N$ muß das Austauschfeld H_E verschwinden. Der Meßwert bei 30 K bestätigt diese Aussage und die Hysterese in Abb. 5.10 liegt dementsprechend fast symmetrisch zum Koordinatenursprung.

Die durchgezogene Linie in Abb. 5.11 entspricht einem Fit der übrigen Daten mit dem Ansatz $H_E = a(T_N - T)^b$ unter der Randbedingung $H_E(T_N) = 0$. Die Parameter nehmen die Werte $a = 1,45 \cdot 10^{-3}$ und $b = 0,73$ an. Für den antiferromagnetischen Ordnungsparameter η gilt $\eta \propto |T - T_N|^\beta$ mit dem Ordnungsparameter $\beta = 0,325$ des 3d-Ising-Antiferromagneten. Mit $b \approx 2\beta = 0,65$ liegt nun die Vermutung nahe, daß sich das Austauschfeld mit dem Quadrat des antiferromagnetischen Ordnungsparameters η^2 ändert. Da diesem Fit nur drei Meßwerte zugrunde liegen, ist diese Aussage allerdings nur unter Vorbehalt zu treffen. Wünschenswert wären noch weitere Meßreihen mit Temperaturen knapp unterhalb T_N , die diese

Vermutung untermauern.

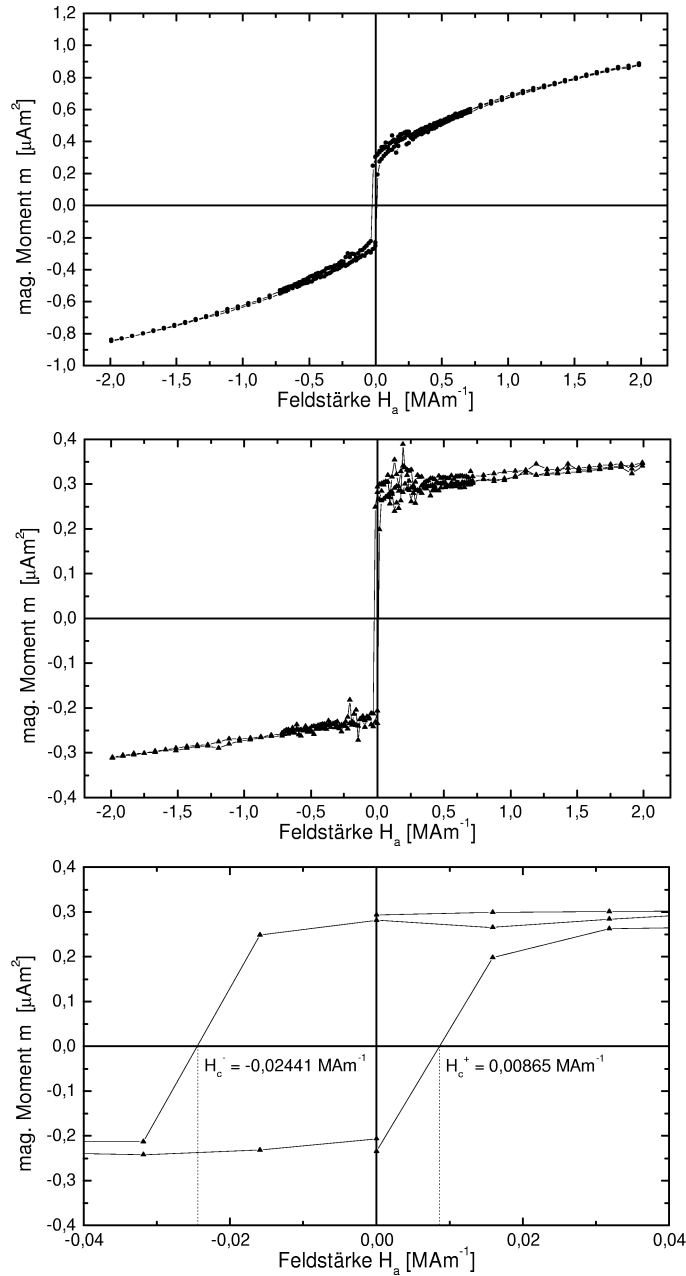


Abbildung 5.12: Hysterese $m = m(H_a)$ einer $\text{FeBr}_2(35 \text{ nm})/\text{Fe}(17 \text{ nm})$ -Zweifachschicht bei $T = 4,5 \text{ K}$ und Feldkühlen mit $H = 3,2 \text{ MAmpere}^{-1}$ in planarer Geometrie (oben), ohne Substratbeitrag (Mitte). Der Bereich der Koerzitivfeldstärken H_c^\pm aus dem mittleren Diagramm ist nochmals vergrößert dargestellt (unten).

Um herauszufinden, ob Feldkühlen der Probe auf den beobachteten Exchange-Bias-Effekt Auswirkungen hat, ist nunmehr während des Abkühlvorgangs ein Magnetfeld der Stärke $H = 3,2 \text{ MA m}^{-1}$ eingespeist worden. Die Ergebnisse für die Koerzitivfeldstärken H_c und das Austauschfeld H_E sind wiederum in einer Tabelle dargestellt. Die Abbildung 5.12 veranschaulicht die Meßdaten exemplarisch für die Temperatur $T = 4,5 \text{ K}$. Auf die Darstellung der Meßdaten für die Temperaturen $7,0 \text{ K}$, $11,0 \text{ K}$ und $30,0 \text{ K}$ ist hier aus Gründen der Übersichtlichkeit und des Umfangs verzichtet worden.

Austauschfeld H_E in planarer Geometrie			
(Kühlen im Feld $H = 3,2 \text{ MA m}^{-1}$)			
T [K]	H_c^- [MA m^{-1}]	H_c^+ [MA m^{-1}]	H_E [MA m^{-1}]
4,5	-0,02441	0,00865	$-7,88 \cdot 10^{-3}$
7,0	-0,02315	0,00899	$-7,08 \cdot 10^{-3}$
11,0	-0,01282	0,00996	$-1,43 \cdot 10^{-3}$
30,0	-0,00797	0,00837	$0,2 \cdot 10^{-3}$

Auch beim Feldkühlen der Probe ist das Austauschfeld H_E deutlich zu beobachten. Der Vergleich mit den Werten bei Nullfeldkühlen liefert aber keine tendenzielle Abweichung. Die entsprechenden Werte weichen zwar mal nach oben, mal nach unten ab, liegen jedoch immer in derselben Größenordnung. Hieraus kann man schließen, daß das Feldkühlen offensichtlich bei dieser Probe keinen nennenswerten Einfluß auf den beobachteten Exchange-Bias-Effekt hat.

Wie sieht es jedoch mit dem Einfluß der Probenorientierung zum äußeren Magnetfeld H_a aus? Hierzu ist die Probe um 90° gedreht worden. Die Abbildung 5.13 zeigt wie zuvor, jedoch unter Verzicht auf die korrigierten Daten, die Magnetisierungsmessung für $T = 4,5 \text{ K}$ nach Feldkühlen mit $H = 3,2 \text{ MA m}^{-1}$. Im Gegensatz zu allen anderen Messungen sind in polarer Geometrie die Koerzitivfeldstärken H_c^\pm aus den unkorrigierten Daten bestimmt worden, da aufgrund der Korrektur durch die Substratmessungen ein starkes Rauschen des magnetischen Gesamtmoments in die Rohdaten hineingetragen wird und somit die Bestimmung der Koerzitivfeldstärken erheblich verfälscht würde. Das untere Diagramm zeigt nun den vergrößerten Ausschnitt der ursprünglichen Meßdaten. Die Ergebnisse der weiteren Messungen sind in der folgenden Tabelle aufgelistet.

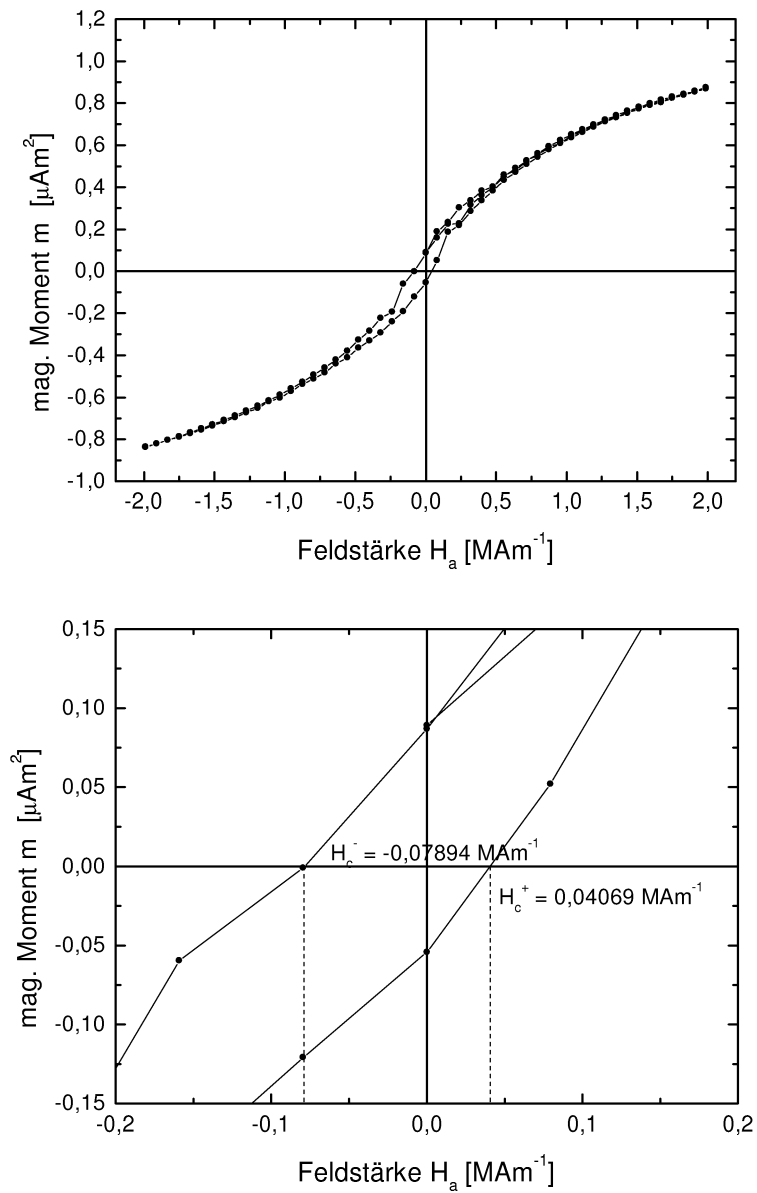


Abbildung 5.13: Hysterese $m = m(H_a)$ einer $\text{FeBr}_2(35 \text{ nm})/\text{Fe}(17 \text{ nm})$ -Zweifachschicht bei $T = 4,5 \text{ K}$ und Feldkühlen mit $H = 3,2 \text{ MA m}^{-1}$ in polarer Geometrie (oben). Der Bereich der Koerzitivfeldstärken H_c^\pm aus dem oberen Diagramm ist nochmals vergrößert dargestellt (unten).

Austauschfeld H_E in polarer Geometrie (Kühlen im Feld $H = 3,2 \text{ MA m}^{-1}$)				
T [K]	H_c^- [MAm $^{-1}$]	H_c^+ [MAm $^{-1}$]	H_E [MAm $^{-1}$]	
4,5	-0,07894	0,04069	$-19,12 \cdot 10^{-3}$	
7,0	-0,06039	0,03212	$-14,14 \cdot 10^{-3}$	
11,0	-0,04668	0,02784	$-9,42 \cdot 10^{-3}$	
30,0	-0,02355	0,02241	$-0,57 \cdot 10^{-3}$	

Die Abhängigkeit des Austauschfeldes H_E von der Temperatur ist offenbar auch in polarer Geometrie beobachtbar. In Analogie zum Verhalten in planarer Geometrie (Abb. 5.11) zeigt auch hier H_E entsprechend dem Fit in Abbildung 5.14 dieselbe Abhängigkeit vom antiferromagnetischen Ordnungsparameter. Mit dem Fit-Parameter $b = 0,64$ ist b nahezu gleich $2\beta = 0,65$ und erhärtet damit die schon zuvor geäußerte Vermutung einer Abhängigkeit des Austauschfeldes H_E vom Quadrat des Ordnungsparameter η^2 . Bemerkenswert ist jedoch, daß die Werte des Austauschfeldes in polarer Geometrie in allen Fällen mindestens doppelt so groß sind wie in planarer Geometrie. Dieses Phänomen wird noch im folgenden Kapitel zu diskutieren sein.

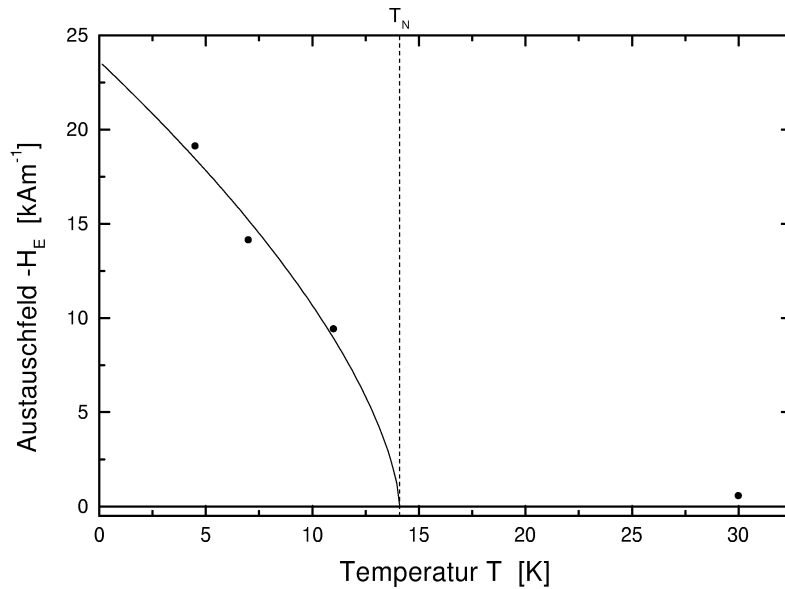


Abbildung 5.14: Austauschfeld $-H_E$ in Abhängigkeit von der Temperatur bei polarer Geometrie (Kreise). Die Kurve stellt einen Fit mit $H_E = a(T_N - T)^b$ dar ($a = 4,31 \cdot 10^{-3}$, $b = 0,64$, $[H_E] = \text{kA/m}$).

5.2.2.3 Suszeptibilitätsmessung

An der $\text{FeBr}_2(35\text{nm})/\text{Fe}(17\text{nm})$ -Zweifachschicht sind sowohl in planarer, als auch in polarer Orientierung Suszeptibilitätsmessungen $\chi = \frac{dM}{dH}$ im Temperaturbereich $8,0\text{ K} \leq T \leq 20,0\text{ K}$ durchgeführt worden. Die Meßdaten zeigt Abbildung 5.15, wobei die Linien die geglätteten Daten repräsentieren. Dabei ist ein Algorithmus angewandt worden, der an der Position eines jeden Meßpunktes den Mittelwert über seine 20 nächsten Nachbarn bildet und anschließend als Ordinatenwert verwendet.

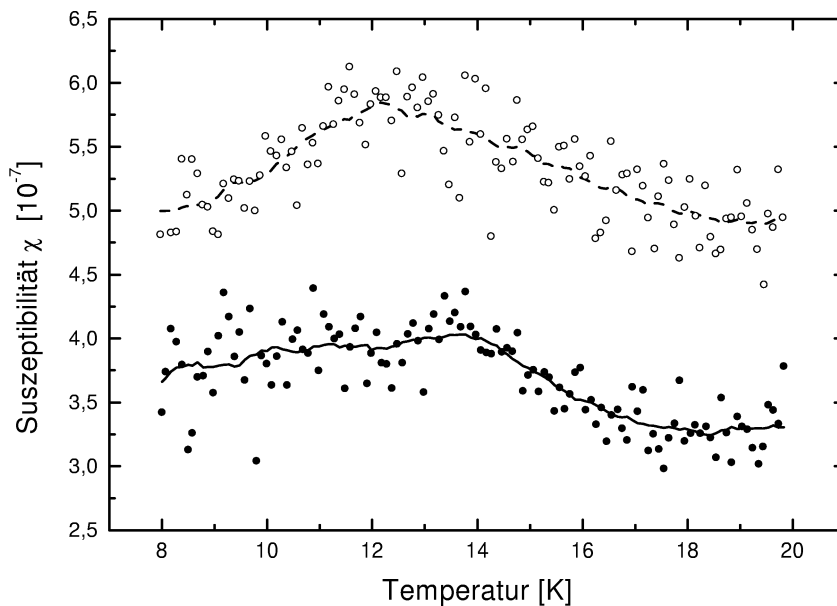


Abbildung 5.15: Realteil der Suszeptibilität $\chi = \chi(T)$ bei $f = 20\text{ Hz}$ in planarer (offene Kreise) und polarer Geometrie (geschlossene Kreise). Die Linien repräsentieren geglättete Kurven durch Mittelung über die zwanzig nächsten Nachbarn eines jeden Meßpunktes.

Die Suszeptibilität in polarer Geometrie zeigt im Bereich bis zur Néel-Temperatur nahezu konstantes Verhalten und klingt für höhere Temperaturen im paramagnetischen Bereich entsprechend ab. Dies ist ein typischer Verlauf für $\chi_{\perp}(T)$ eines Antiferromagneten. Danach deutet sich also an, daß die h_3 -Achse der hexagonalen Elementarzelle des FeBr_2 nicht wie zunächst vermutet parallel zur Schichtnormalen, sondern ganz im Gegenteil in der Schichtebene liegt, da die Spin-Momente des Fe ja parallel bzw. antiparallel zur h_3 -Achse ausgerichtet sind. Diese Vermutung könnte anhand der Röntgendaten überprüft werden. Denn falls dies tatsächlich der Fall sein sollte, dürften in den Röntgenweitwinkeldiffraktogrammen

nur Strukturpeaks ($h k 0$) auftauchen.

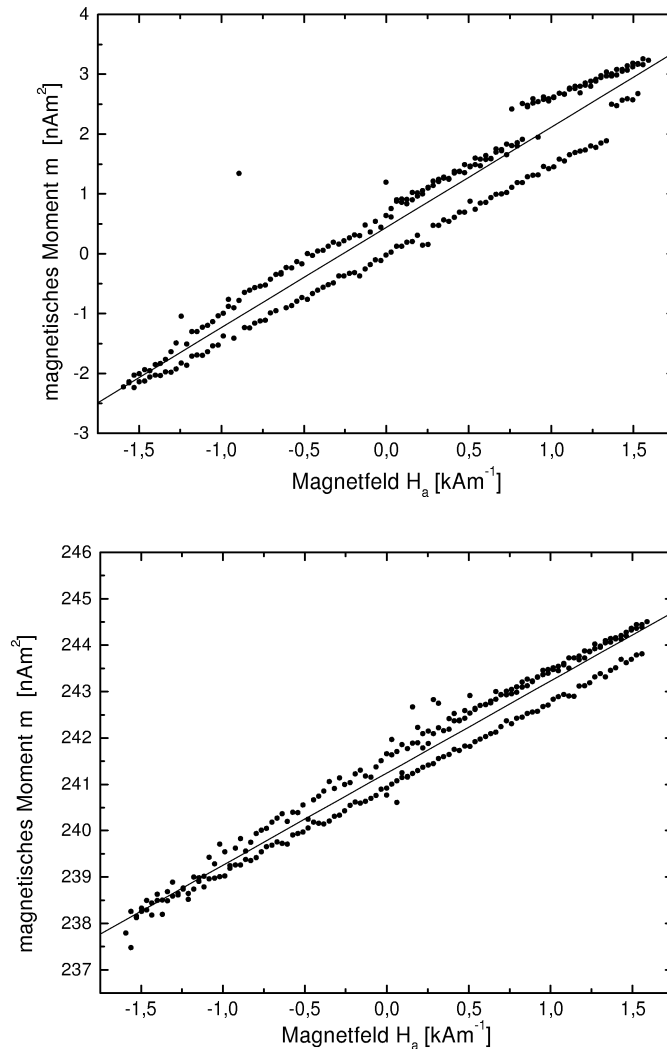


Abbildung 5.16: Mikrohysteresen in polarer (oben) und planarer Geometrie (unten). Die lineare Regression liefert Geraden der Steigung $m_{polar} = 1,674 \cdot 10^{-6}$ und $m_{planar} = 1,986 \cdot 10^{-6}$

Die Suszeptibilität in planarer Geometrie hat jedoch einen starken parallelen Anteil, der sich in dem Anstieg der Suszeptibilität bis etwa 12,5 K äußert. Erst danach fällt sie ebenfalls ab. Die Suszeptibilität in planarer Geometrie besitzt außerdem einen bestimmten Offset gegenüber der in polarer Geometrie. Diese durchweg höheren Werte können damit erklärt werden, daß die leichte Achse des Eisens in der Schichtebene liegt. Dadurch wird die Gesamtsuszept-

tibilität größer. Diese Vermutung wird qualitativ und quantitativ durch die zwei Mikrohysteresen in Abb. 5.16 bestätigt. Die Steigungen entsprechen der Suszeptibilität des Schichtsystems für kleine Felder. Die lineare Regression liefert die Werte $m_{polar} = 1,674 \cdot 10^{-6}$ und $m_{planar} = 1,986 \cdot 10^{-6}$. m_{planar} ist um $\Delta m = 3,12 \cdot 10^{-7}$ größer als m_{polar} . Dieser Wert entspricht ungefähr dem Offset aus Abb. 5.15.

5.2.2.4 Rasterkraftmikroskopaufnahmen

Abschließend sind von der untersuchten FeBr_2/Fe -Schicht Rasterkraftmikroskopaufnahmen angefertigt worden, um Informationen über die Topographie und damit über die Schichtqualität zu erlangen. Ein weiterer Aspekt bei den Untersuchungen gilt den zeitlichen Veränderungen des Schichtsystems an der Atmosphäre. Die Aufnahmen zeigt Abbildung 5.17.

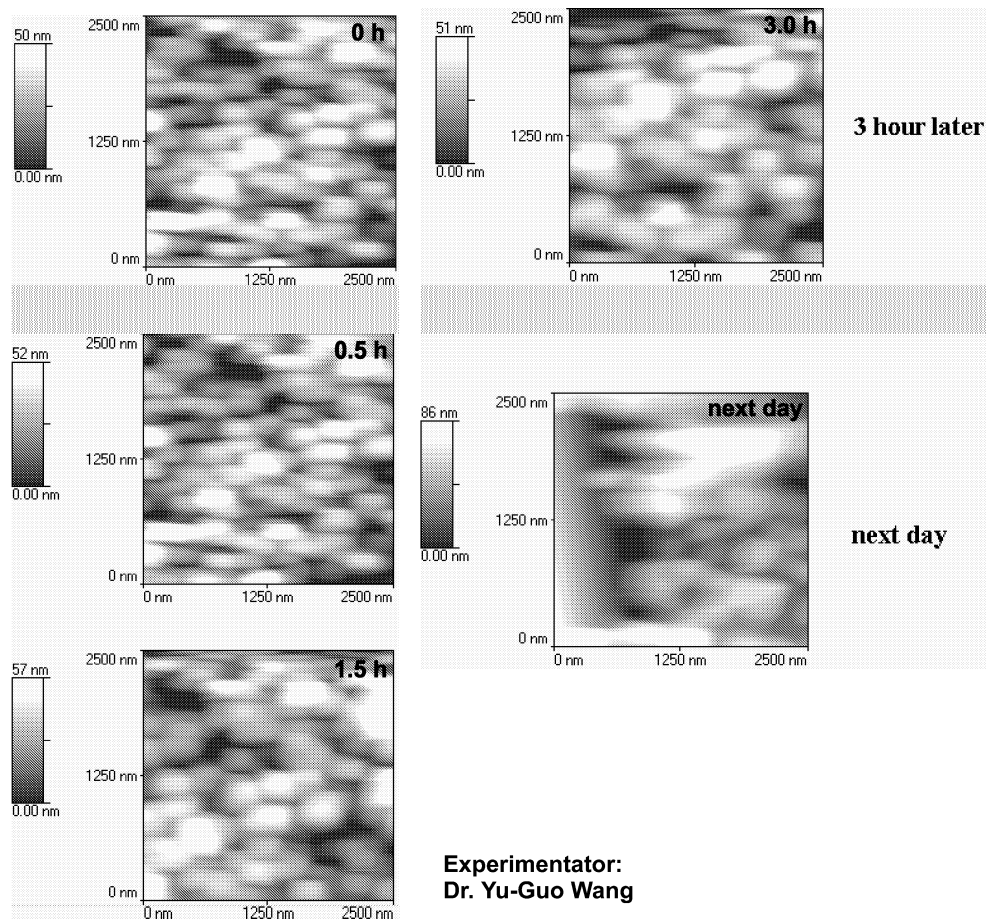


Abbildung 5.17: Rasterkraftmikroskopaufnahmen einer $\text{FeBr}_2(35\text{nm})/\text{Fe}(17\text{nm})$ -Zweifachschicht. Die Bilder zeigen eine $2,5 \mu\text{m} \times 2,5 \mu\text{m}$ -Fläche der Probe nach 0 h, 0,5 h, 1,5 h, 3,0 h und am nächsten Tag.

Kapitel 6

Diskussion der Meßergebnisse

6.1 Bestimmung der Röntgenreflexe

6.1.1 FeCl₂

Intensitätsmaxima treten in einem Weitwinkelröntgendiffraktogramm immer unter Winkeln θ auf, die die Bragg-Gleichung

$$2 \cdot d_{hkl} \sin \theta = n \cdot \lambda \quad \text{mit} \quad n \in Z \quad (6.1)$$

erfüllen. Hierbei ist d_{hkl} der Abstand der Netzebenen einer Netzebenenschar (hkl) , wobei die h, k, l die sogenannten *Millerschen Indizes* darstellen. Für jede kristalline Substanz läßt sich aus der Kristallstruktur eine Menge von Winkeln $\theta = \theta_{hkl}$ berechnen, bei denen konstruktive Interferenz und damit Intensitätsmaxima durch Reflektion an der entsprechenden Netzebenenschar (hkl) auftritt. Können in dem gemessenen Weitwinkelröntgendiffraktogramm einer bestimmten Substanz für alle Winkel θ_{hkl} aus dieser Menge möglicher Winkel Intensitätsmaxima gefunden werden, so ist die Substanz eindeutig identifiziert. Damit ist ein qualitativer Nachweis geführt.

In der Regel treten jedoch aufgrund der Wachstums- und Randbedingungen nicht für alle θ_{hkl} Maxima auf, sondern nur für eine bestimmte Teilmenge, die ganz bestimmten definierten Netzebenenscharen entspricht. Die korrespondierenden (hkl) verraten damit etwas über die Orientierung der Netzebenen des Kristalls zum Substrat oder zur Probenoberfläche. Sie ermöglichen somit eine Charakterisierung des Kristalls bzw. des Schichtsystems.

Zur Identifizierung und Charakterisierung des FeCl₂ im Weitwinkelröntgendiffraktogramm der Abbildung 5.4 ist es also zunächst notwendig diese Menge theoretisch möglicher Winkel zu berechnen. Dazu müssen die Vektoren des hexagonalen Basisvektorsystems $\{\mathbf{h}_1, \mathbf{h}_2, \mathbf{h}_3\}$

aus Abb. 2.2 zunächst in kartesischen Koordinaten mit Basis $\{\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2, \mathbf{e}_3\}$ dargestellt werden.

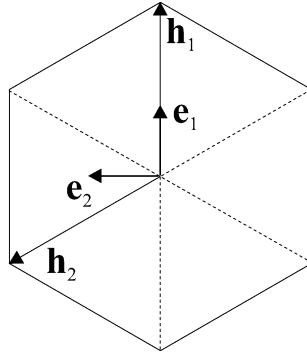


Abbildung 6.1: Hexagonale Basisvektoren $\mathbf{h}_1, \mathbf{h}_2$ und kartesische Basisvektoren $\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2$. Für $\mathbf{h}_2 = \sum_{i=1}^3 x_i \cdot \mathbf{e}_i$ gilt $x_1 = -\frac{1}{2}h_1$, $x_2^2 + \left(\frac{h_1}{2}\right)^2 = h_2^2$ und $x_3 = 0$.

Nach Abbildung 6.1 folgt mit $h_1 = h_2$ (s. Kap. 2.2.1.1)

$$\mathbf{h}_1 = h_1 \cdot \mathbf{e}_1, \quad (6.2)$$

$$\mathbf{h}_2 = -\frac{1}{2}h_1 \cdot \mathbf{e}_1 + \frac{\sqrt{3}}{2}h_1 \cdot \mathbf{e}_2, \quad (6.3)$$

und
$$\mathbf{h}_3 = h_3 \cdot \mathbf{e}_3. \quad (6.4)$$

Die reziproken Gittervektoren \mathbf{g}_i ergeben sich unter Verwendung des Volumens der Einheitszelle

$$V_{EZ} = \mathbf{h}_1 \cdot (\mathbf{h}_2 \times \mathbf{h}_3) = \frac{\sqrt{3}}{2}h_1^2h_3 \quad (6.5)$$

zu

$$\mathbf{g}_1 = \frac{2\pi}{V_{EZ}}\mathbf{h}_2 \times \mathbf{h}_3 = \frac{4\pi}{\sqrt{3}h_1} \left(\frac{\sqrt{3}}{2}\mathbf{e}_1 + \frac{1}{2}\mathbf{e}_2 \right) \quad (6.6)$$

$$\mathbf{g}_2 = \frac{2\pi}{V_{EZ}}\mathbf{h}_3 \times \mathbf{h}_1 = \frac{4\pi}{\sqrt{3}h_1} \cdot \mathbf{e}_2 \quad (6.7)$$

$$\mathbf{g}_3 = \frac{2\pi}{V_{EZ}}\mathbf{h}_1 \times \mathbf{h}_2 = \frac{2\pi}{h_3} \cdot \mathbf{e}_3. \quad (6.8)$$

Mit

$$\mathbf{g}_{hkl} = h \cdot \mathbf{g}_1 + k \cdot \mathbf{g}_2 + l \cdot \mathbf{g}_3 \quad (6.9)$$

und

$$|\mathbf{g}_{hkl}| = \frac{2\pi}{d_{hkl}} \quad (6.10)$$

folgt für den Abstand der Netzebenen

$$d_{hkl} = \frac{h_1}{\sqrt{h^2 + \frac{1}{3}(h+2k)^2 + \left(\frac{h_1}{h_3}\right)^2}}. \quad (6.11)$$

Einsetzen in (6.1) und auflösen nach 2θ liefert letztlich die gesuchten Winkel

$$2\theta = 2 \arcsin \left(\frac{n\lambda}{2d_{hkl}} \right) = 2 \arcsin \left(\frac{n\lambda}{2h_1} \sqrt{h^2 + \frac{1}{3}(h+2k)^2 + \left(\frac{h_1}{h_3}l\right)^2} \right). \quad (6.12)$$

Mit den Werten $h_1 = 3,597 \text{ \AA}$, $h_3 = 17,536 \text{ \AA}$, $n = 1$ und $\lambda_{Cu, K\alpha} = 1,539 \text{ \AA}$ [24] lassen sich unter Verwendung von Gleichung (6.12) alle Winkel 2θ berechnen, an deren Positionen im Diffraktogramm Intensitätsmaxima auftreten könnten.

Die Positionen der Röntgenreflexe des FeCl_2 bezüglich des hexagonalen Basisvektorsystems $\{\mathbf{h}_1, \mathbf{h}_2, \mathbf{h}_3\}$ und damit der nicht-primitiven hexagonalen Elementarzelle der Abb. 2.2 sind in folgender Tabelle zusammengefasst. Dort werden die Reflexe mit Winkeln $2\theta_{hkl} > 60^\circ$ nicht mehr aufgeführt, da für sie im Diffraktogramm 5.4 keine Maxima mehr auftreten.

Mögliche Röntgenreflexe des FeCl_2					
(hkl)	$2\theta_{hkl} [^\circ]$	(hkl)	$2\theta_{hkl} [^\circ]$	(hkl)	$2\theta_{hkl} [^\circ]$
(001)	5,0	(010)	28,8	(100)	28,7
(002)	10,1	(011)	29,2	(101)	29,2
(003)	15,1	(012)	30,5	(102)	30,5
(004)	20,2	(013)	32,6	(103)	32,6
(005)	25,3	(014)	35,4	(104)	35,3
(006)	30,5	(015)	38,7	(105)	38,6
(007)	35,8	(016)	42,4	(106)	42,3
(008)	41,1	(017)	46,5	(110)	50,7
(009)	46,5	(018)	50,9	(111)	50,9

Der Vergleich der theoretischen Werte mit den Messergebnissen aus dem zuvor genannten Diffraktogramm führt in nachstehender Tabelle zur Identifizierung der Röntgenreflexe. Die Bezeichnung der Reflexe durch die entsprechenden (hkl) ist zuvor bereits in Abb. 5.4 eingetragen worden.

Identifizierung der Röntgenreflexe des FeCl_2					
$2\theta_{exp} [^\circ]$	$2\theta_{th} [^\circ]$	Reflex (hkl)	$ 2\Delta\theta = 2 \theta_{exp} - \theta_{th} [^\circ]$	rel. Fehler	$\frac{\theta_{exp} - \theta_{th}}{\theta_{th}}$
15,9	15,1	(003)	0,8	5,3%	
20,8	20,2	(004)	0,6	3,0%	
31,0	30,5	(006), (102)	0,5	1,6%	
32,5	32,6	(103), (013)	0,1	0,3%	
37,5	38,7	(015)	1,2	3,1%	
42,3	42,3	(106), (016)	0,0	0,0%	
43,3	44,8	Fe(110)	1,5	3,3%	

Der Tabelle kann man entnehmen, daß jedem experimentell bestimmten Wert θ_{exp} ein berechneter theoretischer Wert θ_{th} gegenübersteht. Die Abweichungen zwischen theoretischem und experimentellen Wert besitzen bis auf eine Ausnahme alle einen relativen Fehler von weniger als 5%.

Weiterhin ist die Differenz $\Delta 2\theta$ zwischen theoretischen und experimentellen Werten angegeben worden. Bei zwei Reflexen ist die Abweichung $\Delta 2\theta > 1^\circ$. Diese Abweichung ist von einer Größenordnung, die bei einem Röntgendiffraktogramm nicht vernachlässigbar ist. Diese Tatsache deutet daraufhin, daß es sich bei den Winkeln $37,5^\circ$ und $43,3^\circ$ durchaus um andere Reflexe handeln kann. Besonders die Abweichung des Fe(1 1 0)-Reflexes ist ungewöhnlich, da bei der Weitwinkelmessung an der Fe-Einfachschicht in Abb. 5.2 der theoretische Wert wesentlich besser mit dem experimentellen übereinstimmt. Deshalb sind diese Reflexe den entsprechenden Maxima in Abb. 5.4 nicht eindeutig zugeordnet worden. Es könnte sich auch um Reflexe von Verunreinigungen oder Reaktionsprodukten, wie beispielsweise Eisenoxid handeln.

Die beiden prominenten Intensitätsmaxima bei $15,9^\circ$ und $20,8^\circ$ entsprechen der Reflexion an den Netzebenenschar (0 0 3) bzw. (0 0 4), d. h., der Basisvektor \mathbf{h}_3 der hexagonalen Elementarzelle des FeCl_2 liegt parallel zum Normalvektor der Schichtoberfläche und $\mathbf{h}_1, \mathbf{h}_2$ liegen in der Schichtebene. Einkristallines Wachstum in dieser Orientierung wäre für unsere Untersuchungen wünschenswert, da in diesem Fall die antiferromagnetische Ordnung der magnetischen Momente der Fe-Atome im FeCl_2 ebenfalls senkrecht zur Schichtebene ausgerichtet wäre. Die Röntgendaten zeigen jedoch noch andere Reflexe in andere Raumrichtungen. Die FeCl_2 -Schicht ist offensichtlich polykristallin. Bemerkenswert ist jedoch, daß kein Reflex vom Typ $(h k 0)$ existiert, was bedeuten würde, daß Kristallite existierten, deren magnetische Momente exakt in der Schichtebene lägen.

6.1.2 FeBr_2

Für die Strukturanalyse des FeBr_2 wird anhand des Weitwinkeldiffraktogramms in Abb. 5.6 ganz ähnlich verfahren. Zunächst werden wiederum nach Gleichung (6.12) die möglichen Winkel $2\theta_{th}$ berechnet. Jetzt müssen allerdings die Gitterparametern des FeBr_2 aus Abschnitt 2.2.2.1 verwendet werden. Sie lauten $h_1 = a = 3,74 \text{ \AA}$ und $h_3 = c = 6,17 \text{ \AA}$. Die Ergebnisse sind in der ersten Tabelle auf der folgenden Seite zusammengefaßt. Danach werden aus den Meßdaten in Abb. 5.6 die experimentellen Werte $2\theta_{exp}$ bestimmt und durch Vergleich nach Übereinstimmung mit den theoretischen Werten gesucht. Dadurch werden die einzelnen Röntgenreflexe identifiziert und somit das FeBr_2 charakterisiert. Dies ist in der zweiten Tabelle auf der folgenden Seite geschehen. Kombinationen der Millerschen Indizes

h, k und l mit höheren ganzen Zahlen liefern zu große Winkel und werden dementsprechend nicht aufgeführt.

Mögliche Röntgenreflexe des FeBr ₂					
$(h k l)$	$2\theta_{hkl} [^\circ]$	$(h k l)$	$2\theta_{hkl} [^\circ]$	$(h k l)$	$2\theta_{hkl} [^\circ]$
(001)	14,3	(010)	27,5	(100)	27,5
(002)	28,9	(011)	31,1	(101)	31,1
(003)	43,9	(012)	40,3	(102)	40,3
(004)	59,9	(013)	52,6	(103)	52,6
(005)	77,2	(014)	67,1	(104)	67,1
(020)	56,7	(021)	58,8	(022)	64,9
(030)	90,9	(111)	50,9	(200)	56,7
(110)	48,6	(210)	77,9	(211)	79,7

Im Gegensatz zum FeCl₂ können beim FeBr₂ zwei Intensitätsmaxima des Röntgendiffraktogramms nicht zugeordnet werden. Zu den experimentellen Werten $2\theta = 15,5^\circ$ und $2\theta = 33,5^\circ$ finden sich keine entsprechenden theoretischen Werte. Hierbei kann es sich prinzipiell um Reflexe von Verunreinigungen oder Reaktionsprodukten handeln. Verunreinigungen als Ursache sind jedoch eher unwahrscheinlich, da die Zweifachschichten im Hochvakuum aufgedampft worden sind und in der Apparatur außer Fe und FeBr₂ zwischenzeitlich nur Cu und Au verwendet wurden. Eine Überprüfung zeigt außerdem, daß es sich bei den nicht identifizierbaren Maxima weder um Au- noch um Cu-Röntgenreflexe handelt.

Identifizierung der Röntgenreflexe des FeBr ₂					
$2\theta_{exp} [^\circ]$	$2\theta_{th} [^\circ]$	Reflex $(h k l)$	$ \Delta\theta = 2 \theta_{exp} - \theta_{th} [^\circ]$	rel. Fehler	$\frac{\theta_{exp} - \theta_{th}}{\theta_{th}}$
14,9	14,3	(001)	0,6	4,2%	
15,5	–	–	–	–	–
29,1	28,9	(002)	0,2	0,7%	
31,0	31,1	(011), (101)	0,1	0,3%	
33,5	–	–	–	–	–
40,1	40,3	(012), (102)	0,2	0,5%	
44,6	44,9	(004), Fe(110)	0,3	0,7%	
47,5	48,6	(110)	1,1	2,3%	

Damit ist es wahrscheinlicher, daß es sich um Reaktionsprodukte handelt. Eine mögliche Ursache wäre eine Eisenoxidschicht, die sich während der Röntgenmessung auf der FeBr₂/Fe-Zweifachschicht gebildet hat.

Obwohl es sich bei dem Peak an der Position $2\theta_{exp} = 47,5^\circ$ um das ausgeprägteste Maximum handelt, ist es aufgrund der Abweichung von über einem Grad zweifelhaft, ob es sich dabei tatsächlich um den (110)-Reflex handelt. Ein (110)-Reflex bedeutet, daß sich die c-Achse der hexagonalen Elementarzelle in der Schichtebene befindet. Wachstum einzelner Kristallite mit der c-Achse parallel zur Schichtnormalen werden jedoch eindeutig durch die (001)- und (002)-Reflexe für die Winkel $14,9^\circ$ und $29,1^\circ$ nachgewiesen.

Bemerkenswert ist auch der wesentlich bessere Nachweis des Fe(110)-Reflexes, der mit der Messung an der Fe-Einfachschicht übereinstimmt. Hier kann es aber auch zu einer Überlagerung von Fe(110)- und FeBr₂(004)-Reflex gekommen sein.

Zusammenfassend läßt sich somit sagen, daß das Fe kristallin auf dem FeBr₂ aufgedampft werden konnte. Das polykristalline FeBr₂ besitzt Kristallite mit der Orientierung der hexagonalen c-Achse parallel zur Schichtnormalen ((00x)-Reflexe). Allerdings gibt es auch Kristallite, deren c-Achse in andere Raumrichtungen zeigen, wie die Röntgenreflexe aus der letzten Tabelle beweisen.

6.2 Magnetisierungsmessungen und Spin-Modell

Aufgrund der Röntgenstrukturanalyse und den Ergebnissen der Wechselfeldsuszeptibilität in Abb. 5.15 folgt zwingend, daß die FeBr₂-Schichten zwei koexistierende Texturierungen mit normaler bzw. paralleler Orientierung der hexagonalen c-Achse relativ zum Substrat enthalten. Das Auftreten des Exchange-Bias-Effekts in polarer Geometrie (vgl. Abb. 5.13) kann auf die Kopplung zwischen Grenzflächenmomenten der Fe-Schicht sowie den antiferromagnetischen Kristalliten mit schichtnormaler Textur zurückgeführt werden. Abbildung 6.2 veranschaulicht das zugrundeliegende Spin-Modell.

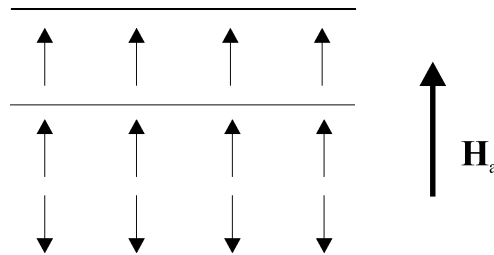


Abbildung 6.2: Ideales Spin-Modell zur Deutung des polaren Exchange-Bias-Effekts mit Einfrierfeld $H = 3,2 \text{ MA m}^{-1}$.

Feldkühlen im positiven polaren Magnetfeld erzeugt durch Minimierung der Zeeman-Energie

eine positive Grenzflächenmagnetisierung, die für $T < T_N$ einfriert. Dadurch ist die Entartung des antiferromagnetischen Grundzustands aufgehoben. Ein wachsendes polares Feld führt zu einer wachsenden feldinduzierten polaren Magnetisierung. Die FM-Grenzflächenkopplung führt damit zu einem negativen Austauschfeld H_E , da die Orientierung der Fe-Schicht im positiven Feld erleichtert und im negativen Feld erschwert ist. Kristallite, deren c-Achse parallel zum Substrat texturiert sind, tragen nicht zum Exchange-Bias-Effekt in polarer Geometrie bei, da in dieser Anordnung die Symmetrie zwischen positivem und negativem Feld erhalten bleibt.

In planarer Geometrie hingegen ist die Symmetrie zwischen positivem und negativem angelegten Feld weder für die ideale Spinanordnung bei normaler Textur (vgl. Abb. 6.2) noch im Fall paralleler Textur gebrochen (vgl. Abb. 6.3)

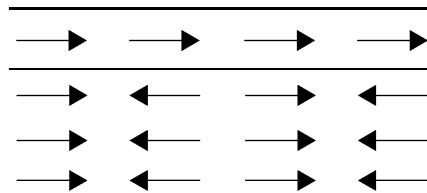


Abbildung 6.3: Ideales Spin-Modell bei paralleler Textur.

Aufgrund präparativer Schichtinhomogenitäten liegt es jedoch nahe, daß beim Kühlen nach $T < T_N$ neben den natürlichen antiferromagnetischen Domänen auch Kristalldefekte zu einem massiven Auftreten antiferromagnetischer Domänen Anlaß geben. Dies führt auf das modifizierte Spin-Modell der Abb. 6.4.

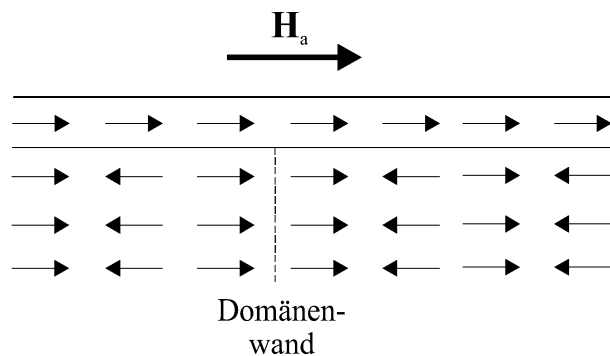


Abbildung 6.4: Modifiziertes Spin-Modell zur Deutung des planaren Exchange-Bias-Effekts mit und ohne Einfrierfeld.

Die antiferromagnetischen Domänenwände tragen Magnetisierung, der bereits im remanenten Feld der supraleitenden Spulen des SQUID-Magnetometers eine Vorzugsrichtung

aufgeprägt wird. Ist die Ausrichtung der Domänenwandmagnetisierung positiv und parallel zur Magnetisierung der Fe-Schicht gerichtet, dann führt die Grenzflächenkopplung zu einem negativen Austauschfeld H_E . Für den Fall einer antiparallelen Orientierung zwischen Domänenwandmagnetisierung und der Magnetisierung der Fe-Schicht sollte sich ein positives Austauschfeld ausbilden. Der Nachweis der Umkehrung dieses Effekts für negative remanente Felder steht noch aus.

Abb. 6.4 veranschaulicht das Auftreten des Exchange-Bias-Effekts im Fall sehr kleiner Einfrierfelder. Für große Einfrierfelder sind die Domänenwandmagnetisierung und die Magnetisierung der Fe-Schicht vollständig parallel orientiert, um die Zeeman-Energie zu minimieren. Daher ist in Übereinstimmung mit dem Experiment das Austauschfeld H_E ebenfalls negativ (siehe Abb. 5.12). Überraschenderweise unterscheidet es sich von dem „nullfeldgekühlten“ Austauschfeld nur sehr geringfügig (siehe Tabellen S.43 u. 46). Daraus läßt sich wie bei früheren Messungen an $\text{Fe}_{0,7}\text{Mg}_{0,3}\text{Cl}_2$ [36] auf die hohe Effizienz der Domänenwandpolarisation bereits bei kleinen Feldern schließen. Möglicherweise wird der Verankerungseffekt noch verstärkt durch die Polarisation von Oberflächenmomenten der Kornstruktur unserer Schichten (siehe Abb. 5.17). Die Kombination der Fälle aus 6.2 und Abb. 6.4 erklärt somit zumindest qualitativ die Röntgen- und Suszeptibilitätsdaten sowie die gemessenen Magnetisierungshysteresen in polarer und planarer Geometrie mit und ohne Einfrierfeld.

6.3 Rasterkraftmikroskopaufnahmen

Die Rasterkraftmikroskopaufnahmen an der $\text{FeBr}_2(35\text{nm})/\text{Fe}(17\text{nm})$ -Zweifachschicht in Abbildung 5.17 zeigen eine deutliche Veränderung der Probenoberfläche mit der Zeit. Jede der fünf Aufnahmen zeigt dieselbe $2,5\ \mu\text{m} \times 2,5\ \mu\text{m}$ große Fläche des Schichtsystems. Dabei ist in der rechten oberen Ecke jeweils die Zeit angegeben, die die Probe vor der Messung der Atmosphäre ausgesetzt gewesen ist.

An der Topographie der Schichtoberfläche bei der ersten Messung direkt nach Entnahme aus dem Exiccator ist eine sehr hohe Rauigkeit festzustellen. Der Helligkeitsbalken neben der Aufnahme weist auf einen Unterschied von 50 nm zwischen dem höchsten und dem niedrigsten Punkt der gescannten Oberfläche hin. Dieser Wert liegt in der Größenordnung der Gesamtschichtdicke. Es existieren offensichtlich erhebliche Verwerfungen und Grate, die sogar vermuten lassen, daß das FeBr_2 an einigen Stellen nicht vollständig vom Fe bedeckt wird und damit eine Reaktion des Eisenhalogenids mit dem Wasser in der Luft ermöglicht. Diese Vermutung wird durch die Veränderungen der Schichtsysteme nach den mehrstündigen Röntgenmessungen, aber auch durch die anderen Rasterkraftmikroskopaufnahmen bestätigt. So hat sich die Oberfläche bereits nach eineinhalb Stunden erheblich

verändert. Einzelne Bereiche nahezu gleicher Höhe scheinen gewachsen zu sein und der maximale Höhenunterschied zwischen zwei Punkten der Fläche hat sich auf 57 nm erhöht. Dieser Wert liegt über der gemessenen Gesamtschichtdicke und kann nur durch Reaktionen der Schichtmaterialien mit Stoffen aus der Umgebung erklärt werden. Neben der strukturellen Änderung der Schicht, können sich auch Reaktionsprodukte auf der Oberfläche gebildet und angelagert haben. Nach einem Tag hat sich die Oberfläche der Schicht fast vollständig verändert. Die Körnung, die noch auf der ersten Aufnahme erkennbar ist, ist kontinuierlichen Übergängen zwischen großflächigeren Plateaus gewichen. Der maximale Höhenunterschied ist durch Anlagerungen auf 86 nm angewachsen.

Kapitel 7

Zusammenfassung und Ausblick

Die Austauschkopplung zwischen uniaxial senkrecht anisotropen antiferromagnetischen Isolatorschichten und ferromagnetischen Deckschichten eröffnet die Möglichkeit den Exchange-Bias-Effekt an einfachen Modellsystemen zu untersuchen. Sie grenzen sich damit von Schichtsystemen mit einer verwirrenden Vielfalt von Spinstrukturen ab, wie sie im Fall planarer oder einachsiger intraplanarer Anisotropie antiferromagnetischer Schichten beobachtet werden.

Im Rahmen dieser Arbeit werden erstmals derartige Zweifachschichten im Hochvakuum präpariert und einer Strukturanalyse durch Kleinwinkel- und Weitwinkelröntgenbeugung unterzogen. Die Charakterisierung der FeCl_2/Fe - bzw. FeBr_2/Fe -Zweifachschichten mittels Weitwinkelröntgendiffraktometrie zeigt bei den Eisenhalogeniden die Koexistenz von Kristalliten, deren hexagonalen c -Achsen parallel und normal zum Substrat texturiert sind. Diese Aussage der Röntgenstrukturanalyse wird durch die Wechselfeldsuszeptibilitätsmessungen untermauert, da die Suszeptibilität in Abhängigkeit von der Temperatur in polarer Geometrie dem Verlauf von χ_{\perp} , und in der planaren Geometrie dem von χ_{\parallel} eines Antiferromagneten ähnelt.

An dem Zweifachschichtsystem FeBr_2/Fe kann der Exchange-Bias-Effekt in polarer und in planarer Geometrie beobachtet werden. Das Austauschfeld H_E ist in polarer Geometrie deutlich größer und zeigt in beiden Geometrien eine Temperaturabhängigkeit, die eine Proportionalität zum Quadrat des antiferromagnetischen Ordnungsparameters η^2 vermuten läßt. Um diese Vermutung zu bestätigen, sind zusätzliche Messreihen, insbesondere für Temperaturen knapp unterhalb der Néel-Temperatur des FeBr_2 notwendig.

Bemerkenswerterweise zeigt das Feldkühlen in planarer Geometrie keinen Einfluß auf das beobachtbare Austauschfeld H_E . Dieses Verhalten wird mit einem modifizierten Spin-Modell erklärt. Präparative Schichtinhomogenitäten, wie sie insbesondere von den rasterkraftmi-

kroskopischen Untersuchungen nachgewiesen werden, geben beim Kühlen nach $T < T_N$ Anlaß zu einem massiven Auftreten antiferromagnetischer Domänen. Die eingefrorene Domänenwandmagnetisierung koppelt an die benachbarten Spins der Fe-Schicht. Diese Kopplung verursacht den gemessenen Exchange-Bias-Effekt. Hierbei müßte die Größe des Austauschfeldes zum einen von der Anzahl der Domänenwände und zum anderen von der Richtung des remanenten Restfelds abhängig sein. Beides steht noch zur Überprüfung aus. Während sich die Prüfung der Richtungsabhängigkeit durch Umdrehen des Felds einfach gestalten dürfte, ist es bei der Abhängigkeit von der Anzahl der Domänen notwendig die Schichtqualität zu verbessern. Eine adäquate Möglichkeit wäre das Aufdampfen des Eisens auf perfekte Eisenhalogenidkristalle. Um jedoch die antiferromagnetische Schichtdicke zu reduzieren können epitaktische Schichten von FeCl_2 oder FeBr_2 auf einem diamagnetischen, strukturangepaßten Substrat, z. B. CdBr_2 , aufgedampft werden. Ein anderes interessantes Exchange-Bias-System läßt sich vermutlich durch Bedampfen von Tb mit FeBr_2 erzeugen. Das epitaktische Wachstum von FeBr_2 sollte aufgrund der strukturellen Verwandtschaft der Systeme erleichtert werden, da die hexagonalen Gitterkonstanten von Tb mit $a = 3,604 \text{ \AA}$ und $c = 5,698 \text{ \AA}$ [37] ähnliche Werte wie die von FeBr_2 mit $a = 3,74 \text{ \AA}$ und $c = 6,17 \text{ \AA}$ besitzen. Die Tb/ FeBr_2 -Schicht muß dann allerdings noch diamagnetisch abgedeckt werden, um ex-situ Untersuchungen zu ermöglichen.

Literaturverzeichnis

- [1] *P. Grünberg, R. Schreiber, Y. Pang, M. B. Brodsky und H. Sowers*, Phys. Rev. Lett. **57** (1986) 2442
- [2] *M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuzet, A. Friederich u. J. Chazelas*, Phys. Rev. Lett. **61** (1988) 2472
- [3] *B. Dieny, V. S. Speriosu, S. S. P. Parkin, B. A. Gurney, D. R. Wilhoit und D. Mauri*, Phys. Rev. B **43** (1991) 1297
- [4] *J. Barnas, A. Fuss, R. E. Camley, P. Grünberg u. W. Zinn*, Phys. Rev. B **42** (1990) 8110
- [5] *P. Grünberg*, Phys. Bl. **51** (1995) 1077
- [6] *G. Reiss, H. Brückl und A. Hütten*, Phys. Bl. **54** (1998) 339
- [7] *J. Nogues, D. Lederman, T. J. Moran u. Ivan K. Schuller*, Phys. Rev. Lett. **76** (1996) 4624
- [8] *D. J. Monsma, J. C. Lodder, Th. J. A. Popma und B. Dieny*, Phys. Rev. Lett. **74** (1995) 5260
- [9] *W. H. Meiklejohn u. C. P. Bean*, Phys. Rev. **102** (1957) 1413
- [10] *C. E. Mortimer*, Chemie, Georg Thieme Verlag Stuttgart New York, 1987
- [11] *Harald Ibach u. Hans Lüth*, Festkörperphysik, Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 1993
- [12] *Landolt-Börnstein*, Strukturen der Elemente und intermetallischer Phasen, Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 1971
- [13] *Karl-Heinz Hellwege*, Einführung in die Festkörperphysik, Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 1994

- [14] *Bergmann und Schäfer*, Lehrbuch der Experimentalphysik Bd. 6 Festkörper, de Gruyter, 1992
- [15] *A. Einstein und W. J. de Haas*, Verh. Deutscher Phys. Ges. **17** (1915) 152, **18** (1916) 173, 423
- [16] *Ch. Binek*, Dissertation, Gerhard-Mercator-Universität Duisburg (1995) 6ff
- [17] *Ch. Binek*, Dissertation, Gerhard-Mercator-Universität Duisburg (1995) 101ff
- [18] *B. Heinrich u. J. A. C. Bland*, Ultrathin Magnetic Structures, Springer-Verlag Berlin, Vol. II, 1994
- [19] *17. IFF-Ferienkurs*, Dünne Schichten und Schichtsysteme, Kernforschungsanlage Jülich GmbH, 1986
- [20] *J. Unguris, R. J. Celotta u. D. T. Pierce*, Phys. Rev. Lett. **67** (1991) 140
- [21] *A. P. Malozemoff*, Phys. Rev. B **37** (1988) 7673
- [22] *N J. Gökemeijer, T. Ambrose u. C. L. Chien*, Phys. Rev. Lett. **79** (1997) 4270
- [23] *F. J. Litterst, G. M. Kalvius u. A. J. F. Boyle*, Journal de Physique **35** (1974), C6-403
- [24] *F. Kohlrausch*, Praktische Physik Bd. 3 Tafeln, B. G. Teubner Stuttgart, 1968, S. 115
- [25] *Lubert Stryer*, Biochemie, Spektrum Akademischer Verlag Heidelberg, 1994, S. 61-64
- [26] *M. Kaselow*, Diplomarbeit, Gerhard-Mercator-Universität Duisburg, 1998
- [27] *E. F. Fullerton u. I. K. Schuller*, Phys. Rev. B **45** (1992) 9292
- [28] *J. C. Gallop*, SQUIDS, the Josephson effects and superconducting electronics, Adam Hilger, Bristol 1991
- [29] *M. M. P. Azevedo*, Diplomarbeit, Gerhard-Mercator-Universität Duisburg (1994)
- [30] *S. Kuttler*, Diplomarbeit, Gerhard-Mercator-Universität Duisburg (1995)
- [31] *Ch. Binek*, Dissertation, Gerhard-Mercator-Universität Duisburg (1995) 64ff
- [32] *O. Petravic*, Diplomarbeit, Gerhard-Mercator-Universität Duisburg (1996)
- [33] *H. v. Husen*, Mikromagnetische Mikroskopie und Modellierung, Gerhard-Mercator-Universität (1996)

- [34] *W. Umrath*, Grundlagen der Vakuumtechnik, Kat.-Nr. 199 89, Leybold Vakuum (1997)
- [35] *M. Wutz, H. Adam u. W. Walcher*, Handbuch Vakuumtechnik, Vieweg Braunschweig (1997)
- [36] *P. Nordblad, J. Mattson u. W. Kleemann*, J. Magn. Magn. Mater. **140-144** (1995) 1553
- [37] *R. J. Elliot*, Magnetic Properties of Rare Earth Metals, Plenum Press London, 1972
- [38] *O. Petravic, Ch. Binek u. W. Kleemann*, Physical Review B **57** (1998)

Eigenständigkeitserklärung

Ich versichere, daß ich diese Diplomarbeit selbständig verfaßt und keine anderen als die angegebenen Hilfsmittel verwendet habe.

Gleichzeitig erkläre ich, daß alle Rechte an dieser Arbeit an das Laboratorium für Angewandte Physik der Gerhard-Mercator-Universität Gesamthochschule Duisburg übergehen.

Weeze, 1. Juli 1998

cand. phys. Holger van Husen

Danksagung

Vornehmlich möchte ich Herrn Prof. Dr. W. Kleemann meinen Dank aussprechen, der es mir ermöglichte unter seiner fachlichen Verantwortung diese Arbeit anzufertigen und sich stets dazu bereit fand, mich in interessanten Diskussionen durch seinen fachlichen Rat zu unterstützen.

Ferner möchte ich danken:

1. Herrn Prof. Dr. Keune, insbesondere seinen Mitarbeitern Herrn Dipl.-Ing. U. v. Hörsten und Dipl.-Phys. T. Ruckert für die Durchführung der Röntgenmessungen,
2. Herrn Dr. Yu-Guo Wang für die Anfertigung der Rasterkraftmikroskopaufnahmen,
3. Herrn Dipl.-Phys. Oleg Petracic für seine Hilfestellung bei der Probenpräparation, seine stetige Hilfsbereitschaft und Anteilnahme,
4. Herrn Dipl.-Ing. Manfred Aderholz für die Bereitstellung des Programms zur Frequenzmessung und seine zahlreichen Tips zu technischen und elektronischen Fragen,
5. Herrn Dipl.-Phys. Massimo Casu für die Prüfung des Manuskripts,
6. und allen anderen Mitarbeitern des Laboratoriums für Angewandte Physik für die kollegiale Zusammenarbeit.

Mein besonderer Dank gilt Dr. Christian Binek, der in vielen konstruktiven Diskussionen und durch seinen persönlichen Einsatz überzeugte, sein Vertrauen in mich setzte und mir stets hilfreich zur Seite stand.

Des weiteren möchte ich an dieser Stelle Gerd, Massimo, Udo und Dennis erwähnen, deren Freundschaft mich stets in angenehmster Weise an unsere gemeinsame Studienzeit in Duisburg denken lassen wird.

Meinen Eltern schulde ich tiefen Respekt und größte Dankbarkeit.

Index

- AFM, *siehe* Rasterkraftmikroskop
- Auflösungsvermögen, 25
- Austauschfeld, 15, 44, 48
- Bragg-Gleichung, 52
- Domänen, 58
- Einfachschichten, 30
- Einheitszelle, *siehe* Kristallstruktur
- Elementarzelle, *siehe* Kristallstruktur
- Exchange-Bias, 6, 15, 16, 57
- Exchange-Bias-Effekt, 61
- Feldkühlen, 46
- Geometriefaktor, 19, 22
- Giant Magneto-Resistance, 5
- Gitterkonstanten
 - Eisen Fe, 8
 - Eisenbromid FeBr₂, 13
 - Eisenchlorid FeCl₂, 10
 - Terbium Tb, 62
- GMR, 5
- Hysteresen
 - Feldkühlung, 45
 - Nullfeldkühlung, 39–42
 - planare Geometrie, 40
 - polare Geometrie, 47
- Josephson-Effekt, 28
- Kleinwinkeldiffraktogramm
 - Fe-Schicht, 30
- Kleinwinkelröntgenbeugung, 26
- Kristallstruktur
 - Eisen Fe, 9
 - Eisenbromid FeBr₂, 12
 - Eisenchlorid FeCl₂, 11
- Magnetisierungsmessung
 - FeBr₂/Fe-Schicht, 39
 - FeCl₂/Fe-Schicht, 36
- Mikrohysteresen, 50
- Millersche Indizes, 52
- multikritischer Punkt, 14
- Néel-Temperatur
 - Eisenbromid FeBr₂, 14
 - Eisenchlorid FeCl₂, 12
- Nahfeldmikroskop, 29
- Ordnungsparameter, 44
- Oszillator, 18
- Penning-Vakuummeter, 20
- Phasendiagramm
 - Eisenbromid FeBr₂, 13
 - Eisenchlorid FeCl₂, 12
- pinning, 5
- Pirani-Prinzip, 20
- Röntgendiffraktometer, 26
- Rasterkraftmikroskop
 - Aufnahmen, 51
- Riesenmagnetowiderstand, 5
- RKKY-Wechselwirkung, 15
- Rotatorprobenhalter, 28
- Schichtdickenformel
 - einfach, 27
 - modifiziert, 27
- Schichtdickenmonitor, 17
- Schichtdickenoszillation, 30
- Schichtdickenoszillationen, 27
- Schmitt-Trigger, 18
- Schwingquarz, 17
- SNOM, 29
- Spin-Modell, 57
- SQUID-Magnetometer, 27
- Suszeptibilität, 49
- Thermoelemente, 23
- Vakuummeter

Penning, 20

Pirani, 20

Weitwinkeldiffraktogramm

FeBr₂/Fe-Schicht, 38

FeCl₂/Fe-Schicht, 33, 34

Fe-Schicht, 32

Weitwinkelröntgenbeugung, 27

Zeeman-Energie, 57

Zweifachschichten, 32