

Sputterepitaxie
von Eisenfilmen und
Eisen/Silizium/Eisen -
Dreilagenschichtsystemen
auf GaAs(001) und MgO(001)

Inaugural-Dissertation
zur
Erlangung des Doktorgrades
der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Universität zu Köln
vorgelegt von

Thorsten Damm
aus Kassel

Jülich, Januar 2004

Berichterstatter

Prof. Dr. P. GRÜNBERG

Prüfungsvorsitzender

Prof. Dr. L.H. TJENG

Prof. Dr. G. EILENBERGER

Tag der mündlichen Prüfung 17.05.2004

Kurzzusammenfassung

In dieser Arbeit wurde der Einfluss der Sputterparameter auf das epitaktische Schichtwachstum 100Å dicker Eisenschichten auf GaAs(001)- und MgO(001)-Substraten untersucht. Ein aus den Ergebnissen abgeleiteter, optimaler Parametersatz ermöglicht es, antiferromagnetisch koppelnde Eisen/Silizium/Eisen-Dreilagenschichtsysteme herzustellen.

Die magnetischen und strukturellen Eigenschaften der Eisenfilme wurden durch Kerrmagnetometrie (MOKE), ferromagnetische Resonanz (FMR), Rasterkraftmikroskopie (RKM) und Röntgenkleinwinkelbeugung (XRR) bestimmt. Es zeigte sich, dass auf MgO besseres epitaktisches Wachstum als auf GaAs möglich ist. Dies ist darauf zurückzuführen, dass MgO und Fe –im Gegensatz zu Fe/GaAs– an der Grenzfläche nicht durchmischen. Die aus den winkelabhängigen FMR-Messungen ermittelten Kristallanisotropiekonstante K_1 und Sättigungsmagnetisierung M_S^{eff} der auf MgO deponierten Schichten erreichen fast die Werte von Volumeneisen. Bei den auf GaAs deponierten Eisenschichten hängen K_1 und M_S^{eff} stark von den Sputterparametern ab und sind meist deutlich reduziert.

Epitaktisches Wachstum wurde ab einer Substrattemperatur von 40°C gefunden. Argonionen, die vom Target auf das Substrat reflektiert werden, unterstützen das Wachstum im Sinne einer effektiven Temperaturerhöhung. Die Oberflächenmobilität der adsorbierten Eisenatome wird dadurch erhöht und das epitaktische Wachstum positiv beeinflusst.

Weiterhin wurde epitaktisches Wachstum auch auf unbehandelten, oxidierten Substraten erzielt. Winkelabhängige FMR-Messungen zeigen fast ausschließlich eine vierzählige Kristallanisotropie. Die in der Literatur beschriebene uniaxiale Anisotropie, die auf eine Verbindung von Fe mit GaAs zurückgeführt wird, fehlt hier fast vollständig. Um das epitaktische Wachstum auf nicht-kristallinem Oxid zu erklären, wird eine löchrige Oxidschicht postuliert. Mobile Eisenatome, die diese Löcher erreichen, können die Kristallstruktur des GaAs übernehmen und dienen als Kondensationskeime für epitaktisches Wachstum. Die hohe Energie der deponierten Partikel bei Sputterprozessen ist für das epitaktische Wachstum auf dem Oxid notwendig, wie gescheiterte Depositionsversuche auf unbehandelten Substraten durch Molekularstrahlepitaxie zeigen.

Schließlich wurden epitaktisch gesputterte Fe/Si/Fe-Dreilagenschichtsysteme auf beiden Substrattypen deponiert, und die Kopplungsstärke J der antiferromagnetischen Zwischenschicht-Austauschkopplung aus MOKE-Messungen ermittelt. J liegt dabei für Si-Schichtdicken von 11 bis 15Å bei etwa 1 mJ/m², was ein Indiz für eine gute Schichtqualität ist. Dass die Kopplungsstärke hier nicht so hoch ist wie bei MBE-deponierten Schichten, liegt an einer starken Durchmischung an den Fe/Si-Grenzflächen, wie auch aus XRR-Messungen hervorgeht. Entsprechend gelang es durch geeignete Sputterparameter die Grenzflächeninterdiffusion zu verringern, wodurch sich die Kopplungsstärke auf 2 mJ/m² verdoppelte. Diese Resultate zeigen, dass die Herstellung von stark gekoppelten Fe/Si/Fe Schichtungen von der MBE auf das Ionenstrahl-Sputterverfahren als eine anwendungsnahe Depositionsmethode transferiert werden kann.

Abstract

The influence of sputtering parameters on the epitaxial growth of 100 Å thick iron layers on GaAs(001) and MgO(001) is investigated. Using the optimized growth parameters, it was possible to observe antiferromagnetic interlayer exchange coupling in epitaxial sputtered Fe/Si/Fe-trilayers.

The magnetic and structural properties were determined using Kerr magnetometry (MOKE), ferromagnetic resonance (FMR), atomic force microscopy (AFM), and small angle X-ray diffraction (XRR). The growth of Fe on MgO leads to a higher epitaxial quality compared to GaAs substrates, where interface intermixing occurs. FMR measurements yield bulk-like values of the crystal anisotropy constant K_1 and the saturation magnetization M_S^{eff} for Fe-films on MgO. In the case of Fe-films on GaAs, sputtering parameters have a strong influence on K_1 and M_S^{eff} , and lower values are obtained in most cases.

The minimum substrate temperature needed to achieve epitaxial growth is 40°C. Reflected Argon ions hitting the substrate support the epitaxial growth by means of an increased effective substrate temperature. The resulting higher surface mobility of the adsorbed Fe-atoms promotes epitaxy.

Furthermore, epitaxial growth on oxidized substrates was achieved. FMR measurements reveal only a fourfold crystal anisotropy. The uniaxial surface anisotropy reported in literature for Fe grown on clean GaAs(001) is strongly suppressed. In order to explain the epitaxial growth on the non-crystalline oxide surface, holes in the oxide are assumed. Mobile Fe-atoms reaching these holes adopt the crystallographic orientation of the GaAs substrate and serve as seeds for epitaxial growth. The high energy of sputtered particles is essential to achieve epitaxy, as evidenced by failed attempts to epitaxially grow Fe on oxidized substrates by molecular beam epitaxy.

Finally, epitaxial Fe/Si/Fe-trilayers are deposited on both types of substrates. The coupling strength J of the antiferromagnetic interlayer exchange coupling is derived from MOKE measurements. For Si thicknesses of 11 to 15 Å, J is about 1 mJ/m² indicating the high quality of the deposited structures. The lower value of J compared to MBE-deposited trilayers is related to strong intermixing at the Fe/Si interfaces, as confirmed in XRR measurements. Therefore, reducing the interface interdiffusion by choosing ideal parameters, the coupling strength can be doubled to 2 mJ/m². These results demonstrate, that the preparation of strongly coupled Fe/Si/Fe structures can be transferred from MBE to ion beam sputtering representing a deposition method preferably used in industry.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	7
2	Experimentelle Grundlagen	10
2.1	Depositionsmethoden	10
2.1.1	Molekularstrahlepitaxie	10
2.1.2	Sputterprozess	11
2.1.3	Kathoden-Sputtern	11
2.1.4	Ionenstrahl-Sputtern	14
2.1.5	Sputterparameter	18
2.2	Analysemethoden	22
2.2.1	Beugung niederenergetischer Elektronen: LEED	22
2.2.2	Röntgenbeugung: XRD und XRR	23
2.2.3	Rasterkraft-Mikroskopie: RKM	25
2.2.4	Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie: XPS	27
2.2.5	Ferromagnetische Resonanz: FMR	29
2.2.6	Magneto-Optischer Kerr Effekt: MOKE	33
3	Physikalische Effekte	36
3.1	Zwischenschicht-Austauschkopplung	36
3.2	Magnetowiderstand	37
3.2.1	Positiver Magnetowiderstand	37
3.2.2	Anisotroper Magnetowiderstand	37
3.2.3	Riesenmagnetowiderstand	38

4	Ergebnisse	40
4.1	Substratpräparation	40
4.2	Eisen auf GaAs- und MgO-Substraten	47
4.2.1	Sputtergasdruck	48
4.2.2	Variation der Vorsputterzeit	48
4.2.3	Variation der Substrattemperatur	56
4.2.4	Einfluss des Target-Sputterwinkels	60
4.2.5	Variation der Beamspannung	63
4.2.6	Eisen auf Silberpuffer	65
4.2.7	Winkelabhängige FMR-Messungen	67
4.2.8	Zusammenfassung: Eisen auf GaAs- und MgO-Substraten	73
4.3	Eisen/Silizium/Eisen-Schichtsysteme	75
4.3.1	Antiferromagnetische Zwischenschichtkopplung	75
4.3.2	XRR-Messung an GaAs/Fe/Si Schichten	77
4.3.3	Magnetowiderstand	80
4.3.4	Zusammenfassung: Fe/Si/Fe Schichtsysteme	84
5	Diskussion	86
A	Verunreinigungen	88
A.1	Sputtergas	88
A.2	„Sputtergeschichte“	89
A.3	Kohlenstoff	89

Kapitel 1

Einleitung

Zur Deposition dünner Schichten gibt es eine Vielzahl unterschiedlicher Beschichtungsmethoden. Der Anwendungsbereich entscheidet, welches dieser Verfahren zu wählen ist. Im Bereich der Magnetoelektronik haben sich zwei Techniken aus der PVD (*Physical Vapour Deposition*) etabliert: Die Molekularstrahl-Epitaxie (engl.: *Molecular Beam Epitaxy*, *MBE*), bei der die Materialien zur Herstellung der Schichten verdampft werden, und das Sputterverfahren (engl.: *to sputter* = zerstäuben), bei dem das Ausgangsmaterial durch Ionenbeschuss zerstäubt wird.

In der Grundlagenforschung werden die Schichten meist mit dem MBE-Verfahren hergestellt, das ein sehr kontrolliertes, epitaktisches Wachstum mit scharfen Grenzflächen ermöglicht. Durch die hohe Schichtqualität wird in epitaktischen Eisen/Silizium/Eisen(001)-Dreilagenschichtsystemen eine starke antiferromagnetische Austauschkopplung gefunden. GAREEV et al. zeigte, dass die Kopplungsstärke von der Silizidbildung in diesen Systemen abhängt, wobei die antiferromagnetische Kopplung für nominell reines Silizium mit über 6 mJ/m^2 am stärksten ist [1]. Dreilagenschichtsysteme mit starker Zwischenschichtkopplung werden dabei aber nur auf einer GaAs/Ag(001)Pufferschicht und nicht direkt auf dem GaAs(001)-Substrat erreicht.

Gekoppelte Schichtsysteme finden heutzutage in Festplatten Anwendung, epitaktische Metall/Halbleiter-Systeme sind für zukünftige Projekte in der Spintronik, wie z. B. dem Spin-Transistor interessant [2].

Da die MBE-Depositionsmethode UHV¹-Technik benötigt und dadurch vergleichsweise teuer ist, findet sie in der Industrie keine Anwendung. Dort wird das Sputterverfahren genutzt, das eine großflächige, homogene Beschichtung großer Substrate mit einer hohen Beschichtungsrate miteinander vereint, wodurch ein großer Durchsatz gewährleistet ist.

Beim Sputtern haben die zerstäubten Teilchen hohe kinetische Energien in der Größenordnung von 10 eV. Dies sorgt für eine hohe Oberflächenmobilität der Partikel auf dem Substrat, was ein Vorteil für das Wachstum von Einzelschichten ist. Im Fall von Schichtsystemen kann sich die hohe Partikelenergie jedoch als Nachteil herausstellen,

¹UHV = Ultra-Hoch-Vakuum: Restgasdruck $< 10^{-9}$ mbar

weil durch die hohe Energie beim Auftreffen auf die Schicht eine stärkere Durchmischung an der Grenzfläche verursacht wird [3].

Mittels MBE-Technik konnte WALDROP et al. 1979 erstmals Eisen auf GaAs epitaktisch abscheiden [4]. BERNSTEIN et al. zeigte 1992, dass epitaktisches Wachstum direkt auf GaAs auch durch Ionenstrahlputtern möglich ist [5]. Von Sputterepitaxie durch Magnetronputtern wurde erstmals 1998 von KREUZER et al. berichtet [6]. Der Einfluss der Sputterparameter auf das epitaktische Wachstum der Eisenfilme ist hingegen weitgehend unbekannt.

Bei den meisten Untersuchungen an gesputterten Eisen/Silizium-Proben handelt es sich um polykristalline Viellagen-Schichtsysteme [7–13]. Da das Wachstum der ersten Lagen nicht perfekt ist, dienen die zuerst auf dem Substrat abgeschiedenen Lagen als Puffersystem für die nachfolgend deponierten [14]. Nur wenige Veröffentlichungen existieren über gesputterte Dreilagensysteme, die antiferromagnetische Zwischenschichtkopplung zeigen [15, 16]. In [16] findet sich die bislang einzige Arbeit über epitaktisch gesputterte Eisen/Silizium/Eisen-Schichtsysteme auf MgO(001)-Substraten. Dort wird von einer Kopplungsstärke von $1,2 \text{ mJ/m}^2$ berichtet.

Ziel dieser Arbeit ist es, durch einen geeigneten Satz an Sputterparametern gutes epitaktisches Wachstum von Eisen auf GaAs(001)- und MgO(001)-Substraten zu ermöglichen und dadurch *Substrat(001)/Eisen/Silizium/Eisen* Dreilagenschichtsysteme mit antiferromagnetischer Austauschkopplung herzustellen und zu charakterisieren. Ionenstrahlputtern eignet für diese Art der Aufgabenstellung sehr gut, da die Sputterparameter bei diesem Verfahren in einem großen Parameterbereich unabhängig voneinander variiert werden können.

Meine Arbeit unterteilt sich daher in zwei Bereiche. Im ersten Teil wird der Einfluss der Sputterparameter auf das epitaktische Wachstum von Eisen auf GaAs- und MgO-Substraten untersucht. Die Epitaxie wird durch Beugung niederenergetischer Elektronen (LEED) festgestellt. Zur Untersuchung der magnetischen Eigenschaften dienen Kerr-Magnetometrie (MOKE) und ferromagnetische Resonanz-Experimente (FMR), aus denen sich die Koerzitivfelder bzw. Linienbreite des Resonanzpeaks als Maß für die Güte der Epitaxie auswerten lassen. Aus winkelabhängigen FMR-Messungen können weiterhin die Konstanten der kubischen und uniaxialen Anisotropie, sowie die Sättigungsmagnetisierung ermittelt werden. Die Topografie der Proben wird durch Rasterelektronenmikroskopie (REM), die Grenzfläche mit Röntgenkleinwinkelbeugung (XRR) analysiert. Röntgenphotoemissionsspektren (XPS), die an einigen ausgewählten Proben aufgenommen wurden, liefern Aufschluss über die chemische Zusammensetzung der gesputterten Schichten.

Unter Berücksichtigung der Ergebnisse des Eisenwachstums werden im zweiten Teil dieser Arbeit epitaktisch gesputterte Eisen/Silizium/Eisen-Dreilagenschichtsysteme hergestellt und charakterisiert. Für eine starke Kopplung, wie sie bei MBE-deponierten Schichten gefunden wird, ist nicht nur Epitaxie, sondern auch eine glatte, scharf definierte Grenzfläche zwischen Eisen und Silizium notwendig.

Da die gesputterten Partikel hohe kinetische Energien besitzen, ist eine starke Durchmischung an der Grenzfläche zu erwarten. Durch Variation der Sputterparameter wird die Energie der Teilchen verändert, also die Durchmischung der Schichten an der Grenzfläche beeinflusst. Aufgrund der unterschiedlichen optischen Konstanten von Eisen und Silizium im Röntgenbereich, lässt sich durch XRR-Messungen die Eisen/Silizium Grenzfläche untersuchen und der Einfluss der Sputterparameter auf die Grenzflächendiffusion, damit der Kopplung studieren.

Es wird sich zeigen, dass ein optimaler Parametersatz zum erfolgreichen Depositionieren von epitaktisch gesputterten MgO(001)/Fe/Si/Fe- und GaAs(001)/Fe/Si/Fe-Dreilagenschichtsystemen mit starker antiferromagnetischer Austauschkopplung führt.

Kapitel 2

Experimentelle Grundlagen

2.1 Depositionsmethoden

2.1.1 Molekularstrahlepitaxie

Es werden hier nur kurz die wesentlichen Merkmale der MBE-Beschichtung angeführt, ohne Anspruch auf Vollständigkeit. Eine Ausführliche Beschreibung des Verfahrens findet sich zum Beispiel in [17, 18].

Um mittels MBE dünne Schichten zu deponieren, wird das Ausgangsmaterial thermisch verdampft. Durch gleichzeitiges Verdampfen unterschiedlicher Materialien lassen sich Legierungen in beliebiger Konzentration herstellen. Typische Beschichtungsraten liegen im Bereich wenige Å pro Minute. Um die Verschmutzung der wachsenden Schichten zu minimieren und dadurch epitaktisches Wachstum zu ermöglichen ist Ultrahochvakuum¹ (UHV) unumgänglich. Auch während des Beschichtungsprozesses steigt der Druck nicht über 10^{-9} mbar, d.h. die freie Weglänge der verdampften Teilchen beträgt einige Meter. Der geringe Prozessdruck ermöglicht es, das Wachstum der Schichten mit RHEED (Reflection High Energy Electron Diffraction) *in situ* zu untersuchen. Damit lassen sich Aussagen über Schichtrauigkeit und Art des Wachstums treffen, bzw. kann die Deposition kontrolliert nach einer vollen bzw. halben Monolage beenden werden.

Die Energieverteilung der verdampften Partikel ist sehr schmal und liegt im Bereich von einigen Zehntel eV (siehe Abbildung 2.1). Die Oberflächenmobilität der Partikel ist bei diesen niedrigen Energien sehr gering, weshalb ohne zusätzliches Heizen des Substrats kein geschlossener Film erwartet wird – man spricht von säulenartigem Wachstum. Andererseits kann die geringe Teilchenenergie bei der Herstellung von Schichtsystemen von Vorteil sein, da nur sehr wenig Durchmischung an den Grenzflächen stattfindet, d.h. scharfe, atomar glatte Grenzflächen entstehen können.

¹Restgasdruck im Rezipienten $< 10^{-9}$ mbar

2.1.2 Sputterprozess

Nach dem Evakuieren der Prozesskammer wird ein Inertgas (meist Argon) eingelassen und bei einem Druck von ca. 1×10^{-2} mbar eine Gasentladung (Plasma) gezündet. Die Ionen dieses Plasmas, das außerdem noch Elektronen sowie neutrale Atome und Moleküle beinhaltet, werden auf das Ausgangsmaterial (*Target*) beschleunigt. Je nach Wahl der Sputterparameter (Gasdruck, Beschleunigungsspannung, etc.) liegt die Energie der Ionen zwischen einigen 10 bis einigen 100 eV und ist damit viel größer als die Bindungsenergie der Atome im Festkörper. Beim Auftreffen der Ionen auf das Target wird deren Energie auf die Targetatome über eine Stoßkaskade abgegeben (siehe Abbildung 2.1). Einige Atome an der Oberfläche des Targets können dadurch genug Energie aufnehmen um den Atomverbund zu verlassen. Sie bilden dort, wo sie sich niederschlagen, eine dünne Schicht, so auch auf dem Substrat. Die Energieverteilung der gesputterten Teilchen folgt einer MAXWELL-Verteilung (siehe Abbildung 2.1) mit einer mittleren Energie im Bereich von 5 eV. Außer den Targetatomen werden auch Sekundärelektronen und Photonen erzeugt, wie in Abbildung 2.2 dargestellt.

Eine wichtige Größe beim Sputtern ist die Sputterausbeute (engl.: *Sputteryield*) Y . Sie ist definiert als

$$Y = \frac{\text{Anzahl herausgelöster Targetatome}}{\text{Anzahl auftreffender Ionen}}$$

und hängt von der Energie und dem Einfallswinkel der Gasionen, sowie dem Massenverhältnis von Ion und Targetatom ab.

Die Oberflächen-Bindungsenergie E_B verschiedener Materialien liegt typischerweise bei 4 bis 8 eV. Um den Sputterprozess zu starten ist eine Mindestenergie von $E_{thresh} \approx 4 E_B$ nötig [19]. Unterhalb dieser Energie kommt es zu Atomversetzungen an der Targetoberfläche, zur Anlagerung von Ionen an der Oberfläche oder zur Reflexion der Ionen. Oberhalb von E_{thresh} steigt die Sputterausbeute bis zu einem Maximalwert bei einer Ionenenergie von etwa 10^4 eV an und sinkt bei noch höheren Energien wegen zunehmender Eindringtiefe der Ionen und Ionenimplantation wieder ab [20].

Ähnlich verhält sich die Sputterausbeute als Funktion des Einfallswinkels der Ionen. Bei kleinen Winkeln zwischen Targetoberfläche und Einfallsrichtung findet man niedrige Sputterausbeuten wegen hoher Ionenreflexion. Die Ausbeute steigt mit zunehmendem Winkel bis etwa 70° an und fällt für senkrechten Einfall (90°) wieder ab [20].

2.1.3 Kathoden-Sputtern

Die einfachste Art um ein Material zu zerstäuben, ist in Abbildung 2.2 gezeigt. In einem evakuierten Rezipienten wird in dem ca. 5 cm breiten Spalt zwischen zwei metallischen Platten eine Gasentladung gezündet und eine Spannung von einigen 100V angelegt. Die auf negativem Potential liegende Platte fungiert als Target: die positiven

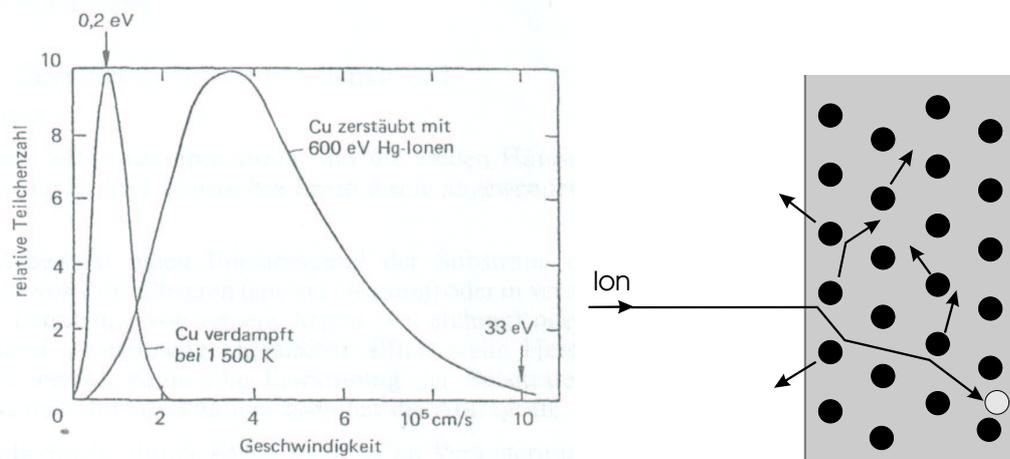


Abbildung 2.1: Links: Geschwindigkeitsverteilung (Energieverteilung) verdampfter und gesputterter Cu-Atome (aus [21]). Beim Sputterprozess können Partikel hoher Energie entstehen, hier: ≈ 33 eV. Nach [22] wird durch Verändern der Beschleunigungsspannung das Maximum der Kurve nur entlang der Ordinate verschoben, d.h. die Anzahl der herausgelösten Partikel, somit auch die Zahl der hochenergetischen ändert sich, nicht jedoch die mittlere Energie. Rechts: Stoßprozesse beim Sputtern. Um ein Atom aus dem Festkörperverbund herauszuschlagen sind mehrere Stöße nötig [23].

Gasionen werden auf sie beschleunigt und lösen Atome und Sekundärelektronen, die zur Plasmaerhaltung nötig sind, aus dem Material heraus. Vor die positive Platte wird ein Substrat gebracht, worauf sich die herausgelösten Targeatome als dünne Schicht niederschlagen.

Dieses Gleichstrom-Sputterverfahren (engl.: *DC sputtering*) funktioniert nur bei elektrisch leitenden Targets. Halbleitende und isolierende Materialien laden sich durch den Beschuss mit positiven Ionen auf. Es entsteht eine positive Raumladung um das Target, die ein weiteres Sputtern verhindert. Solche Materialien lassen sich unter anderem mit der Hochfrequenz Sputtertechnik (engl.: *HF sputtering*) zerstäuben. Hierbei wird über einen Kondensator am Target eine hochfrequente Wechselspannung eingekoppelt (typisch: $f = 13.56$ MHz). Am geerdeten Substrathalter können die Ladungen abfließen, während dies durch das isolierende Target (bzw. durch den Kondensator im Falle eines metallischen Targets) verhindert wird. Durch unterschiedliche Beweglichkeiten der Ionen und Elektronen im Plasma erreichen in einer positiven Halbperiode mehr Elektronen die positive Elektrode, als Ionen die negative Elektrode. Es bildet sich also zwischen Plasma und Target eine Biasspannung aus, die dafür sorgt, dass das Target auf negativem Potential liegt und der Sputterprozess nicht erlischt.

Um die Gasentladung auch bei niedrigem Gasdruck stabil zu halten, bzw. die Sputterrate (= Zuwachs der Schichtdicke pro Zeit) zu erhöhen, können beide Verfahren durch ein zusätzliches Magnetfeld optimiert werden. Im einfachsten Fall werden Permanentmagnete hinter dem Target derart angeordnet, dass die Magnetfeldlinien direkt über

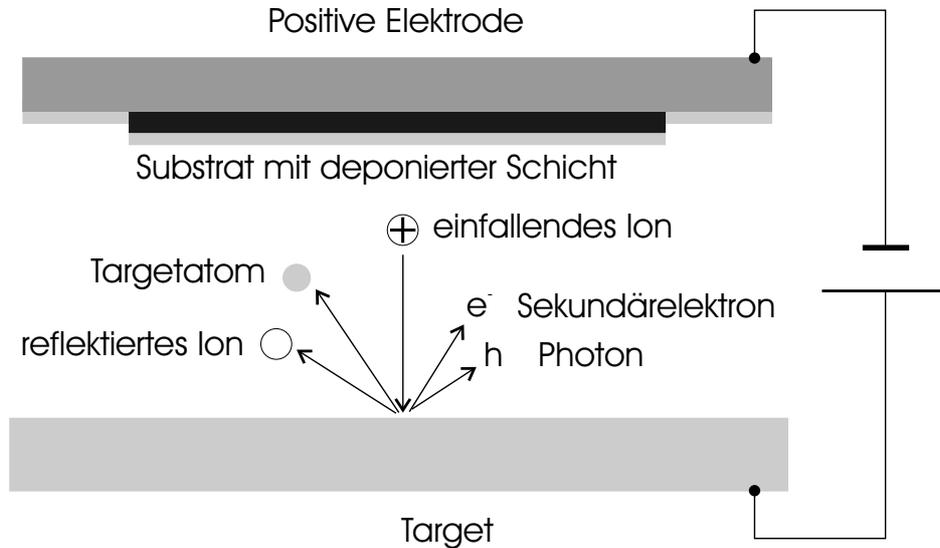


Abbildung 2.2: Schema einer DC-Sputteranordnung und der unter Ionenbeschuss freigesetzten Teilchen (nach [20]).

der Targetoberfläche radial vom Targetzentrum aus verlaufen. Die LORENTZ-Kraft $\vec{F}_L = e\vec{v} \times \vec{B}$ zwingt die geladenen Teilchen auf Kreisbahnen nahe der Targetoberfläche. Da die Elektronen und Ionen nun einen längeren Weg bis zur Elektrode zurücklegen, kommt es vermehrt zu Ionisationsprozessen: Es bildet sich ein hell leuchtender Plasmaring über der Targetoberfläche aus. Durch die stärkere Ionisation des Gases sind mehr Ionen am Sputterprozess beteiligt, weshalb die Sputterrate mit Magnetfeld bei sonst gleichen Parametern größer ist. Andererseits kann argumentiert werden, dass der Prozessgasdruck, also die Anzahl der Gasatome, wegen der effizienteren Ionisation des Gases gesenkt werden kann. Zudem ist die Sputterausbeute dadurch erhöht, da die Ionen durch die Ablenkung im Magnetfeld nicht mehr senkrecht, sondern unter einem flacheren Winkel auf die Oberfläche treffen [20].

Bei den genannten Sputter-Verfahren ist das Substrat in direktem Kontakt mit der Gasentladung, da es sich vor der positiven Elektrode befindet (siehe Abbildung 2.2). Dies kann sich negativ auf das Schichtwachstum auswirken, da hochenergetische Ionen auf das Substrat treffen [24], und sich die Temperatur am Substratort stark erhöht. Darüber hinaus ist bei diesen Sputterverfahren im allgemeinen ein Sputtergasdruck von 5×10^{-3} mbar nötig um das Plasma stabil zu halten. Das Substrat wird somit auch von den neutralen Gasatomen des Sputtergases getroffen, die zu einem gewissen Maß in die Schicht eingebaut werden [22]. Je nach Verunreinigungsgrad des Prozessgases sind auch Verschmutzungen durch diese Restgasatome denkbar. Abhilfe schafft hier das Ionenstrahlsputtern.

2.1.4 Ionenstrahl-Sputtern

Das Ionenstrahl-Sputtern zeichnet sich vor allem dadurch aus, dass der Ort der Plasmaerzeugung räumlich von Target und Substrat getrennt ist. Es wird in der sogenannten Ionenkanone oder Ionenquelle (siehe Abbildung 2.3) gezündet. Über ein Gittersystem werden die Ionen aus der Quelle extrahiert und auf das Target beschleunigt, wie schematisch in Abbildung 2.4 zu sehen ist. Dadurch ergeben sich mehrere Vorteile:

- Die Wahl der Sputterparameter ist in einem großen Parameterbereich weitgehend unabhängig voneinander möglich (siehe Kapitel 2.1.5, Seite 18).
- Das Substrat ist nicht den hochenergetischen Teilchen des Plasmas ausgesetzt.
- Die Substrattemperatur und damit Wachstumseigenschaften der Schicht lassen sich besser kontrollieren.
- Der Prozessgasdruck am Substrat und Target ist mindestens eine Größenordnung niedriger als in der Ionenquelle (typisch 10^{-4} mbar in der Prozesskammer). Dies reduziert Verunreinigungen der Schicht mit dem Sputtergas, bzw. durch Restgasatome im Sputtergas.
- Durch den geringeren Gasdruck haben die gesputterten Teilchen eine größere freie Weglänge, d.h. eine höhere mittlere Energie und somit eine größere Oberflächenmobilität beim Auftreffen auf das Substrat.
- Es können beliebige Targetmaterialien unabhängig von ihren elektrisch leitenden Eigenschaften verwendet werden. Auch Targets in Pulverform sind denkbar.

Man unterscheidet zwei Arten von Ionenstrahl-Sputtern: das Primäre oder Direkte Ionenstrahl-Sputtern (engl.: *Primary Ion Beam Deposition, PIBD*) und das Sekundäre Ionenstrahl-Sputtern (engl.: *Secondary Ion Beam Deposition, SIBD*):

Beim PIBD-Verfahren wird kein Plasma in der Ionenquelle gezündet, sondern das zu deponierende Material wird dort verdampft. Die evaporierten Neutralteilchen werden durch Elektronenbeschuss ionisiert und über ein Gitter- und Kondensator-System beschleunigt, energiselektiert und schließlich auf das Substrat geleitet. Eine genauere Beschreibung des Verfahrens sowie Hinweise zu Experimenten findet sich in [25].

Ionenstrahl-Sputteranlage

In meiner Arbeit wird das Sekundäre Ionenstrahl-Sputtern verwendet, das allgemein kurz Ionenstrahl-Sputtern genannt wird. Je nach Erzeugung des Plasmas in der Ionenquelle unterscheidet man den Quellentyp. Bei der Kaufmannquelle [26] wird das Plasma in einer Kondensatoranordnung (ähnlich Abbildung 2.2) durch Unterstützung

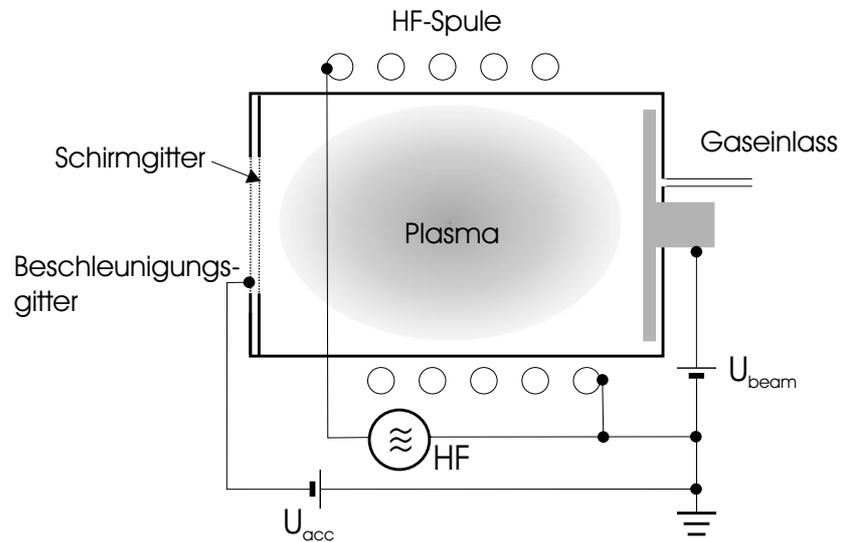


Abbildung 2.3: Aufbau der HF-Ionenkanone.

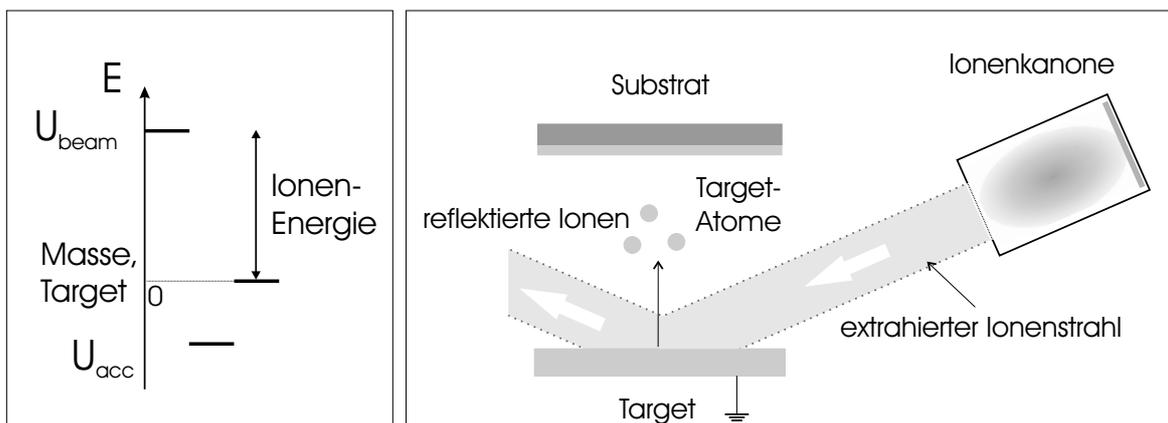


Abbildung 2.4: Links: Energieschema. Die Energie der Argonionen hängt nur von U_{beam} ab. Rechts: Schema des Ionenstrahlsputterns. Der Ionenstrahl wird aus der Plasmakammer der Kanone extrahiert und auf das Target gerichtet. Die Temperatur des Substrates wird nicht durch das Plasma beeinflusst und kann kontrolliert eingestellt werden. Nach [27]

eines Filaments gezündet und aufrecht erhalten. Nachteil dieses Quellentypes sind kurze Standzeiten wegen Filamentwechsel und Verschmutzung der Schichten durch starke Abnutzung des Extraktionsgitters.

Die in dieser Arbeit benutzten HF²- bzw. ECR³-Quellen arbeiten ohne Filament. Die zum Aufrechterhalten des Plasmas nötige Energie wird über eine HF-Spule, bzw. Mikrowellenantenne in die Plasmakammer geführt.

Mit Unterstützung eines Neutralisators können auch isolierende Targets gesputtert werden. Im einfachsten Fall handelt es sich bei einem Neutralisator um ein Filament nahe des Targets, das beim Glühen Elektronen emittiert. Lädt sich das Target durch den Beschuss mit Ionen positiv auf, werden die Elektronen von dem positiven Potential angezogen und neutralisieren es.

Eine elegantere Art der Targetneutralisation, wie sie auch an der verwendeten Anlage benutzt wird, besteht in der Ausnutzung der Elektronen des Plasmas. Eine Elektronik, der sogenannte *Beam Switch*, kehrt die Spannung am Beschleunigungsgitter der Ionenkanone periodisch mit einer wählbaren Frequenz im kHz-Bereich um, so dass für diese Zeit aus dem Plasma die Elektronen statt der Ionen extrahiert und auf das Target beschleunigt werden. Der Ionenstrahl wird also nicht mehr kontinuierlich betrieben, sondern mit Frequenzen von 0,5 bis 20 kHz gepulst. Außer der Frequenz lässt sich noch das Pulslängenverhältnis (das Verhältnis von Ionen- zu Elektronen-Extraktionszeit) wählen. Darüber hinaus ist es möglich den Beam Switch auch ohne Elektronenemission zu betreiben und nur das Pulsen des Strahls zu nutzen. Dadurch kann die Sputterrate bei sonst fixen Sputterparametern reduziert werden (siehe Abschnitt 2.1.5, Seite 18).

Um das Wachstum der Schicht zusätzlich beeinflussen zu können, besteht die Möglichkeit eine zweite, auf das Substrat gerichtete Ionenquelle (Assistquelle) zu betreiben. Man spricht dann vom Ionenstrahl gestützten Sputtern (engl.: *Ion Beam Assisted Deposition, IBAD*), wie in Abbildung 2.5 dargestellt. Die Energie der auf das Substrat treffenden Ionen sollte dabei unterhalb der Schwellenergie E_{thresh} liegen, damit die deponierte Schicht nicht abgetragen wird (siehe Abbildung 2.7, Seite 19). Die zugeführte Energie sorgt für größere Mobilität der ankommenden Targetatome auf der Substratoberfläche, wodurch ein dichteres Schichtwachstum beobachtet wird. Durch Verwendung von reaktiven Gasen wie Sauerstoff oder Stickstoff, kann eine chemische Veränderung (Oxidation, Nitrierung) der wachsenden Schicht erreicht werden [28].

Darüber hinaus kann die Assistquelle zur Vorbehandlung des Substrates vor der eigentlichen Deposition der Schicht benutzt werden, um Verschmutzungen auf der Substratoberfläche (Oxide, Wasser) zu entfernen und die Oberfläche zu glätten [29].

Abbildung 2.6 zeigt den Aufbau der verwendeten Anlage. Sie wurde bereits in [28] vorgestellt und charakterisiert. Während meiner Arbeit erfolgten Aufbau und Inbetriebnahme der Analyse- und LEED-Kammer, sowie der Austausch der ECR-Sputterquelle durch eine HF-Quelle.

²Hochfrequenz, engl.: High Frequency

³Elektron-Zyklotron-Resonanz, engl.: Electron Cyclotron Resonance

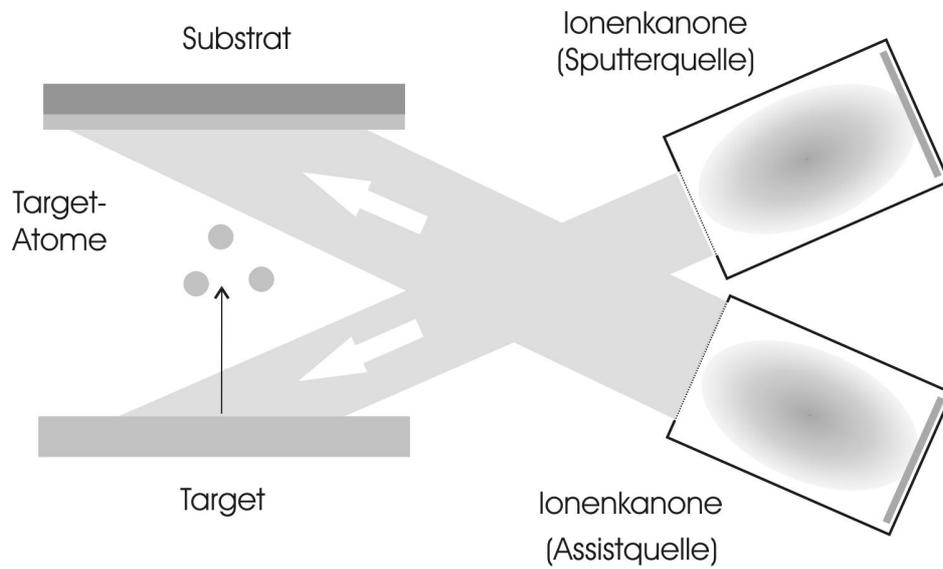


Abbildung 2.5: Schema des Ionenstrahl gestützten Sputterns.

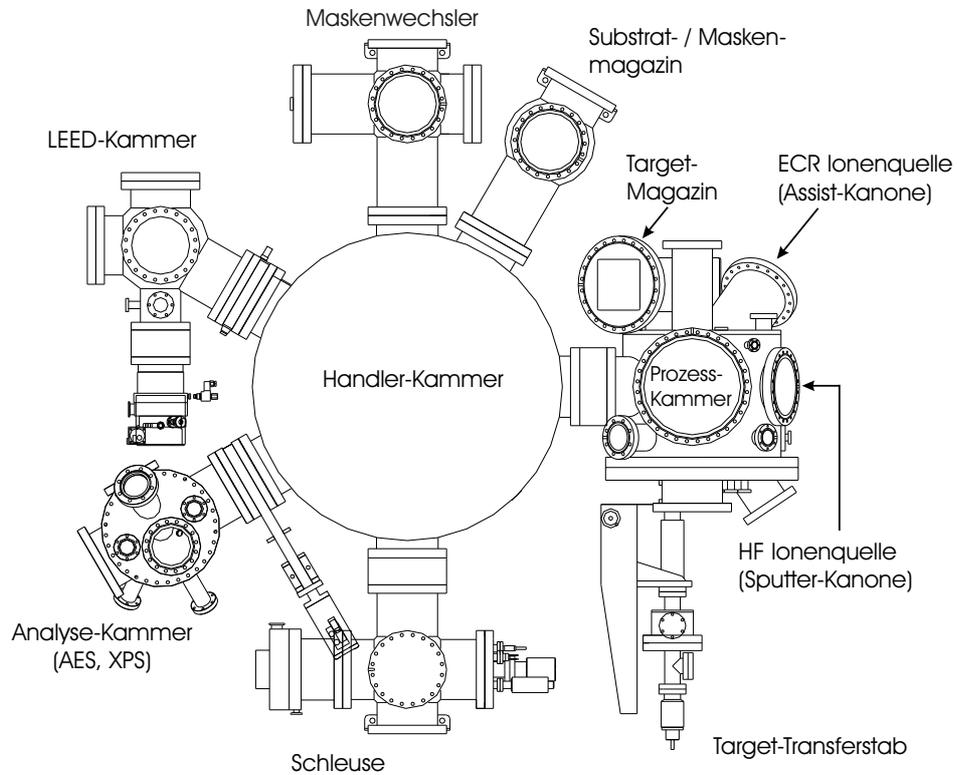


Abbildung 2.6: Ionenstrahlsputteranlage von oben.

2.1.5 Sputterparameter

In diesem Kapitel werden die Sputterparameter der Ionenquelle und ihre Abhängigkeiten voneinander erläutert. Um die Sputterquelle zu betreiben müssen Gasdruck, Beamspannung U_{beam} , Beschleunigungsspannung U_{acc} und HF-Leistung in einem optimalen Parameterbereich aufeinander abgestimmt werden. In einem gewissen Parameterfeld sind die Größen unabhängig voneinander wählbar, was eine hohe Flexibilität darstellt. Jedoch führt eine starke Fehleinstellung (z.B. hoher Gasdruck bei hoher Beamspannung) zum Erlöschen des Plasmas in der Ionenquelle oder zu erhöhtem Verschleiß der Graphitgitter.

Beamspannung Über die Beamspannung U_{beam} wird der Beamstrom I_{beam} , (die Anzahl der Ionen, die in einer bestimmten Zeit von der Quelle emittiert werden) und die Energie der Argonionen festgelegt. Beide Größen, Ionenenergie und Beamstrom beeinflussen die Sputterrate. Um die Änderung der Rate allein auf die Energie der Argonionen zurückzuführen, muss I_{beam} bei Variation der Beamspannung konstant gehalten werden (siehe Abbildung 2.7).

Der Beamstrom kann außerdem durch Variation der Beschleunigungsspannung U_{acc} schwach beeinflusst werden. Eine Erhöhung von U_{acc} führt zu einem größeren Beamstrom. U_{acc} dient in erster Linie zum optimalen Einstellen der Ionenflugbahn durch das Gittersystem: Durch seine Variation wird die Anzahl der auf das Gitter treffenden Ionen (I_{acc}) bestmöglich, d.h. auf < 1 mA reduziert.

Der Beamstrom kann durch Pulsen des Ionenstrahls stark reduziert werden.

Eine Änderung der Ionenenergie hat nur einen geringen Einfluss auf die Energieverteilung der gesputterten Targetatome. Lediglich die Sputterausbeute S , somit die Sputterrate wird verändert (siehe Abbildung 2.1, links).

Gasdruck Der Druck des Sputtergases bestimmt die mittlere freie Weglänge λ der Partikel, d.h. auch die der gesputterten Targetatome. Damit lässt sich die Energieverteilung der Teilchen durch den Gasdruck variieren: Im Bereich 1×10^{-4} mbar beträgt λ etwa 15 cm, was dem Abstand von Substrat und Target entspricht. Die Targetatome erreichen das Substrat nahezu ungehindert.

Bei einem Druck der Größenordnung 1×10^{-3} mbar stoßen die Partikel wesentlich häufiger, da die mittlere freie Weglänge der Teilchen nur noch 5 cm beträgt.

Mit zunehmenden Druck werden die Partikel thermalisiert. Rechnungen für gesputterte Cu-Atome zeigen, dass die Energieverteilung der Atome bei einem Druck von ≈ 10 mbar in einem Abstand von 6 cm keine hochenergetischen Teilchen (> 5 eV) mehr aufweist [30].

Das Argongas kann auf zwei unterschiedlichen Wegen in die Prozesskammer gelangen:

- Wird der Gasdruck über die Gaszuleitung der Quelle verändert, so ändert sich die Anzahl der Atome, die in der Plasmakammer ionisiert werden. Erhöht man den Druck, werden mehr Atome ionisiert, weshalb der Beamstrom

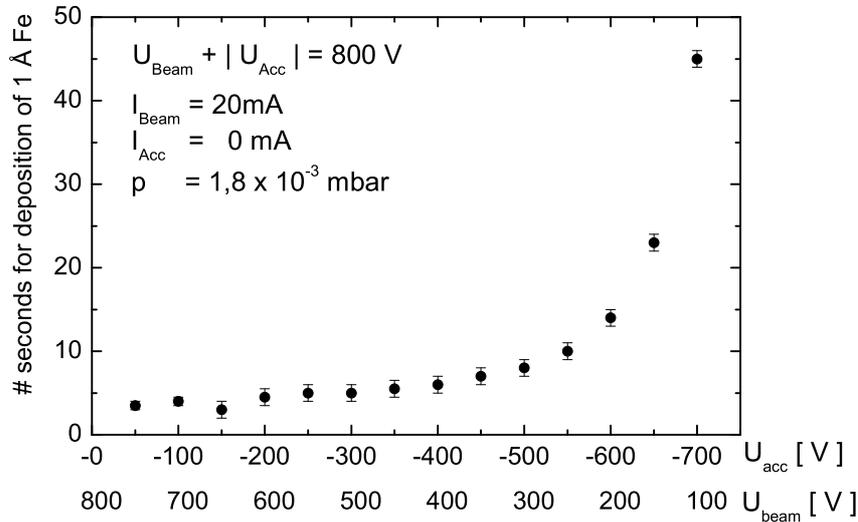


Abbildung 2.7: Dauer der Beschichtung von 1 Å Fe auf dem Schwingquarz als Funktion der Beamspannung U_{beam} , ausgehend von einem Standardwert von 750 V. Durch Angleichen der Beschleunigungsspannung U_{acc} wird zum einen der Ionenstrom I_{beam} konstant gehalten, d.h. es trifft die gleiche Anzahl von Ionen auf das Target. Eine Änderung der Rate kann somit auf die Änderung der Ionenenergie zurückgeführt werden. Außerdem reduziert das Angleichen von U_{acc} den Beschleunigungsstrom auf null, ein nicht messbarer Anteil der Ionen trifft auf das Schirm-, bzw. Beschleunigungsgitter. Deutlich ist die Abnahme der Sputterrate (=Zunahme der Dauer für 1 Å Schichtdickenzuwachs) im Bereich niedriger Beamspannungen unter 150 V zu sehen. Bei diesen Energien bewegt man sich nahe der Schwellenenergie U_{tresh} , die mindestens nötig ist um den Sputterprozess zu starten (siehe Kapitel 2.1.2). Die Assistquelle wird typischerweise bei niedrigen Beamspannung ($U_{\text{Beam}} \lesssim 100\text{V}$) betrieben um ein Absputtern der aufgetragenen Schicht zu unterbinden.

und dadurch die Sputterrate steigt. Um I_{Beam} zu reduzieren, kann wie eben beschrieben U_{Beam} reduziert werden. Ist dies wegen der Prozessführung nicht möglich, kann der Ionenstrahl gepulst werden. Weiterhin ist durch Verringern der eingestrahlten HF-Leistung die Effizienz des Ionisierens in der Ionenquelle reduziert.

- Durch Benutzung eines weiteren Gaseinlasses, kann der Prozesskammerdruck erhöht werden, ohne dass zusätzlich Gasatome in den Plasmaraum der Quelle gelangen. Die eingestellten Quellenparameter ändern sich dabei nicht, wohl aber λ , d.h. die Partikelenergie.

Je nach Parametersatz ist zu entscheiden, auf welchem Weg das Gas in die Kammer eingelassen wird: So werden z. B. bei niedrigen Beamspannungen mehr Gasatome zum Aufrechterhalten des Plasmas gebraucht als bei hohen Beamspan-

nungen. Dort ist niedriger Gasdruck nötig, um elektrische Überschläge zwischen den Graphitgittern und parasitäre Plasmen zu unterbinden. Diese führen zu erhöhter Abnutzung, d.h. Zerstörung der Gitter, sowie zu einer erhöhten Kontamination bei der Beschichtung (siehe Anhang, Seite 88).

Targetwinkel Der Ionenstrahl hat eine Mindestbreite von 40 mm, gegeben durch den Gittersatz. Da sich die positiven Ionen gegenseitig abstoßen, divergiert der Strahl zusätzlich. Es wird eine Aufweitung mit einem Halbwinkel von etwa 7° angenommen [31]. Bei einem Sputterwinkel von 50° trifft der Ionenstrahl zu einem Großteil auf das Target (siehe Abbildung 4.18, Seite 61). Bei Verringerung des Winkels schießt der Ionenstrahl deutlich am Target vorbei, was zu einer merklichen Verunreinigungen der Schichten führt (Abbildung 4.20, Seite 63).

Substrattemperatur

Bedingt durch die Konstruktion des Substrathalters kann die Temperatur nicht direkt am Substrat gemessen werden (siehe Abbildung 2.8). Das Thermoelement zur Temperaturregelung befindet sich an einem Kühltank, der über einen Graphit-Heizer von der Rückseite her geheizt wird. Zwischen Substrat und der am Kühltank angebrachten Metallplatte ist ein Spalt von ca. 2 mm Breite, d.h. es gibt keinen direkten Wärmekontakt zum Substrat. Die an der Platte gemessene Temperatur stimmt deshalb nicht mit der Substrattemperatur überein. Mit einem zusätzlichen Thermoelement am Substratort (siehe Abbildung 2.9) wird deshalb zunächst eine Kalibrierungskurve aufgenommen (Abbildung 2.10). So kann später die während der Deposition angelegte Temperatur bestimmt werden. Um die Wärme möglichst gut zum Substratort zu leiten wird Helium als Transfergas in den Spalt eingelassen. Die dadurch hervorgerufene Erhöhung des Druckes in der Prozesskammer auf $2,5 \times 10^{-5}$ mbar kann gegenüber dem Sputtergasdruck von mindestens 2×10^{-4} mbar vernachlässigt werden.

Die Temperatur steigt am Substratort wesentlich langsamer als an der Metallplatte. So stabilisiert sich die Temperatur am Substrat erst nach etwa einer Stunde, während die Metallplatte schon nach einigen Minuten die vorgewählte Temperatur erreicht. Dabei weichen vorgewählte und erreichte Temperatur deutlich voneinander ab (siehe Abbildung 2.10).

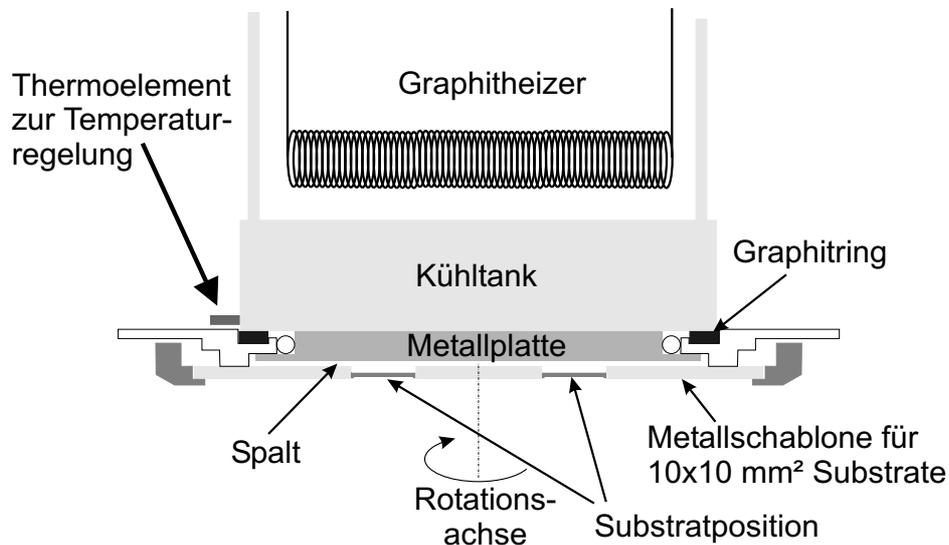


Abbildung 2.8: Aufbau des Substrathalters. Die vom Thermoelement gemessene Temperatur entspricht nicht der am Substrat anliegenden.

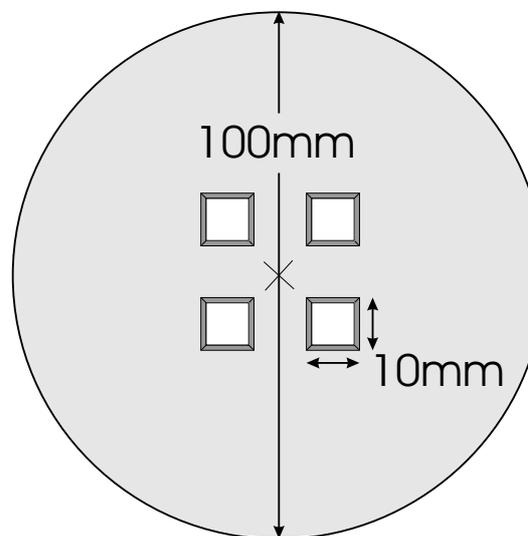


Abbildung 2.9: Edelstahl-Schablone in Form eines 4-Zoll Wafers, der die maximale Substratgröße darstellt. Die vier Aussparungen können mit $10 \times 10 \text{ mm}^2$ großen Proben belegt werden. Während der Deposition sorgt eine Rotation des Probenhalters (1-10 U/min) um sein Zentrum (schwarzes Kreuz in der Mitte) für eine homogene Beschichtung auf allen vier Substratplätzen. Zur Kalibrierung der Substrattemperatur wird eine der Positionen mit einem Edelstahlblech belegt, an dem ein Thermoelement befestigt ist. Die anderen drei Plätze sind mit Substraten belegt um ein schnelles Entweichen des Heliums zu verhindern.

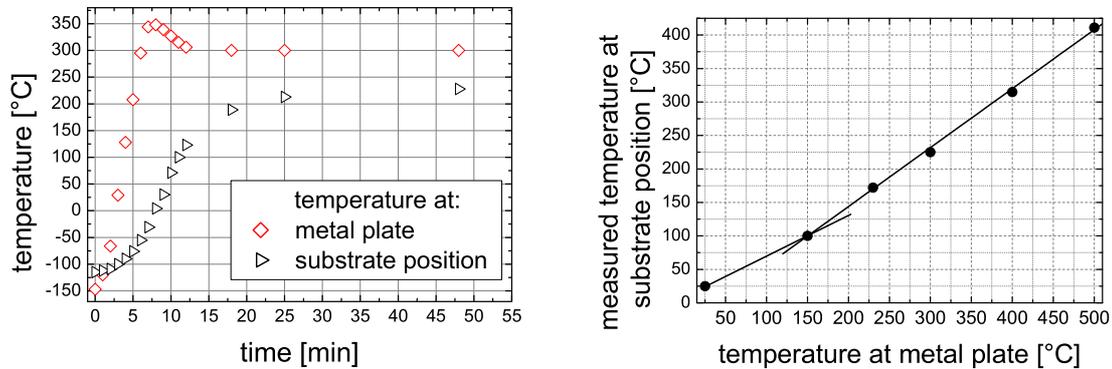


Abbildung 2.10: Heizverhalten des Substrathalters. Links: Die am Regler eingestellte Temperatur von 300°C wird an der Metallplatte bereits nach etwa 5 Minuten erreicht und ist nach 12 Minuten stabil. Die Temperatur am Ort des Substrates steigt hingegen deutlich langsamer und ist erst nach etwa einer Stunde konstant. Die erreichte Temperatur liegt jedoch deutlich unterhalb der vorgewählten. Rechts: Vergleich zwischen am Regler gewählter und nach einer Stunde am Substratort erreichter Temperatur. Während sich die Messpunkte ab 150°C sehr gut mit einem lineare Fit verbinden lassen, ist dies beim Raumtemperaturwert nicht der Fall. Für Temperaturen unter 150°C werden deshalb die Werte aus einer zweiten linearen Kurvenanpassung zwischen 25°C und 150°C entnommen.

2.2 Analysemethoden

2.2.1 Beugung niederenergetischer Elektronen: LEED

Die Beugung niederenergetischer Elektronen (engl.: *Low Energy Electron Diffraction*) ist eine der wichtigsten Methoden zur Untersuchung von einkristallinen Oberflächenstrukturen. Bei Energien von 20 bis 500 eV besitzen Elektronen gemäß der DE BROGLIE-Beziehung

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_e E}} \quad (2.1)$$

eine Wellenlänge im Bereich der Gitterkonstanten⁴ von Kristallen von einigen Ångström. Außerdem liegt die mittlere freie Weglänge der Elektronen im Festkörper bei diesen Energien bei wenigen Monolagen. Die LEED-Spektroskopie ist somit eine oberflächensensitive Messmethode.

Aus einer Elektronenkanone werden Elektronen senkrecht auf die Probenoberfläche fokussiert. Die elastisch rückgestreuten Elektronen werden durch ein Gittersystem energiselektiert und auf einen Leuchtschirm beschleunigt. Das auf dem Schirm entstehende Punktmuster ist ein direktes Abbild des reziproken Raumes, dessen Gitterpunkte durch den Symmetriebruch an der Oberfläche zu Stäben entartet sind. LEED-Spots auf dem

⁴Die DE BROGLIE-Wellenlänge von Elektronen mit 100 eV Energie beträgt $1,2 \text{ \AA}$.

Leuchtschirm entstehen dort, wo die Stäbe die EWALDKUGEL durchstoßen (siehe Abbildung 2.11).

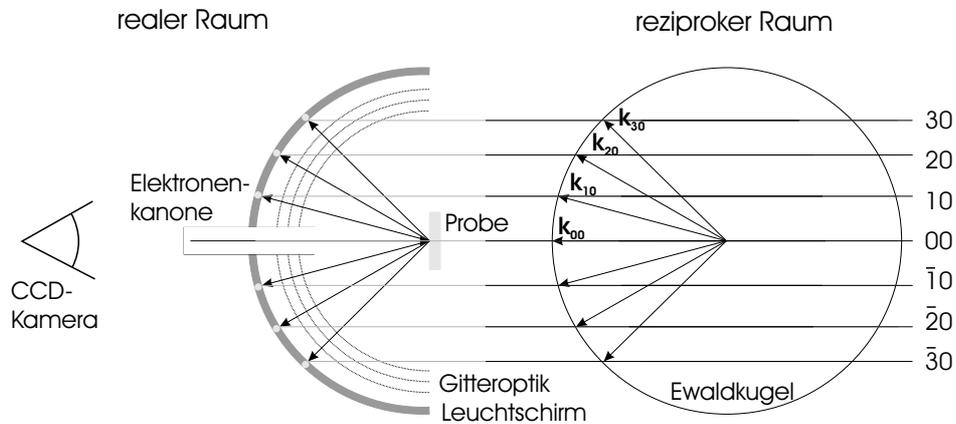


Abbildung 2.11: Skizze zur Entstehung der LEED-Beugungsbilder. Links ist das LEED-System dargestellt. Das auf dem Leuchtschirm entstehende Punktmuster wird mit einer CCD-Kamera aufgenommen. Die rechte Seite zeigt die entsprechende EWALD-Konstruktion [32].

Eine qualitative Aussage über die Güte der Schicht lässt sich auch ohne Auswertung, allein durch den optischen Eindruck des LEED-Bildes treffen: Scharfe, runde LEED-Spots signalisieren eine gute Qualität, breite Spots deuten auf eine schlechte Qualität des Kristallgitters hin. Zusätzliche Beugungsreflexe geben Aufschluss über Rekonstruktionen an der Oberfläche

Die LEED-Messungen werden in der vorliegenden Arbeit ausschließlich zum Verifizieren des epitaktischen Wachstums genutzt. Die schärfe der Beugungsreflexe liefert dabei einen ersten Hinweis auf die Qualität der Schichten.

2.2.2 Röntgenbeugung: XRD und XRR

Röntgenbeugung⁵ zählt zu den Standarduntersuchungsmethoden, um die Struktur von Proben zu analysieren. Dazu wird Röntgenlicht unter einem Winkel θ_{ein} bezüglich der Oberfläche auf die Probe gestrahlt und die Intensität des reflektierten Lichts unter einem Winkel θ_{aus} detektiert (siehe Abbildung 2.12). Je nach Fragestellung der Untersuchung wird eine entsprechende Geometrie für Ein- und Ausfallswinkel gewählt. Eine ausführliche Übersicht über Streumethoden zur Untersuchung von Schichtsystemen ist in [33–35] zu finden. Im folgenden sind die wesentlichen Grundzüge der Methode erläutert.

Die Sensitivität der Messmethode im Ortsraum ist durch die Größe des Wellenzahlvektorübertrages \vec{q} bestimmt, der sich aus der Differenz des einfallenden Wellenzahlvektors \vec{k}_i und des gestreuten Wellenzahlvektors \vec{k}_f errechnet ($\vec{q} = \vec{k}_f - \vec{k}_i$).

⁵engl.: X-ray diffraction, XRD

Für atomare Auflösung muss der Wellenzahlvektorübertrag im Bereich der interatomaren Abstände liegen ($|\vec{q}| \approx 1\text{\AA}^{-1}$), was bei großen Einfallswinkeln gegeben ist. Aus der Winkelposition der BRAGG-Reflexe eines Spektrums lässt sich ein Netzebenenabstand d im Kristalls über $m\lambda = 2\sin(\theta_{\text{ein}})/d$ ermitteln. λ ist hierbei die Wellenlänge des Lichts und m die Beugungsordnung.

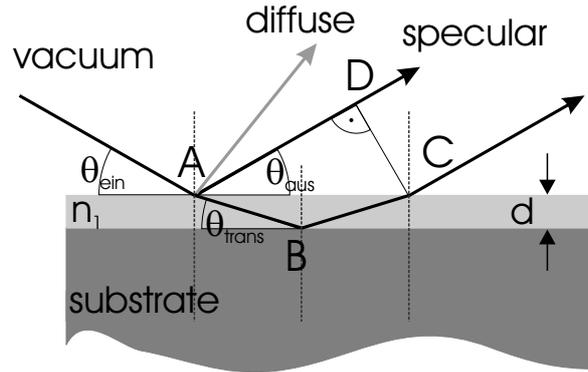


Abbildung 2.12: Schema der Röntgenreflektometrie am Beispiel einer Einzelschicht mit Dicke d und Brechungsindex n_1 . Der Gangunterschied Δ der beiden spekulär gestreuten Strahlen beträgt: $\Delta = (\overline{AB} + \overline{BC})n_1 - \overline{AD}$ und hängt vom Einfallswinkel θ_{ein} ab [33].

Bei streifendem Lichteinfall (typischerweise $\theta_{\text{ein}} < 5^\circ$) nennt man das Messverfahren Röntgen-Reflektometrie⁶. Hierbei ist nicht die atomare Struktur der Probe sichtbar, da $|\vec{q}| \ll 1\text{\AA}^{-1}$. Stattdessen lassen sich Aussagen über Schichtdicke und Grenzflächen der Probe machen.

Bei der Reflektometrie unterscheidet man grundsätzlich zwischen spekulärer und diffuser Streuung. Für den spekulären Fall gilt die Bedingung $\theta_{\text{ein}} \equiv \theta_{\text{aus}}$ (siehe Abbildung 2.12). \vec{q} hat dann nur einen Betrag senkrecht zur Schichtebene. Die Intensität I des reflektierten Lichts oszilliert als Funktion des Einfallswinkels θ_{ein} . Ursache sind Interferenzen der an den Grenzflächen reflektierten Strahlen: An jeder Grenzfläche im Schichtsystem wird der einfallende Strahl in einen reflektierten und einen transmittierten Anteil aufgespalten. Strahlen, die die Probenoberfläche verlassen, haben einen Gangunterschied zueinander, der vom Einfallswinkel abhängt. Die Oszillationsperioden sind ein direktes Maß für die im Schichtsystem vorkommenden Schichtdicken. Die kleinste Periode entspricht dabei der Gesamtschichtdicke der Probe.

Aus einer solchen Intensitätsmessung lassen sich außerdem Rückschlüsse auf die Schichtrauigkeit über ein Brechungsindexprofil in Richtung der Probennormalen (z -Richtung) der Schicht ziehen (siehe Abbildung 2.13). In einem einfachen Modell nimmt man an, dass sich die Höhenkoordinate z über der Grenzfläche durch eine Zufallsverteilung um eine mittlere Lage \bar{z} der nominell glatten Grenzschicht beschreiben lässt. Dieses gaußförmige Höhenprofil kann dann in ein Brechungsindexprofil übersetzt werden. Die Grenzfläche zweier Materialien lässt sich als kontinuierliche Änderung des Brechungsindex beschreiben. Dabei ist eine Unterscheidung zwischen einer rauen

⁶engl.: *X-ray reflectivity, XRR*

Grenzfläche und Interdiffusion an der Grenzfläche schwierig. Durch die Rauigkeit einer Grenzfläche kommt es vermehrt zu diffuser Streuung, d.h. zu einer Abnahme der spekulär gestreuten Intensität. Informationen über laterale Größen der Rauigkeitsstrukturen sind nur durch Experimente mit diffuser Streuung zugänglich, da \vec{q} in diesem Fall eine Komponente parallel zur Schichtebene besitzt.

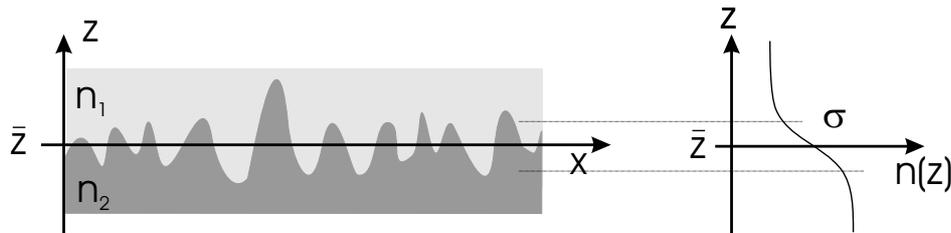


Abbildung 2.13: Schematische Darstellung der Grenzflächenrauigkeit σ und die Änderung des Brechungsindex als Funktion der z -Richtung [33].

Für die Reflektometriemessungen steht ein Reflektometer der Firma BRUKER im Institut für Streumethoden des IFF zur Verfügung. Messungen bei großen Einfallswinkeln wurden an einem 4-Achsen-Diffraktometer der Firma Philips zusammen mit Herrn Dr. P. EHRHART aus dem Institut für elektrokeramische Materialien des IFF durchgeführt. Beide Geräte arbeiten mit einer Cu-K α Anode ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$). Die Messungen wurden in spekulärer Geometrie durchgeführt, wobei die Röntgenröhre und der Detektor gleichzeitig bewegt werden.

Die Auswertung der Reflektometrie-Spektren ist mit der zum Gerät gelieferten Software der Firma BRUKER möglich, die sowohl eine Simulation als auch ein Anpassen der Daten erlaubt. Als Fitparameter werden Schichtdicken, deren Grenzflächenrauigkeiten und Dichte gewählt.

2.2.3 Rasterkraft-Mikroskopie: RKM

Mit der Rasterkraft-Mikroskopie lässt sich die Oberflächen-Topographie einer Probe messen. Hierzu wird eine Spitze über die Probenoberfläche gerastert und die Wechselwirkung zwischen Spitze und Oberfläche detektiert (siehe Abbildung 2.14). Es handelt sich hauptsächlich um VAN-DER-WAALS-Kräfte, jedoch können auch Kapillarkräfte durch einen dünnen Wasserfilm auf der Probe zur Wechselwirkung beitragen. Die wenige Nanometer große Spitze befindet sich am Ende eines etwa 100-200 μm langen Biegeelementes (engl.: *cantilever*) mit geringer Federkonstante D . Je nach Distanz zur Oberfläche wirkt auf die Spitze eine Kraft K , die das Biegeelement um die Strecke $\Delta z = K/D$ gemäß dem HOOKEschen Gesetz auslenkt. Die Auslenkung ändert den Strahlengang eines am Biegeelement reflektierten Laserstrahls auf ein Photodiodenfeld. Über die Änderung des Differenzsignals der Photodioden kann die Auslenkung der Spitze ermittelt werden.

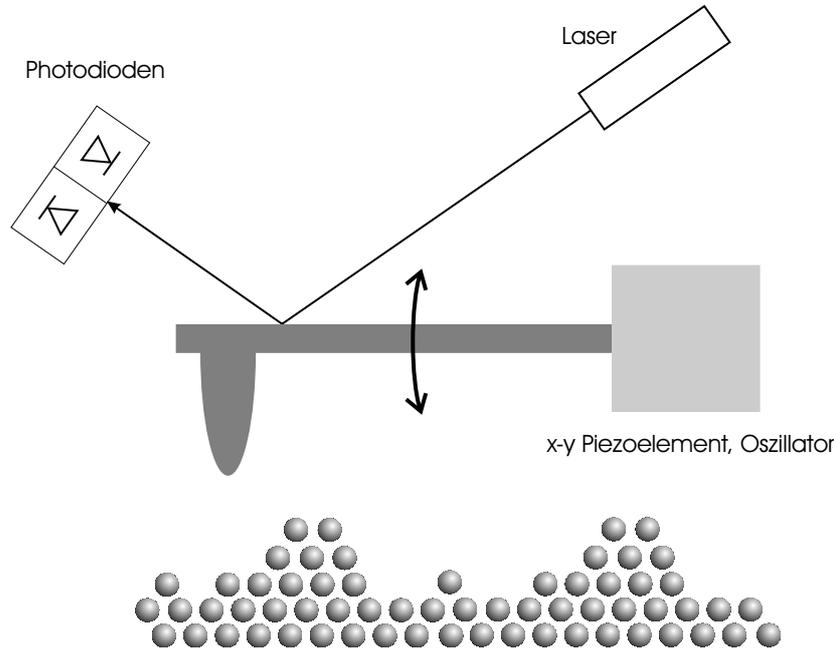


Abbildung 2.14: Prinzip der AFM-Messung: Eine Spitze wird ohne Kontakt zur Oberfläche über die Probe gerastert. Die Auslenkung des Biegeelementes kann durch die Änderung des Photodiodensignals bestimmt werden.

Es stehen unterschiedliche Betriebsmodi zur Verfügung: der Kontakt- und der kontaktfreie Modus. Im ersten Fall wird die Spitze auf die Oberfläche mit einer konstanten Kraft gedrückt und über die Oberfläche gerastert. Die in dieser Arbeit gezeigten AFM-Bilder sind im kontaktfreien Modus aufgenommen worden, d.h. das Biegeelement wird durch ein Piezoelement zu Schwingungen mit der Resonanzfrequenz angeregt und im Abstand weniger Nanometer über die Probenoberfläche geführt. Frei von externen Kräften, also in genügendem Abstand zur Probe hängt die Resonanzfrequenz nur von der Federkonstante des Biegeelementes ab. Verringert sich der Abstand zwischen Spitze und Probenoberfläche, ändern sich sowohl die Frequenz als auch die Amplitude der Schwingung. Bei festgehaltener Frequenz des Biegeelementes ändert sich nur die Amplitude der Schwingung als Funktion des Abstandes und liefert damit ein Maß für die Wechselwirkung zwischen Probe und Spitze. Unter Verwendung der Amplitude als Regelsignal lässt sich durch Konstanthalten der Amplitude eine Topographie der Oberfläche erstellen. Bei idealen Bedingungen kann mit der Rasterkraft-Mikroskopie sogar atomare Auflösung erreicht werden [36].

Ein häufig verwendetes Maß für die Qualität der Oberfläche ist der Wert der RMS-Rauigkeit σ_{rms} (engl.: *root mean square roughness*). Sie wird von der Messsoftware aus den Rohdaten eines Bildes gemäß

$$\sigma_{rms} = \frac{1}{N} \sqrt{\sum_{i=1}^N (z_i - \bar{z})^2} \quad (2.2)$$

berechnet. N ist die Anzahl der Messwerte, z_i der i -te und \bar{z} der mittlere Höhenmesswert.

2.2.4 Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie: XPS

Bei der Oberflächenanalyse mit Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie⁷ wird die zu untersuchende Probe monoenergetischer Röntgenstrahlung ausgesetzt, wodurch die Elektronen der Probe angeregt werden. In einem einfachen Bild wird der Photoelektrische Effekt als optische Anregung eines gebundenen Elektrons mit der Bindungsenergie E_B in einen Endzustand E_f beschrieben. Liegt E_f oberhalb des Vakuumniveaus E_{Vac} , kann das Photoelektron die Probe mit der kinetischen Energie E_{Kin} verlassen und in einem Analysator detektiert werden (Abbildung 2.15). Ist die Anregungsenergie $\hbar\omega$ der Photonen bekannt, gilt aufgrund der Energieerhaltung

$$E_{Kin} = \hbar\omega - E_B - e\phi_s \quad (2.3)$$

Durch Messen der kinetischen Energie E_{Kin} kann die Bindungsenergie E_B der Elektronen in der Probe bestimmt werden. Dabei ist $e\phi_s$ die Austrittsarbeit des Spektrometers, eine Apparaturgröße des Analysators (typ. 3-4 eV). Die Bindungsenergie E_B ist die Energiedifferenz zwischen Anfangszustand des Photoelektrons und der Fermienergie E_F . Elektronen bei E_F besitzen eine Bindungsenergie von $E_B \equiv 0$ eV. Die Photonenenergie hängt von der verwendeten Röntgenkanone ab (z.B.: Mg K α : 1253,6 eV; Al K α : 1486,6 eV).

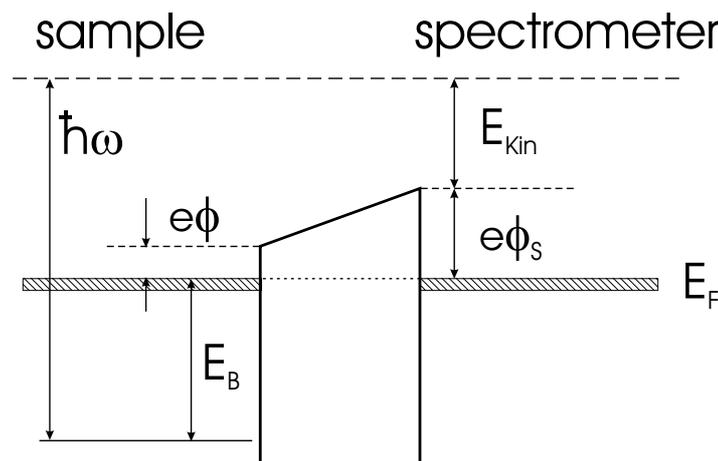


Abbildung 2.15: Energieschema bei der Photoemissions-Spektroskopie.

Während die Photonen einige Mikrometer in das Material eindringen können, stammen die Photoelektronen wegen ihrer geringen freien Weglänge bei diesen Energien aus einer

⁷X-ray photo electron spectroscopy, XPS

Schicht der oberen Monolagen des Festkörpers. Für die einfachste Interpretation von Photoelektronen-Emissionsspektren hat sich ein 3-Stufen-Modell bewährt, in dem der Emissionsprozess in drei unabhängige Einzelprozesse zerlegt wird [37]:

1. Optische Anregung *eines* Elektrons durch *ein* Photon.
2. Transport des angeregten Elektrons zur Probenoberfläche.
3. Übergang des Elektrons in das Vakuum nach Überwindung der Oberflächenaustrittsarbeit.

Im Rahmen meiner Arbeit habe ich die Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie dazu benutzt um Verunreinigungen und Zusammensetzungen der Proben zu bestimmen. Ursprünglich wurde die Messmethode dafür von SIEGBAHN entwickelt und als *Electron Spectroscopy for Chemical Analysis (ESCA)* bezeichnet. Da jedes Element einen einzigartigen Satz von Bindungsenergien besitzt, kann aus einem XPS-Spektrum rein qualitativ dessen Anwesenheit überprüft werden.

Um eine quantitative Aussage über die Konzentration eines Elementes in einer Probe treffen zu können, müssen die Intensitäten der Peaks (=Peakflächen) unter Berücksichtigung ihrer spezifischen Nachweisempfindlichkeit⁸ miteinander verglichen werden. Die Intensität eines Peaks ist von unterschiedlichen elementspezifischen aber auch Spektrometer-Eigenschaften abhängig. Für Messungen mit einem Spektrometer unveränderlicher Geometrie gilt in guter Näherung, dass die Intensität I eines Peaks durch die Anzahl n der Atome eines Elementes pro Volumen und dessen atomarer Nachweisempfindlichkeit S gegeben ist [38,39]:

$$I = n \cdot S. \quad (2.4)$$

Der Vergleich zweier Peaks eines Elementes A in einem Element B liefert dann:

$$\frac{n_A}{n_B} = \frac{I_A/S_A}{I_B/S_B} \quad (2.5)$$

Die atomare Konzentration C_A des Elementes A in B wird durch Erweiterung von Gleichung (2.5) gegeben:

$$C_A = \frac{n_A}{n_A + n_B} \quad (2.6)$$

Allgemein gilt:

$$C_x = \frac{n_x}{\sum n_i} = \frac{I_x/S_x}{\sum (I_i/S_i)} \quad (2.7)$$

Die so ermittelten Ergebnisse haben eine Genauigkeit von etwa 10% [38]. Für eine genauere Analyse müssen die Spektrometer-Eigenschaften berücksichtigt werden.

⁸Werte für atomare Nachweisempfindlichkeiten sind zum Beispiel in [39,40] zu finden.

2.2.5 Ferromagnetische Resonanz: FMR

Unter der ferromagnetischen Resonanz versteht man die Resonanzabsorption elektromagnetischer Strahlung durch das Spinsystem eines ferromagnetischen Materials. Mit ihr lassen sich magnetische Größen wie z. B. Anisotropie und Sättigungsmagnetisierung, eines Ferromagneten bestimmen. Abbildung 2.16 illustriert das Prinzip: Die Magnetisierung \vec{M} einer dünnen ferromagnetischen Schicht wird durch ein externes magnetisches Feld \vec{B} in dessen Richtung fixiert. Wird das System durch Wechselfelder \vec{B}_W angeregt, so präzediert die Magnetisierung um die Richtung des externen Feldes \vec{B} .

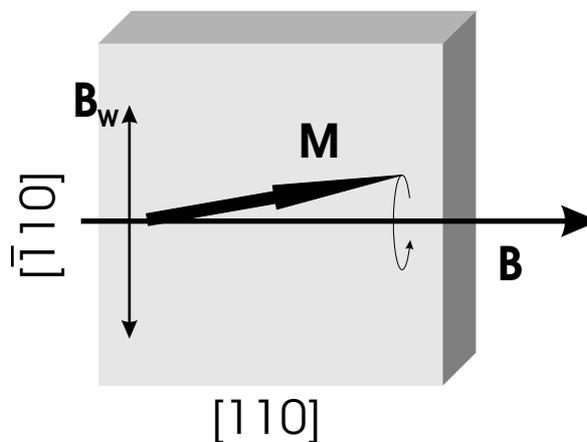


Abbildung 2.16: Geometrische Verhältnisse bei FMR am Beispiel einer dünnen Eisenschicht. Die Magnetisierung \vec{M} wird durch das statische äußere Feld eines Magneten \vec{B} in eine bestimmte Richtung gezwungen (hier: $[110]$ = harte Achse). Das hochfrequente magnetische Wechselfeld \vec{B}_W wirkt senkrecht zu \vec{B} und regt \vec{M} zur Präzession an.

Messaufbau

Das hochfrequente Magnetfeld zur Anregung der Probenmagnetisierung wird durch einen Netzwerkanalysator erzeugt und in einen Zylinderresonator eingekoppelt. Für die Messung wird ein etwa $2 \times 2 \text{ mm}^2$ großes Stück der $10 \times 10 \text{ mm}^2$ großen Probe auf einen Stab geklebt und seitlich durch eine kleine Öffnung in den Resonator eingeführt (siehe Abbildung 2.17). Nach Abstimmen der H_{011} -Mode des Resonators auf die Anregungsfrequenz durch Verändern der Resonatorlänge wird die Reflektion der elektromagnetischen Strahlung als Funktion des angelegten Magnetfeldes aufgezeichnet. Ein Schrittmotor dreht die Probe im Anschluss an die Messung um einen definierten Winkel weiter, bevor eine neue Messung erfolgt.

Im folgenden wird knapp der theoretische Hintergrund der ferromagnetischen Resonanz beleuchtet. Eine detaillierte Übersicht zu FMR ist in der Literatur zu finden [41–44].

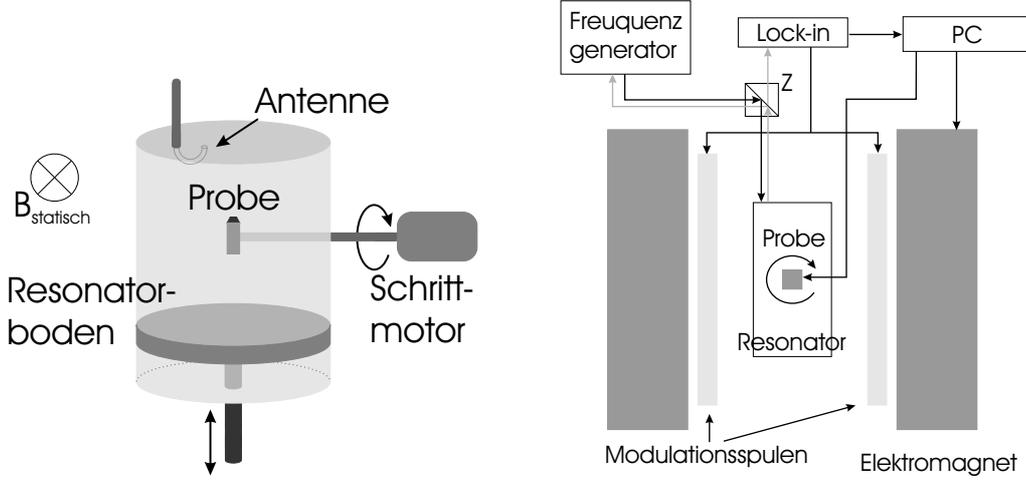


Abbildung 2.17: Links: Detailansicht des Zylinderresonators. Über den beweglichen Resonatorboden wird das System auf die eingestrahlte Frequenz abgestimmt. Das sich ausbildende magnetische Wechselfeld \vec{B}_W liegt in axialer Richtung des Resonators. Über die Antenne gelangt die elektromagnetische Strahlung in den Resonator. Sie dient zugleich als Empfänger für die reflektierte Leistung, die über den Zirkulator (Z, im rechten Bild) ausgekoppelt wird. Rechts: Skizze des FMR-Messplatzes. Um mit Lock-in Technik messen zu können wird das externe Feld des Elektromagneten durch 2 Luftspulen mit einer Frequenz im kHz-Bereich moduliert.

Die Präzession der Magnetisierung um die Gleichgewichtslage des statischen Feldes mit Dämpfung wird durch die LANDAU-LIFSHITZ-Gleichung beschrieben:

$$-\frac{1}{\gamma} \frac{d\vec{M}}{dt} = (\vec{M} \times \vec{B}_{\text{eff}}) + \vec{R} \quad (2.8)$$

Dabei ist γ das gyromagnetische Verhältnis, \vec{M} die Probenmagnetisierung, \vec{B}_{eff} das effektive Feld am Probenort und \vec{R} ein Dämpfungsterm. Durch Lösen der Bewegungsgleichung lassen sich die Resonanzfelder (bzw. Resonanzfrequenzen bei festem Feld) berechnen. \vec{B}_{eff} ist definiert als

$$\vec{B}_{\text{eff}} = \vec{\nabla}_M F, \quad (2.9)$$

wodurch die verschiedenen Beiträge (z.B. interne Felder durch Anisotropien oder Austauschkopplung) zum effektiven Feld durch die freie Energiedichte F berücksichtigt werden. F setzt sich dabei aus der Summe aller Einzelbeiträge zusammen:

$$F = F_{\text{Zeemann}} + F_{\text{Formanisotropie}} + F_{\text{Kristallanisotropie}} + \dots \quad (2.10)$$

Die Resonanzfrequenz aus (2.8) lässt sich dann durch zweifaches Ableiten der freien Energiedichte nach den Richtungen der Magnetisierung (gegeben in Polarkoordinaten θ, φ) berechnen:

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \frac{1 + \alpha^2}{M \sin \theta} F_{\theta\theta} F_{\varphi\varphi} - F_{\theta\varphi}^2 \quad (2.11)$$

α ist hier ein dimensionsloser Term, der die Dämpfung des Systems berücksichtigt. Für Eisen liegt er in der Größenordnung 10^{-3} .

Die Winkelabhängigkeit der freien Energie spiegelt sich in der Symmetrie der Resonanzfrequenz, bzw. Resonanzfelder wieder. Deshalb kann aus winkelabhängigen FMR-Messungen qualitativ die Stärke und Symmetrie der Anisotropien erkannt werden. Zum Verdeutlichen der Winkelabhängigkeit der Resonanzfrequenz soll hier nur eine einfache Form für eine dünne Schicht mit kubischer Anisotropie K_1 angegeben werden, deren Magnetisierung durch die Formanisotropie in der Ebene liegt. Die Sättigungsmagnetisierung M_S ist dann durch eine effektive Sättigungsmagnetisierung

$$M_S^{\text{eff}} = M_S - \frac{2K_{\text{Form}}}{d\mu_0 M_S} \quad (2.12)$$

zu ersetzen. Ist die Probe in Sättigung und gilt $B_{\text{ext}} \ll \mu_0 M_S^{\text{eff}}$, lässt sich ein einfacher Zusammenhang zwischen der Resonanzfrequenz $(\omega/\gamma)^2$ als Funktion des Winkels ϑ , der zwischen leichter Achse und externem Magnetfeld gemessen wird, angeben:

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 \approx \mu_0 M_S^{\text{eff}} \left(B_{\text{ext}} + \frac{2K_C}{M_S^{\text{eff}}} \cos(4\vartheta) \right) \quad (2.13)$$

Für $\vartheta = 0^\circ$ (leichte Achse parallel zum externen Magnetfeld) ist dieser Ausdruck maximal, in einer harten Achse $\vartheta = 45^\circ$ ist die Resonanzfrequenz minimal. Zwischen leichter und harter Achse oszilliert $(\omega/\gamma)^2$ gemäß (2.13). Der Verlauf der Resonanzfrequenz als Funktion von B_{ext} für die zwei Probenwinkel 0° und 45° ist in Abbildung 2.18 dargestellt.

Aus der Breite der Resonanzlinie lässt sich bereits rein qualitativ eine Aussage über die Güte der Schicht treffen. Der Resonanzpeak ist dabei umso schmaler, je weniger (magnetische) Defekte der Kristall aufweist, da die Probenmagnetisierung dann dem Anregungsfeld ungehindert folgen kann. Um die Linienbreiten verschiedener Proben direkt miteinander vergleichen zu können, müssen sowohl die Schichtdicken übereinstimmen als auch die Anregungsfrequenz und der Probenwinkel bei der Messung identisch sein, da diese Parameter die Linienbreite beeinflussen [44].

Die Breite der Resonanzlinie setzt sich aus einem intrinsischen und extrinsischen Beitrag zusammen. Der intrinsische Anteil hängt von der internen Dämpfung ab, der extrinsische Part wird durch magnetische Inhomogenitäten verursacht. Aus einer frequenzabhängigen Messung der Linienbreite können beide Beiträge voneinander getrennt werden. Der Schnittpunkt mit der Ordinate (Anregungsfrequenz = 0 Hz) entspricht der intrinsischen Linienbreite des Systems. Aus dem linearen Zusammenhang zwischen Frequenz und Linienbreite kann aus der Steigung dieser Messung der Dämpfungsparameter α abgelesen werden [44].

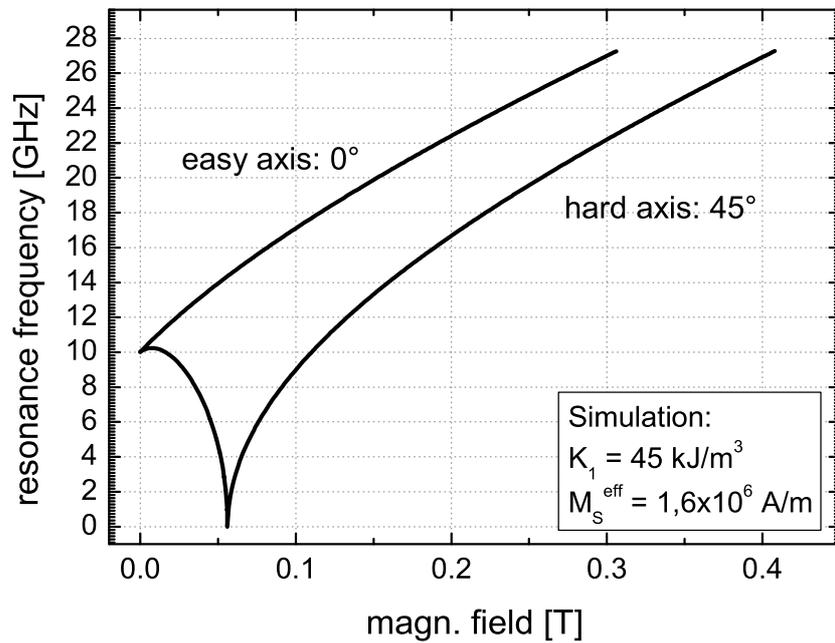


Abbildung 2.18: Simulation der Resonanzfrequenz, als Funktion des externen Magnetfeldes für einen Probenwinkel von 0° und 45° . Bei fixem Magnetfeld ist die Resonanzfrequenz für 0° größer als für 45° . In dem verwendeten Versuchsaufbau wird bei unveränderter Anregungsfrequenz das Resonanzfeld bestimmt. Bei konstanter Frequenz liegt das Resonanzfeld der leichten Richtung bei kleineren Feldwerten als in schwerer Richtung. Der Kurvenverlauf bei einem Probenwinkel von 45° bei kleinen Magnetfeldern wird durch die Kristallanisotropie verursacht. Erst wenn das Anisotropiefeld in schwerer Richtung überwunden ist, ist die Probe gesättigt. Die einfache Form aus (2.13) spiegelt sich in dem aufsteigenden Zweig wieder.

2.2.6 Magneto-Optischer Kerr Effekt: MOKE

Eine Möglichkeit die Ummagnetisierungsprozesse eines Materials zu charakterisieren, bietet der Magneto-Optische KERR-Effekt: Der Polarisationszustand linear polarisierten Lichtes ist nach Reflexion an einer magnetischen Oberfläche gegenüber dem einfallenden Zustand verändert.

In einem mikroskopischen Bild wird die Änderung des Polarisationszustandes über Spin-Bahn-Kopplung und Austauschspaltung erklärt [45]. Eine linear polarisierte Lichtwelle lässt sich als Überlagerung einer links und einer rechts zirkular polarisierten Welle darstellen. Im Medium haben beide Wellen unterschiedliche Ausbreitungsgeschwindigkeiten, was zu einer Phasendifferenz θ_K nach Austritt aus dem Medium führt: das Licht ist elliptisch polarisiert und die Polarisation ist gegenüber der Ausgangspolarisation um θ_K gedreht.

In einem einfachen Bild kann der MOKE-Effekt als Hochfrequenz-HALL-Effekt interpretiert werden: Das einfallende Licht regt die Elektronen der Probe zu Schwingungen parallel zum elektrischen Feldvektor \vec{E} an. Durch die Schichtmagnetisierung \vec{M} wirkt auf die bewegten Elektronen eine LORENTZ-Kraft, wodurch die Elektronen auf eine elliptische Bahn gezwungen werden. Der Polarisationszustand des reflektierten Lichts nach Reflexion an einer magnetischen Oberfläche ändert sich, z.B. von linear zu elliptisch polarisiertem Licht. Dabei ist die Polarisationsachse (große Halbachse bei elliptischer Polarisation) gegenüber dem einfallenden Zustand um einen Winkel θ_K gedreht. Diese KERR-Drehung wird durch eine Intensitätsänderung des Lichts mit einem Photodetektor in einem Polarisator–Analysator Aufbau gemessen (siehe Abbildung 2.20).

Man unterscheidet je nach Orientierung von Einfallsebene und Magnetisierungsrichtung der Probe zwischen drei Fällen: dem polaren, dem transversalen und dem longi-

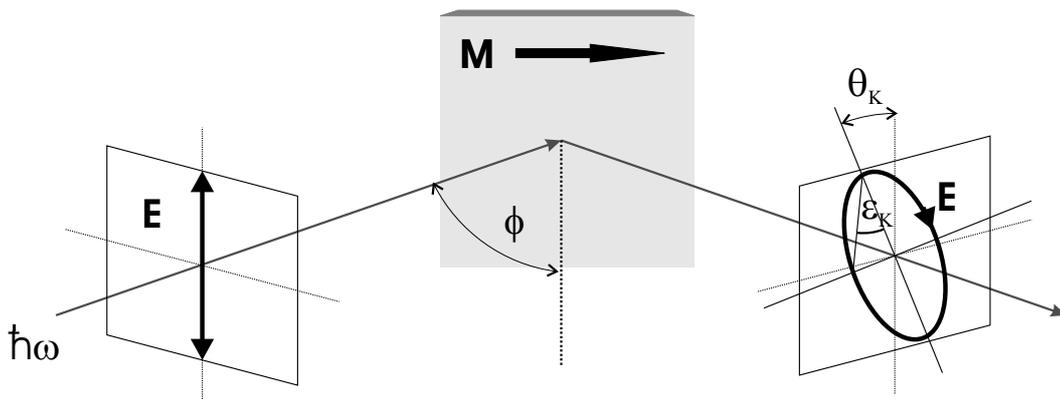


Abbildung 2.19: Geometrie des longitudinalen KERR-Effekts mit s-polarisiertem Licht. Nach Reflexion an der magnetischen Oberfläche ist das Licht elliptisch polarisiert, wobei die große Halbachse gegenüber der Ausgangspolarisation um den KERR-winkel θ_K gedreht ist. Die Elliptizität ϵ_K ist hier stark übertrieben gezeichnet.

tudinalen KERR-Effekt. Letzterer wird bei den hier durchgeführten MOKE-Messungen genutzt und ist grafisch in Abbildung 2.19 verdeutlicht. Die Magnetisierung der Probe liegt in der Ebene, parallel zur Einfallsebene, die durch den einfallenden und reflektierten Strahl aufgespannt wird. Senkrecht dazu schwingt der Vektor \vec{E} des elektrischen Feldes.

Beim transversalen KERR-Effekt liegt die Magnetisierung ebenfalls in der Schichtebene, jedoch senkrecht zur Einfallsebene.

Um die Probenmagnetisierung senkrecht zur Oberfläche zu detektieren wird der polare KERR-Effekt genutzt, bei dem das linear polarisierte Licht annähernd senkrecht auf die Oberfläche gestrahlt wird.

Aus den gemessenen Hysteresekurven lassen sich die Feldgrößen (Koerzitivfeld, Sättigungsfeld, Schaltfelder) sofort ablesen, während die absolute Größe der Magnetisierung der Probe nicht direkt zugänglich ist. Der verwendete Versuchsaufbau ist in Abbildung 2.20 skizziert. Durch den steilen Licht-Einfallswinkel ϕ von etwa 15° zeigen die gemessenen Hysteresekurven starke quadratische MOKE-Effekte, die die Auswertung der Schaltfelder jedoch nicht beeinflussen.

MOKE ist keine volumensensitive Messmethode wie VSM⁹- oder SQUID¹⁰-Magnetometrie. Das Laserlicht dringt nur zu einem gewissen Teil in die Probe ein. Aufgrund der Absorption nimmt der Anteil der tiefer liegenden Schichten exponentiell mit der Eindringtiefe ab. Zusätzlich tritt eine Phasenverschiebung bei Reflexion in unterschiedlichen Tiefen auf, die zu einer weiteren Abschwächung des Reflektierten Signals führt. Die KERR-Amplitude kann näherungsweise als komplexe, exponentiell abfallende Funktion der Tiefe beschrieben werden [46]:

$$f(z) = \exp\left(\frac{-i4\pi\tilde{n}z}{\lambda}\right) \quad (2.14)$$

Dabei ist z die Tiefe, λ die Wellenlänge des Lichts, und \tilde{n} der komplexe Brechungsindex des Mediums. Der Realteil aus Gleichung (2.14) hat eine Nullstelle bei

$$z_0 = \lambda/8n, \quad (2.15)$$

d.h. bis zu einer (Informations-) Tiefe z_0 trägt das darüber liegende Material zum Gesamtsignal bei.

Bei dem im Versuchsaufbau benutzten Laser (Typ TOLD9231M) ($\lambda = 670$ nm) ergibt sich für Eisen ($n \approx 3$, [47]) eine Informationstiefe von $z_0 \approx 28$ nm.

Bei Messungen an Schichtsystemen, wie sie in dieser Arbeit hergestellt wurden, muss bei der Interpretation der Messkurven berücksichtigt werden, dass nicht alle Schichten im gleichen Maß zum MOKE-Signal beitragen.

Durch numerische Simulation [48] lassen sich aus den Hysteresekurven die Kopplungsparameter J_1 und J_2 ermitteln. Dabei ist es nicht nötig den kompletten Verlauf der

⁹engl.: VSM = *Vibrating Sample Magnetometer*

¹⁰engl.: SQUID = *Superconducting QUantum Interference Device*

Ummagnetisierungskurve nachzuvollziehen, der unter Umständen wegen des quadratischen MOKE-Effekts (VOIGT-Effekt) recht kompliziert sein kann. Zur Bestimmung der Kopplungsstärke genügt die Auswertung der Schaltfelder von paralleler und antiparalleler Ausrichtung der Schichtmagnetisierung (siehe Abbildung 4.29, Seite 77).

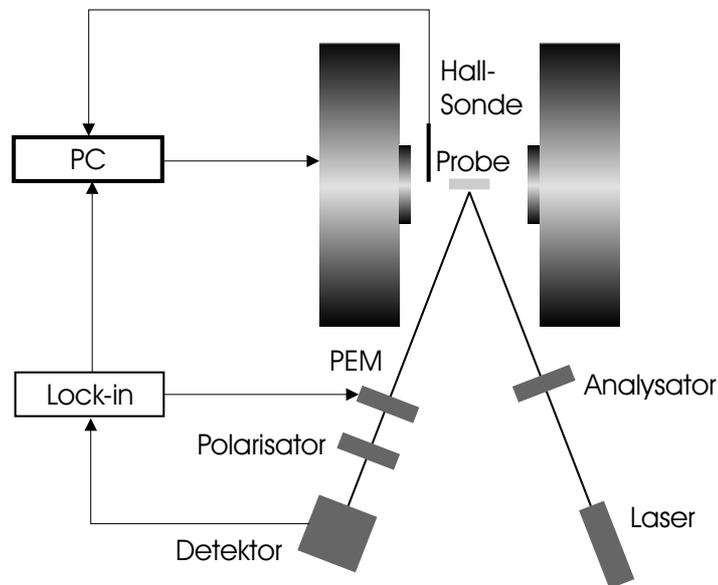


Abbildung 2.20: Aufbau des MOKE Messplatzes. Polarisator und Analysator stehen in Auslöschung zueinander, wobei das Licht in s-Polarisation auf die Probe trifft. Durch einen photoelastischen Modulator (Typ: PEM-90) wird die Phase des reflektierten Lichts mit einer Frequenz von 50 kHz moduliert um Streulichteinflüsse zu minimieren. Die modulierte Intensität des reflektierten Lichts dient als Messsignal und wird über einen Lock-In-Verstärker ausgelesen.

Kapitel 3

Physikalische Effekte

3.1 Zwischenschicht-Austauschkopplung

Das Phänomen, dass die Magnetisierung zweier ferromagnetischer Schichten über eine nichtferromagnetische Schicht „kommunizieren“, wird als Zwischenschicht-Austauschkopplung (engl.: *Interlayer Exchange Coupling, IEC*) bezeichnet. Als Funktion der sie trennenden nichtferromagnetischen Zwischenschicht ist eine parallele oder antiparallele Ausrichtung der Schichtmagnetisierung zu beobachten. Eine 90°-Ausrichtung ist ebenfalls möglich; sie wird auf eine schlechte Qualität der Zwischenschicht zurückgeführt [49].

Die Kopplung wird phänomenologisch durch den Ansatz

$$E_{IEC} = -J_1 \cos(\Delta\phi) - J_2 \cos^2(\Delta\phi) \quad (3.1)$$

beschrieben, mit den Kopplungsparametern J_1 , J_2 , und dem relativen Winkel zwischen den Magnetisierungen der ferromagnetischen Schichten $\Delta\phi$. J_1 wird auch als bilinearer, J_2 als biquadratischer Term bezeichnet. Art und Größe der Kopplung sind durch die Werte von J_1 und J_2 bestimmt: Bei dominantem J_1 ist das System ferromagnetisch (antiferromagnetisch) gekoppelt, wenn J_1 positiv (negativ) ist. Dominiert J_2 und ist negativ, entspricht eine 90° Ausrichtung der Magnetisierungen einem Energieminimum des Systems.

Bemerkenswert ist das oszillierende Verhalten der Austauschkopplung bei metallischen, nichtferromagnetischen Zwischenschichten: Die Ausrichtung der Schichtmagnetisierungen wechselt zwischen paralleler und antiparalleler Konfiguration mit zunehmender Zwischenschichtdicke. Der empirische Ansatz wird durch das sogenannte Quantentrogmodell bestätigt [50].

Die Zwischenschichtkopplung wurde 1986 erstmals von GRÜNBERG et al. an Eisen/Chrom/Eisen-Schichten beobachtet [51] und später von anderen Gruppen für verschiedene Systeme der Art Ferromagnet/nichtferromagnetisches Metall/Ferromagnet gefunden. 1992 wurde von antiferromagnetischer Zwischenschicht-

kopplung über Eisen/Silizium/Eisen Schichten mit amorphem [52], 1996 mit polykristallinem Silizium berichtet [53]. Da es sich bei Silizium um einen Halbleiter handelt, bei denen man eine wesentlich schwächere Kopplung erwartet, wurde das Kopplungsphänomen über Siliziumschichten durch Interdiffusion mit Eisen erklärt, wodurch sich eine metallische Eisensilizidschicht ausbildet. Das damit verbundene oszillatorische Kopplungsverhalten konnte erst 2001 von GAREEV et al. [54] nachgewiesen werden. In MBE-Experimenten, die durch co-verdampfen von Eisen und Silizium eine Silizidschicht bekannter Zusammensetzung ermöglichen, wird eine Zunahme der Kopplungsstärke mit abnehmendem Eisengehalt gefunden [1]. In diesen Schichtsystemen existiert kein oszillatorisches Verhalten der Kopplung. Die Kopplungsstärke fällt exponentiell mit zunehmender Zwischenschichtdicke ab. Das Verhalten der Kopplung entspricht der theoretischen Beschreibung von BRUNO [50]. Allerdings gibt es bisher keine Erklärung für die sehr hohe Kopplungsstärke über Silizium.

Bei gesputterten Eisen/Silizium Systemen handelt es sich meist um polykristalline Viellagenschichtsysteme [7–13], jedoch existieren auch einige Arbeiten, die Kopplung an gesputterten Dreilagenschichtsystemen demonstrieren.

Die einzige Arbeit über epitaktisch gesputterte Dreilagenschichtsysteme lieferte CHAIKEN et al. auf MgO(001) Substraten, die eine Kopplungsstärke von etwa $1,2 \text{ mJ/m}^2$ [16] zeigen. Arbeiten über epitaktisch gesputterte Eisen/Silizium/Eisen Dreilagenschichtsystemen auf GaAs-Substraten sind bisher nicht in der Literatur zu verzeichnen.

3.2 Magnetowiderstand

Als Magnetowiderstand bezeichnet man die Änderung des elektrischen Widerstandes durch Einfluss eines Magnetfeldes. Man unterscheidet verschiedene Arten von Magnetowiderstandseffekten, die im folgenden kurz erläutert werden.

3.2.1 Positiver Magnetowiderstand

Durch ein Magnetfeld werden die Elektronen im Metall durch die LORENTZkraft $\vec{F} = e\vec{v} \times \vec{B}$ auf Kreisbahnen gezwungen. Dadurch ergibt sich für die Elektronen eine geringere freie Weglänge als ohne Magnetfeld, was zu einer Erhöhung des Widerstandes führt [55]. Während der Effekt bei Raumtemperatur klein ist, kann er bei tiefen Temperaturen und großen Magnetfeldern einige Prozent betragen [56].

3.2.2 Anisotroper Magnetowiderstand

In ferromagnetischen Metallen ist der elektrische Widerstand vom Winkel zwischen Stromfluss- und Magnetisierungsrichtung abhängig. Dabei ist der Widerstand bei paralleler Ausrichtung von Strompfad und Magnetisierung normalerweise größer als

bei senkrechter Ausrichtung. Ursache für diese Anisotropie des Widerstands ist die Spin-Bahn Kopplung.

In einem phänomenologischen Ansatz wird die Abhängigkeit des elektrischen Widerstands R als Funktion des Winkels θ zwischen Stromrichtung und Magnetisierung durch

$$R(\theta) = \frac{2R_{\perp} + R_{\parallel}}{3} + (R_{\parallel} - R_{\perp})(\cos^2(\theta) - \frac{1}{3}) \quad (3.2)$$

beschrieben. Für dünne Schichten gilt der Ausdruck

$$R(\theta) = \frac{R_{\perp} + R_{\parallel}}{2} + (R_{\parallel} - R_{\perp})(\cos^2(\theta) - \frac{1}{2}), \quad (3.3)$$

in dem nur zwei Dimensionen berücksichtigt sind. Diese einfache Beschreibung gilt für polykristalline Proben ohne Stromverteilungseffekte und in einkristallinen Systemen nur dann, wenn der Strom entlang einer ausgezeichneten Kristall-Symmetrieachse liegt. Weicht der Strompfad von einer Kristallachse ab, so ist die Beschreibung des AMR weitaus komplizierter [57]. Aus dem Verlauf von winkelabhängigen AMR-Messungen an einkristallinen Filmen lassen sich Rückschlüsse auf die im System vorkommenden Anisotropien ziehen [58, 59].

Der AMR ist ein Volumeneffekt. In dicken Permalloy-(Nickel-Eisen Legierung) Schichten findet man AMR-Werte von einigen Prozent bei Raumtemperatur. In dünnen magnetischen Filmen ist der Effekt kleiner.

3.2.3 Riesenmagnetowiderstand

Der Riesenmagnetowiderstand (engl.: Giant Magneto Resistance, GMR) zeigt sich bei Schichtsystemen, bei denen ferromagnetische durch nichtferromagnetische, metallische Schichten getrennt sind. Der Widerstand hängt nur von der relativen Orientierung der Magnetisierung der beiden Ferromagneten zueinander ab. Zur Erklärung des GMR werden zwei Modelle vorgeschlagen: die spinabhängige Streuung von Elektronen an den Grenzflächen der Ferromagneten (extrinsischer GMR), und die spinabhängige Fermigeschwindigkeiten der Elektronen in einem Ferromagneten (intrinsischer GMR) [60].

Die maximale Widerstandsänderung findet man beim Vergleich der Widerstände in paralleler (R_p) und antiparalleler (R_{ap}) Ausrichtung der Schichtmagnetisierungen. Der Widerstand R_p ist dabei meist geringer als R_{ap} . Dementsprechend ist das GMR-Verhältnis definiert als:

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{R_p - R_{ap}}{R_p} \quad (3.4)$$

In Kobalt-Kupfer-Viellagenschichten werden Widerstandseffekte bei Raumtemperatur von 100% gefunden.

Bei stark gekoppelten Schichtsystemen wird häufig keine Sättigung des Widerstandes als Funktion des angelegten Magnetfeldes gefunden: Der Widerstand sinkt mit steigen-

dem Feld. Dieser Effekt wird mit einer zunehmenden Ordnung der Spins bei steigendem Magnetfeld in Verbindung gebracht. Die Widerstandsänderung ist jedoch sehr gering.

Je nach Messgeometrie unterscheidet man CIP¹- und CPP²-GMR. In einigen Eisen/Silizium/Eisen-Schichtsystemen [13, 15, 61] wird von GMR-Effekten (<1%) in CIP Geometrie berichtet.

¹Strompfad in der Schichtebene, engl.: *Current In Plane*

²Strompfad senkrecht zur Schichtebene, engl.: *Current Perpendicular to the Plane*

Kapitel 4

Ergebnisse

4.1 Substratpräparation

Im Rahmen der Arbeit werden Gallium-Arsenid (GaAs) und Magnesiumoxid (MgO) mit (001)-Orientierung als Substrate benutzt, deren Oberflächen durch Lagerung an Luft mindestens mit einer Oxidschicht von einigen Ångström überzogen sind. Beim hygroskopischen MgO muss ein Wasserfilm als zusätzliche Verschmutzung angenommen werden.

An unbehandelten Substraten können keine LEED-Reflexe gefunden werden, d.h. die Verschmutzungen zeigen keine kristalline Ordnung und verdecken die darunter liegende Struktur des Einkristalls. Auf einer solchen Oberfläche sollte deshalb kein epitaktisches Wachstum möglich sein.

Um ein geordnetes Wachstum zu erlangen werden die Substrate deshalb im allgemeinen sorgfältig vorbehandelt. Dies geschieht entweder chemisch *ex situ* oder innerhalb der Prozesskammer mittels Heizen oder Sputtern des Substrates mit anschließendem Ausheilen des Kristalls durch Temperzyklen [62–64].

Da bei der benutzten Sputteranlage keine hinreichend hohe Substrattemperatur für die Desorption von Sauerstoff (590°C), bzw. ein Ausheilen von Defekten erzielt werden kann, werden die Substrate durch Ionenbeschuss mit der Assistquelle gereinigt (siehe Abbildung 2.5, Seite 17). Zunächst muss untersucht werden, wie stark das Vorsputtern die Kristallordnung der Oberfläche beeinflusst. Sie sollte nach dem Vorsputtern frei von Oxid sein, jedoch darf die Kristallordnung nicht zerstört oder die Oberfläche stark aufgeraut werden. In einem ersten Test werden zunächst unterschiedlich lange Vorsputterzeiten bei niedriger Ionenenergie gewählt, wobei mittels XPS-Messungen der Sauerstoffgehalt auf der Probenoberfläche, bzw. mit LEED der Zustand des Kristalls ermittelt wird. In Abbildung 4.1 sind die Ergebnisse aus den XPS-Messungen für das GaAs-Substrat gezeigt. Der Sauerstoffanteil sinkt bereits nach 5 Sekunden Sputtern auf unter 10% ab und liegt nach 20 Sekunden bei etwa 1%. Nach 40 Sekunden ist kein Sauerstoff Peak mehr im XPS-Spektrum zu finden. Nimmt man das Rauschen der

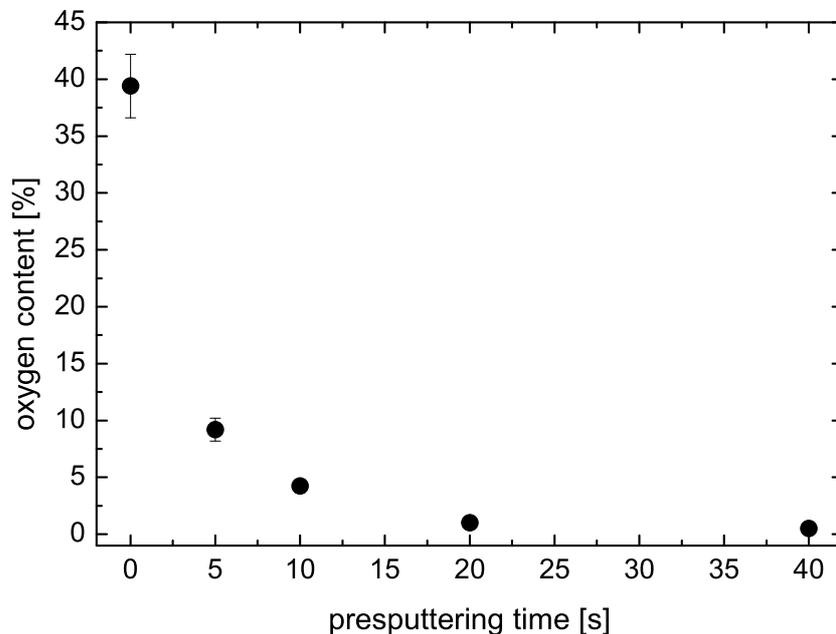


Abbildung 4.1: Sauerstoffgehalt auf der GaAs-Oberfläche nach unterschiedliche langer Sputterzeit. Bei 40 s konnte kein Sauerstoffpeak mehr nachgewiesen werden. Der Wert von 0,4% wurde unter der Annahme abgeschätzt, dass das Signalrauschen dem Sauerstoffpeak entspricht.

Messung als Signalgröße, erhält man eine Nachweisgrenze von 0,4%.

LEED-Bilder können nur von der GaAs-Oberfläche gewonnen werden. Bei den isolierenden MgO-Substraten ist aufgrund von Aufladungseffekten keine Aufnahme möglich. Bei GaAs treten LEED-Reflexe erstmals nach einer Sputterzeit von 5 Sekunden auf. Ohne Vorsputtern sowie nach langer Vorsputterzeit von über 40 Sekunden sind keine Reflexe zu sehen. Das heißt, dass das Oxid nicht einkristallin, und dass nach 200 s Sputterzeit die Kristallordnung an der Oberfläche zerstört ist. Abbildung 4.2a) zeigt ein LEED-Bild einer GaAs-Oberfläche nach 15 Sekunden Sputtern. Die sehr scharfen LEED-Spots deuten auf eine gute Kristallstruktur hin, der kurzzeitige Beschuss mit Argonionen hat keinen negativen Einfluss auf die Kristallordnung des GaAs. Auch 30 minütiges Tempern bei maximaler Substrattemperatur von 400°C hat keinen merklichen Einfluss auf das LEED-Bild (Abbildung 4.2b). Damit unterscheidet sich die von mir präparierte GaAs-Oberfläche von denen anderer Arbeiten [62, 64–66] in denen eine Temperatur von etwa 600°C zum Desorbieren des Sauerstoffs verwendet wird bzw. mehrere Heiz- und Sputterzyklen zum Vorbereiten des GaAs durchgeführt werden. Durch die hohe Temperatur kommt es zur Rekonstruktion an der Oberfläche, die Gallium- und Arsenatome haben genügend Energie, um eine für die Oberfläche energetisch günstige-

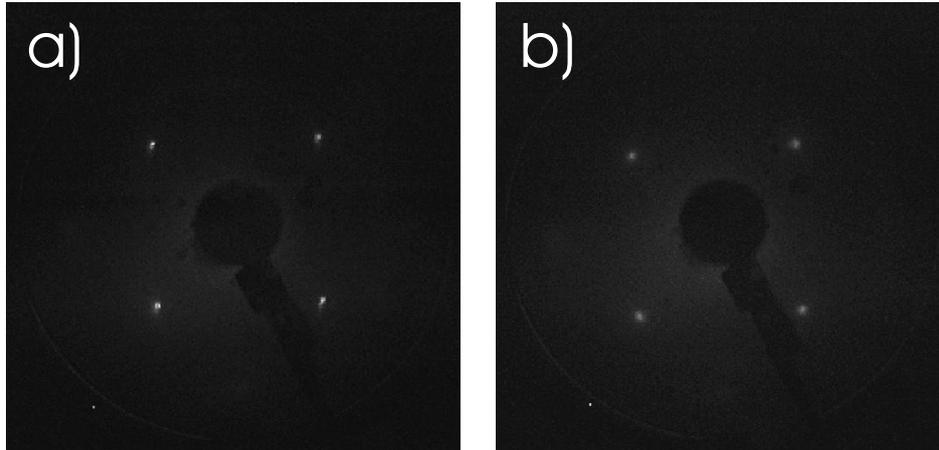


Abbildung 4.2: Vergleich der LEED-Bilder nach 15 s vorsputtern mit einer Strahlspannung U_{beam} von 0,3 kV und einem Strahlstrom von 30 mA (a), und 15 s vorsputtern mit anschließender Heizphase bei 400°C für 30 min (b). Weder die Größe der Spots ändert sich, noch treten Anzeichen einer Überstruktur auf. Aufnahme bei 107,7 eV Elektronenenergie. Die Spots des rechten Bildes wirken wegen nicht optimaler LEED-Einstellungen etwas verwaschener.

re Position einzunehmen. Der Sputterprozess allein scheint nicht genügend Energie für die GaAs-Oberflächenatome bereitzustellen, um eine Rekonstruktion zu ermöglichen.

Abbildung 4.3 zeigt zum Vergleich ein LEED-Bild einer GaAs-Oberfläche nach Heizen auf 590°C. Die Form der LEED-Spots ist teilweise oval und es lassen sich zusätzliche Reflexe finden, die auf eine Oberflächenrekonstruktion hindeuten [67].

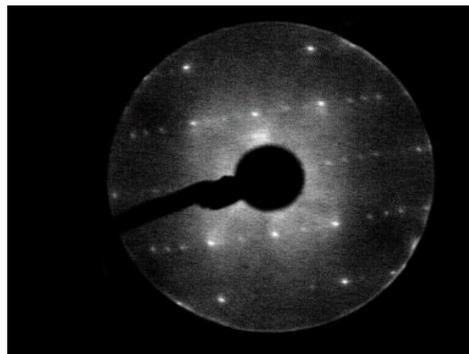


Abbildung 4.3: LEED-Reflexe von GaAs nach einer Stunde tempern bei ca. 600°C, präpariert in der MBE Anlage der Arbeitsgruppe „GRÜNBERG“. Aufnahme bei 114 eV Elektronenenergie.

Da GaAs ein Zweikomponentensystem ist besteht die Möglichkeit, dass sich während des Vorsputterns eine der Komponenten wegen geringerer Sputterausbeute an der Oberfläche anreichert. Obwohl dies für den Einkristall GaAs nicht sehr wahrscheinlich ist,

da die Atome beider Elemente etwa gleich schwer und gleich stark im Kristallgitter gebunden sind, gibt es in der Literatur Berichte von einer Galliumanhäufung an der Substratoberfläche nach Ionenbeschuss [68]. In anderen Arbeiten hingegen wird davon berichtet, dass keine Änderung der chemischen Zusammensetzung an der GaAs Oberfläche stattfindet [69].

Um für den hier gewählten Präparationsschritt einen Hinweis auf eine eventuelle Änderung der Zusammensetzung an der GaAs-Oberfläche zu bekommen, werden XPS-Spektren nach unterschiedlich langen Vorsputterzeiten aufgenommen und miteinander verglichen. In Abbildung 4.4 sind XPS-Spektren der 3d- und 3p- Peaks von Gallium und Arsen nach verschiedenen Sputterzeiten zu sehen.

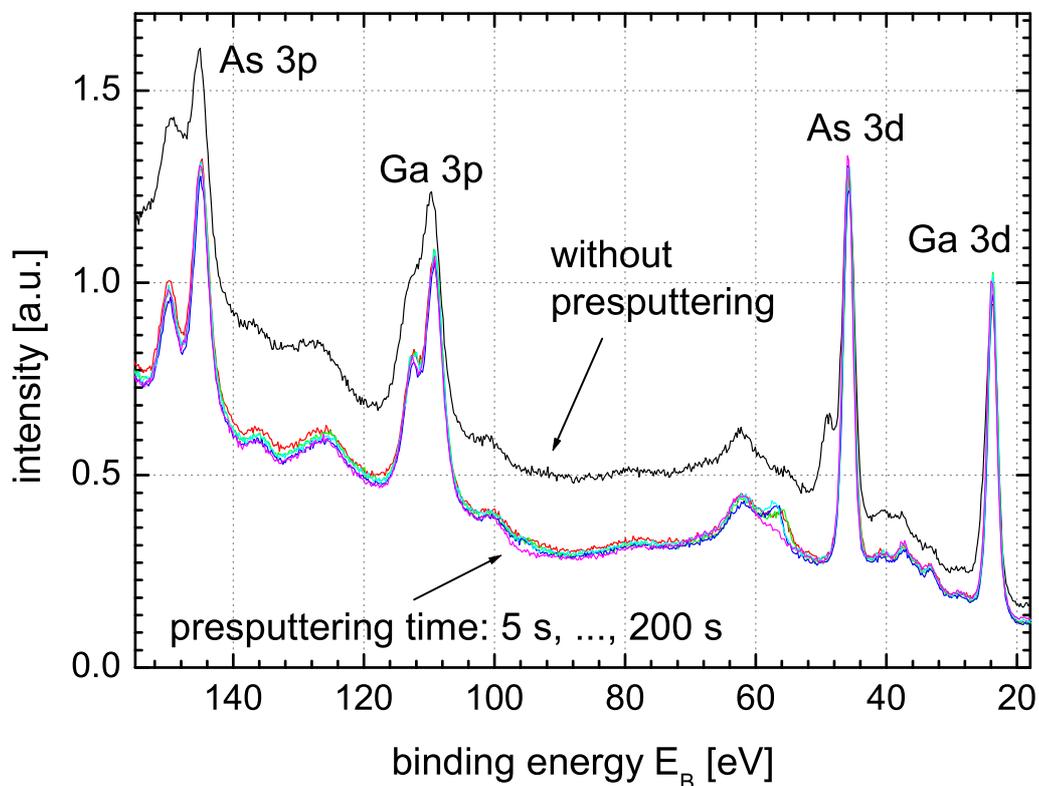


Abbildung 4.4: XPS-Spektrum von Ga und As der 3p und 3d Peaks. Zum besseren direkten Vergleich sind die Messdaten auf den Wert des Ga 3d Peaks normiert. Die Messung an der unbehandelten Probe unterscheidet sich deutlich von den Spektren der Vorgesputterten.

Deutlich weicht die Messkurve für das unbehandelte GaAs-Substrat von den Kurven der vorgesputterten Substrate ab. Dies ist auf den großen Sauerstoffanteil beim unbehandelten Substrat zurückzuführen. Zwischen den Messkurven von 5 s bis 200 s Sputterzeit lässt sich kein signifikanter Unterschied im Verlauf feststellen. Um eine Aussage über

eine Änderung der Zusammensetzung zwischen Ga und As zu treffen werden die einzelnen Peaks unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Nachweisempfindlichkeiten aus [40] gemäß Gleichung (2.5) miteinander verglichen. Um die Vertrauenswürdigkeit dieser Vergleiche zu testen werden zunächst die Peaks *eines* Elementes miteinander verglichen. Da beide Peaks eines Elementes zu gleichen Teilen zum Nachweis des Elementes beitragen, sollte der Peakvergleich den Wert 1 liefern. Für den Fall des unbehandelten GaAs-Substrates ergibt sich aber:

$$\frac{n_{Ga,3d}}{n_{Ga,3p}} = 1,28$$

$$\frac{n_{As,3d}}{n_{As,3p}} = 1,24.$$

Dass die Werte deutlich von 1 abweichen kann mehrere Gründe haben. Am wahrscheinlichsten ist, dass das Spektrometer eine nicht berücksichtigte, energieabhängige Nachweisempfindlichkeit besitzt. Weiterhin sind die verwendeten Nachweisempfindlichkeiten der Peaks aus [40] zum einen für reine Elemente und nicht für eine Komposition gerechnet, zum anderen ist bei der Berechnung ein senkrechter Einfallswinkel der Strahlung zur Probenoberfläche angenommen, während im verwendeten Spektrometer ein Einfallswinkel von $54,7^\circ$ vorliegt.

Eine zuverlässige Angabe der absoluten Konzentration von Ga und As ist deshalb nicht möglich. Jedoch kann eine Tendenz angegeben werden: Man ersieht aus Tabelle 4.1,

	0 s	5 s	10 s	20 s	40 s	200 s
Ga $\frac{3d}{3p}$	1,28	1,28	1,28	1,29	1,28	1,28
As $\frac{3d}{3p}$	1,24	1,25	1,24	1,26	1,25	1,24
$\frac{Ga\ 3d}{As\ 3d}$	1,14	1,31	1,35	1,32	1,33	1,31

Tabelle 4.1: XPS Peakflächen-Verhältnisse nach verschiedenen Sputterzeiten

dass das Verhältnis der Peakflächen sowohl für die Ga Peaks als auch für As Peaks bei unterschiedlichen Vorsputterzeiten unverändert bleibt. Aus dem Vergleich der 3d-Peaks beider Elemente vor und nach dem Sputtern lässt sich hingegen eine Abnahme des As-Gehaltes feststellen: Ohne Sputtern liegt ein Verhältnis von 1,14, nach 5 s ein Verhältnis von 1,31 vor, das sich auch bei längerer Sputterzeit nicht mehr ändert. Dieses Ergebnis ist in Übereinstimmung mit [68], wo ebenfalls eine bevorzugtes Sputtern von As und damit eine Zunahme von Ga an der Substratoberfläche gefunden wird.

Die in Abbildung 4.1 eingezeichneten Fehlerbalken sind auf das von 1 abweichende Verhältnis der Ga- bzw. As-Peaks zurückzuführen. Je nachdem mit welchem Peak der Sauerstoff-Peak verglichen wird, ergibt sich ein anderer Sauerstoffgehalt. Für kleine Sauerstoffkonzentrationen unter 5% ist der Einfluss dieser Diskrepanz jedoch vernachlässigbar.

Sowohl die Rasterkraftmikroskop-Aufnahmen als auch die Reflektrometrie-Messungen deuten auf eine Zunahme der Rauigkeit nach Sputtern des GaAs-Substrates hin. Die

Oberfläche des MgO-Substrates hingegen wird durch das Vorsputtern glatter. Der Verlauf der RMS-Rauigkeit σ_{RMS} (2.2) der Substrate als Funktion der Substratvorsputterzeit ist in Abbildung 4.5 aufgeführt.

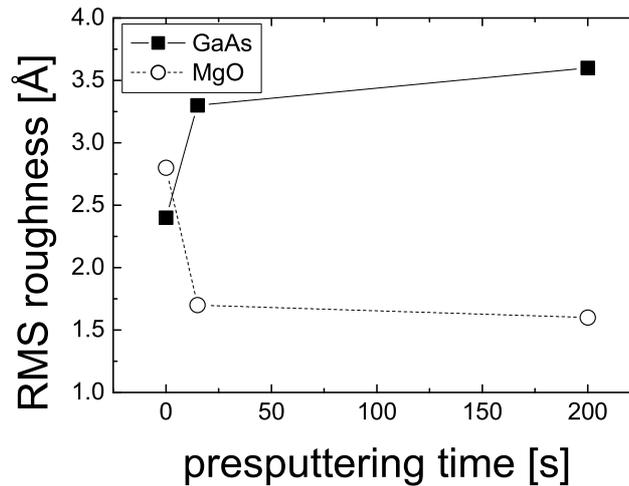


Abbildung 4.5: RMS-Rauigkeit der GaAs- und MgO-Substrate nach unterschiedlich langer Sputterzeit, ermittelt aus RKM-Messungen einer Fläche von $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$.

Aus den Röntgenkleinwinkel-Messungen an GaAs-Substraten erkennt man zusätzlich zur Rauigkeitszunahme, dass die Oxidschichten vor und nach dem Ionenbeschuss unterschiedlich sind¹. Tabelle 4.2 gibt die Parameter wieder, mit denen sich die Messdaten aus Abbildung 4.6 anpassen lassen. Das unbehandelte Substrat weist eine dickere Oxidschicht als die vorgespulterten Substrate auf. Gleichzeitig sind die Rauigkeit und die Dichte der Oxidschicht im unbehandelten Fall geringer als nach dem Reinigungsprozess.

	Oxiddicke [Å]	Rauigkeit σ [Å]	Dichte [$\frac{g}{\text{cm}^3}$]
0 s	13	2,5	2,0
15 s	9	3,2	2,8
200 s	9	3,5	3,8

Tabelle 4.2: Fitparameter zum Anpassen der Daten aus Abbildung 4.6.

¹RKM und XRR-Messungen werden *ex-situ* durchgeführt

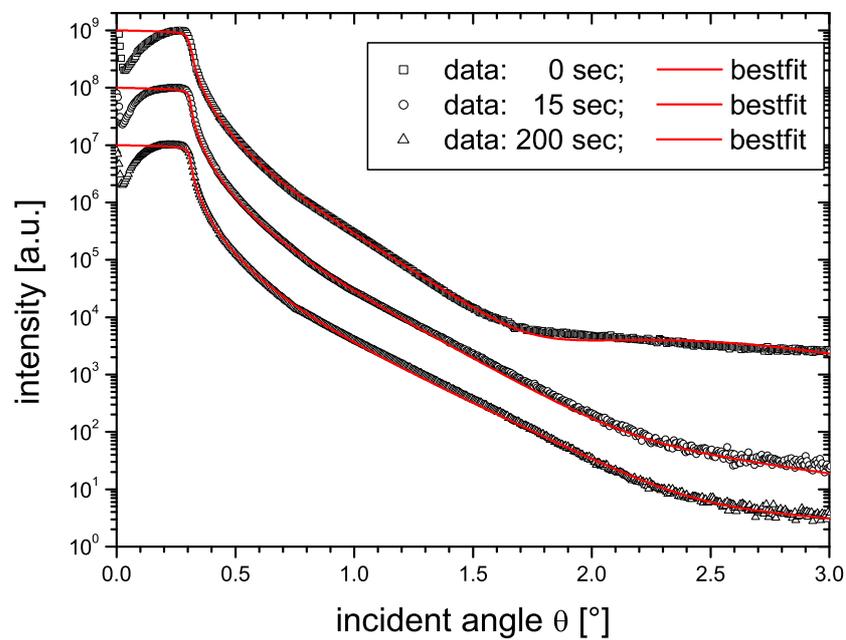


Abbildung 4.6: XRR Messung an GaAs nach unterschiedlich langer Sputterzeit. Zum besseren Vergleich sind die Kurven entlang der Ordinate um einen Faktor 10 verschoben. Zu jeder Messung ist die vom Simulationsprogramm gefundene beste Anpassung eingezeichnet.

4.2 Eisen auf GaAs- und MgO-Substraten

Epitaktisches Wachstum von Eisen auf GaAs(001)-Substraten ist möglich, weil die Gitterkonstante von bcc-Eisen fast halb so groß ist wie die des GaAs-Kristalls: $a_{Fe}=2,866\text{\AA}$, $a_{GaAs}=5,65\text{\AA}$ [70]. Die Kristallrichtungen beider Gitter stimmen überein:

$$\text{Fe}(001)\parallel \text{GaAs}(001); \text{Fe}[100]\parallel \text{GaAs}[100],$$

die Gitterfehlanspassung beträgt etwa 1,5 %. Die Gitterkonstante von MgO ist $a_{MgO}=4,21\text{\AA}$ [70]. Eisen wächst epitaktisch entlang der [110]-Richtung des MgO-Kristalls auf:

$$\text{Fe}(001)\parallel \text{MgO}(001); \text{Fe}[110]\parallel \text{MgO}[100],$$

d.h. das Eisengitter ist gegenüber dem MgO-Kristall um 45° gedreht, die Gitterfehlanspassung liegt bei 3,8%.

Im folgenden Kapitel sind die Einflüsse der Sputterparameter auf das Wachstum von 100\AA Eisen auf GaAs- bzw. MgO-Substrat dargestellt. Ausgehend von einem Standard-Parametersatz werden die Parameter Vorsputterzeit des Substrates, Substrattemperatur, Beamspannung, Prozess-Gasdruck und Targetwinkel variiert. Eine Übersicht liefert Tabelle 4.3. Dabei liegt der Schwerpunkt der Untersuchungen beim Wachstum auf GaAs-Substraten.

variiert	Vorsputterzeit	Substrattemperatur	Beamspannung	Targetwinkel	Gasdruck
Vorsputterzeit: <i>0...200 s</i>	×	300°C	0,75 kV	50°	10^{-3} mbar
Substrattemperatur: <i>25° C...300° C</i>	15 s	×	0,75 kV	50°	10^{-3} mbar
Beamspannung: <i>0,30 kV... 1,30 kV</i>	15 s	300°C	×	50°	10^{-4} mbar

Tabelle 4.3: Übersicht über die variierten (erste Spalte) und die dabei konstant gehaltenen Sputterparameter.

Um den Einfluss des Gasdrucks bei der Deposition zu untersuchen wurden Schichten sowohl bei $1,8\times 10^{-3}$ mbar als auch bei $3,0\times 10^{-4}$ mbar hergestellt.

Der standardmäßig auf 50° eingestellte Targetwinkel wurde bei Deposition einiger Schichten auf 25° gestellt um den Einfluss von an der Targetoberfläche reflektierten Argonionen zu klären.

Die Beschleunigungsspannung U_{acc} wird entsprechend den übrigen Parametern derart verändert, dass der Beschleunigungsstrom I_{acc} weniger als 1 mA beträgt. Der Beamstrom I_{beam} ist während der Deposition konstant bei (14 ± 1) mA. Die Sputterrate ist $0,3 \text{ \AA/s}$.

Die Schichtdicke wird mit einem Schwingquartzmonitor überprüft, der zuvor für die verschiedenen Sputterparameter mit XRR-Messungen an Eisenschichten kalibriert wurde. Auf eine Abdeckung der Schichten wird verzichtet, da aus den XRR-Messungen hervorgeht, dass die Oxidation der Oberfläche je nach Schichtqualität etwa $10\text{-}20 \text{ \AA}$ beträgt.

4.2.1 Sputtergasdruck

Ein erhöhter Gasdruck bei der Beschichtung reduziert sowohl die Energie der Argonionen als auch die der gesputterten Targetatome, da die mittlere freie Weglänge geringer wird. Bei gegebenem Abstand zwischen Target und Substrat von ca. 15 cm, erreichen die Teilchen bei einem Gasdruck von 1×10^{-4} mbar das Substrat ohne Stöße mit anderen Partikeln. Ist der Druck eine Größenordnung höher, reduziert sich die freie Weglänge auf 5 cm, weshalb die Teilchen mehrmals miteinander stoßen und Energie verlieren. Hohe Partikelenergie sorgt einerseits für eine große Oberflächenmobilität. Andererseits treffen die Teilchen mit hoher kinetischer Energie auf die Oberfläche des Films und können so für eine Aufrauung der Schicht sorgen. Dies konnte an polykristallinen Aluminiumschichten gezeigt und soll im folgenden für epitaktische Eisenfilme überprüft werden [28].

Dazu werden Eisenschichten bei Standardbedingungen bzw. bei $3,0 \times 10^{-4}$ mbar hergestellt. LEED-Reflexe (beispielhaft in Abbildung 4.8, Seite 50) zeigen, dass bei beiden Gasdrücken epitaktisches Wachstum erfolgt. Aus RKM- und XRR-Messungen kann der Einfluss des Gasdrucks auf die Schichttraugigkeit ermittelt werden. Es zeigt sich, dass bei einem Standard-Druck von 10^{-3} mbar die Schichten glatter wachsen. In Abbildung 4.7 erkennt man dies durch das schnellere Abklingen der Intensität und das Fehlen der Oszillationen im Fall der bei 10^{-4} mbar hergestellten Probe. RKM-Aufnahmen einer $1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$ großen Fläche liefern eine RMS-Rauigkeit von $5,9 \text{ \AA}$ bei $1,8 \times 10^{-3}$ mbar und $9,7 \text{ \AA}$ bei $3,0 \times 10^{-4}$ mbar.

4.2.2 Variation der Vorsputterzeit

LEED-Bilder bestätigen das epitaktische Wachstum nach *allen* gewählten Substrat-Vorsputterzeiten auf beiden Substrattypen, d.h. sowohl nach 200 s Ionenbeschuss als auch bei unbehandelten Substraten, bei denen das Substrat allein keine LEED-Reflexe zeigt (Abbildung 4.8 auf Seite 50).

Dass epitaktisches Wachstum auf unbehandelten Substraten möglich ist, wurde bisher noch nicht in der Literatur diskutiert. Alle mir bekannten Veröffentlichungen berichten von sorgfältiger Substratpräparation durch Heizen, durch Heiz- und Sputterzyklen oder

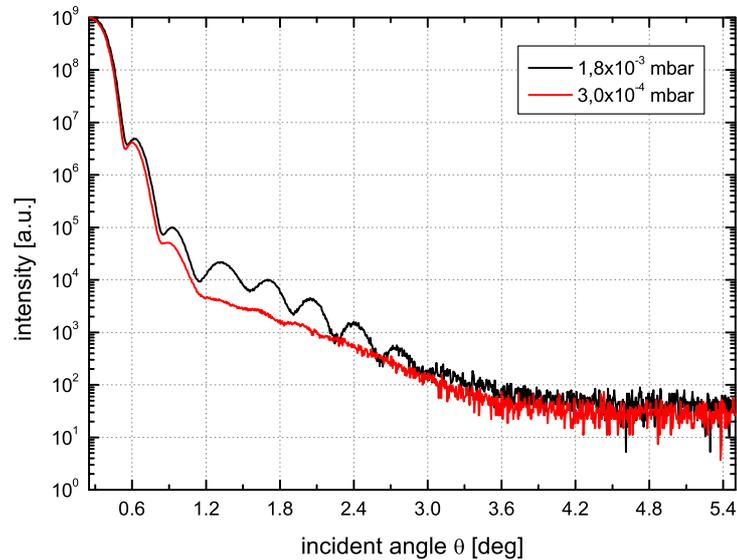


Abbildung 4.7: XRR Messung an Eisenschichten, hergestellt bei 10^{-3} bzw. 10^{-4} mbar. Die übrigen Sputterparameter sind: $U_{beam} = 0,75kV$, $T = 225^\circ C$, Targetwinkel = 50° .

durch chemische Prozessschritte, die das Oxid auf der GaAs-, bzw. MgO-Oberfläche entfernen und so epitaktisches Wachstum erst ermöglichen. Der Grund für das Gelingen der Sputterepitaxie bei oxidierten Substraten ist nicht geklärt. Ein möglicher Erklärungsansatz ist, dass am Target reflektierte Argonionen mit hohen Energien auf das Substrat gelangen (siehe Kapitel 4.2.4, Seite 60) und dort den Wachstumsprozess positiv beeinflussen, indem sie die Oberflächenmobilität der Eisenatome erhöhen oder das Oxid (teilweise) entfernen, d.h. Löcher in das Oxid schießen. Eine weitere Möglichkeit ist, dass das Oxid selbst keine geschlossene Schicht darstellt, sondern dass bereits Löcher existieren, die es den mobilen Eisenatomen ermöglichen, gemäß des Substratkristalls aufzuwachsen.

Magnetische Eigenschaften

Um die Koerzitivfeldstärken H_C zu messen, werden zunächst MOKE-Messungen in beiden leichten Achsen der Proben durchgeführt. Dabei ist auffällig, dass der Großteil der Proben zwei unterschiedliche leichte Achsen hat: in einer der beiden Achsen erfolgt der Ummagnetisierungsprozess in einem einzigen Schritt, in der anderen leichten Achse bildet sich eine Stufe aus, wie in Abbildung 4.9 beispielhaft für zwei Proben gezeigt.

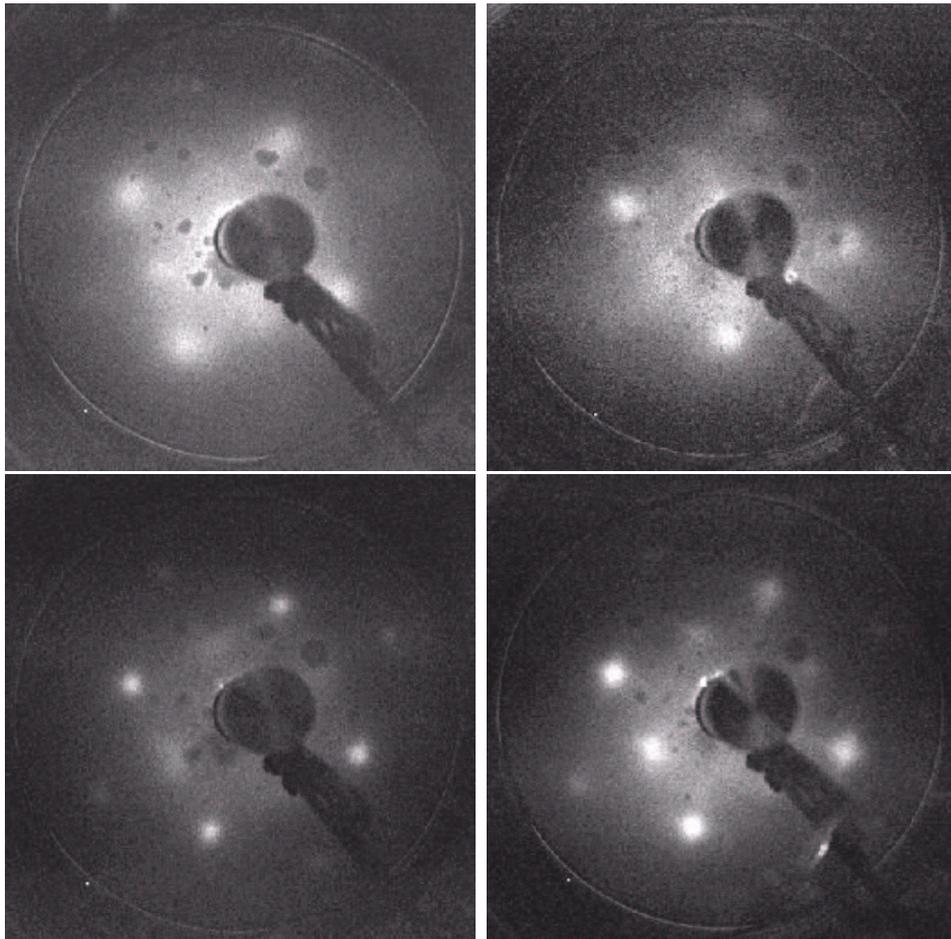


Abbildung 4.8: LEED Aufnahmen von 100\AA Fe auf GaAs (oben, bei 107 eV) und MgO (unten, bei 110 eV). Die Bilder links zeigen den Fall ohne Vorsputtern, rechts nach einer Sputterzeit von 15 Sekunden.

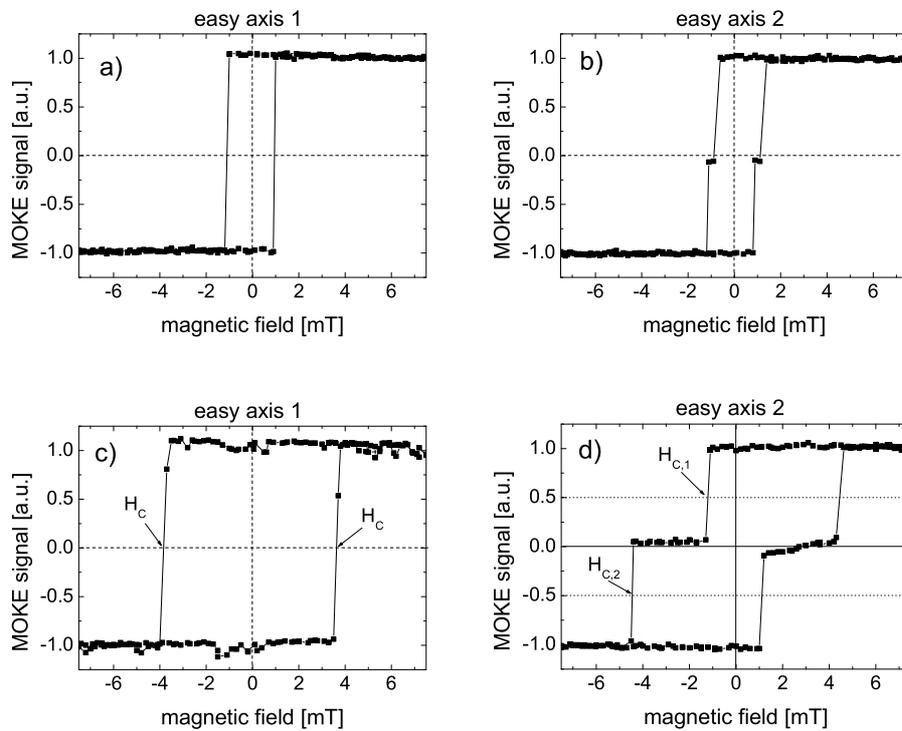


Abbildung 4.9: MOKE Messungen in beiden leichten Achsen von 100 \AA Fe auf GaAs ohne Vorsputtern (Teilbilder a) und b)) und nach 200 s Vorsputtern (Teilbilder c) und d)). Durch eine längere Substrat-Vorsputterzeit wird die Hysteresekurve breiter und der kleine Versatz beim Ummagnetisieren in b) wird größer (siehe d)).

Die beiden leichten Achsen sind also nicht gleichwertig, sondern es existiert eine *leichte* leichte Achse und eine *schwere* leichte Achse. Dass sich die Stufe in halber Höhe zwischen den Sättigungsmagnetisierungen befindet, ist ein Zeichen dafür, dass die Magnetisierung der Probe senkrecht zur gemessenen leichten Achse liegt. Es gibt damit keine Magnetisierungskomponente in Feldrichtung, das MOKE-Signal ist für diesen Fall null.

Die Messung der Koerzitivfelder erfolgt mit externem Magnetfeld parallel zur *leichten* leichten Achse, in der die Kurven keine Stufe aufweisen. Das Auswerten der Stufenbreite ($H_{C,2} - H_{C,1}$) liefert keine zusätzliche Information: Sie folgt dem Trend der Koerzitivfelder und wird deshalb nicht weiter berücksichtigt.

Abbildung 4.10 (links) zeigt die Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke 100 \AA dicker Eisenschichten auf GaAs und MgO von der Substrat-Vorsputterzeit t_S . Der Kurvenverlauf ist für beide Substrattypen ähnlich: Die Hystereseschlaufen werden mit zunehmender Sputterzeit breiter. Die Eisenschichten auf MgO besitzen ein geringeres H_C als die vergleichbaren Schichten auf GaAs. Bemerkenswert ist aber vor allem, dass die Schichten auf ungesputterten, oxidierten Substraten die kleinsten Werte für H_C liefern. Dies ist

darauf zurückzuführen, dass die Oxidschicht ein Durchmischen von GaAs und Eisen an der Grenzfläche verhindert, was zu Verspannungen des Eisenfilms führt. Solche Verspannungen können über den magnetoelastischen Effekt [71] H_C vergrößern und eine uniaxiale Anisotropie verursachen, die die Sättigungsmagnetisierung und Kristallanisotropien reduziert.

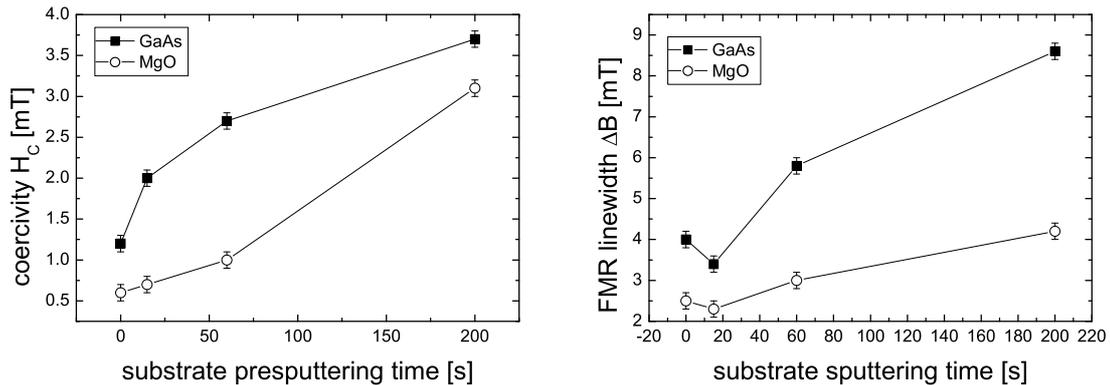


Abbildung 4.10: Koerzitivfeldstärke (links) und FMR-Linienbreite (rechts) 100\AA dicker Eisenfilme als Funktion der Substrat-Vorsputterzeit. Sputterparameter: $U_B = 0,75\text{ kV}$, $p = 1,8 \times 10^{-3}\text{ mbar}$, $T = 300^\circ\text{C}$.

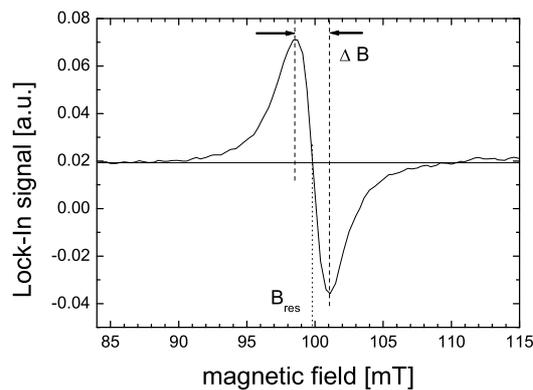


Abbildung 4.11: Bestimmung der Peak-to-Peak FMR-Linienbreite.

Aus den Messungen der ferromagnetischen Resonanz bei einer Frequenz von $8,962\text{ GHz}$ werden zunächst die Linienbreiten ΔB (Peak-to-Peak Breite) der Resonanzkurven ermittelt (siehe Abbildung 4.11). Die Probe wird dabei von Hand derart justiert, dass eine magnetisch harte Achse parallel zum angelegten Feld ausgerichtet ist. Dies ist mit einer Genauigkeit von etwa $\pm 5^\circ$ möglich. Der Kurvenverlauf der FMR-Linienbreite ΔB in

Abbildung 4.10 (rechts) zeigt tendenziell den gleichen Verlauf wie H_C : langes Vorsputtern beeinträchtigt die magnetischen Eigenschaften. Dass die Linienbreite nach einer Vorsputterzeit von 15 s die schmalste Linienbreite liefert, kann nicht erklärt werden. Der unterschiedliche Kurvenverlauf von H_C und ΔB mag im Unterschied der Messmethoden begründet liegen: Während die Probenmagnetisierung bei FMR-Messungen nur um die Feldrichtung präzidiert, wird sie bei MOKE-Messungen vollständig gedreht. Rauigkeit und andere Störungen sorgen bei Ummagnetisierungsprozessen dafür, dass sich Domänenwände nicht ungehindert durch die Schicht bewegen können. Dies beeinflusst sicher das Ergebnis der MOKE-Messung, die somit auf die globale Magnetisierung und Domänenwanddynamik empfindlich ist. FMR-Messungen sind hingegen eher auf die lokale Störung der Magnetisierung in der Nähe des Defektes sensitiv. Die quantitative Auswertung der winkelabhängigen FMR-Messung bestätigt die Tendenz der MOKE-Messungen, wie in Abschnitt 4.2.7 gezeigt ist.

Beispiele für die Linienbreiten ΔB sehr guter Eisenschichten sind in [44] zu finden. Dort wurden Eisenfilme auf GaAs/Ag(001) charakterisiert, die am Forschungszentrum Jülich in der Arbeitsgruppe „GRÜNBERG“ mittels MBE hergestellt wurden. Die Linienbreite der 100 Å dicken Proben beträgt $(3,3 \pm 0,1)$ mT bei einer Anregungsfrequenz von ca. 9,0 GHz. Im Fall von GaAs-Substraten zeigen Eisenschichten sowohl auf unbehandelten als auch auf kurz vorgespütteten Substraten vergleichbar gute Werte. Die Linienbreite bei Schichten auf MgO-Substraten ist mit 2,5 mT wesentlich geringer.

Strukturelle Eigenschaften

Ursache für die Zunahme von H_C und ΔB mit der Substratsputterzeit ist die in Kapitel 4.1 beschriebene Aufrauung der Substratoberfläche durch den Ionenbeschuss: Bei einer rauen Oberfläche gibt es eine größere Anzahl magnetischer Inhomogenitäten, sogenannte *Pinningzentren*, an denen die Magnetisierung festgehalten wird.

Auf den RKM-Bildern (Abbildung 4.12a-c) lässt sich deutlich die Aufrauung der Eisenschichten bei längerer Vorsputterzeit erkennen. Ohne Vorsputtern (a) liegt eine gut geschlossene Eisenschicht vor, auf der wenig Struktur zu erkennen ist. Mit zunehmender Vorsputterzeit zeigen sich mehr Details in der Topographie: Der Film weist Löcher auf und wächst zunehmend in Form von kleinen Kügelchen (c). Das RKM Bild bei 200 s Vorsputterzeit erinnert an das Wachstum von polykristallinen, gesputterten Schichten. Alle Schichten zeigen jedoch LEED-Beugungsbilder. Den Verlauf der RMS-Rauigkeit als Funktion der Vorsputterzeit verdeutlicht Abbildung (d).

In Röntgenreflektometrie-Aufnahmen macht sich die Zunahme der Rauigkeit durch ein schnelles Abklingen der Oszillationen und die geringere Intensität des Signals bei gleichem Winkel bemerkbar (siehe Abbildung 4.13).

In Kapitel 4.1 konnte aus den RKM- und XRR-Messungen des Substrates keine deutliche Änderung der Rauigkeit zwischen 15 s und 200 s Vorsputterzeit festgestellt werden. Dies liegt vermutlich daran, dass nicht die frisch präparierte Oberfläche, sondern ein Oxid an der Oberfläche gemessen wird, da die Proben für den Transport

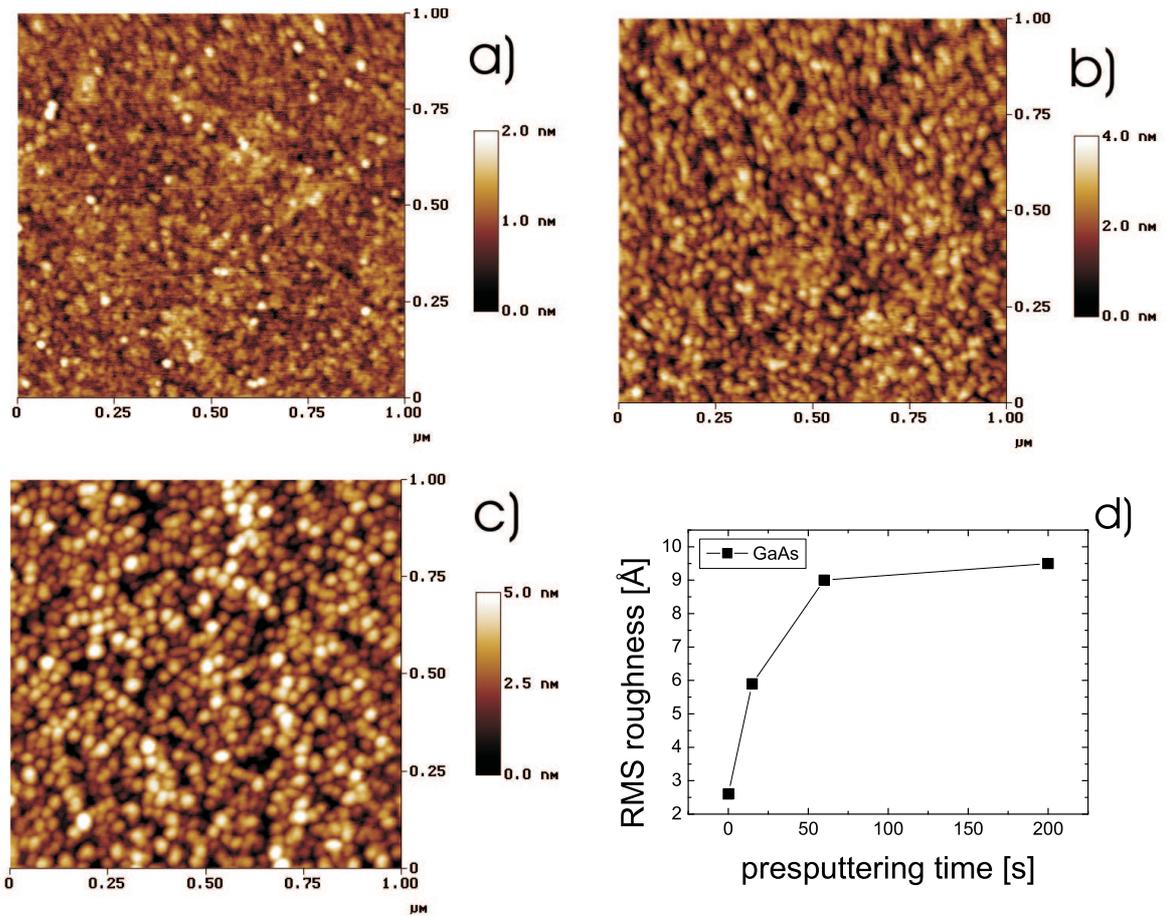


Abbildung 4.12: RKM Bilder von 100 Å Fe auf GaAs a) ohne, b) nach 15 s, und c) nach 200 s Vorsputtern. Ohne Vorsputtern ist ein gut geschlossener glatter Film zu sehen, der mit zunehmender Sputterzeit rauer wird. Abbildung d) zeigt die RMS-Werte als Funktion der Vorsputterzeit. Zu beachten sind die unterschiedlichen Höhenskalen. Sputterparameter: $U_{Beam} = 0,75$ kV, $p = 1,8 \times 10^{-3}$ mbar, $T = 225^\circ$ C.

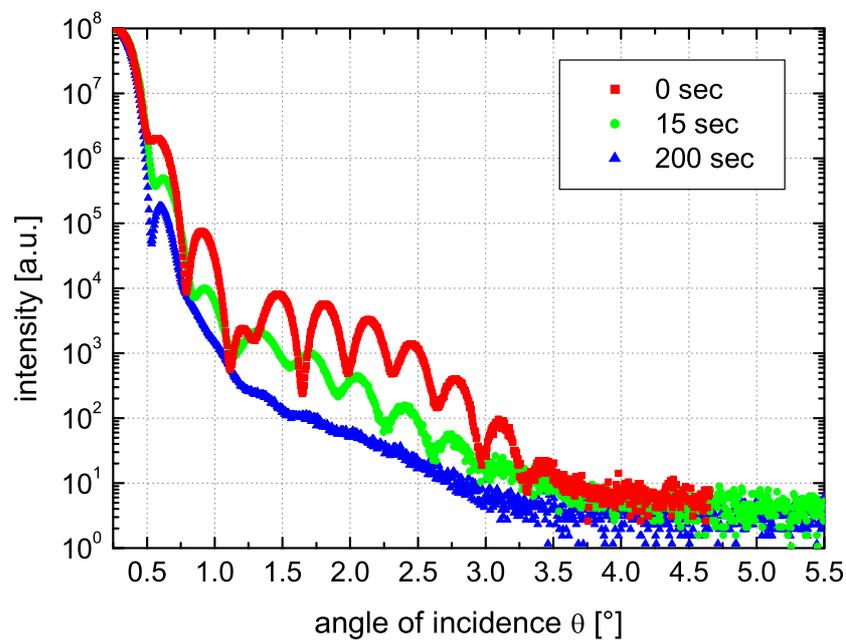


Abbildung 4.13: Röntgenkleinwinkelbeugungsbilder für verschiedene Substrat-Vorsputterzeiten. Ohne Substratbehandlung sind Oszillationen im Signal bis zu einem Einfallswinkel von etwa $3,5^\circ$ zu finden. Mit zunehmender Vorsputterzeit verschwinden die Oszillationen bereits bei kleineren Winkeln, wobei auch die Intensität bei gleichem Winkel um mindestens eine Größenordnung geringer als im Fall ohne Vorsputtern. Sputterparameter: $U_{Beam} = 0,75$ kV, $p = 1,8 \times 10^{-3}$ mbar, $T = 225^\circ$ C.

aus der Prozesskammer zu den jeweiligen Messapparaturen RKM und XRR an Luft gebracht werden. Vermutlich lassen sich durch die Oxidation keine feineren Unterschiede zwischen 15 s und 200 s Substratvorsputtern feststellen.

4.2.3 Variation der Substrattemperatur

Bei Deposition von Eisen auf Eisen mit MBE ist von einer deutlichen Verbesserung des Wachstums mit zunehmender Substrattemperatur berichtet worden [72, 73]. Auswertung von RHEED² und STM³ Messungen zeigen, dass ab 250°C deutlich glattere Schichten entstehen. Als Grund wird die Überwindung der EHRlich-SCHWOEBEL-Barriere angeführt. Die Erhöhung der Substrattemperatur führt zur Erhöhung der Oberflächenmobilität der adsorbierten Eisenatome. Wird diese groß genug, können Stufenkanten überwunden werden – das System wechselt vom Insel- zum lagenweisen Wachstum womit eine Reduktion der Schichtrauigkeit einhergeht.

BERNSTEIN et al. [74] zeigte anhand von Röntgenbeugungs-Messungen an gesputterten Eisenschichten⁴ auf GaAs(001), dass die Texturierung der Eisenfilme senkrecht zur Oberfläche mit zunehmender Temperatur besser wird. Für 100°C wird von hauptsächlich zufällig orientiertem Wachstum berichtet. Bei 300°C wird aus dem Fehlen des (110)-, dafür stark ausgeprägten (200)-Eisenpeaks geschlossen, dass dies die beste Temperatur für hochgradig orientiertes Wachstum der Eisenschicht ist.

Wie in Kapitel 2.1.5 auf Seite 20 beschrieben, ist die Temperatur während des Beschichtungsprozesses nur ungefähr bekannt. Der Fehler liegt im Bereich von $\pm 10^\circ\text{C}$. Diese Genauigkeit reicht aus um tendenzielle Aussagen zu machen. Auf beiden Substrattypen werden Schichten bei 25, 40, 70, 145, 225°C hergestellt, auf GaAs zusätzlich bei höheren Temperaturen von 275 und 300°C.

Magnetische Eigenschaften

Bei Substrat-Temperaturen von 25°C (Raumtemperatur) und im Fall von GaAs-Substraten über 225°C können keine LEED-Spots gefunden werden, d.h. es liegt kein epitaktisches Wachstum vor. Die MOKE-Messungen liefern in Übereinstimmung damit keine schmalen rechteckigen Hystereseschleifen, wie sie aus Abbildung 4.9, Seite 51 bekannt sind. Stattdessen zeigen sich die für polykristallines Eisen typischen s-förmigen Kurven(siehe Abbildung 4.14). Der Grund für polykristallines Wachstum bei Temperaturen von 275°C und 300°C ist eine starke Diffusion von Ga und As in den gesamten Eisenfilm, wie aus XPS-Messungen an diesen Schichten zu sehen ist (Abbildung 4.14, rechts). Zusätzlich zu den Eisen-Peaks sind Ga- und As-Peaks klar erkennbar. Da XPS

²Beugung hochenergetischer Elektronen, engl.: (*Reflection High Energy Electron Diffraction*)

³Raster-Tunnelmikroskop, engl.: (*Scanning Tunneling Microscope*)

⁴Schichtdicken $> 3000 \text{ \AA}$

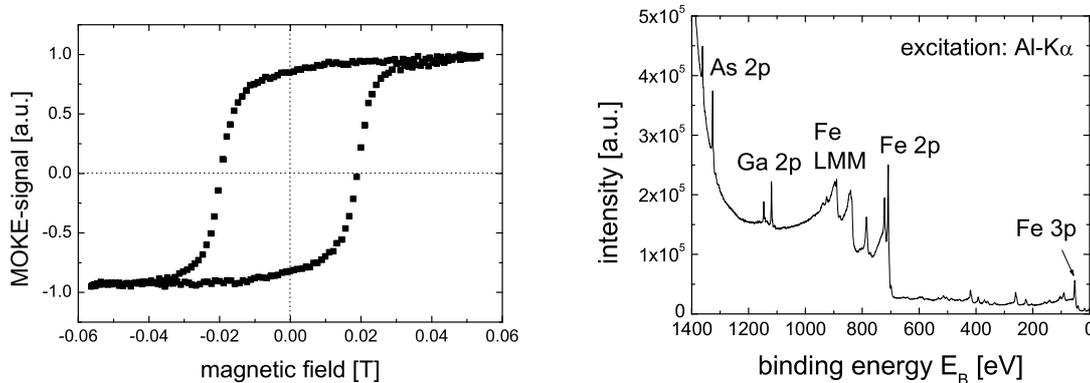


Abbildung 4.14: Links: Hystereseschleife eines polykristallinen Eisenfilms, wie sie für Substrattemperaturen von 25, 275 und 300°C auf GaAs gefunden wurden. Rechts: XPS Messung mit Al-K α Strahlung (1486,6 eV) an 100Å Eisen auf GaAs, hergestellt bei 300°C. Außer den markanten 2p Linien und den wesentlich breiteren AUGER- Peaks des Eisen kann Gallium und Arsen nachgewiesen werden. Da die Messmethode oberflächensensitiv ist, muss das Substratmaterial stark in den Eisenfilm diffundiert sein.

eine oberflächensensitive Messmethode ist, lässt sich der Nachweis des Substratmaterials nur durch eine starke Durchmischung bis hin zur Oberfläche erklären. Für die Eisenfilme, die bei Substrattemperaturen < 225°C aufgesputtert wurden, lässt sich kein Substratmaterial nachweisen.

Abbildung 4.15 zeigt den Verlauf der Koerzitivfelder und FMR-Linienbreiten als Funktion der Substrattemperatur. Um Details im Kurvenverlauf erkennen zu können, sind die Werte der polykristallinen Eisenschichten, die mit etwa 20 mT eine Größenordnung breiter als die der Einkristallinen sind, nicht eingezeichnet.

Epitaktisches Wachstum direkt auf dem GaAs und MgO-Substrat findet erst ab einer Temperatur von 40°C statt. Die Ursache hierfür ist bisher nicht geklärt, da die Erhöhung der Temperatur verglichen mit der Temperatur der gesputterten Teilchen von etwa 10 eV (1eV = 11605 K)⁵ vernachlässigbar klein ist.

Im Fall von GaAs-Substraten hängt H_C stark von der Substrattemperatur ab (Abbildung 4.15). Die Koerzitivfelder der über 145°C deponierten Schichten sind mehr als doppelt so groß wie die der bei niedriger Substrattemperatur hergestellten. Bei MgO hingegen variiert die Breite der Hystereseschleifen kaum.

Ähnlich zeigt sich das Verhalten auch bei den FMR-Linienbreiten in Abbildung 4.15: Man findet eine starke Variation bei Eisen auf GaAs, jedoch kaum Veränderungen bei Schichten auf MgO-Substraten. Der Verlauf der Kurven unterscheidet sich jedoch qualitativ. Aus den H_C -Werten des Eisens auf GaAs lässt sich eine Verschlechterung der Schichtqualität mit zunehmender Temperatur folgern, was in Übereinstimmung mit der Tendenz zum polykristallinen Wachstum der Schichten durch Diffusion über 225°C ist.

⁵ $k_B T_{300K} \approx 1/40$ eV

Aus den FMR-Linienbreiten hingegen interpretiert man nach einer Verschlechterung der Schichtqualität bis 145°C eine Verbesserung bei 225°C. Dieses Verhalten spricht für den im Beginn des Kapitels zitierten Fall, dass durch die erhöhte Oberflächenmobilität das Schichtwachstum positiv beeinflusst wird. Dass dies bei niedrigeren Substrattemperaturen als in [72] der Fall ist kann durch die Sputterdeposition und der damit verbundenen höheren Partikelenergie gerechtfertigt werden.

Die Ergebnisse stehen im Widerspruch zu denen von BERNSTEIN et al. [74], wo von nicht texturierten Eisenfilmen bei 100°C und einer Verbesserung der Orientierung mit zunehmender Temperatur bis 300°C berichtet wird.

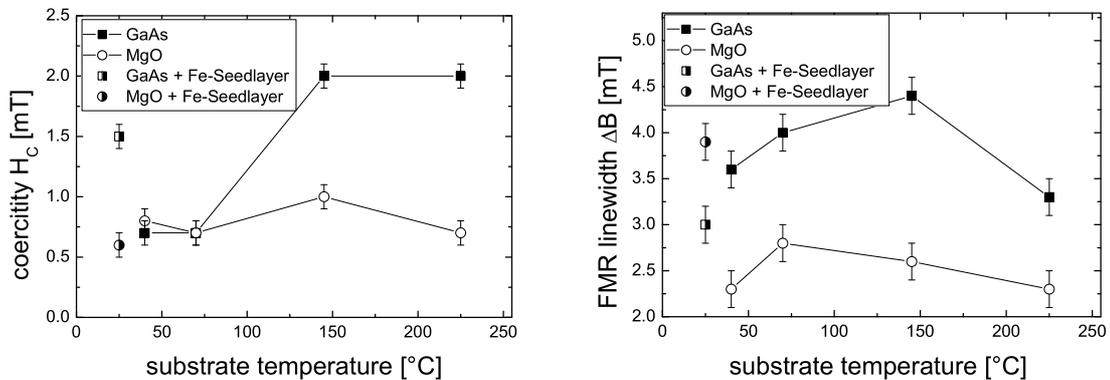


Abbildung 4.15: Koerzitivfeldstärke (links) und FMR-Linienbreiten (rechts) als Funktion der Substrattemperatur. Bei Raumtemperatur (25°C) ist kein epitaktisches Wachstum auf GaAs bzw. MgO zu finden. Wird hingegen auf das Substrat bei 225°C ein epitaktischer dünner Eisenfilm (Keimschicht, engl.:Seedlayer) von 20Å aufgebracht, wächst nach Abkühlen auf Raumtemperatur das Eisen weiterhin epitaktisch auf. Die Koerzitivfelder der Eisenschichten auf GaAs bei 25, 275 und 300°C sind nicht im Diagramm eingetragen, da es sich um polykristalline Filme mit Werten um 20 mT handelt. Sputterparameter: $U_{Beam} = 0,75$ kV, $p = 1,8 \times 10^{-3}$ mbar, $t_S = 15$ s

Die Koerzitivfelder der auf MgO gewachsenen Eisenschichten zeigen keinen besonderen Trend bei Variation der Temperatur. Die Werte für H_C streuen mit geringer Abweichung um 0,75 mT. Bei den Linienbreiten der FMR-Messung zeigt sich ein ähnlicher Kurvenverlauf wie bei den Proben auf GaAs: Bei geringen Temperaturen von 40°C und hohen Temperaturen von 225°C sind die Linienbreiten am geringsten. Eine Interdiffusion von MgO in die Eisenschicht kann ausgeschlossen werden, da es sich um einen ionischen Kristall handelt. Im Gegensatz zum kovalent gebundenen GaAs ist die Bindung der Atome im MgO-Kristall größer.

Die Mindesttemperatur von 40°C kann nicht durch Änderung der Sputterbedingungen erniedrigt werden. Versuche, die Oberflächenmobilität der ankommenden Targetatome

durch gleichzeitigen Betrieb von Sputter- und Assistquelle⁶ zu erhöhen und damit epitaktisches Wachstum bei Raumtemperatur zu ermöglichen zeigen ebenso wenig Erfolg wie eine Verringerung des Sputtergasdrucks auf $3,0 \times 10^{-4}$ mbar.

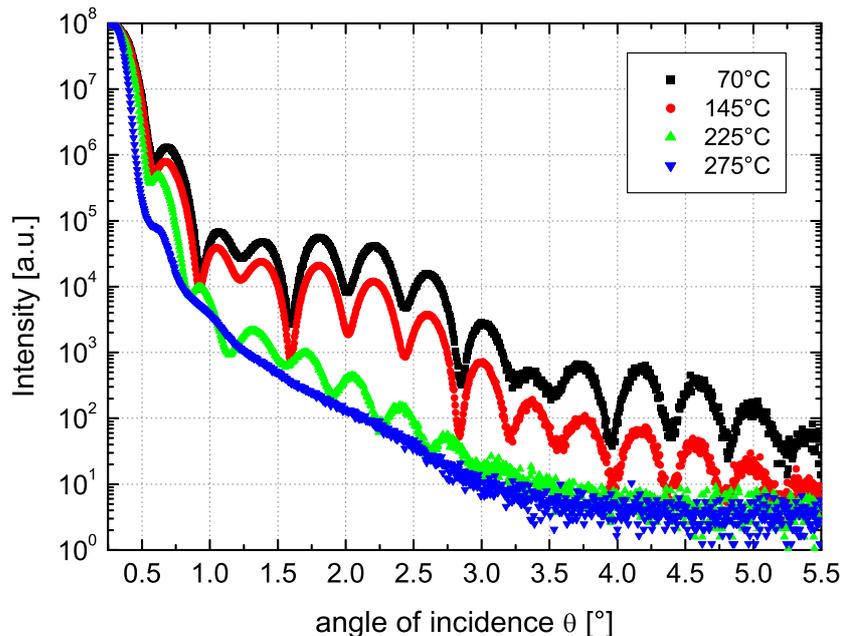


Abbildung 4.16: XRR-Messungen an Eisenschichten, die bei den im Diagramm angegebenen Temperaturen hergestellt wurden. Deutlich ist eine Zunahme der Rauigkeit und/oder Zunahme der Diffusion an der Grenzfläche zum Substrat mit höherer Temperatur zu erkennen.

Epitaktisches Wachstum bei Raumtemperatur

Wird auf das Substrat zunächst eine dünne Eisen-Keimschicht (hier: 20\AA) epitaktisch bei erhöhter Temperatur deponiert, findet nach Abkühlen auf Raumtemperatur epitaktisches Wachstum von Eisen auf Eisen statt. Dies belegen sowohl LEED-Bilder als auch die schmalen Hysteresekurven und FMR-Linienbreiten. Die Werte für H_C und ΔB der so deponierten Schichten sind in Abbildung 4.15 bei $T = 25^\circ\text{C}$ eingetragen.

Um zu klären, ob die geringe Temperatur allein für das epitaktische Wachstum bei 40°C verantwortlich ist, wurden mit einer MBE-Anlage 100\AA dicke Eisenschichten auf unbehandeltem GaAs bei 50°C , bzw. 100°C hergestellt. LEED-Aufnahmen zeigen

⁶Es wurden Beamspannungen von 50 V bzw. 100 V benutzt um ein Absputtern der deponierten Eisenschicht zu verhindern (vgl. Abbildung 2.5, Seite 17 und Abbildung 2.7, Seite 19).

weder nach Deposition, noch nach einstündigem Tempern des Eisenfilms bei 300°C Reflexe. Daraus ist ersichtlich, dass die Temperatur nicht allein für die Sputterepitaxie bei 40°C Substrattemperatur verantwortlich ist. Sowohl die höhere Energie der gesputterten Teilchen, als auch ein zusätzlicher Energieeintrag durch die an der Targetoberfläche reflektierten Ionen sind maßgeblich am Wachstum beteiligt (siehe Abschnitt 4.2.4, Seite 60).

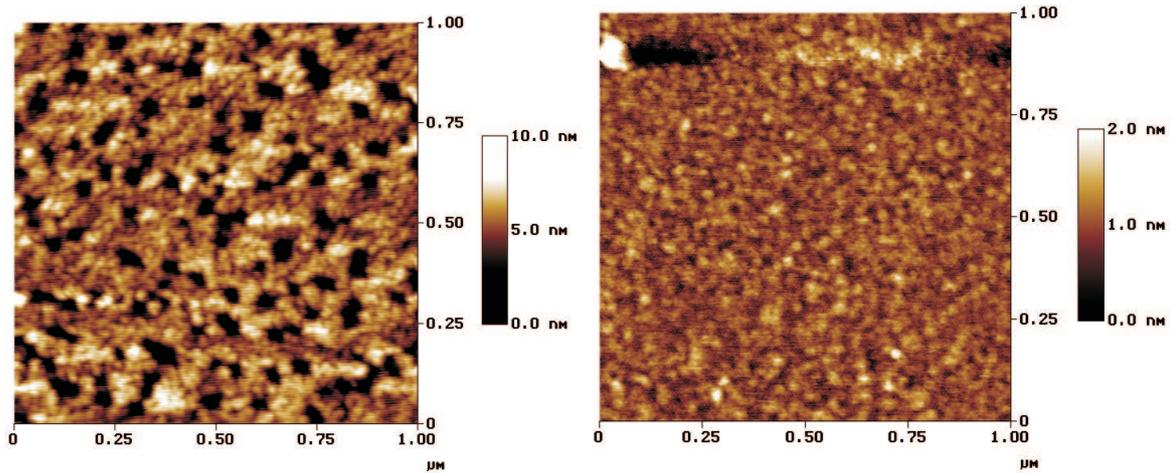


Abbildung 4.17: RKM-Aufnahme von 100 Å Fe auf GaAs. Das linke Bild zeigt die mit MBE bei 100°C deponierte Schicht, das rechte Bild die bei 70°C gesputterte. Das Entfernen der Oxidschicht im Falle der MBE-Deposition erfolgte durch Heizen auf 590°C und durch 15 s Sputtern des GaAs bei der Sputterdeposition. Zu beachten sind die unterschiedlichen Höhenskalen.

Zum Vergleich des unterschiedlichen Wachstums von MBE deponierten und ionenstrahlgesputterten Schichten sind in Abbildung 4.17 zwei RKM-Aufnahmen gezeigt. Die Oberfläche der MBE-deponierten Schicht zeigt viele große Löcher, die bis auf das Substrat reichen. Der gesputterte Eisenfilm zeigt hingegen eine geschlossene Schicht von einheitlicher Höhe. Dies lässt sich durch unterschiedliche Oberflächenmobilitäten der Eisenatome bei den Depositionsverfahren erklären. Die RMS-Rauigkeit der MBE-Eisenschicht beträgt 17,8 Å, die der gesputterten Schicht 2,8 Å. Trotz Vorsputtern des Substrates (und der damit verbundene Rauigkeitszunahme) ist σ_{RMS} mit der Rauigkeit der bei niedriger Temperatur gesputterten Eisenschichten auf unbehandeltem Substrat vergleichbar ($\sigma_{RMS, 0sec} = 2,6\text{Å}$, Abschnitt 4.2.2, Seite 54).

4.2.4 Einfluss des Target-Sputterwinkels

Eine mögliche Erklärung für das Gelingen des epitaktischen Wachstums auf oxidierten, nicht vorgesputterten Substraten ist die Annahme hochenergetischer Argonionen, die von der Targetoberfläche auf das Substrat reflektiert werden. Dass solche Ionen

das Wachstum beeinflussen, wird auch von BERNSTEIN et al. und ZHOU et al. gezeigt [75, 76]. Die Ionen könnten das Oxid von der Oberfläche (teilweise) entfernen und eine kristalline GaAs-Oberfläche freilegen. Epitaktisches Wachstum ohne Anwesenheit von hochenergetischen Argonionen sollte dann nicht möglich sein. Um dies zu überprüfen, wird in einem einfachen Versuch der Targetwinkel verändert und 100\AA Eisen auf GaAs ohne, und nach 15 s Substratvorsputtern deponiert. Abbildung 4.18 stellt die geometrischen Verhältnisse in der Prozesskammer dar.

Tatsächlich lassen sich bei flachem Sputterwinkel und niedriger Temperatur von 40°C keine epitaktischen Schichten herstellen. Weder die Eisenschicht des unbehandelten, noch des gesputterten Substrates zeigen LEED-Reflexe, im Gegensatz zu den Ergebnissen unter Verwendung des Standardwinkels. Dadurch ist gezeigt, dass die reflektierten Ionen die Oberflächenmobilität der Eisenatome erhöhen. Sie wirken im Sinne einer effektiven Temperaturerhöhung des Substrates.

Wird die Eisenschicht unter flachem Sputterwinkel bei 70°C aufgesputtert sind sehr schwache, bei 225°C stark ausgeprägte LEED-Spots zu finden (Abbildung 4.19). Dabei findet epitaktisches Wachstum unabhängig davon statt, ob das Substrat vorgeputtert ist oder eine oxidierte Substratoberfläche vorliegt, wie aus Abbildung 4.19 hervorgeht. Die LEED-Aufnahme der auf unbehandeltem Substrat gewachsenen Eisenschicht (links) zeigt die schärfsten Spots, die in dieser Arbeit auf GaAs gefunden wurden. Die glatte Oberfläche des GaAs-Oxid, verbunden mit der Oberflächenmobilität der gesputterten Targetatome bei dieser Temperatur, ermöglicht gutes Wachstum. Dass

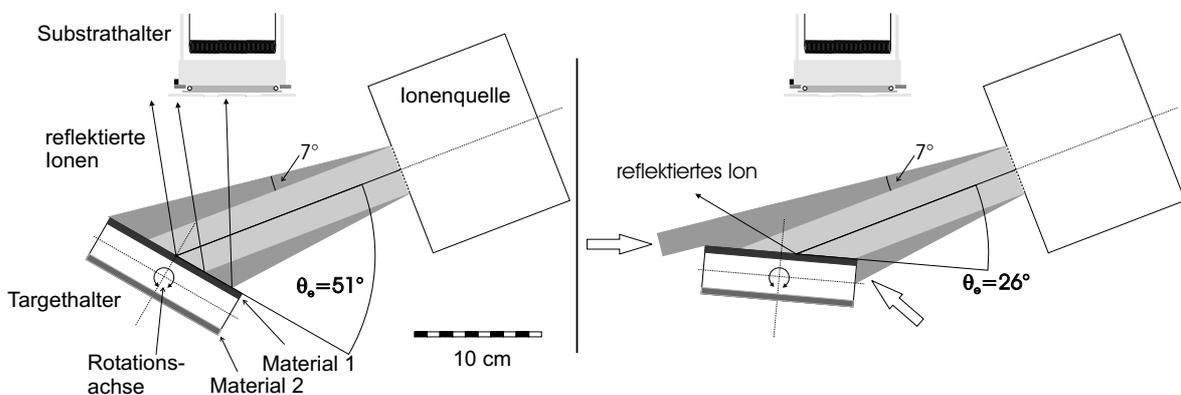


Abbildung 4.18: Unter einem Standardwinkel von ca. 50° (links) trifft der Ionenstrahl optimal auf das Target. Jedoch wird damit auch begünstigt, dass an der Oberfläche des Targets spekulär reflektierte Ionen auf das Substrat treffen (dünne schwarze Pfeile). Durch Rotation des Substrathalters während der Deposition wird jeder Punkt des Substrates von reflektierten Ionen getroffen. Die Oberflächenmobilität der deponierten Targetatome wird durch diesen zusätzlichen Energieeintrag erhöht. Bei einem flachen Sputterwinkel von etwa 25° stehen Substrat und Target fast parallel zueinander. Diese Geometrie entspricht in etwa der idealen, wie in Abbildung 2.4, auf Seite 15 gezeigt. Die Anzahl der auf das Substrat reflektierten Ionen ist reduziert. Allerdings trifft der Ionenstrahl über den Rand des Targets hinaus (weiße Pfeile), was zu Verschmutzung der wachsenden Schicht führt (Abbildung 4.20).

die LEED-Reflexe derart gut ausgeprägt sind, ist auf das Fehlen des Bombardements der Oberfläche durch sehr hochenergetische Argonionen bei dem flachen Targetwinkel zurückzuführen, die Versetzungen im Kristall verursachen können. Das Substratvorsputtern führt zu sichtbar schlechterem epitaktischen Wachstum. Es zeichnen sich zusätzliche Reflexe um die Hauptspots ab, was auf eine raue, facettierte Oberfläche hindeutet. Diese zusätzlichen Reflexe werden in keiner LEED-Messung der anderen, unter einem Winkel von 50° gesputterten Eisenproben beobachtet. Dort haben die auf das Substrat reflektierten Sputtergasionen durch Erhöhung der Oberflächenmobilität einen positiven Einfluss auf das epitaktische Wachstum.

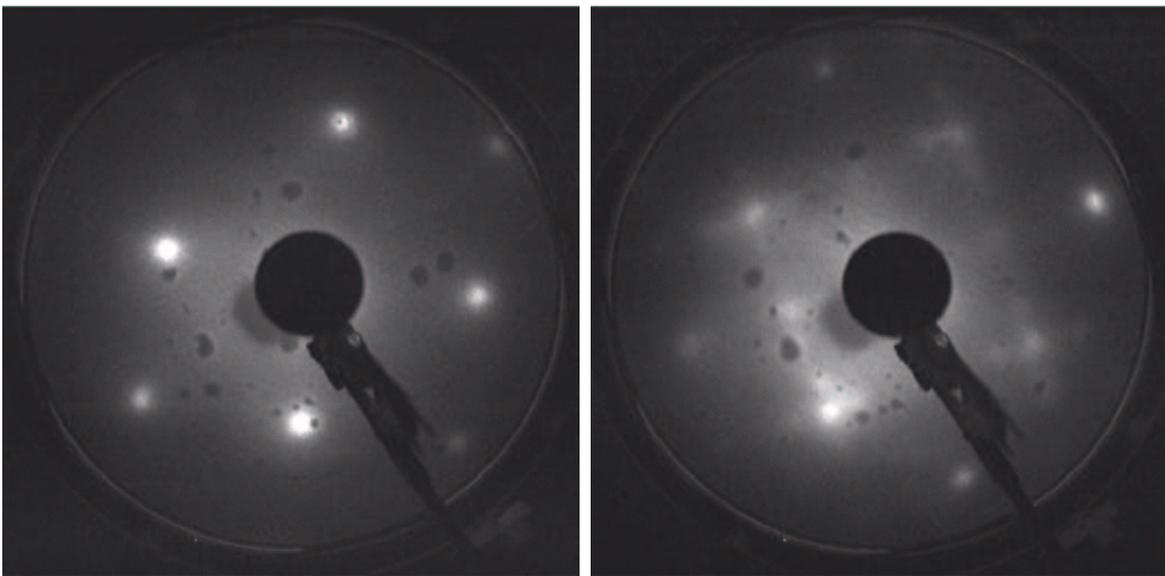


Abbildung 4.19: LEED Aufnahmen von 10 nm Eisen auf GaAs, aufgenommen bei einer Elektronenenergie von 90 eV. Sputterparameter: Targetwinkel von 26° , $T_S = 225^\circ\text{C}$, $p = 1,8 \times 10^{-3}$ mbar. Im linken Bild wurde das Substrat nicht, im rechten Bild für 15 s vorgespult. Während im unbehandelten Fall scharfe, runde LEED-Spots zu erkennen sind, zeichnen sich um die schwach ausgeprägten Spots im rechten Bild zusätzliche Reflexe ab.

Aus diesem Experiment ist ersichtlich, dass die auf das Substrat reflektierten Ionen das epitaktische Wachstum fördern, jedoch nicht allein für die Sputterepitaxie verantwortlich sind. Epitaktisches Wachstum auf oxidierten Substraten ist bei erhöhter Temperatur auch ohne den zusätzlichen Energieeintrag möglich. Dieses Ergebnis unterstützt die Vermutung, dass es Löcher im Oxid gibt, die von den mobilen Targetatomen erreicht werden, und als Keime für das epitaktische Wachstum wirken.

Die zusätzlichen Reflexe im LEED-Bild nach Vorsputtern des Substrates weisen darauf hin, dass die Oberflächenmobilität der Targetatome ohne die zusätzliche Energie durch die reflektierten Ionen zu gering ist, um ideale Gitterplätze zu besetzen. Die durch das Vorsputtern induzierte Rauigkeit kann während des Wachstums nicht geglättet werden.

Bei einem Targetwinkel von 25° wäre das Studium der Sputterepitaxie ausschließlich

als Funktion der Energie der gesputterten Teilchen möglich. Allerdings führt der am Target vorbei treffende Ionenstrahl zu einer deutlichen Verunreinigung der Schicht. In Abbildung 4.20 ist das XPS Spektrum einer Siliziumschicht, hergestellt auf einem 4 Zoll Siliziumwafer dargestellt. Außer Eisen, das vermutlich hauptsächlich von der Prozesskammerwand stammt, wird auch Silber gefunden, das auf zuvor durchgeführte Experimente mit Silberpuffer-Schichten zurückzuführen ist (siehe Kapitel 4.2.6). Aus dem Peakvergleich Si 2s - Fe 2p bzw. Ag 3d lässt sich eine Eisenkonzentration von $c_{Fe} = 12\%$ und eine Silberverunreinigung von $c_{Ag} \approx 0,5\%$ ermitteln. Wird die Schicht unter dem Standardsputterwinkel von 50° deponiert, lässt sich kein Silber nachweisen. Die Eisenkontamination liegt in diesem Fall bei $c_{Fe} = 2\%$. Ihre Ursache ist in Anhang A, Seite 88 erläutert.

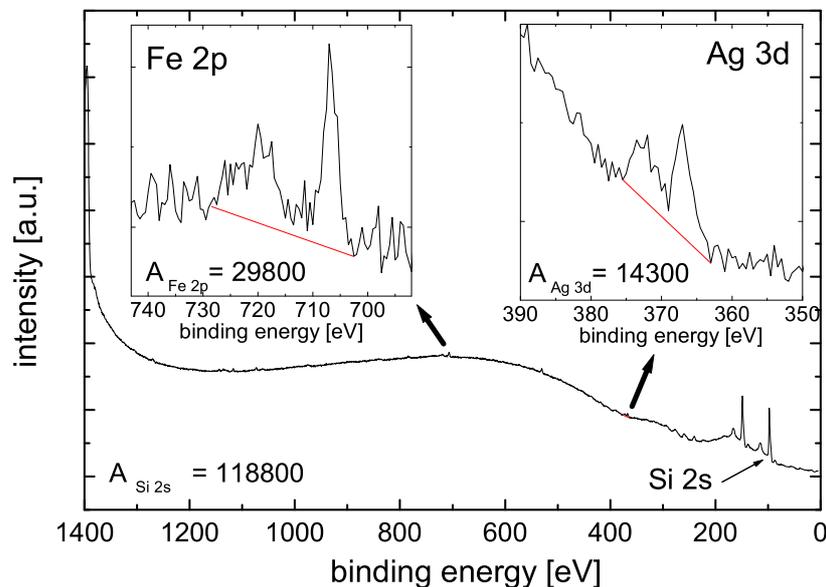


Abbildung 4.20: XPS Messung an einer Silizium-Schicht, hergestellt unter einem Sputterwinkel von 26° . Als Substrat diente ein 4 Zoll Silizium-Wafer, um keine Signale des Edelstahl-Probenhalters zu messen (siehe Abbildung 2.9, Seite 21). Die eingesetzten Bilder zeigen Ausschnitte des Übersichtsspektrums im Bereich der Fe 2p bzw. Ag 3d Peaks, sowie die ermittelten Flächeninhalte nach Abzug der Basislinien.

4.2.5 Variation der Beamspannung

Im vorigen Abschnitt konnte gezeigt werden, dass bei allen bisher deponierten Schichten eine Reflexion von Argonionen am Target auf das Substrat erfolgt. Dieser Zustand ist vergleichbar mit dem Ionenstrahl gestützten Sputtern, d.h. Sputtern unter Verwendung einer zweiten, auf das Substrat gerichteten Ionenkanone (vergl. Abbildung 2.5, Seite

17). Aus diesem Grund sollte eine Variation der Beamspannung U_{Beam} einen Einfluss auf die Deposition haben.

Wie in Kapitel 2.1.5 beschrieben ändert das Erhöhen der Beamspannung sowohl Sputterrate als auch Beamstrom, aber nur wenig an der Energieverteilung der herausgelösten Targetatome. Der Beamstrom wird für alle Beamspannungen konstant auf 14 mA gehalten. Bei hoher Beamspannung erfolgt dies durch Pulsen des Strahls mit 4 kHz, bei niedrigen Beamspannungen durch Erhöhen der Beschleunigungsspannung. Die Sputterrate liegt bei den gewählten Parametersätzen bei $0,3 \text{ \AA/s}$. Da sowohl Rate als auch Energie der Targetatome bei den verschiedenen Beamspannungen konstant bleibt, ist eine Änderung der magnetischen oder strukturellen Eigenschaften der Eisenfilme auf die reflektierten Argonionen zurückzuführen.

Für den stabilen Betrieb der Sputterquelle bei Beamspannungen $> 1 \text{ kV}$ muss ein Gasdruck von 10^{-4} mbar gewählt werden. Deshalb werden die folgenden Schichten bei dem niedrigeren Gasdruck präpariert, wodurch die Ergebnisse nicht direkt mit den bisherigen vergleichbar sind.

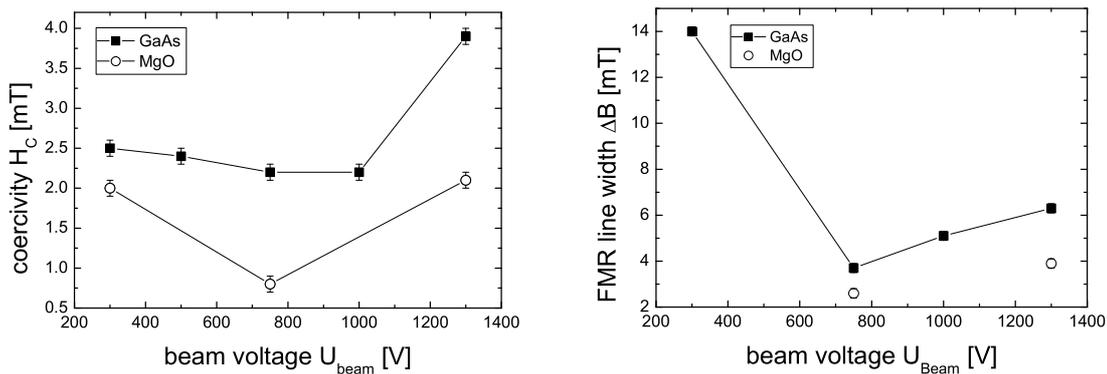


Abbildung 4.21: Koerzitivfeldstärke (links) und FMR-Linienbreite (rechts) als Funktion der Beamspannung. Eine Beamspannung von $0,75 \text{ kV}$ stellt einen optimalen Wert dar. Sputterparameter: $p = 3,0 \times 10^{-4} \text{ mbar}$, $T = 225^\circ \text{C}$, $t_S = 15 \text{ s}$.

Aus Abbildung 4.21 ist ersichtlich, dass die Beamspannung wie vermutet einen Einfluss auf das Wachstum der Schichten, somit deren magnetische Eigenschaften, hat. Die Koerzitivfelder der Eisenschichten auf GaAs sinken im Bereich von $0,30 \text{ kV}$ bis $1,00 \text{ kV}$ von $2,5 \text{ mT}$ auf $2,2 \text{ mT}$ ab. Bei $1,30 \text{ kV}$ hingegen ist eine fast doppelt so breite Hystereskurve mit einer Koerzitivität von $3,9 \text{ mT}$ zu finden. Die Koerzitivfelder der auf MgO-Substraten gewachsenen Eisenschichten zeigen den gleichen Trend, mit einem deutlich ausgeprägteren Effekt. Bei $0,75 \text{ kV}$ ist ein minimales Koerzitivfeld von $0,8 \text{ mT}$ zu finden.

Dieses Experiment zeigt, dass die reflektierten Ionen einen positiven Einfluss auf das Schichtwachstum haben können. Eine Beamspannung von $0,75 \text{ kV}$ liefert bezüglich der

Koerzitivfelder und FMR-Linienbreiten die besten Ergebnisse. Bei niedrigeren Werten von U_{Beam} ist die Energie der reflektierten Ionen scheinbar zu gering, bei hohen Werten von U_{Beam} zu groß, um das Wachstum positiv zu unterstützen. Die Verbreiterung der Hytereseschlaufen bei hohen Beamspannungen ist auf eine zunehmende Anzahl von Gitterdefekten oder Aufrauung der Schicht zurückzuführen. XPS-Messungen an der bei 1,30 kV gesputterten Eisenschicht auf GaAs zeigen zusätzlich Spuren von Gallium und Arsen, was auf große Rauigkeit und/oder Durchmischung mit dem Substrat hinweist.

4.2.6 Eisen auf Silberpuffer

Der Grund für das gute Wachstum von Eisen auf Silber-Pufferschichten ist zum einen, dass die Gitterkonstanten beider Elemente sehr gut zusammenpassen. Zum anderen überdeckt eine gut gewachsene Silberschicht ausreichender Dicke ($\approx 1500\text{\AA}$ [77]) die Substratrauigkeit und ist auf Terrassen von einigen 100 nm atomar glatt.

In Anlehnung an eine Rezeptur aus [77] unter Berücksichtigung der bisher gewonnenen Ergebnisse, wird zunächst eine dünne Eisen-Keimschicht von 20\AA auf GaAs bei 225°C deponiert. Die Substrattemperatur beim Aufwachsen der Silberschicht beträgt zunächst ca. 70°C (etwa erreichte Temperatur nach einer Stunde Abkühlen des Substrates) und wird im Verlauf der Deposition auf 225°C gesteigert. Um Gitterdefekte auszuheilen, werden die Proben anschließend eine Stunde bei 300°C getempert. Nach Abkühlen des Substrates auf Raumtemperatur erfolgt die Deposition von 100\AA Eisen.

Die bisher unternommenen Versuche einen guten Silberpuffer zu wachsen sind noch nicht geglückt (siehe Abbildung 4.22). Ursache ist eine zu geringe Silberschichtdicke durch Fehlkalibrierung des Schwingquartzmonitors und eine noch nicht optimale Substrattemperatur während des Wachstums, bzw. Tempers.

Die RKM-Aufnahmen zeigen deutlich, dass die Silberpuffer wegen zu geringer Dicke nicht geschlossen sind, was auch an STM-Aufnahmen an MBE-deponierten Eisenschichten gefunden wird [78]. Es zeichnen sich beim Wachstum zwei Achsen aus, weshalb die Löcher in der Silberschicht auf GaAs und die Inseln auf MgO rechteckig sind. Das untere Bild in 4.22 zeigt eine Detailansicht einer großen Silber-Terrasse auf MgO-Substrat mit Kantenlängen von einigen 100 nm. Der auf dieser Terasse ermittelte RMS-Wert von $3,4\text{\AA}$ ist mit dem Wert der direkt auf GaAs oder MgO-Substrat gesputterten Eisenschichten vergleichbar.

Wie bei den Eisenfilmen zuvor stellt MgO ein besseres Substrat für das epitaktische Wachstum dar. Die LEED-Bilder der auf MgO gewachsenen Substrate zeigen sehr scharfe Spots (Abbildung 4.22), während die Reflexe der auf den GaAs gewachsenen Schichten sehr schwach sind und eine starke Facettierung zeigen. Um ein geeignetes Silberpuffersystem herzustellen, sind die Substratparameter zu optimieren.

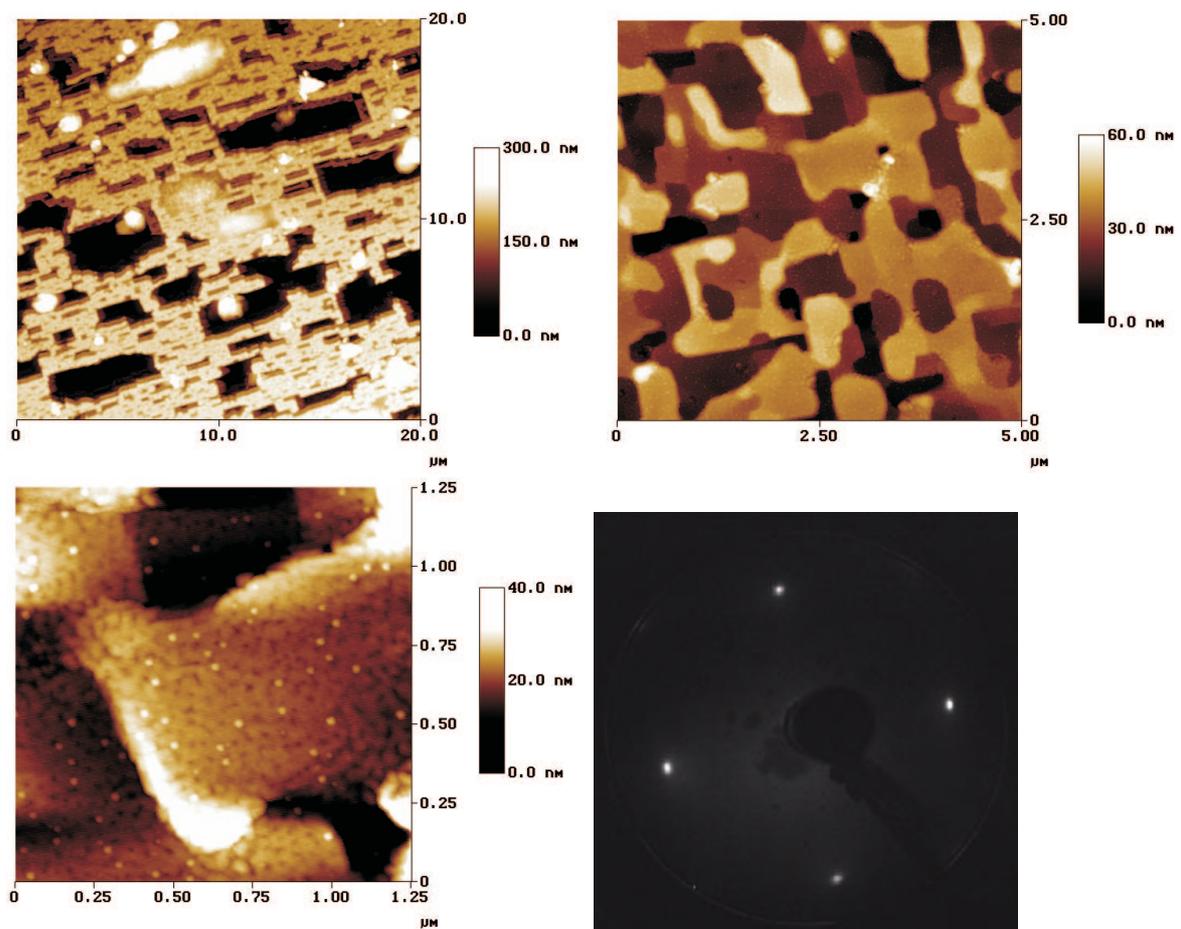


Abbildung 4.22: RKM Aufnahmen von Eisen auf Silberpufferschichten, gewachsen auf GaAs (oben links) und MgO (oben rechts, unten links). Zu beachten sind die unterschiedlichen Größen der Bildausschnitte. Das Bild unten rechts zeigt die scharfen LEED-Reflexe des Systems auf MgO.

4.2.7 Winkelabhängige FMR-Messungen

An einer Auswahl der bisher vorgestellten Proben werden winkelabhängige FMR-Messungen durchgeführt, um die Werte für die kubische Kristall-Anisotropie K_1 , die uniaxiale Anisotropie K_U sowie die Sättigungsmagnetisierung M_S^{eff} zu ermitteln. Aus Symmetriegründen genügt prinzipiell die Messung eines Winkelbereichs von 180° . Aus jedem Einzelspektrum wird das Resonanzfeld (Magnetfeld der Resonanzpeak-Position) bestimmt und als Funktion des Winkels aufgetragen. Durch Anfitzen der Daten unter Verwendung des Programmes MOKESIM [48] können die wichtigen Größen bestimmt werden.

Zunächst werden die Ergebnisse der Eisenschichten auf GaAs dargestellt. Abbildung 4.23 zeigt das Ergebnis der winkelabhängigen Messung an einer Schicht auf GaAs in Rohdatenform. Die Winkelabhängigkeit des Resonanzfeldes ist deutlich erkennbar. Wie in Kapitel 2.2.5, Seite 29 diskutiert, ist das Resonanzfeld in harter Achse (45° , 135° , ...) größer als in leichter Achse.

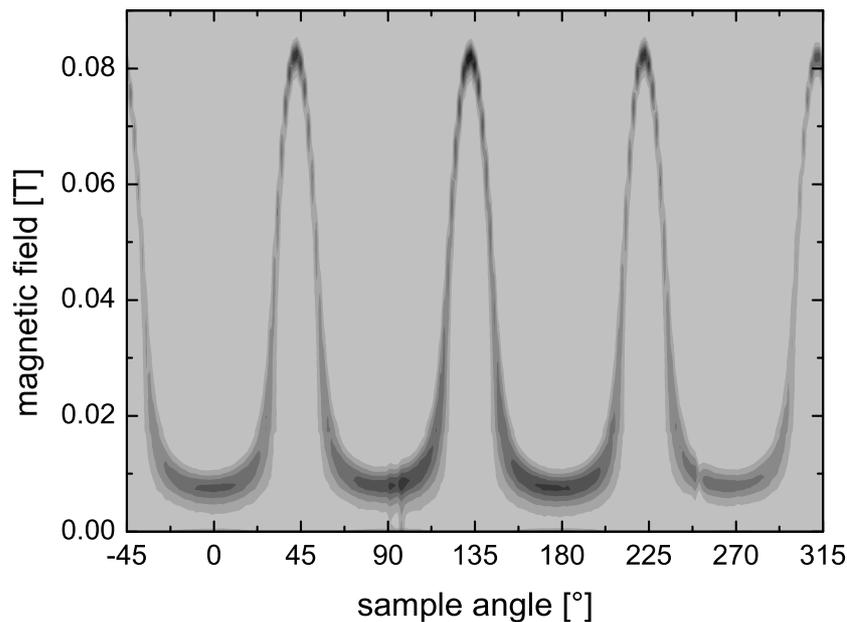


Abbildung 4.23: Reflektionskoeffizient S_{11} als Funktion des Probenwinkels und der Magnetfeldstärke von Eisen auf GaAs bei 7,998 GHz. Der Farbton gibt die Signalstärke wieder, wobei eine dunkle Farbe für ein starkes Signal steht.

Abbildung 4.24 zeigt die winkelabhängigen FMR-Messungen der Proben aus Kapitel 4.2.2, Seite 48, bei denen die Vorsputterzeit des Substrates vor der Deposition variiert wurde. Die aus den Einzelspektren ermittelten Resonanzfelder sind als schwarze Qua-

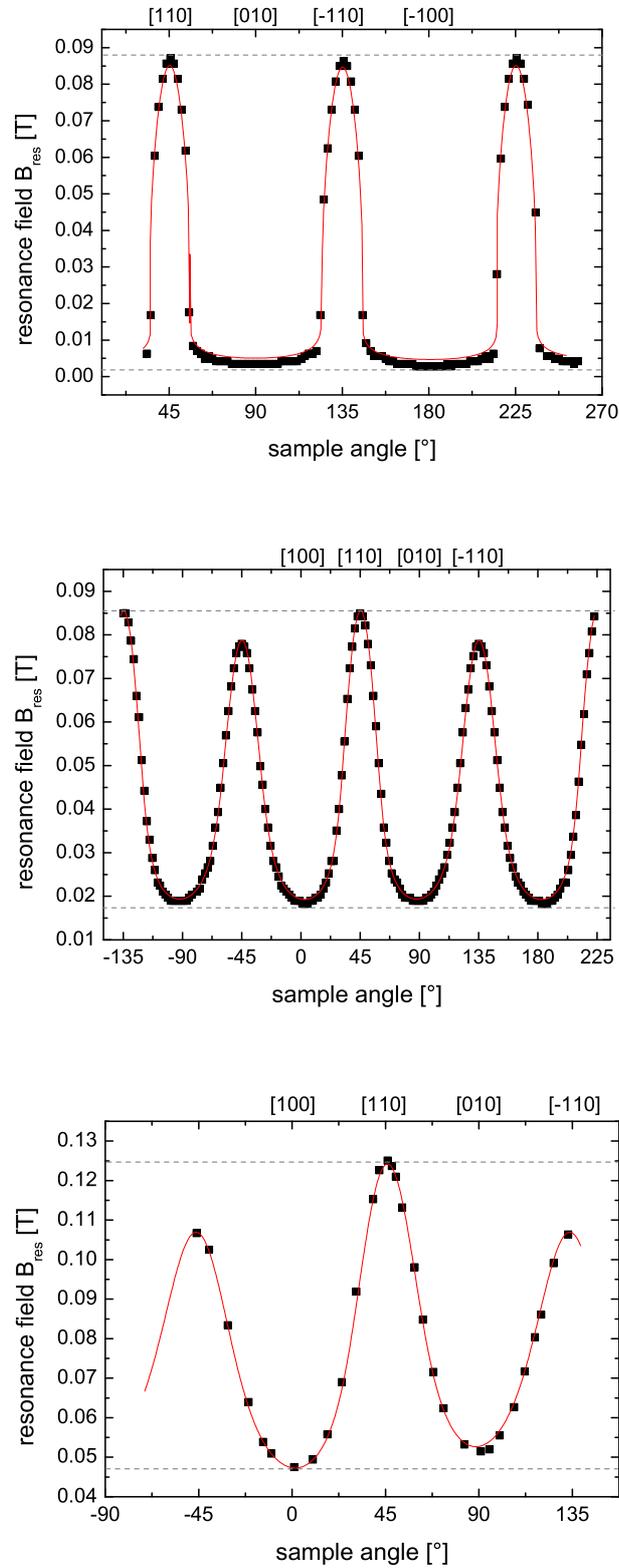


Abbildung 4.24: Winkelabhängige FMR Messung von 100\AA Fe auf GaAs nach Substrat-Vorsputterzeiten von 0 s (oben), 15 s (Mitte) und 200 s (unten). Der Winkel 0° entspricht einer [100]-Richtung, d.h. leichten Achse.

drate gezeichnet. Die Datenanpassung liefert eine sehr gute Übereinstimmung mit der Lage der Datenpunkte, wie aus dem Verlauf der roten Linien zu sehen ist. Die gestrichelten Linien helfen optisch, um Unterschiede zwischen den beiden leichten Achsen der kubischen Anisotropie (Probenwinkel = 0° , 90° ,...) und den harten Achsen (45° , 135° ,...) festzustellen. Die Kurvenform ändert sich stark mit zunehmender Substrat-Sputterzeit:

Das obere Bild zeigt die Messung an dem Eisenfilm auf unbehandeltem, also oxidiertem GaAs Substrat. In erster Näherung berühren alle Maxima und alle Minima der Kurve die gestrichelte Hilfslinie. Das bedeutet, dass hier fast ausschließlich die vierzählige Kristallanisotropie zum Signal beiträgt, der eine geringe uniaxiale Anisotropie überlagert ist. In der Literatur wird bei diesen Eisen-Schichtdicken eine deutlich stärkere uniaxiale Anisotropie gefunden [63]. Sie wird auf eine Verbindung von Eisen und GaAs an der Grenzfläche zurückgeführt. Dass die in der Literatur erwähnte uniaxiale Anisotropie hier fast vollständig fehlt, bekräftigt die Vermutung, dass hier tatsächlich ein epitaktisches Wachstum auf einem löchrigen Oxid stattfindet. Nur wenige Eisenatome erreichen durch Löcher die saubere GaAs-Oberfläche und bilden dort eine besondere Verbindung mit den Substrat-Atomen. Diese führt zu einer uniaxialen Grenzflächen-Anisotropie [64]. Die größte Zahl der Eisenatome kann aufgrund des Oxids die saubere GaAs-Oberfläche nicht erreichen und somit nicht zur uniaxialen Anisotropie beitragen, weshalb sie sehr klein ist.

Kurzzeitiges Substratsputtern induziert in dem nachfolgend abgeschiedenen Eisenfilm jedoch eine zusätzliche uniaxiale Anisotropie, wie in der mittleren Abbildung zu sehen ist. Ihre leichte Richtung liegt in $[-110]$ und damit in Richtung der magnetisch harten Achse der Kristallanisotropie des Eisenfilms, was aus den unterschiedlichen Amplituden der Maxima und den unveränderten Positionen der Minima zu sehen ist. Durch die freigelegte GaAs-Oberfläche ist es nun möglich, dass die zur uniaxialen Anisotropie führende FeGaAs-Verbindung entstehen kann. Somit zeigt auch eine nicht rekonstruierte Oberfläche eine uniaxiale Anisotropie. Dies bestätigt Folgerungen von MOOSBÜHLER et al., wo der Einfluss verschiedener Rekonstruktionen galliumreicher Oberflächen untersucht wird [64]. Es wurde gezeigt, dass die Stärke und Richtung der uniaxialen Anisotropie unabhängig von der Art der Rekonstruktion gleich groß sind. Daraus wird gefolgert, dass die Eisenatome mit der galliumreichen Oberfläche immer die gleiche Grenzflächenstruktur bilden, wobei die vorherrschende Rekonstruktion keinen Einfluss hat. Aus den in dieser Arbeit durchgeführten XPS-Messungen (Abbildung 4.4, Seite 43) wurde eine Zunahme des Galliumgehaltes durch Sputtern des Substrates ermittelt. Die Stärke der hier gefundenen kubischen und uniaxialen Anisotropie ist geringer als bei anderen Arbeiten unter Verwendung der MBE-Deposition [63, 65].

Nach langem Vorsputtern des Substrates (unteres Bild) zeigen auch die Minima eine Variation der Amplitude. Die grenzflächeninduzierte, uniaxiale Anisotropie ist leicht gegenüber der $[-110]$ -Richtung verdreht. Dass dadurch die beiden leichten kubischen Achsen einiger Proben unterschiedlich sind, wurde bereits bei den MOKE-Messungen deutlich (siehe Abbildung 4.9, Seite 51). Aus den RKM-Aufnahmen (Abbildung 4.12, Seite 54) konnte eine drastische Zunahme der Rauigkeit und Oberflächenstruktur durch langes Substratsputtern erkannt werden. Durch die Rauigkeit wächst der Film wahr-

scheinlich verspannt auf, was über den magnetoelastischen Effekt [71] zu einer weiteren uniaxialen Anisotropie führt. Die Summe der Grenzflächen- und Verspannungsanisotropie liegt nicht mehr in [110]-Richtung. Die reduzierten Werte für K_1 und M_S^{eff} deuten ebenfalls auf nicht perfektes Kristallwachstum hin. Die Ergebnisse für die Kristallanisotropie K_1 , die uniaxiale Anisotropie K_U und die Sättigungsmagnetisierung M_S^{eff} aus der Datenanpassung sind in Tabelle 4.4 zusammengefasst. Weiterhin ist die in der FMR-Terminologie gebräuchlichen Form K_i/M_S^{eff} angegeben. In der ersten Spalte sind die gegenüber dem Standardsatz veränderten Sputterparameter aufgeführt. Die anfangs aus den Koerzitivfeldern und Linienbreiten gezogenen Vermutungen über die Schichtqualität werden hiermit größtenteils bestätigt und quantifizieren das Maß der kristallinen Güte. Offensichtlich hat eine reduzierte Substrattemperatur von 40°C das beste epitaktische Wachstum zur Folge, wie die hohen Werte für Kristallanisotropiekonstante K_1 von 38000 J/m³ und Sättigungsmagnetisierung M_S^{eff} von $1,59 \times 10^6$ A/m belegen.

Obwohl die LEED-Reflexe bei verändertem Targetwinkel in Abbildung 4.19 auf Seite 62 sehr schmal sind, kann davon allein keine gute Qualität der Schicht abgeleitet werden. Da bei diesem Targetwinkel der wachstumsunterstützende Einfluss der reflektierten Argonionen fehlt, wächst der Eisenfilm nicht von Anfang an hochgradig geordnet. Für die oberflächensensitive LEED-Messung bleibt dies verborgen.

Dass die hochenergetischen Ionen durchaus einen positiven Einfluss auf die Kristallinität haben zeigt sich auch bei dem vergleichsweise hohen Wert von K_1 und M_S^{eff} des bei hoher Beamspannung von 1,3 kV gesputterten Eisenfilms.

Die auf MgO-Substraten gewachsenen Eisenschichten weisen fast volumenartige Werte für K_1 und M_S^{eff} auf, wie aus Tabelle 4.4 anhand dreier Beispiele zu sehen ist. Bei der verwendeten Anregungsfrequenz von ≈ 8 GHz zeigen deshalb die winkelabhängigen Messungen der Eisenschichten auf MgO nur in einem schmalen Winkelbereich um die harten Achsen (45°, 135°...) Resonanzpeaks. Es treten zwei Peaks bei gleichem Probenwinkel auf, deren Abstand mit dem Winkel variiert. Wird das reflektierte Signal wie zuvor als Funktion des Winkels und des angelegten Magnetfelds aufgetragen, ergeben sich Ovale, die sogenannten *Loopings*, wie Abbildung 4.25 zeigt. Dieses Phänomen kann mit Hilfe von Abbildung 4.26 leicht verstanden werden, wo der Verlauf der Resonanzfrequenz als Funktion des angelegten Magnetfeldes für verschiedene Probenwinkel gezeigt ist. Bei Ausrichtung der Probe mit einer leichten Achse in Richtung des externen Feldes (Probenwinkel = 0°) ist die Probe für alle externen Magnetfelder gesättigt, d.h. Magnetisierung und externes Magnetfeld sind parallel. Wird die Probe um 45° verdreht, zeigt eine harte Achse in Richtung des äußeren Magnetfeldes. Die Probe ist für kleine Magnetfelder nicht gesättigt. Ohne externes Feld liegt die Magnetisierung in einer leichten Achse und wird mit zunehmender Feldstärke aus dieser Richtung gezwungen. Entspricht das externe Feld dem Anisotropiefeld, zeigt der Kruenverlauf ein Minimum. Erst ab diesem Feldwert ist die Probe gesättigt. Die Tiefe des Minimums ist stark vom Probenwinkel abhängig, wie in Abbildung 4.26 (links) zu sehen ist. Bei einer Anregungsfrequenz von 8 GHz, gibt es deshalb für zwei Magnetfelder eine Resonanzbedingung: Rechts des Minimums für den Fall der gesättigten Probe und links des Minimums für den ungesättigten Fall. Wird also bei fixer Anregungsfrequenz das

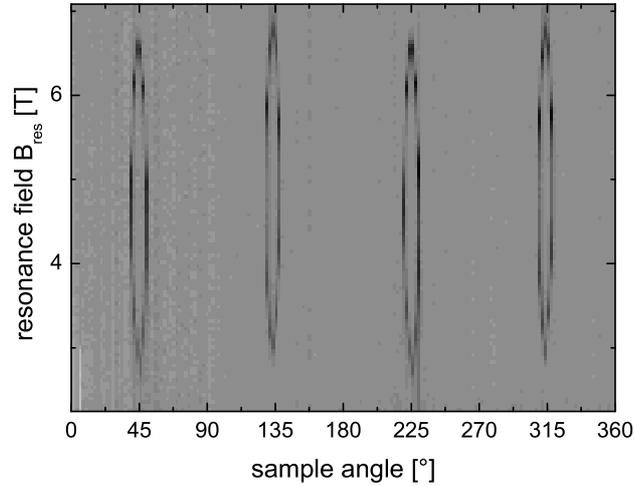


Abbildung 4.25: Reflektionskoeffizient S_{11} als Funktion des Probenwinkels und der Magnetfeldstärke von 100\AA Eisen auf MgO bei $8,250\text{ GHz}$. Der Farbton gibt die Signalstärke wieder, wobei eine dunkle Farbe für ein starkes Signal steht. Durch die großen Werte für Werte von K_1 und M_S^{eff} treten bei dieser Anregungsfrequenz sogenannte Loopings auf.

Magnetfeld von null erhöht und die reflektierte Leistung als Funktion des angelegten Feldes gemessen, zeigt das Spektrum entsprechend zwei Peaks. Der Abstand der Peaks zueinander ist empfindlich vom Probenwinkel abhängig. Bei 45° ist er maximal. Ein Verdrehen der Probe um wenige Grad in Richtung einer leichten Achse verändert die Resonanzbedingung derart, dass die Peaks aufeinander zu wandern, bis sie schließlich im hier simulierten Fall bei einem Winkel von etwa 41° übereinander liegen. Für kleinere Winkel kann bei der Anregungsfrequenz von 8 GHz keine Resonanzbedingung gefunden werden.

Dass bei GaAs dieser Effekt nicht auftritt liegt an der geringeren Stärke der Anisotropie, wie der rechten Teil von Abbildung 4.26 zeigt. Zur Simulation wurden die ermittelten Werte von K_1 und M_S^{eff} einer Eisenschicht auf GaAs und MgO verwendet. Die Kurven zeigen qualitativ den gleichen Verlauf. Durch die geringere Anisotropie ist der Bereich des Kurvenverlaufs, wo die Probe nicht gesättigt ist zu kleineren Frequenzen verschoben. Loopings würden im hier gezeigten Fall für Fe auf GaAs bei Frequenzen $\lesssim 6\text{ GHz}$ auftreten.

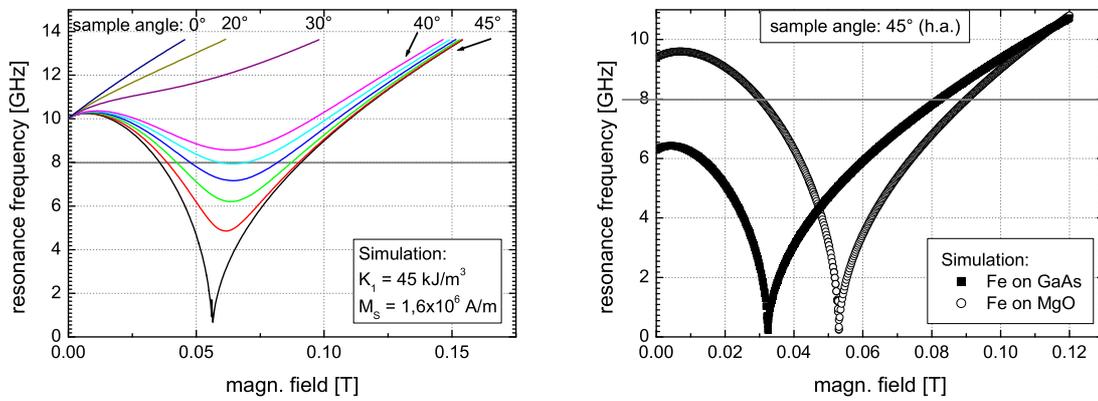


Abbildung 4.26: Links: Abhängigkeit der Resonanzfrequenz vom angelegten Magnetfeld für verschiedene Probenwinkel. Bei einer Anregungsfrequenz von 8 GHz tritt die Resonanz nur in einem schmalen Winkelbereich von etwa 5° um die harte Achse (45°) herum auf. Rechts: Simulation der Resonanzfrequenz in harter Achse (Probenwinkel = 45°) unter Verwendung typischer Werte für K_1 und M_S^{eff} von Eisen auf GaAs und MgO.

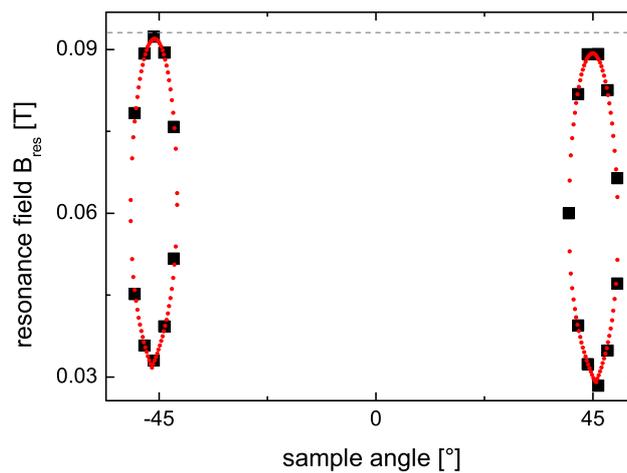


Abbildung 4.27: Peakpositionen (Quadrate) aus den Einzelspektren und Datenfit der Loopings.

Variierte Parameter	K_1 [J/m ³]	K_U [J/m ³]	M_S^{eff} [10 ⁶ A/m]	K_1/M_S^{eff} [mT]	K_u/M_S^{eff} [mT]
t_S : 0 s	25600	190	1,26	20,3	0,2
t_S : 15 s	17800	1900	1,10	16,2	1,7
t_S : 200 s	15400	4200	0,90	17,1	4,7
T: 40°C	38000	3800	1,59	23,9	2,4
Seedlayer, T: 25°C	23200	<100	1,28	18,1	-
Winkel: 25°	12800	320	0,94	13,6	0,3
Winkel: 25°, t_S : 0 s	15900	240	0,92	17,3	0,3
U_{Beam} : 0,30 kV, p:10 ⁻⁴ mbar	5100	1300	0,63	8,0	0,2
U_{Beam} : 1,30 kV, p:10 ⁻⁴ mbar	27000	1200	1,19	22,7	1,0
(MgO) T: 40°C	39500	1300	1,48	26,7	0,9
(MgO) t_S : 200 s	36100	<100	1,47	24,6	-
(MgO) Schichtdicke 500Å	48300	500	1,66	29,1	0,3
Literaturwerte	48000		1,66	28,9	

Tabelle 4.4: Aus Datenfit ermittelte Werte für K_1 , K_U , M_S^{eff} . Zusätzlich sind die in der FMR-Terminologie üblichen Werte K_1/M_S^{eff} und K_U/M_S^{eff} angegeben. In der ersten Spalte sind die gegenüber den Standardparametern (Beamspannung $U_{\text{Beam}} = 0,75$ kV, Substrattemperatur $T = 225^\circ\text{C}$, Gasdruck $p = 1,8 \times 10^{-3}$ mbar, Targetwinkel 50° , Substrat-Sputterzeit t_S : 15 s, in obiger Tabelle in Zeile zwei kursiv dargestellt) variierten Größen aufgeführt. Der obere Teil fasst die Daten der Eisenschichten auf GaAs zusammen, der untere Teil bezieht sich auf Eisenfilme auf MgO-Substraten. In der abgesetzten Zeile sind zum Vergleich aus der Literatur entnommene Werte [79].

4.2.8 Zusammenfassung: Eisen auf GaAs- und MgO-Substraten

Auf der Suche nach optimalen Wachstumsbedingungen in Hinblick auf Epitaxie und Oberflächenrauigkeit von Eisenfilmen auf GaAs(001) und MgO(001) Substraten wurden die Sputterparameter in einem weiten Parameterbereich variiert.

Es fällt auf, dass das epitaktische Wachstum auf MgO-Substraten deutlich besser als auf GaAs ist, was auf die unterschiedlich starken Bindungen in beiden Kristallgittern zurückgeführt wird. Der ionische MgO-Kristall ist wegen der starken interatomaren Bindung im Kristallgitter inert bezüglich Diffusion in den Eisenfilm. Die kovalent gebundenen Gallium- und Arsen-Atome diffundieren hingegen bei ungünstiger Wahl der Substrattemperatur stark in die Eisenschicht und verhindern dadurch unter Umständen sogar ein epitaktisches Wachstum.

Kurzes Vorsputtern des Substrates entfernt die Oxidschicht und legt eine saubere Substratoberfläche frei. Wie anhand von extrem scharfen LEED-Reflexen an gesputterten GaAs-Substraten zu sehen ist, liegt eine nicht rekonstruierte GaAs-Oberfläche vor. Damit unterscheidet sich die hier präparierte GaAs-Oberfläche von anderen, bei denen das Oxid durch Heizen des Substrates entfernt wird. Eine bei dünnen Schichten

recht starke uniaxiale Anisotropie K_U wird in der Literatur mit der Zweizähligkeit des GaAs-Kristalls in Verbindung gebracht. Obwohl hier durch das Vorsputtern nicht rekonstruierte GaAs-Oberflächen entstehen, tritt eine uniaxiale Anisotropie in Richtung einer harten Achse auf.

Das Reinigen der Substrate durch Vorsputtern ist nicht nötig um epitaktisches Wachstum zu erhalten, was die Deposition von Eisenschichten auf unbehandelten Substraten demonstriert. Es wird davon ausgegangen, dass Löcher im Oxid existieren, die von mobilen Eisenatomen erreicht werden können und als Kondensationskeime für das epitaktische Wachstum dienen. Hohe Partikelenergie ist für die Epitaxie auf oxidierten Substraten unabdinglich, wie gescheiterte Versuche mittels MBE-Deposition auf oxidierten Substraten Epitaxie zu erzielen, belegen. Winkelabhängige FMR-Messungen zeigen, dass fast ausschließlich die vierzählige Kristallanisotropie und keine zusätzliche uniaxiale Anisotropie in den Eisenfilmen auf oxidierten Substraten vorherrscht. Das Oxid verhindert demnach eine Reaktion von GaAs und Eisen an deren Grenzfläche. Diese Durchmischung kann auch durch Aufbringen einer Keimschicht und anschließender Deposition bei Raumtemperatur verhindert werden.

Auf das Substrat reflektierte, hochenergetische Ionen unterstützen das epitaktische Wachstum durch Erhöhen der Oberflächenmobilität der gesputterten Targetatome. Für die Beamspannung existiert daher ein optimaler Wert. Durch den zusätzlichen Energieeintrag ist Sputterepitaxie bereits ab einer Substrattemperatur von 40°C möglich.

Die größten Werte für Kristallanisotropie und Sättigungsmagnetisierung von Eisen auf GaAs-Substraten werden bei niedrigen Substrat-Temperaturen von 40°C bei vorgespultem Substrat erzielt ($K_1 = 38000 \text{ J/m}^3$, $M_S^{\text{eff}} = 1,59 \times 10^6 \text{ A/m}$). Diese Schichten weisen gleichzeitig eine geringe Oberflächenrauigkeit auf ($\sigma_{RMS} = 2,8 \text{ \AA}$).

4.3 Eisen/Silizium/Eisen-Schichtsysteme

Aus den bisherigen Untersuchungen an einzelnen Eisenschichten sind jetzt optimale Sputterparameter für epitaktisches Wachstum von Eisen auf GaAs bzw. MgO bei gleichzeitig geringer Oberflächenrauigkeit bekannt. Dreilagenschichtsysteme der Form *Substrat* / 100 Å Fe / x Å Si / 50 Å Fe werden unter Nutzung dieser Kenntnisse nach 15 s Vorsputtern bei 40°C und einem Sputtergasdruck bei $1,8 \times 10^{-3}$ mbar hergestellt. Der Targetwinkel beträgt 50°, um Verunreinigungen der Schichten gering zu halten. Die Eisenschichten werden wie zuvor mit einer Sputterrate von 0,3 Å/s deponiert, die Siliziumschichten bei 0,1 Å/s, um eine homogene Beschichtung aller gleichzeitig auf der Schablone positionierten Substrate zu gewährleisten.

LEED-Reflexe bestätigen das epitaktische Wachstum des kompletten Schichtstapels. Bei verschiedenen Dicken der Siliziumschicht wird anhand von MOKE-Messungen die Art und Stärke der Zwischenschicht-Kopplung ermittelt. Aus Röntgenreflektometrie-Messungen erfolgt eine Abschätzung der Interdiffusion an der Eisen/Silizium Grenzfläche.

4.3.1 Antiferromagnetische Zwischenschichtkopplung

Aus Messungen von MOKE-Hystereseschleifen der Schichtsysteme lässt sich Art und Stärke der Kopplung auswerten. Aus dem Verlauf der Kurve in Abbildung 4.28 kann man das Vorhandensein antiferromagnetischer Kopplung ablesen. Dies ist das erste Mal, dass epitaktisch gesputterte Eisen/Silizium/Eisen-Dreilagenschichtsysteme mit antiferromagnetischer Zwischenschichtkopplung auf GaAs(001) hergestellt werden konnten.

Die Werte der Kopplungsparameter J_1 und J_2 lassen sich durch Simulation der MOKE-Kurven [48] bestimmen. Um den Kurvenverlauf zu verstehen muss berücksichtigt werden, dass die MOKE-Messungen Informationen bis zu einer gewissen Tiefe der Probe liefern und nicht die tatsächliche Schichtdicken, d.h. Volumenanteile wiedergeben. Bei großen angelegten Magnetfeldern ist die Kopplung zwischen den Ferromagneten aufgebrochen, d.h. beide Schichtmagnetisierungen sind parallel. Als konkretes Beispiel ist im folgenden angenommen, dass ein negatives Vorzeichen des Magnetfelds und MOKE-Signals der Richtung *links* entspricht. Bei großen negativen Feldern zeigen Magnetfeld und beide Schichtmagnetisierungen also in die gleiche Richtung, nach *links*. Wird das Magnetfeld reduziert, verkanten beide Schichtmagnetisierungen ab dem Sättigungsfeld H_s , wobei die dickere der beiden Schichten aufgrund der ZEEMANN-Energie eher in Feldrichtung ausgerichtet bleibt. Ab einem bestimmten Feld überwiegt die Kopplung das äußere Feld: Beide Magnetisierungen sind antiparallel zueinander ausgerichtet, wobei die Magnetisierung der dickeren Schicht noch immer in Feldrichtung zeigt, die der dünneren Schicht entgegen Feldrichtung, also nach *rechts*. Da die dünnere der beiden Schichten die obere ist, trägt sie mehr zum MOKE-Signal bei als die dickere Schicht unten. Deshalb erfolgt der Sprung im Kurvenverlauf auf den positiven Achsenabschnitt der Ordinate. Wird das Magnetfeld über den Wert null hinaus in die andere Richtung

erhöht, folgt die Schichtmagnetisierung der dicken Schicht der Feldänderung und zeigt nun nach *rechts*. Da die Schichten noch immer antiparallel gekoppelt sind, dreht die obere Magnetisierung nach *links*, weshalb der Sprung in Richtung des negativen Achsenabschnitts erfolgt. Wird das äußere Feld stärker, bricht die antiparallele Ausrichtung der Schichtmagnetisierungen wieder auf, bis beim Erreichen der Sättigungsfeldstärke eine parallele Ausrichtung erfolgt ist. Das Aufspalten in unterschiedliche Pfade zwischen antiparalleler und paralleler Magnetisierung deutet auf eine sehr gute Ausrichtung des Substrates in leichter Achse hin und ist auf quadratische MOKE-Effekte zurückzuführen [80].

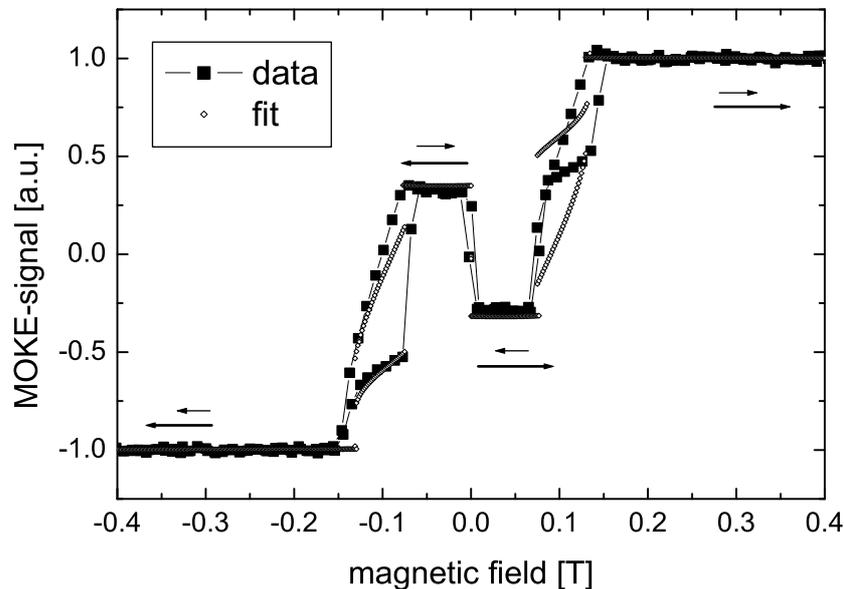


Abbildung 4.28: Hystereseschleife eines antiferromagnetisch gekoppelten Fe/Si/Fe Systems bei einer Siliziumschichtdicke von 10 Å. Die Messung erfolgt mit externem Feld in Richtung einer leichten Achse. Die schwarzen Pfeile geben die Magnetisierungsrichtungen der Eisenfilme an. Der längere Pfeil repräsentiert den 100Å dicken Eisenfilm.

Als Fitparameter werden außer den Kopplungsparametern J_1 und J_2 der Probenwinkel bezüglich des Magnetfeldes genutzt. Weiterhin wurde berücksichtigt, dass die obere Eisenschicht nicht abgedeckt, d.h. zu einem gewissen Maß oxidiert ist. Aus den XRR Messungen der 100 Å dicken Eisenfilme lässt sich eine Oxidschichtdicke von etwa 10-20 Å bestimmen. Bei allen Simulationen wurde deshalb eine obere Eisenschichtdicke von 40 Å angenommen. Die ermittelten Ergebnisse für die Kopplungsparameter J_1 und J_2 und deren Betragssumme ist in Abbildung 4.29 als Funktion der Silizium-Schichtdicke für GaAs- und MgO- Substrate gezeigt. Mangels Substrate konnte die Serie auf MgO nach einer Schichtdicke von 16 Å nicht fortgesetzt werden.

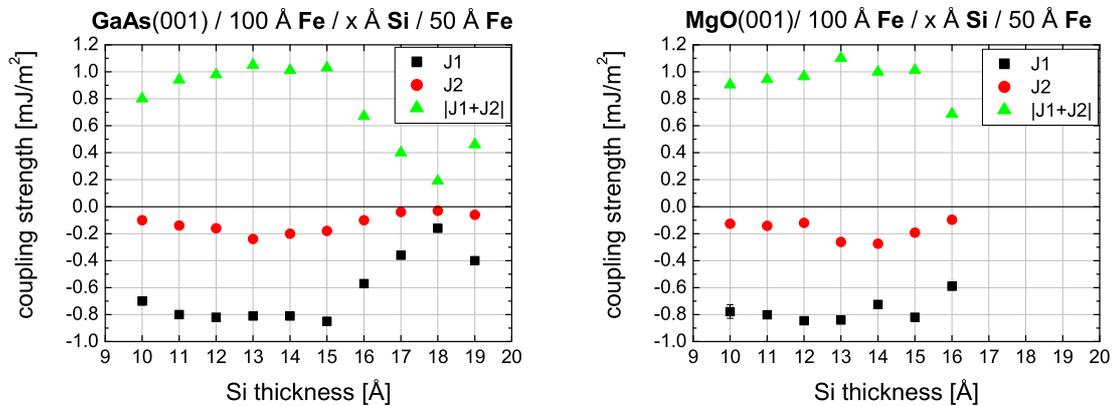


Abbildung 4.29: Kopplungsstärke als Funktion der Si-Zwischenschichtdicke. Links: Schichtsystem auf GaAs, rechts: Schichtsystem auf MgO. Der erneute Anstieg der Kopplungsstärke bei 19 Å deutet auf eine metallische Zwischenschicht hin.

Der Verlauf der Kopplung $|J_1 + J_2|$ als Funktion der Silizium- Zwischenschichtdicke für beide Substrattypen unterscheidet sich kaum. Unterhalb einer Dicke von 10 Å kann keine antiferromagnetische Kopplung gefunden werden. Von 10 bis 15 Å bleibt die Kopplung nahezu konstant und fällt im weiteren Verlauf bei 18 Å auf etwa 0,2 mJ/m² ab.

Die Form und Stärke der Kopplung wird hauptsächlich von J_1 bestimmt. J_2 ist mit Werten um 0,2 mJ/m² sehr klein und über den gesamten Schichtdickenbereich hinweg fast konstant. Dies lässt sich mit einer guten Qualität der Zwischenschicht, d.h. wenigen Pinholes und homogener Schichtdicke in Verbindung bringen [81].

Verglichen mit dem in [1, 54] dokumentierten Kopplungsverlauf ist die Kopplungsstärke geringer und zeigt kein ausgeprägtes Maximum. Interessant ist der erneute Anstieg der Kopplung ab einer Schichtdicke von 19 Å. Dies deutet auf eine metallische Zwischenschicht mit oszillierendem Kopplungsverhalten hin [54]. Bei nominell reinem Silizium hingegen wird nur ein exponentieller Abfall der Kopplung mit der Schichtdicke gefunden [1].

Wegen technischer Probleme an der Anlage konnten jedoch (noch) keine weiteren Schichtsysteme mit größeren Schichtdicken hergestellt werden um ein oszillatorische Kopplungsverhalten zu verifizieren. Ebenso war es dadurch noch nicht möglich, den Einfluss der Sputterparameter auf Stärke und Art der Kopplung zu studieren.

4.3.2 XRR-Messung an GaAs/Fe/Si Schichten

Um eine Aussage über die Stärke der Durchmischung an der epitaktisch gesputterten Fe/Si(001) Grenzfläche zu treffen, werden XRR-Messungen an Schichtsystemen der Form GaAs / 100 Å Fe / 70 Å Si durchgeführt. Durch die Wahl eines zweilagigen

Schichtsystems vereinfacht sich die Interpretation der Daten aufgrund der Reduktion der Fitparameter. Abbildung 4.30 zeigt das Ergebnis einer XRR-Messung an einem Fe/Si-System, das bei 40°C hergestellt wurde. Zusätzlich sind die aus der Datenanpassung gewonnenen Werte der Schichtdicken in der Legende aufgeführt und als farbige Linien eingezeichnet.

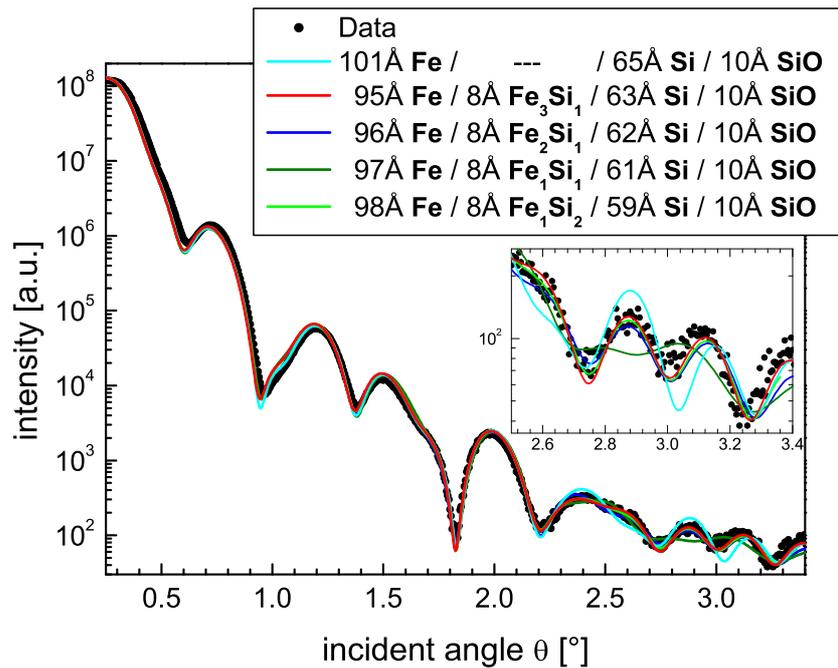


Abbildung 4.30: XRR Messung an GaAs / 100 Å Fe / 70 Å Si (schwarzen Kreise) und Datenanpassung (farbige Linien) unter Annahme verschiedener Eisensilizide. Sputterparameter: $T = 40^\circ\text{C}$, $U_{\text{beam}} = 0,75\text{ kV}$, $p = 1,8 \times 10^{-3}\text{ mbar}$.

Auf den ersten Blick zeigen alle Datenfits eine gute Anpassung an die Messung. Auch die Annahme, dass keine Eisensilizidschicht existiert, führt durch Erhöhen der Rauigkeit an der Eisen/Silizium Grenzfläche zu einer guten Wiedergabe der Daten. Bei genauerer Betrachtung (Teilbild in Abbildung 4.30) zeigen sich ab einem Winkel von etwa $2,4^\circ$ Unterschiede im Kurvenverlauf für die verschiedenen Fitparameter. Die beste Anpassung wird unter der Annahme eines Eisensilizids mit hohem Eisenanteil (Fe_3Si_1 bzw. Fe_2Si_1) gefunden. Eine deutlich schlechtere Anpassung ist bei siliziumreicher Zwischenschicht und bei der Annahme keiner Silizidbildung erkennbar. Auffällig ist, dass die Eisen-, bzw. Silizium-Schichtdicke unter Annahme verschiedener Eisensilizide variieren, während die Siliziddicke von 8Å konstant bleibt. Daraus lässt sich zumindest qualitativ schließen, dass es zur Bildung eines eisenreichen Silizids an der Grenzfläche kommt. Dies ist in Übereinstimmung mit Photoemmissionsexperimenten [82,83]. In [82]

wird weiterhin davon berichtet, dass bei einem Schichtsystem in umgekehrter Reihenfolge (GaAs/Si/Fe) eine stärkere Durchmischung stattfindet. Man führt dies auf die höhere Masse der Eisenatome verglichen mit den Siliziumatomen zurück.

Die ermittelte Silizidschichtdicke von 8\AA ist etwa so groß wie die Siliziumschichtdicken der gekoppelten Schichtsysteme. Man muss also für die Dreilagenschichtsysteme aus dem vorigen Kapitel davon ausgehen, dass Kopplung über ein eisenreiches Eisensilizid vorliegt. Nach den Erkenntnissen aus Kapitel 4.2.4 ist dieses Ergebnis durch die auf das Substrat reflektierten Ionen zu erwarten.

Mit zunehmender Substrattemperatur nimmt die Interdiffusion stark zu, wie in Abbildung 4.32 auf Seite 81 zu sehen ist. Das obere Bild zeigt die XRR-Messung an einem GaAs/Fe/Si Schichtsystem, dessen unterer Eisenfilm bei 225°C hergestellt wurde. Nach einer Stunde Kühlen (Substrattemperatur etwa 70°C) erfolgte die Deposition des Siliziums.

Der Versuch die Daten wie im obigen Fall anzupassen ist nicht zufriedenstellend möglich. Der beste Fit wird mit einer Fe_1Si_1 Schicht und rauen Grenzflächen ermittelt (blaue Linie). Dies liegt vermutlich an einer stärkeren Diffusion, d.h. die Grenzfläche weist einen großen Dichte-, bzw. Brechungsindex-Gradienten auf. Diese Variation des Brechungsindex scheint nicht durch Variation der Schichtrauigkeit allein beschrieben werden zu können (siehe Kapitel 2, Seite 23). Eine merklich bessere Übereinstimmung zwischen Daten und Simulation erhält man daher unter der Annahme von zwei Silizidschichten (rote Linie). Somit lässt sich der Dichtegradient an der Grenzfläche besser beschreiben. Aus den Silizidkompositionen ($\text{Fe}_{12}\text{Si}_1$ und Fe_2Si_3) kann dabei wiederum nur ein Trend angegeben werden. Im Vergleich zu der bei 40°C hergestellten Schicht ist eine stärkere Interdiffusion über einen Bereich von ca. 20\AA zu verzeichnen.

Eine noch drastischere Durchmischung des Schichtsystems findet statt, wenn das gesamte Schichtsystem (hier: GaAs/ 200\AA Fe/ 200\AA Si) bei einer Substrattemperatur von 225° (Abbildung 4.32 unten) deponiert wird. Gezeigt sind nur die Messdaten. Eine Anpassung der Daten war nicht möglich.

Um die in Kapitel 4.3.1 vorgestellte Kopplung gemäß den Ergebnissen aus [1] zu erhöhen, muss durch Optimieren der Sputterparameter die Grenzflächeninterdiffusion reduziert werden. Ein möglicher Ansatz ist, den Einfluss der hochenergetischen Ionen durch Ändern des Targetwinkels zu minimieren. Dabei ist jedoch die auftretende Kontamination zu bedenken. Die Eisenverunreinigung von 12% entspricht in einer einfachen Abschätzung einem Eisensilizid von Fe_1Si_9 und wäre damit deutlich geringer als die durch Interdiffusion entstehende Komposition. Trotzdem bleibt fraglich, ob die Partikelenergie der gesputterten Atome von im Mittel etwa 10 eV die Ausbildung einer scharfen Grenzfläche erlaubt.

Zusätzlich zu den bisher vorgestellten Sputterparametern ist auch eine Änderung der Depositionsgeschwindigkeit möglich. In meiner Arbeit wird die Sputterrate nicht variiert, da aufgrund der Substratrotation die Vergleichbarkeit der simultan hergestellten Proben bei schneller Beschichtung nicht mehr gewährleistet ist. Um trotzdem zu über-

prüfen, ob eine höhere Sputterrate eine Diffusion an der Grenzfläche verringert und damit einer erhöhte Kopplungsstärke verbunden ist, wird in einem ersten Experiment die Sputterrate bei Deposition der Siliziumzwischen-schicht erhöht. Der erste Versuch liefert eine deutlich höhere antiferromagnetische Kopplung von $J_1 = -1,3 \text{ mJ/m}^2$ und $J_2 = -0,6 \text{ mJ/m}^2$ (siehe Abbildung 4.31). Genauere Untersuchungen über den Einfluss der Rate auf Qualität der Epitaxie, die Kopplung und Interdiffusion stehen noch aus.

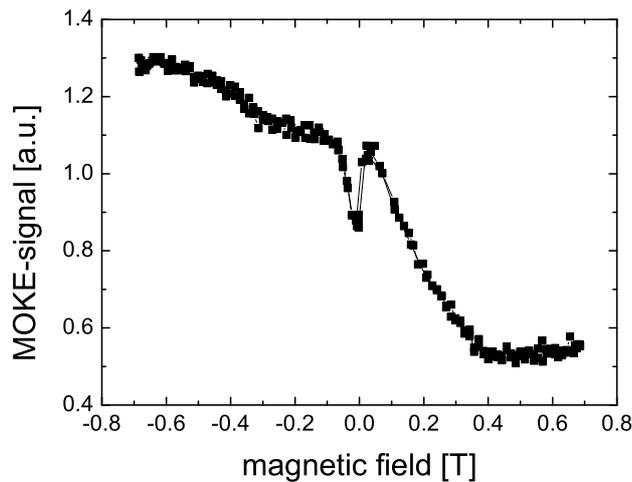


Abbildung 4.31: MOKE-Messung eines GaAs/Fe/Si/Fe-Schichtsystems mit 15\AA Si-Schichtdicke. Die Sputterparameter für die Eisenschichten entsprechen denen der Schichtsysteme aus dem vorigen Abschnitt 4.3.1. Die Silizium-Zwischenschicht von 15\AA wurde mit einer höheren Rate deponiert. Hin- und Rückweg der Kurve stimmen überein.

4.3.3 Magnetowiderstand

Die Messung des Magnetowiderstandes erfolgt in CIP⁷-Geometrie, wie in Abbildung 4.33 skizziert, in einer klassischen Vierpunkt-Messung an Schichtsystemen auf GaAs. Über zwei äußere Kontakte wird ein Strom von 10 mA in Richtung einer schweren Achse angelegt, über die beiden inneren wird der Spannungsabfall als Funktion des angelegten Magnetfeldes gemessen und von einem Computer aufgezeichnet. Um Strom-Verteilungseffekte weitgehend zu minimieren, werden Streifen von 2 mm Breite und 10 mm Länge aus dem quadratischen Substrat geschnitten. Die Messungen werden bei Raumtemperatur durchgeführt, wobei sich die Probe in einem Kryostaten befindet, um temperaturbedingte Drift durch Aufheizen der Probe und Signalrauschen zu minimieren.

⁷Strompfad in der Schichtebene, engl: *Current In Plane*, CIP

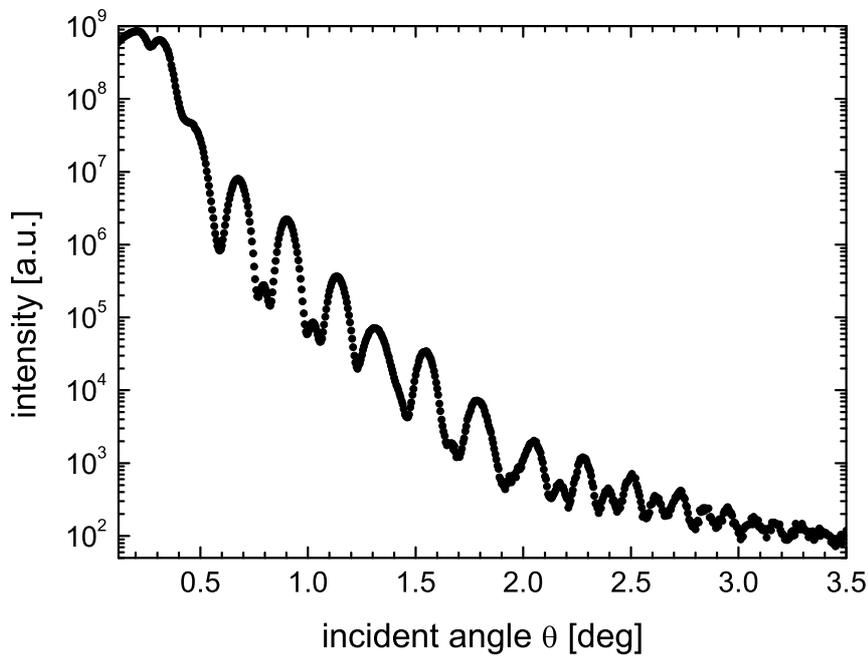
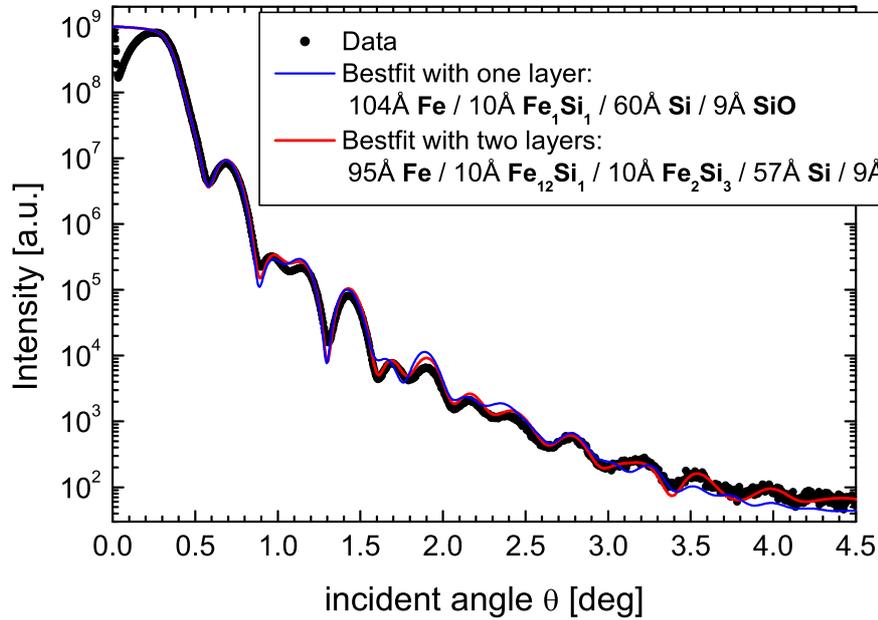


Abbildung 4.32: Oben: XRR Messung an GaAs / 100 Å Fe / 70 Å Si. Fe wurde bei 225°C hergestellt, Si nach einer Stunde Kühlen bei etwa 70°C. Gezeigt sind Messdaten und die Kurven bester Anpassung bei unterschiedlichen Annahmen über die Grenzfläche (siehe Text). Unten: XRR-Messung an GaAs / 200 Å Fe / 200 Å Si System, hergestellt bei 225°C. Aufgrund der starken Durchmischung ist kein Anpassen der Daten möglich.

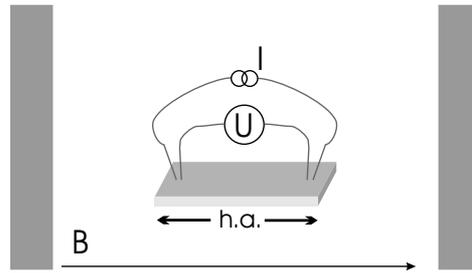


Abbildung 4.33: Schema der Vierpunktmessung: Über zwei äußere Kontakte wird ein konstanter Strom entlang einer schweren Achse (h.a.) angelegt. Über zwei innere Kontakte wird der Spannungsabfall als Funktion des äußeren Feldes gemessen.

Um zu überprüfen, ob die gekoppelten Proben einen GMR zeigen, werden an Schichtsystemen mit unterschiedlich dicker Silizium-Zwischenschicht Widerstandsmessungen durchgeführt, bei denen eine magnetisch leichte Achse in Richtung des äußeren Magnetfeldes zeigt (im folgenden wird diese Geometrie mit einem Probenwinkel im Magnetfeld von 0° bezeichnet). Ein GMR sollte durch unterschiedliche Widerstandswerte bei paralleler und antiparalleler Ausrichtung der Schichtmagnetisierungen zueinander erkennbar sein (vergleiche auch MOKE-Kurve, Abbildung 4.28, Seite 76). Abbildung 4.34 zeigt das Ergebnis der Messung und Datenanpassung an einem Schichtsystem mit 10 \AA Siliziumdicke.

Im Rahmen der Fehler kann kein GMR nachgewiesen werden. Die in der Literatur gefundenen GMR-Widerstandswerte bei Eisen/Silizium-Systemen liegen unter 1% bei Raumtemperatur. Um den AMR des Systems zu bestimmen, werden zusätzlich Messungen mit Magnetfeld entlang der schweren Achsen (h.a.1,2) durchgeführt (siehe Abbildung 4.35). Der AMR ergibt sich aus Vergleich der Widerstände in Sättigung der beiden schweren Achsen zu $0,23\%$.

Durch gleichzeitiges Fitten der drei Kurven aus Abbildung 4.35 lassen sich zusätzlich zum AMR auch das Verhältnis von kubischer Anisotropiekonstante K_1 und Sättigungsmagnetisierung M_S bestimmen. Dabei können die Beiträge von oberer und unterer Schicht getrennt werden:

	K_C/M_S [mT]	AMR [%]
100 \AA Fe	28	0,20
50 \AA Fe	23	0,03

Tabelle 4.5: Fitparameter zum Anpassen der Daten aus Abbildung 4.35.

Die Ergebnisse entsprechen den Erwartungen: Da der AMR ein Volumeneffekt ist, zeigt die dünnere Schicht eine geringere Widerstandsänderung als die dicke Schicht.

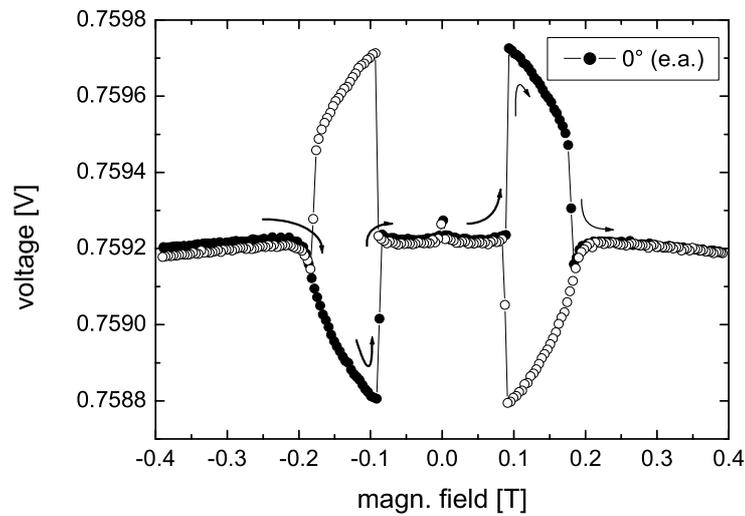


Abbildung 4.34: Magnetowiderstandsmessung und Datenanpassung an einem antiferromagnetisch gekoppelten Schichtsystem der Form GaAs/100Å Fe/13Å Si/50Å Fe. Die gefüllten Symbole zeigen den Widerstandsverlauf bei positiver Magnetfeldrampe (von negativer zu positiver Feldrichtung, siehe Pfeile), die offenen Symbole den umgekehrten Feldverlauf. Dass während der Messung zwei Äste auftreten ist ein Indiz für eine sehr gute Ausrichtung des Probewinkels mit leichter Achse parallel zum äußeren Feld. Dass der Widerstand auch bei großen Magnetfeldern nicht sättigt, ist auf zunehmende Spin-Ordnungseffekte zurückzuführen. Zum Verdeutlichen der Magnetisierungen der beiden Eisenschichten ist ein Vergleich mit der MOKE-Messung in Abbildung 4.28, auf Seite 76 hilfreich. Die Werte der Schaltfelder stimmen dabei wegen unterschiedlicher Si-Schichtdicken nicht überein. Der Datenfit ist der Übersicht halber nicht eingezeichnet.

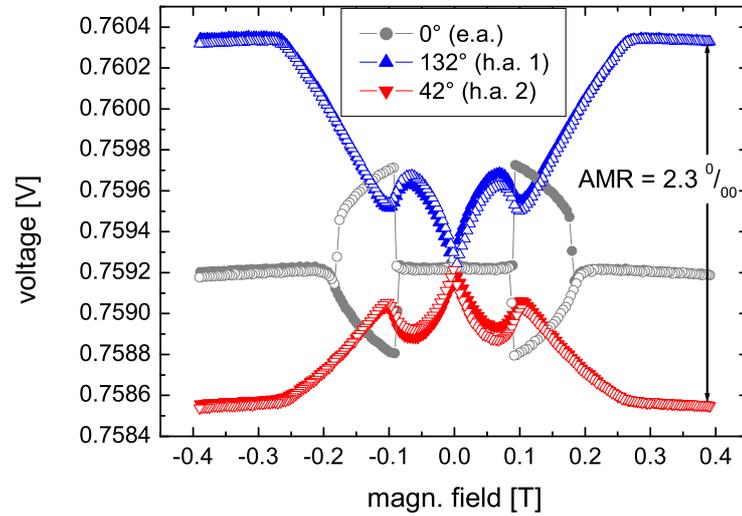


Abbildung 4.35: Magnetowiderstandsmessungen an einem antiferromagnetisch gekoppelten Schichtsystem der Form GaAs/ 100 Å Fe / 10 Å Si / 50 Å Fe in leichter Achse (●, ○) und beiden harten Achsen (▲, △, ▼, ▽). Die geschlossenen Symbole zeigen den Verlauf von negativer zu positiver Feldrichtung, die offenen Symbole den umgekehrten Feldverlauf. Die zugehörigen Datenfits sind nicht eingezeichnet.

4.3.4 Zusammenfassung: Fe/Si/Fe Schichtsysteme

Aus den Untersuchungen an einzelnen Eisenschichten konnte ein idealer Parametersatz für epitaktisches Wachstum mit glatter Oberfläche extrahiert werden. Kurzes Vorsputtern des Substrates und Deposition bei einer Substrat-Temperatur von 40°C liefern sowohl Eisenfilme mit sehr geringer Oberflächenrauigkeit ($\sigma_{RMS}=2,8\text{Å}$), als auch große Werte für die Kristallanisotropie K_1 (38000 J/m³) und Sättigungsmagnetisierung ($M_S^{\text{eff}}=1,59 \times 10^6$ A/m). Unter Verwendung dieser Sputterparameter konnten erstmals epitaktische GaAs(001)/Eisen/Silizium/Eisen Dreilagenschichtsysteme mit antiferromagnetischer Zwischenschichtkopplung durch ein Sputterverfahren hergestellt werden. Die Kopplungsstärke von 1 mJ/m² ($J_1 \approx -0,8$ mJ/m², $J_2 \approx -0,2$ mJ/m²) ist ein Indiz für eine hohe Qualität der Silizium Zwischenschicht.

Dass die Kopplungsstärke verglichen mit Proben aus der MBE geringer ausfällt, ist auf die starke Eisensilizidbildung an den Grenzflächen durch Interdiffusion zurückzuführen. Diese ist stark von der Temperatur abhängig, wie aus XRR-Messungen hervorgeht. Dass die Diffusion zusätzlich durch die auf das Substrat reflektierten Ionen gefördert wird, kann aus den Ergebnissen des ersten Teils der Arbeit gefolgert werden. Zusätzlich kann die hohe Energie der gesputterten Partikel für eine starke Diffusion verantwortlich sein. Eine Möglichkeit die Diffusion zu reduzieren, ist das Erhöhen der Depositionsge-

schwindigkeit. Dies konnte in einem ersten Versuch gezeigt werden. Die Kopplungstärke war in diesem Fall mit fast 2 mJ/m^2 ($J_1 = -1,3 \text{ mJ/m}^2$, $J_2 = -0,6 \text{ mJ/m}^2$) doppelt so groß wie bei langsamer Deposition.

Kapitel 5

Diskussion

Wie in dieser Arbeit gezeigt werden konnte, stellt das Ionenstrahlputtern durch die große Anzahl frei wählbarer Sputterparameter eine interessante Depositionsmethode für dünne Schichten dar. Um epitaktische Dreilagenschichtsysteme mit großer antiferromagnetischer Austauschkopplung direkt auf einem Substrat herzustellen, wurde zunächst der Einfluss der Sputterparameter auf das epitaktische Wachstum von Eisen auf GaAs(001)- und MgO(001)-Substraten unter Berücksichtigung der Oberflächenrauigkeit studiert. Ein daraus abgeleiteter, optimaler Parametersatz führte erstmals zum erfolgreichen Deponieren von epitaktischen Eisen/Silizium/Eisen Dreilagen-Schichtsystemen mit antiferromagnetischer Austauschkopplung auf GaAs(001)-Substraten. Die Stärke der Kopplung beträgt fast 2 mJ/m^2 . Dadurch ist es möglich, diese gekoppelten Systeme in andere Schichtungen zu integrieren, wobei man durch weitere Optionen der Ionenstrahlputteranlage (z.Bsp. unterschiedliche Oxidationsmöglichkeiten, Nitrierung) sehr flexibel ist.

Gesputterte Partikel besitzen hohe kinetische Energien, die sich nach Auftreffen auf dem Substrat in einer hohen Oberflächenmobilität äußert. Auf oxidierten Substraten führt diese Oberflächenbeweglichkeit der Atome zu epitaktischem Wachstum, da im Oxid befindliche Löcher von mobilen Atomen erreicht werden. Im Fall von Schichtsystemen macht sich die hohe kinetische Energie beim Auftreffen auf den bereits deponierten Film in Form von Durchmischung negativ bemerkbar. Um eine scharf definierte Grenzfläche zu erhalten muss also ein optimaler Weg zwischen geringer kinetischer Energie, verbunden mit hoher Oberflächenmobilität gefunden werden. Der Sputtergasdruck stellt hierfür einen idealen Parameter dar, weil eine Erhöhung des Gasdrucks, aufgrund einer verringerten mittleren freien Weglänge, zu einer Reduktion der kinetischen Energie führt. Das Verringern der Grenzflächendurchmischung durch eine höhere Depositionsrate ist, wie gezeigt, ein weiterer Ansatz. Dabei werden die (Inter-) Diffusionsprozesse an der Oberfläche bereits deponierter Atome durch nachfolgend ankommende Partikel gestört. Allerdings ist dadurch auch eine Qualitätsverschlechterung der Grenzfläche in Form von Löchern (Pinholes) denkbar.

Ein Ziel weiterer Untersuchungen wird es sein, das epitaktische Wachstum auf dem

oxidierten-Oxid zu verstehen. In der Spintronik sind Metall/Halbleiter Übergänge im Rahmen der Spininjektion interessant [84]. Strom-Spannungsmessungen an epitaktischen GaAs/Oxid/Eisen-Systemen könnten in diesem Zusammenhang spannende Resultate liefern.

Anhang A

Verunreinigungen

Eine erste Charakterisierung der verwendeten Ionenstrahlsputteranlage zeigte, dass es mehrere Quellen für eine Verunreinigung von Schichten gibt [28]. Um diese Verunreinigungen genauer zu charakterisieren wurde im Lauf dieser Arbeit eine Analysechamber an die Sputteranlage implementiert, um mittels XPS- und Auger-Spektroskopie Verunreinigungsquellen leichter aufzuspüren. Weiterhin waren die XPS-Messungen eine sehr hilfreiche Unterstützung bei der Interpretation der Daten (z. B. preferentielles Sputtern von GaAs, Kapitel 4.1, Seite 43; Diffusion von GaAs in Fe, Kapitel 4.2.3, Seite 57). Im folgenden Teil sind die wesentlichen Verunreinigungsquellen aufgeführt.

A.1 Sputtergas

Es ist bekannt, dass das Sputtergas zu einem gewissen Maß in die wachsende Schicht eingebaut wird [25]. Dabei sollte das Maß der Verunreinigung vom Gasdruck abhängen. XPS-Messungen an Siliziumschichten zeigen jedoch, dass der Sputtergasdruck keinen Einfluss auf den Argongehalt hat. Vermutlich wird das Argon durch die hochenergetischen Ionen, die auf das Substrat reflektiert werden, in die Schicht eingebaut.

Eine Verunreinigung durch im Sputtergas enthaltene Restgase kann weitgehend ausgeschlossen werden. Das verwendete Argon Sputtergas besitzt einen Reinheitsgrad von 10^{-6} . Bei einem Sputtergasdruck von 10^{-3} mbar liegt die Verschmutzung durch Restgase bei 10^{-9} mbar und ist damit vergleichbar mit dem Basisdruck. Nach einer Abschätzung nach LANGMUIR [85] dauert es bei diesem Restgasdruck und einem Haftkoeffizienten von 1¹ etwa eine Stunde, bis eine Monolage Fremdatome auf dem Substrat deponiert ist. Mit einer Rate von $0,3 \text{ \AA/s}$ ist die Deposition von 100 \AA nach etwa 6 Minuten abgeschlossen. Eine XPS-Messung hingegen dauert etwa eine Stunde, d.h. dass es während der Messung bereits zur (leichten) Verschmutzung der Oberfläche kommt.

¹Haftkoeffizient 1 bedeutet, dass jedes auf die Oberfläche treffende Partikel haften bleibt.

Bei allen hergestellten Eisen- und Siliziumschichten lässt sich Sauerstoff im Sub-Prozentbereich nachweisen. Der Sauerstoff gelangt durch Ausgasen des Graphitheizers und der Ionenquelle in die wachsende Schicht. Ein Hinweis darauf ist, dass nach Schichtherstellung der Kammerdruck im Bereich 10^{-8} mbar liegt und erst nach etwa einer Stunde wieder unterhalb 10^{-9} mbar fällt. Bei 10^{-8} mbar dauert es etwa 5 Minuten, bis eine Monolage Fremdatome die Substratoberfläche belegt [85].

A.2 „Sputtergeschichte“

Während dieser Arbeit wurde deutlich, dass eine zusätzliche Verunreinigung der gesputterten Proben von der „Sputtergeschichte“ abhängt. So wird in XPS Messungen immer ein Anteil der zuvor gesputterten Materialien gefunden, der unter Umständen im Prozentbereich liegt. Bevor ein Material auf dem Substrat deponiert wird, erfolgt ein etwa einminütiges Targetvorsputtern, d.h. bei geschlossener Substratblende schießt der Ionenstrahl auf das Target. Dadurch werden Verunreinigungen von der Targetoberfläche entfernt, ohne Beschichtung des Substrates². Beim anschließenden Beschichtungsprozess wird dadurch reines Targetmaterial auf den Proben deponiert. Trotz dieser Targetreinigung ist eine Verunreinigung durch das zuvor gesputterte Material zu finden. Wird z.B. nach längerer Benutzung des Eisentargets eine Siliziumschicht auf einen Siliziumwafer ohne vorherige Substratreinigung deponiert, lässt sich eine Eisenverunreinigung von 4% nachweisen. Aus den Untersuchungen mit verschiedenen Targets und Substrathaltern kann geschlossen werden, dass die Quelle der Kontamination die Ionenkanone selbst ist. Durch sogenanntes „Rücksputtern“ wird das Beschleunigungsgitter der Ionenkanone mit Material belegt, das jedoch auch wieder abgetragen wird und so auf das Target und die wachsende Schicht gelangt. Langes Vorsputtern (30 min) des Targets hilft die Verschmutzung durch das zuvor benutzte Targetmaterial in den Sub-Prozentbereich zu reduzieren, einerseits durch den Abtrag des zuvor gesputterten Materials, andererseits durch Belegung des Beschleunigungsgitters mit dem benutzten Material. Allerdings bedeutet eine lange Target-Vorsputterzeit auch, dass während dieser Zeit die frische Substratoberfläche den Verschmutzungen durch das Ausgasen der Quelle ausgesetzt ist (siehe oben).

A.3 Kohlenstoff

Bei nicht optimalen Sputterparametern können eindeutig Verunreinigungen der Schichten mit Kohlenstoff festgestellt werden. Ausschlaggebend ist hierbei die Größe des Beschleunigungsstroms I_{acc} . Sobald ein messbarer Strom (≥ 1 mA) fließt, treffen Argon-

²Im Laufe dieser Arbeit wurde eine neue Substratblende eingebaut, da sich die firmenseitig installierte aus mehreren Gründen als unbrauchbar erwies.

ionen auf das Graphitgitter und zerstäuben dieses. Aus der Intensität des $C1s$ -Peaks, gemessen an einer Siliziumschicht die bei $I_{acc} = 1$ mA hergestellt wurde, ergibt sich eine Kohlenstoffverunreinigung von etwa 5%.

Bei Wartungsarbeiten wurde festgestellt, dass durch die Konstruktion des Substrathalters (siehe Abbildung 2.8, Seite 21) ebenfalls Kohlenstoff in die Schichten gelangt. Ein Graphitring am Substrathalter dient einerseits als Gleitring, damit das Substrat während der Beschichtung rotieren kann. Andererseits dichtet er den hinteren Bereich des Substrates ab, damit das zum Heizen nötige Heliumgas im Spalt zwischen Metallplatte und Substratrückseite einen Druck aufbauen kann. Durch die mechanische Beanspruchung während der Substratrotation kommt es zum Abrieb des Kohlenstoffs, der dann als feiner Staub auf das Target fällt. Von dort wird er zusammen mit dem Targetmaterial gesputtert und auf dem Substrat deponiert.

Diese Fehlkonstruktion und ihre Auswirkung wurde erst gegen Ende der Arbeit entdeckt. Wie stark die dadurch verursachte Verunreinigung mit Kohlenstoff ist, kann nicht nachvollzogen werden, da bei XPS-Messungen nur ausgewählte Energiebereiche analysiert (Fe, Si, Ag, O) wurden, die nicht den Bereich des Kohlenstoffpeaks beinhalten. Das epitaktische Wachstum scheint durch diese Verunreinigung nicht beeinflusst zu sein. Inwieweit die Kohlenstoff Kontamination die antiferromagnetische Austauschkopplung reduziert, ist nicht bestimmt. Hierzu sind neue Experimente nach Änderung des Probenhalters nötig.

Danke!

An dieser Stelle ein herzliches Danke an alle, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben! Ein besonderer Dank gilt:

Herrn Professor Dr. Peter Grünberg, für die unkomplizierte Aufnahme in seine Arbeitsgruppe und seinem regen Interesse am Fortschritt der Arbeit;

Herrn Prof. Dr. Gert Eilenberger, für die Übernahme des Vorsitzes der Prüfungskommission;

Herrn Prof. Dr. Liu Hao Tjeng, für die Übernahme des Zweitgutachtens;

Herrn Dr. Daniel Bürgler, für die hervorragende Betreuung, die Durchsicht dieser Arbeit, sowie für seine Fähigkeit auch komplizierte Sachverhalte verständlich zu erklären;

Herrn Dr. Matthias Buchmeier, für seine hilfreiche Unterstützung bei den FMR-Messungen und den lehrreichen Diskussionen, sowie für sein ausgeklügeltes Simulationsprogramm MOKESIM-0.71 und Durchsicht dieser Arbeit;

Frau Alexandra Schindler, die mich gegen Ende meiner Arbeit durch Umsetzung vieler Probenwünsche sehr entlastet hat;

Herrn Franz-Josef Köhne, für seine UHV-Hände und dem Bewahren der guten Laune, egal wie häufig wir die Ausheizverkleidung aufbauen mussten;

Herrn Dr. Amitesh Paul, für die Diskussionen über Spinvalves und Multilagen, und den daraus entstandenen Publikationen;

der gesamten Arbeitsgruppe „Grünberg“, für die allzeit ausgezeichnete Atmosphäre am Arbeitsplatz: Dr. Rashid Gareev, Lars Pohlmann, Heiko Braak, Henning Dassow, Reinert Schreiber, sowie den ehemaligen Mitarbeitern Dr. Michael Breidbach und Dr. Jörg Wingbermhühle;

Herrn Dr. Ulrich Rücker, für die Einführung in die Röntgenreflektometrie und die Interpretation der Daten;

Herrn Heinz Pfeiffer aus der Elektronikwerkstatt, der mit seiner Fähigkeit 20 Jahre alte VG-Schaltpläne zu lesen und damit defekte Geräte wieder zum Leben zu erwecken, die XPS-Messungen ermöglicht hat;

dem Leiter der mechanischen Werkstatt, Herrn Hirtz, und seinen Mitarbeitern, für die Umsetzung vieler Bastelwünsche,

dem „Lecksucher-Team“ Jens Schnitzler und Josef Lingenbach, sowie dem „Herr der Schweißnähte“ Karlheinz Johnen, denen jetzt, nachdem meine Arbeit beendet ist, bestimmt ein Stein vom Herzen fällt;

Herrn Dr. P. Ehrhart, für die Röntgendiffraktometriemessungen, die den ersten Beweis für epitaktisches Wachstum meiner Eisenschichten lieferten;

Herrn Klaus Harms aus der Arbeitsgruppe von Herrn Prof. Pelzl an der Universität Bochum, für die ersten winkelabhängigen FMR-Messungen meiner Eisenschichten;

meiner Freundin Thordis, sowie meiner Familie und Freunden, die mich während der drei Jahre und besonders während der stressigen Endphase unterstützt haben;

Herrn Dr. Bernd Rau von der Firma ROTH&RAU, für die Erweiterung meines Erfahrungshorizontes in Sachen „*Dinge versprechen und einhalten*“.

Literaturverzeichnis

- [1] R.R. GAREEV, D.E. BÜRGLER, M. BUCHMEIER, R. SCHREIBER, P. GRÜNBERG: *Very strong interlayer exchange coupling in epitaxial Fe/Fe_{1-x}Si_x/Fe trilayers (x=0.4-1.0)*. J. Magn. Magn. Mater. **240** 235, 2002
- [2] S. DATTA, B. DAS: *Electronic along of the electro-optic modulator*. Appl. Phys. Lett. **56** (7), 1990
- [3] N.D. TELLING, C.A. FAUNCE, M.J. BONDER, P.J. GRUNDY, D.G. LORD, J.A. VAN DEN BERG, S. LANGRIDGE: *Interdiffusion in direct ion beam deposited isotopic Fe/Si trilayers*. J. Appl. Phys. **89** (11) 7074, 2001
- [4] J.R. WALDROP, R.W. GRANT: *Interface chemistry of metal-GaAs Schottky-barrier contacts*. Appl. Phys. Lett. **34** 630, 1979
- [5] S. D. BERNSTEIN, T. Y. WONG, R. W. TUSTISON: *Magnetron sputtering of Fe onto GaAs substrates: Energetic bombardment effects*. J. Appl. Phys. **72**(9) 4358, 1992
- [6] S. KREUZER, K. PRÜGL, G. BAYREUTHER, D. WEISS *Epitaxial growth and patterning of sputtered Fe-Films on GaAs(001)*. Thin Solid Films **318** 219, 1998
- [7] A. CHAIKEN, R.P. MICHEL, C.T. WANG: *Magnetic properties of epitaxial and polycrystalline Fe/Si multilayers*. J. Appl. Phys **79** (8) 4772, 1996
- [8] J. KOHLHEPP, F.J.A. DEN BROEDER, M. VALKIER, A. VAN DER GRAAF: *Apparent strong biquadratic contributions to the interlayer exchange coupling in FeSi/multilayers*. J. Magn. Magn. Mater. **165** 431, 1997
- [9] Y. ENDO, O. KITAKAMI, Y. SHIMADA: *Interlayer coupling in Fe/Fe_{1-x}Si_x superlattices*. Phys. Rev. B **59** (6) 4279, 1999
- [10] Y. ENDO, O. KITAKAMI, Y. SHIMADA: *Temperature Dependence of Interlayer Coupling in Fe/Si Superlattices*. IEEE Trans. Magn. **34** (4) 906, 1998
- [11] Y. SAITO, K. INOMATA, K. YUSU: *Transition from Antiferromagnetic Coupling to Biquadratic Coupling in Fe/FeSi Multilayers*. Jpn. J. Appl. Phys **35** L100, 1996

- [12] A. CHAIKEN, R.P. MICHEL, M.A. WALL: *Structure and magnetism of Fe/Si multilayers grown by ion-beam sputtering*. Phys. Rev. B **53** (9) 5518, 1996
- [13] L.N. TONG, M.H. PAN, J. WU, J. DU, M. LU, D. FENG, H.R. ZHAI, H. XIA: *Magnetic and transport properties of sputtered Fe/Si multilayers*. Eur. Phys. J. B **5** 61, 1998
- [14] A. PAUL, T. DAMM, D.E. BÜRGLER, S. STEIN, H. KOHLSTEDT, P. GRÜNBERG: *Correlation of magnetotransport and structure in sputtered Co/Cu multilayers*. J. Phys. Condensed Matter **15** 2471, 2003
- [15] K. INOMATA, K. YUSU, Y. SAITO: *Magnetoresistance Associated with Antiferromagnetic Interlayer Coupling Spaced by a Semiconductor in Fe/Si Multilayers*. Phys. Rev. B **74** (10) 1863, 1995
- [16] A. CHAIKEN, R.P. MICHEL: *Magnetic properties of epitaxial and polycrystalline Fe/Si multilayers*. J. Appl. Phys. **79** (8) 4772, 1996
- [17] M.A. HERMAN, H. SITTER: *Molecular Beam Epitaxy*. Springer Series in Material Science, 2. Edition 1996
- [18] P. ERHART: *Präparation dünner Schichten: Molekularstrahl-Epitaxie in 30. Ferienkurs des Instituts für Festkörperforschung 1999: Magnetische Schichtsysteme*.
- [19] R.V. STUART, G.K. WEHNER. J. Appl. Phys. **33** 2345, 1962
- [20] G.M. MCCracken: *The behaviour of surfaces under ion bombardment*. Rep. Prog. Phys. **38** 241, 1975
- [21] G. KIENEL:(Herausgeber) *Vakuumbeschichtung 4- Anwendungen Teil 1*, VDI-Verlag GmbH Düsseldorf, 1995
- [22] G.K. WEHNER, G.S. ANDERSON: *The Nature of Physical Sputtering*, in *Handbook of Thin Film Technology*, Editors: L.I. MAISSEL, R. GLANG, Mc Graw-Hill Book Company, New York 1970
- [23] R. BEHRISCH: (Herausgeber) *Topics in Applied Physics: Sputtering by Particle Bombardment I*. Springer-Verlag Berlin, Heidelberg, New York, 1981
- [24] B. WINDOW: *Removing the energetic neutral problem in sputtering*. J. Vac. Sci. Technol. A **11** (4) 1522, 1993
- [25] G. KIENEL, K.RÖLL (Herausgeber): *Vakuum-Beschichtung 2* VDI-Verlag GmbH Düsseldorf, 1970
- [26] H.R. KAUFMANN, J.M.E. HARPER, J.J. COUMO: *Developments in broad-beam, ion source technology and applications*. J. Vac. Sci. Technol. **21** (3) 764, 1982

- [27] T. ITOH: *Ion-Beam Sputtering*. in *Handbook Of Thin Film Process Technology*. IOP Publishing Ltd. London 1998
- [28] J. WINGBERMÜHLE, *Transportphänomene in magnetischen Tunnelkontakten unter besonderer Berücksichtigung der Ionenstrahl-sputterdeposition*, Dissertation an der Universität zu Köln, 2002
- [29] J.G.C. LABANDA, S.A. BARNETT, L. HULTMAN: *Sputter cleaning and smoothing of GaAs(001) using glancing-angle ion bombardment*. Appl. Phys. Lett. **66** (23) 3114, 1995
- [30] K. MEYER, I.K. SCHULLER, C.M FALCO: *Thermalization of sputtered atoms*. J. Appl. Phys. **92** (9) 5803, 1981
- [31] M. NESTLER, Mitarbeiter der Herstellerfirma Roth&Rau, private Mitteilung
- [32] M. HENZLER, W. GÖPEL: *Oberflächenphysik des Festkörpers*. B.G. Teubner Stuttgart 1994
- [33] T. BRÜCKEL: *Streuethoden zur Untersuchung von Dünnschichtsystemen*. in *30. Ferienkurs des Institus für Festkörperforschung 1999: Magnetische Schichtsysteme*.
- [34] R. WASER (Herausgeber): *Nanoelectronics and Information Technology*. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KgaA, Weinheim, 2003
- [35] I. D. KAENDLER: *Charakterisierung von Eisen/Chrom- und MBA-Kobaltdisilizid-Schichtsystemen mittels Röntgenstreuung*. Diplomarbeit an der Mat.-Nat. Fak. der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel, 1998
- [36] F.J. GIESSIBL: *Atomic resolution of the silicon (111)-(7×7) surface by atomic force microscopy*. Science **267** 68, 1995
- [37] S. HÜFNER: *Photoelectron Spectroscopy*. Berlin, Heidelberg, Springer-Verlag 1995
- [38] C.D. WAGNER, W.M. RIGGS, L.E. DAVIS, J.F. MOULDER, G.E MUILENBERG: *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy* Perkin-Elmer Corporation, Physical Electronics Division, Eden Prairie, Minnesota (1979)
- [39] C.D. WAGNER, L.E. DAVIS, M.V. ZELLER J.A. TAYLOR, R.H. RAYMOND, L.H. GALE: *Empirical Atomic Sensitivity Factors for Quantitative Analysis by Electron Spectroscopy for Chemical Analysis*. Surf. Interf. Anal. **3** 211, 1981
- [40] J.H. SCOFIELD: *Hartree-Slater Subshell Photoionization Cross-Sections at 1254 and 1487 eV*, J. of Electron Spectroscopy and Related Phenomena, **8** 129, 1976
- [41] S.V. VONSOVSKII: *Ferromagnetic Resonance*. Pergamon Press Ltd. Oxford 1966

- [42] B. HEINRICH, J.F. COCHRAN: *Ultrathin metallic magnetic films: magnetic anisotropies and exchange interactions*. Adv. Phys. **42** (5) 523, 1993
- [43] M. FARLE: *Ferromagnetic resonance in ultrathin metallic layers*. Rep. Prog. Phys **61** 755, 1998
- [44] R. MECKENSTOCK: *Untersuchung der magnetischen Eigenschaften von Fe/Ag-Schichtsystemen mit der konventionellen und der orts aufgelösten ferromagnetischen Resonanz*, Dissertation an der Ruhr-Universität Bochum, 1997
- [45] R. VOLLMER: *Lineare und nichtlineare Magnetooptik an ultradünnen ferromagnetischen Schichten und Vielschichten*. in *30. Ferienkurs des Instituts für Festkörperforschung 1999: Magnetische Schichtsysteme*.
- [46] G. TRAEGER, L. WENZEL, A. HUBERT *Computer experiments on the role of information depth and the figure of merit in magneto-optics* Phys. stat. sol. (a) **131** 201, 1992
- [47] H. NIEDRIG (Herausgeber): *Optik* 9. Auflage, Bermann-Schaefer: Lehrbuch der Experimentalphysik, Walter de Gruyter, Berlin, NY, 1993
- [48] MOKESIM-0.71, Computerprogramm von M. BUCHMEIER, entwickelt am Forschungszentrum Jülich
- [49] J.C. SLONCZEWSKI: *Fluctuation mechanism for biquadratic exchange coupling in magnetic multilayers*. Phys. Rev. Lett. **67** 3172, 1993
- [50] P. BRUNO: *Theory of interlayer magnetic coupling*. Phys. Rev. B **52** 411, 1995
- [51] P. GRÜNBERG, R. SCHREIBER, Y. PANG, M. BROSKY, H. SOWERS: *Layered Magnetic Structures: Evidence for Antiferromagnetic Coupling of Fe Layers across Cr Interlayers*. Phys. Rev. Lett. **57** 2442, 1986
- [52] S. TOSCANO, B. BRINER, H. HOPSTER, M. LANDOLT: *Exchange-coupling between ferromagnets through a non-metallic amorphous spacer-layer*. J. Magn. Magn. Mater. **114** L1, 1992
- [53] E.E. FULLERTON, J.E. MATTSON, S.R. LEEL, C.H. SOWERS, Y.Y. HUANG, G. FELCHER, S.D. BADER: J. Magn. Magn. Mater. **117** L301, 1996
- [54] R.R. GAREEV, D.E. BÜRGLER, M. BUCHMEIER, D. OLLIGS, R. SCHREIBER, P. GRÜNBERG: *Metallic-Type Oscillatory Interlayer Exchange Coupling across an Epitaxial FeSi Spacer*. Phys. Rev. Lett. **87** (15) 157202-1, 2001
- [55] R. GROSS, A. MARX: *Grundlagen der Magneto Elektronik*, Vorlesungsscript, Wintersemester 2000/01, <http://www.wmi.badw.de/E23/lehre/skript/>
- [56] E. FAWCETT: Adv. Phys. **139** 1964

- [57] W. DÖRING: *Die Abhängigkeit des Widerstandes von Nickelkristallen von der Richtung der spontanen Magnetisierung*. Annalen der Physik **5** (32) 259, 1938
- [58] E.D. DAHLBERG, K. RIGGS, G.A. PRINZ: *Magnetotransport: An ideal probe of anisotropy energies in epitaxial films*. J. Appl. Phys. **63** (8) 4270, 1988
- [59] R.P. VAN GORKOM, J. CARO, T.M. KLAPWIJK, S. RADELAAR: *Temperature and angular dependence of the anisotropic magnetoresistance in epitaxial Fe films*. Phys. Rev. B **63** 134432-1, 2001
- [60] I. MERTIG: *Theorie des Magnetowiderstandes*. in *30. Ferienkurs des Instituts für Festkörperforschung 1999: Magnetische Schichtsysteme*.
- [61] Y. SAITO, K. INOMATA: *Biquadratic Coupling Contributions to the Magnetoresistive Curves in Fe/FeSi/Fe with Semiconductor like FeSi and Metallic bcc FeSi Spacers*. J. Phys. Soc. Jap. **67** (4) 1138, 1998
- [62] M. ZÖLFL, M. BROCKMANN, M. KÖHLER, S. KREUZER, T. SCHWEINBÖCK, S. MIETHANER, F. BENSCH, G. BAYREUTHER: *Magnetic films epitaxially grown on semiconductors* J. Magn. Magn. Mater. **175** 16, 1997
- [63] M. BROCKMANN, M. ZÖLFL, S. MIETHANER, G. BAYREUTHER: *In-plane volume and interface magnetic anisotropies in epitaxial Fe films on GaAs(001)*. J. Magn. Magn. Mater. **189-199** 384, 1999
- [64] R. MOOSBÜHLER, F. BENSCH, M. DUMM, G. BAYREUTHER: *Epitaxial Fe films on GaAs(001): Does the substrate surface reconstruction affect the uniaxial magnetic anisotropy?* J. Appl. Phys. **91** (10) 8757, 2002
- [65] R. PULWEY, M. ZÖLFL, G. BAYREUTHER, D. WEISS *Transition of magnetocrystalline anisotropy and domain structure in epitaxial Fe(001)nanomagnets* J. Appl. Phys **93** (10) 7432, 2003
- [66] W. KIPFERL, M. DUMM, M. RAHM, G. BAYREUTHER: *Thermal spin excitations in epitaxial Fe nanostructures on GaAs(001)* J. Appl. Phys. **93** (10) 7601, 2003
- [67] E.M. KNEEDLER, B.T. JONKER, P.M. THIBADO, R.J. WAGNER, B.V. SHANABROOK, L.J. WHITMAN: *Influence of substrate reconstruction on the growth and magnetic properties of GaAs(001)* Phys. Rev. B **56** (13) 8163, 1997
- [68] J.B. MALHERBE, W.O. BARNARD I. LE R. STRYDOM, C.W LOUW: *Preferential Sputtering of GaAs*. Surf. Interf. Analysis **18** 491, 1992
- [69] X.S.WANG, R.J.PECHMAN, J.H. WEAVER: *Ion sputtering of GaAs(110): from individual bombardment events to multilayer removal*. J. Vac. Sci Technol. B. **13** (5) 2031, 1995
- [70] C. KITTEL: *Einführung in die Festkörperphysik*. 12. Auflage, R. Oldenbourg Verlag München Wien 1999

- [71] R. KOCH: *Magnetoelastische Kopplung in epitaktischen Dünnschichten.* in *30. Ferienkurs des Instituts für Festkörperforschung 1999: Magnetische Schichtsysteme.*
- [72] J.A. STROSCIO, D.T. PIERCE, R.A. DRAGOSSET: *Homoepitaxial Growth of Iron and a Real Space View of Reflection-High-Energy-Electron Diffraction.* Phys. Rev. Lett. **70** (23) 3615, 1993
- [73] J.A. STROSCIO, D.T. PIERCE: *Scaling of diffusion-mediated island growth in iron-on-iron homoepitaxy.* Phys. Rev. B **49** (12) 8522, 1994
- [74] S. D. BERNSTEIN, T. Y. WONG, R. W. TUSTISON: *Comparison of the temperature dependence of the properties of ion beam and magnetron sputtered Fe films on (100) GaAs.* J. Vac. Sci. Technol. A **17**(2) 571, 1999
- [75] S. D. BERNSTEIN, T. Y. WONG, R. W. TUSTISON: *Effects of substrate temperature and angular position on the properties of ion beam sputter deposited Fe films on (100)GaAs substrates.* J. Vac Sci. Technol. B **12**(2) 605, 1994
- [76] X.W. ZHOU H.N.G. WADLEY: *Mechanisms of inert gas impact induced interlayer mixing in metal multilayers grown by sputter deposition.* J. Appl. Phys. **90**(7) 3359, 2001
- [77] D.E. BÜRGLER, C.M. SCHMIDT, J.A. WOLF, T.M. SCHAUB, H.-J. GÜNTHERODT *Ag films on Fe/GaAs(001): from clean surfaces to atomic Ga structures* Surf. Sci **366** 295, 1996
- [78] J. LOESCH, P. LEINENBACH, U. MEMMERT, U. HARTMANN: *Morphology of Ag(100) thin films on Fe/GaAs(100) substrates: the influence of film thickness and annealing processes studied by scanning tunneling microscopy* Appl. Phys. A **66**(1/2L) 1133, 1998
- [79] M. DOI, B. ROLDAN, W. KEUNE, T. SCHMITTE, A. NEFEDOV, H. ZABEL, D. SPODDIG, R. MECKENSTOCK, J. PELZL: *Magnetic and structural properties of epitaxial Fe films on GaAs(001) and interfaces* J. Magn. Magn. Mater. **240** 407, 2002
- [80] M. BUCHMEIER: *Magnetische Schichtsysteme: Veränderung statischer und magnetischer Eigenschaften durch starke Zwischenschichtaustauschkopplung*, Dissertation an der Universität zu Köln, 2003
- [81] D.E. BÜRGLER, P. GRÜNBERG, S.O. DEMOKRITOV, M.T. JOHNSON: *Inter-layer exchange coupling in layered magnetic structures.* in *Handbook of Magnetic Materials, Vol.13*, Editor: K.H.J. BUSCHOW, Elsevier Science B.V. 2001
- [82] R. KLÄSGES, C. CARBONE, W. EBERHARDT, C. PAMPUCH, O. RADER, T. KACHEL, W. GUDAT *Formation of a ferromagnetic silicide at the Fe/Si(100) interface* Phys. Rev. B **56** (17) 10801, 1997

-
- [83] R. KLÄSGES: *Magnetism and quantum-size effects of thin fcc-films* Berichte des Forschungszentrums Jülich, Zentralbibliothek, 1998
- [84] A.T. HANBICKI, O.M.J. VAN'T ERVE, R. MAGNO, G. KIOSEOGLU, C.H. LI, B.T. JONKER, G. ITSKOS, R. MALLORY, M. YSAR, A. PETROU: *Analysis of the transport process providing spin injection through an Fe/AlGaAs Schottky barrier*. Appl. Phys. Lett. **82** (23) 4092, 2003
- [85] K.L. CHOPRA: *Thin Film Phenomena*, McGraw-Hill, New York 1969

Erklärung

Ich versichere, dass ich die von mir vorgelegte Dissertation selbständig angefertigt, die benutzten Quellen und Hilfsmittel vollständig angegeben und die Stellen der Arbeit – einschließlich Tabellen, Karten und Abbildungen –, die anderen Werken im Wortlaut oder dem Sinn nach entnommen sind, in jedem Einzelfall als Entlehnung kenntlich gemacht habe; dass diese Dissertation noch keiner anderen Fakultät oder Universität zur Prüfung vorgelegen hat; dass sie noch nicht veröffentlicht worden ist, sowie, dass ich eine solche Veröffentlichung vor Abschluss des Promotionsverfahrens nicht vornehmen werde.

Die Bestimmungen dieser Promotionsordnung sind mir bekannt. Die von mir vorgelegte Dissertation ist von Herrn Prof. Dr. P. Grünberg betreut worden. Es fanden keine Teilpublikationen statt.

Jülich, im Januar 2004

Thorsten Damm

Lebenslauf

02.05.1974	geboren in Kassel
1980-1984	Grundschule am Lindenberg, Kassel
1984-1990	Joseph v. Eichendorff Schule, Kassel
1990-1993	Oberstufengymnasium Herderschule, Kassel
Juni 1993	Abitur
Juli 1993 - Sept. 1994	Zivildienst beim ASB Lohfelden
Okt. 1994 - Dez. 1999	Studium der Physik an der Universität Kassel, Spezialisierung während des Hauptstudiums auf Festkörperphysik und Magnetismus
Aug. 1998 - Dez. 1999	Diplomarbeit an der Universität Kassel, Titel: „Magnetische und elektrische Eigenschaften von Spin-Valve-Systemen aus Co, Cu und NiFe“
Dez. 1999	Diplom mit Gesamtnote „sehr gut“ bestanden.
Jan. 2000 - Dez. 2000	wissenschaftl. Mitarbeiter in der Arbeitsgruppe von Prof. Dr. M. Takahashi an der Tohoku University in Sendai, Japan
Feb. 2001 - Jan. 2004	Doktorarbeit an der Universität zu Köln, die Arbeiten wurden im Forschungszentrum Jülich, am Institut für Festkörperforschung durchgeführt.