

Mesoskopische magnetische Struktur und konkurrierende Anisotropien in lateral strukturierten Fe/Cr-Schichtsystemen

von

Markus Schmitz

Diplomarbeit in Physik

vorgelegt der

Fakultät für Mathematik, Informatik und Naturwissenschaften
der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen

im

Juli 2011

angefertigt am

Jülich Centre for Neutron Science JCNS und Peter Grünberg Institut PGI -
Streumethoden
Forschungszentrum Jülich

Prof. Dr. Thomas Brückel

Ich versichere, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt sowie Zitate kenntlich gemacht habe.

Aachen, den 14. Juli 2011

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Theoretische Grundlagen	3
2.1	Magnetische Wechselwirkungen	3
2.1.1	Anisotropiebeiträge	3
2.1.2	Zwischenschichtaustauschkopplung	4
2.2	Streumethoden zur Untersuchung dünner Schichten	8
2.2.1	Streutheorie	8
2.2.2	Reflektometrie	11
3	Experimentelle Methoden und Instrumente	19
3.1	Probenherstellung	19
3.1.1	Molekularstrahlepitaxie	19
3.1.2	Nanoimprint-Lithographie	20
3.1.3	Reaktives Ionenstrahlätzen	21
3.2	Probencharakterisierung	23
3.2.1	Low Energy Electron Diffraction	23
3.2.2	Magneto-optischer Kerr-Effekt	24
3.2.3	SQUID-Magnetometer	25
3.2.4	Rasterkraftmikroskop	26
3.2.5	Rasterelektronenmikroskop	27
3.2.6	Röntgenreflektometer	28
3.2.7	Neutronenreflektometer D17	29
4	Probenherstellung und Prozessoptimierung	31
4.1	Schichtwachstum	31
4.1.1	Substratvorbereitung	32
4.1.2	Kalibration der „tooling“ Faktoren	33
4.1.3	Epitaktisches Wachstum	34
4.1.4	Bestimmung der optimalen Chromschichtdicke	35
4.2	Strukturierung der Proben	37
4.2.1	UV-Nanoimprint	37
4.2.2	Imprint und Resultat	40
4.3	Der Ätzprozess	44
4.3.1	Ratenbestimmung	44

4.3.2	Entwicklung des Ätzprozesses	44
4.3.3	H ₂ -Plasma zur Lackentfernung	51
4.4	Resultate der Strukturierung	52
5	Probencharakterisierung	55
5.1	Überprüfung der AF-Kopplung	55
5.2	Magnetische Eigenschaften der strukturierten Proben	56
5.3	Strukturelle Charakterisierung	57
6	Neutronenstreuung	61
6.1	Probenorientierung	61
6.2	Einfluss der Strukturierung	62
6.2.1	Untersuchung der Referenzprobe	63
6.2.2	Untersuchung der strukturierten Probe	73
6.3	Konkurrierende Einflüsse	80
7	Simulation der diffusen Streuung	97
8	Zusammenfassung und Fazit	101
	Literatur- und Quellenverzeichnis	105
	Anhang	109
A	Röntgenreflektometriemessungen	109
B	Neutronendaten	111
C	Parameter der Datenanpassung	114

Kapitel 1

Einleitung

Laut einer Prognose der International Data Corporation (IDC) steigt die weltweit erzeugte Datenmenge in den kommenden Jahren exponentiell an [1]. Folglich wird der Energieverbrauch ebenfalls erheblich ansteigen. Die Entwicklung von spinbasierten Bauteilen für die Informationstechnologie ist eine Option, da sie das Potential haben schneller und energieeffizienter zu arbeiten als herkömmliche Bauteile. Im Gegensatz zu diesen herkömmlichen Bauteilen, die auf dem Ladungstransport und der Ladungsspeicherung beruhen, nutzen Spintronikbauelemente den Spinfreiheitsgrad des Elektrons zur Speicherung und dem Transport von Informationen, z.B. „up“=“0“ und „down“=“1“. In den meisten Festplatten finden solche spinbasierte Bauteile bereits Anwendung. Die Leseköpfe dieser Festplatten machen sich zum Beispiel den Riesenmagnetowiderstand (GMR) zu Nutze, um sehr kleine magnetische Domänen auszulesen. So konnte die Kapazität der Festplatten deutlich gesteigert werden. Für die Entdeckung des GMR erhielten Peter Grünberg und Albert Fert den Nobelpreis für Physik 2007 [2, 3]. Die Strukturierung von Festplatten ist eine immer noch diskutierte Möglichkeit um jenseits des paramagnetischen Limits zu arbeiten und die Datenmenge pro Fläche zu erhöhen [4]. Bei diesen sollen die Bits jeweils in einer magnetischen Zelle gespeichert werden, im Gegensatz zu herkömmlichen Festplatten bei denen ein Bit auf vielen magnetischen Körnern gespeichert wird. Daher ist ein gutes Verständnis der magnetischen Eigenschaften in strukturierten Systemen auf der Nanometerskala von großem Interesse.

Neben dem technischen Interesse für die Informationstechnologie ist diese Arbeit besonders für die Physik sehr interessant. Die diffuse Streuung ist noch immer nicht vollständig verstanden und ein Berechnungsmodell dieser erweist sich als schwierig. Diese Arbeit wird, mit den gemessenen Daten, zur Überprüfung der Richtigkeit und der Weiterentwicklung einer Software zur Simulation der diffusen Streuung beitragen.

In dieser Diplomarbeit wird der Einfluss einer lateralen Strukturierung auf die magnetischen Eigenschaften eines Eisen/Chrom (Fe/Cr)-Schichtsystems untersucht. Das strukturierte System ist schematisch in Abb. 1.1 zu sehen. Die Eisenschichten sind auf Grund der Chromzwischenschicht antiferromagnetisch gekoppelt. Dieses System wurde vielfach untersucht und ist gut verstanden [5, 6, 7]. Daher eignet es sich sehr gut dazu den Einfluss einer Strukturierung und damit einer Miniaturisierung zu untersuchen. Es wurden epitak-

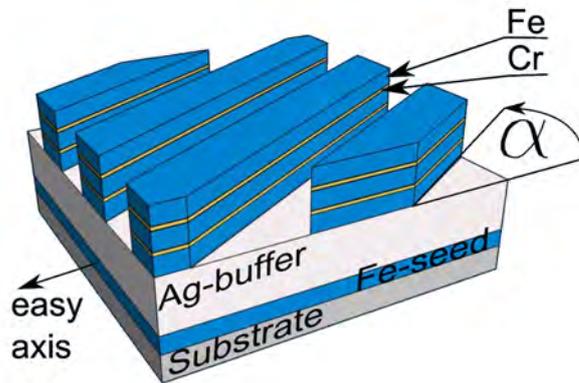


Abbildung 1.1: Schematische Darstellung des untersuchten Fe/Cr-Systems.

tisch gewachsene Fe/Cr-Schichtsysteme hergestellt und mittels Nanoimprint-Lithographie und Ionenstrahlätzen strukturiert. Ein großer Teil dieser Diplomarbeit beschäftigte sich mit der Optimierung des Herstellungsprozesses und im Besonderen mit der Entwicklung des Ätzprozesses zur Übertragung der Strukturen des Imprintlacks in das darunterliegende Schichtsystem. Um das System nicht zu kompliziert zu gestalten, wurden im ersten Schritt alle Eisenschichten vollständig durchgeätzt und die Streifen parallel zur Kristallanisotropie orientiert. Die makroskopischen magnetischen Eigenschaften der Proben wurden durch Messungen des magneto-optischen Kerr-Effektes und Magnetisierungskurven durch ein SQUID-Magnetometer charakterisiert. Zur Bestimmung der mesoskopischen magnetischen Eigenschaften der Probe dienten Neutronenstreuexperimente als Hauptuntersuchungsmethode. Von besonderem Interesse ist dabei die diffuse Streuung durch laterale Korrelationen und durch die periodischen Strukturen der Probe. Durch den Vergleich zu einer unstrukturierten Referenzprobe konnte der Einfluss der Strukturierung auf die magnetischen Eigenschaften untersucht werden.

Um ein vollständiges Verständnis des Einflusses der Strukturierung zu erhalten, wurden in einem zweiten Schritt die konkurrierenden Einflüsse von Kristall- und Formanisotropie untersucht. Dazu wurden Proben mit verschiedenen Orientierungen der Strukturen in Bezug auf die Kristallanisotropie der Eisenschichten hergestellt. Es wurden Proben mit Strukturen hergestellt, die um 45° bzw. 30° in Bezug auf die Kristallanisotropie verdreht ist. Der Einfluss der konkurrierenden Anisotropien konnte durch den Vergleich von Neutronenmessungen der verschieden orientierten Proben untersucht werden.

Kapitel 2

Theoretische Grundlagen

2.1 Magnetische Wechselwirkungen

Der Schwerpunkt dieser Diplomarbeit liegt im Bereich Magnetismus und dessen Untersuchung mittels Neutronenstreuung. Untersucht werden hier ferromagnetische Eisenschichten, die durch eine Zwischenschicht antiferromagnetisch gekoppelt sind. Die Eisenschichten haben eine vierfache Kristallanisotropie, zu der eine Formanisotropie auf Grund der Strukturierung hinzukommt. Die daraus resultierende Energie in dem System setzt sich somit aus folgenden Termen zusammen:

$$E = E_{Anisotropien} + E_{Zeemann} + E_{Kopplung} + E_{Austausch}. \quad (2.1)$$

Die Austauschwechselwirkung sorgt für den Ferromagnetismus der Eisenschichten und wird hier nicht genauer behandelt. Da die Zeemann-, Kopplungs- und Anisotropie des Systemes in dieser Arbeit direkt beeinflusst werden, wird im Folgenden kurz darauf eingegangen. Um ein Verständnis für die Kopplung der Eisenschichten durch die Chromzwischenschicht zu erhalten, wird die Zwischenschichtaustauschkopplung im nächsten Abschnitt besprochen. Außerdem werden die Anisotropiebeiträge sowie die Zeemannenergie kurz erläutert.

2.1.1 Anisotropiebeiträge

Unter der magnetischen Anisotropie versteht man die Vorzugsrichtung oder Vorzugsebene der Magnetisierung in einem Kristall. Man spricht bei diesen Vorzugsrichtungen von magnetisch leichten Richtungen im Gegensatz zu den magnetisch schweren Richtungen. Die Anisotropieenergie beschreibt dabei die Energie, die benötigt wird um die Magnetisierung von einer magnetisch leichten in eine magnetisch schwere Richtung zu drehen. Bei Übergangsmetallen beträgt diese Energie größenordnungsmäßig 10^{-3} meV/Atom. Die Form-, Kristall- und Oberflächenanisotropie sind die dominierenden Anisotropien in dünnen Schichten. Eine ausführliche theoretische Beschreibung der verschiedenen Anisotropiebeiträge findet der Leser bei S. Blügel in [8]. Die verschiedenen Anisotropiebeiträge, die für diese Arbeit wichtig sind, werden hier phänomenologisch beschrieben und ihre

Ursache kurz erläutert.

Kristallanisotropie: Die Kristallanisotropie wird auch magnetokristalline Anisotropie genannt und spiegelt die Symmetrien des Kristallgitters wider. Durch die Spin-Bahn-Kopplung koppeln die Spins an das Kristallgitter und richten sich auf Grund der Orientierung der Elektronenorbitale in bevorzugte Richtungen aus. In bcc-Fe sind die [100]-Richtungen magnetisch leichte Richtungen, im Gegensatz zu den magnetisch schweren [110]- und [111]-Richtungen.

Formanisotropie: Die Formanisotropie wird auch Entmagnetisierungsanisotropie genannt und beschreibt den Einfluss des Streufeldes der Probe auf die bevorzugte Magnetisierungsrichtung. Die Ursache für diesen Einfluss ist die langreichweitige Dipol-Dipol-Wechselwirkung. Das magnetische Dipolfeld aller magnetischen Momente nennt man Streufeld. Betrachtet man nur die Formanisotropie, richten sich die magnetischen Momente in einem Kristall bevorzugt so aus, dass das Streufeld minimal ist, da so auch die Energie des Systems minimal ist. In dünnen Schichten wird die Magnetisierungsrichtung in der Schichtebene bevorzugt, da das Streufeld bei dieser Ausrichtung minimal ist. Auf Grund der starken Richtungsabhängigkeit des Dipolfeldes ist diese Wechselwirkung abhängig von der Form und der Verteilung der magnetischen Momente in dem Kristall.

Oberflächenanisotropie: Die Oberflächen- bzw. Grenzflächenanisotropie ist in Bulkmaterialien zu vernachlässigen. In dünnen Schichten gewinnen Oberflächeneffekte jedoch an Einfluss. Die Oberflächenanisotropie ist auf eine Reduktion der Symmetrie und eine Änderung der lokalen Bindungsverhältnisse an der Grenzfläche, im Gegensatz zum Volumen, zurückzuführen. In sehr dünnen Schichten kann sie zu einer bevorzugten Magnetisierung senkrecht zur Schichtebene führen.

Die verschiedenen Anisotropiebeiträge sind überlagert, sodass die Gesamtanisotropie eine Summe der einzelnen Anisotropien ist. Auf Grund der lateralen Strukturierung, die in dieser Arbeit behandelt wird, wird die Dipol-Dipol-Wechselwirkung der einzelnen Streifen zueinander ebenfalls einen großen Einfluss haben.

2.1.2 Zwischenschichtaustauschkopplung

Seit der Möglichkeit der Herstellung dünner Schichten ist die Zwischenschichtaustauschkopplung von großem Interesse. Die phänomenologische Beschreibung der Zwischenschichtaustauschkopplung erfolgt nach P. Grünberg [9]. Die Austauschkopplung ist abhängig vom Material der Zwischenschicht. Beschränkt man sich auf magnetische Übergangsmetalle und deren Legierungen, hängt die Kopplung davon ab, ob das Material dia-, paramagnetisch oder ferro- bzw. antiferromagnetisch geordnet ist (Abb. 2.1). Ist das Material nicht magnetisch geordnet, so ist die Austauschkopplung über eine indirekte Austauschwechselwirkung beschreibbar. Ist das Material magnetisch geordnet, so lässt sich die Kopplung über die direkte magnetische Austauschwechselwirkung beschreiben. Falls die Zwischenschicht metallisch ist, hat die indirekte Austauschwechselwirkung über die Metallelektronen zusätzlich einen Beitrag zur Austauschkopplung. Dabei unterscheidet man zwischen

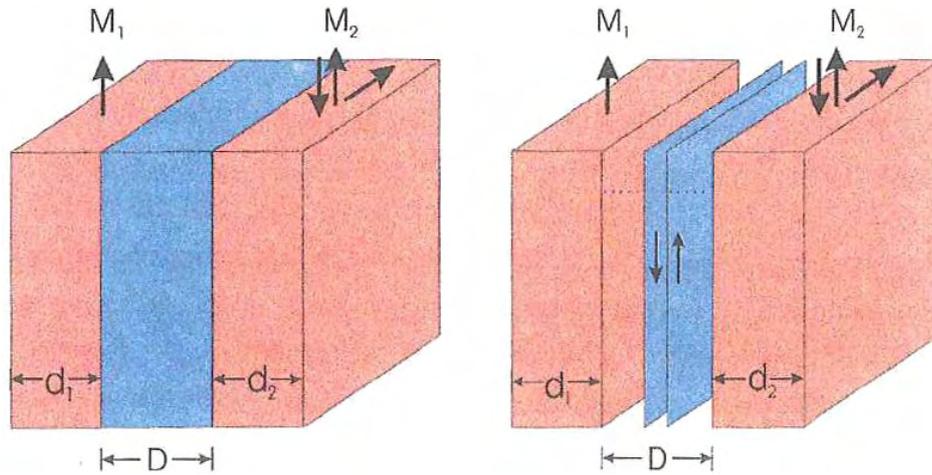


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der beiden Arten von Zwischenschichtkopplung in Abhängigkeit vom Magnetismus der Zwischenschicht. Im linken Bild werden dia- oder paramagnetische Zwischenschichten, im rechten Bild antiferromagnetische Zwischenschichten angenommen, aus [9] entnommen.

der ferromagnetischen (0°), der antiferromagnetischen (180°) und der 90° -Kopplung. Der angegebene Winkel bezieht sich auf die Magnetisierung der durch die Zwischenschicht gekoppelten Schichten. Durch ein äußeres magnetisches Feld oder sehr kleine Anisotropien können die Kopplungen auch überlagert sein, sodass der Winkel zwischen den Schichten einen Zwischenwert annimmt. Zur Einfachheit betrachten wir nur zwei Schichten der Dicken d_1 und d_2 mit den Magnetisierungen M_1 und M_2 .

Die Ausrichtungen der Magnetisierungen zweier Schichten, die durch eine **para- bzw. diamagnetische Zwischenschicht** getrennt sind, lässt sich über Zwischenschichtkopplungsenergie E_i beschreiben:

$$\begin{aligned}
 E_i &= -J_1 \frac{\vec{M}_1 \cdot \vec{M}_2}{|\vec{M}_1| \cdot |\vec{M}_2|} - J_2 \left(\frac{\vec{M}_1 \cdot \vec{M}_2}{|\vec{M}_1| \cdot |\vec{M}_2|} \right)^2 \\
 &= -J_1 \cos(\Delta\varphi) - J_2 (\cos(\Delta\varphi))^2.
 \end{aligned} \tag{2.2}$$

Dabei ist $\Delta\varphi$ der Winkel zwischen den Magnetisierungen \vec{M}_1 und \vec{M}_2 der einzelnen Schichten. Die Konstanten J_1 und J_2 geben die Stärke der Kopplung an. Die Minima von E_i ergeben die Anordnung der Schichten, d.h. dominiert der Term mit J_1 , so führt die Zwischenschichtaustauschkopplung bei einem positiven Wert zu einer ferromagnetischen Kopplung. Ist der Term mit J_1 dominierend und negativ, so ist die Kopplung antiferromagnetisch. J_1 wird als bilinearer Faktor bezeichnet. Der biquadratische Faktor J_2 führt zu einer 90° -Kopplung, falls er dominierend und negativ ist.

Zusätzlich müssen noch andere magnetische Energiebeiträge, wie die Zeemann- und Anisotropieenergie, berücksichtigt werden. Die gesamte magnetische Energie einer vierzähligen kubischen Anisotropie lässt sich durch folgende Formel beschreiben:

$$\begin{aligned}
 E &= E_i \\
 &- \mu_0 H \left[M_1 d_1 \cos(\varphi_1) + M_2 d_2 \cos(\varphi_2) \right] \\
 &+ \frac{K_1}{4} \left[d_1 (\sin(2\varphi_1))^2 + d_2 (\sin(2\varphi_2))^2 \right],
 \end{aligned} \tag{2.3}$$

d_1 und d_2 sind dabei die Dicken der magnetischen Schichten, H ist das äußere Magnetfeld (in Richtung einer leichten Richtung angelegt) und K_1 ist die Volumenanisotropiekonstante. Die Winkel φ_1 und φ_2 sind die Winkel, die die Magnetisierung der einzelnen Schichten mit der externen Magnetfeldrichtung einschließen. Die Minima dieser Gleichung definieren die Orientierung der Magnetisierungen der einzelnen Schichten.

Für **Zwischenschichten mit einer statischen antiferromagnetischen Ausrichtung** muss ein anderer Ansatz gewählt werden. Betrachtet man ein antiferromagnetisches Material als Schichtsystem aus ferromagnetischen Monolagen, die von Lage zu Lage antiparallel ausgerichtet sind, so lässt sich Formel 2.2 ersetzen mit:

$$E_i = C_+(\Delta\varphi)^2 + C_-(\Delta\varphi - \pi)^2. \tag{2.4}$$

$\Delta\varphi$ ist dabei wieder der Winkel zwischen den magnetischen Momenten der getrennten Schichten. C_+ und C_- sind dabei anzupassende Parameter. Im Idealfall glatter Schichten erhält man $C_+=0$ für eine gerade Anzahl von Monolagen und $C_-=0$ für eine ungerade Anzahl von Monolagen. Für den Fall von $C_+=0$ führt eine Energieminimierung auf einen Winkel von $\Delta\varphi=180^\circ$, also auf eine antiferromagnetische Kopplung. Im Fall von $C_-=0$ führt die Energieminimierung somit auf eine ferromagnetische Kopplung mit $\Delta\varphi=0^\circ$. Die 90° -Kopplung ergibt sich bei gleich großen Parametern von C_- und C_+ . Bei den antiferromagnetisch gekoppelten Eischichten zeigt sich in der Magnetisierungskurve eine Gerade mit konstanter Steigung. Diese entsteht, bei Verringerung des Magnetfeldes, durch das konstante Herausdrehen der Magnetisierung einer Schicht aus der Richtung des angelegten Magnetfeldes auf Grund der antiferromagnetischen Kopplung. Im Nullfeld nehmen die Magnetisierungsrichtungen der Schichten dann einen Winkel von 180° zueinander ein. Wird das Magnetfeld in die negative Richtung erhöht, wird auch die Magnetisierung der zweiten Schicht konstant gedreht, in diesem Fall in die Feldrichtung. Werden zusätzlich noch Anisotropien in dem System angenommen, kommt es zu sogenannten Spin-Flop-Übergängen, bei denen sich die Magnetisierung sprunghaft verändert.

Bei metallischen Zwischenschichten mit magnetischer Ordnung, wie bei dem in dieser Diplomarbeit verwendeten Cr, gibt es eine Überlagerung der in den Gleichungen 2.2 und 2.4 beschriebenen Fälle. In Abbildung 2.2 sind idealisierte Magnetisierungskurven für ferromagnetisch und antiferromagnetisch gekoppelte Fe/Cr/Fe-Heteroschichten zu sehen. Die

Pfeile geben die jeweiligen Magnetisierungsvektoren in der oberen und unteren Fe-Schicht wieder.

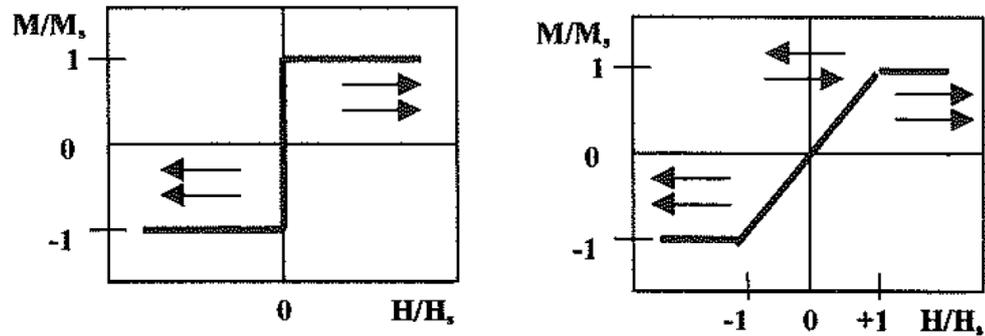


Abbildung 2.2: Idealisierte Magnetisierungskurven für ferromagnetisch (links) und anti-ferromagnetisch (rechts) gekoppelte Fe/Cr/Fe-Heteroschichten. Abb. aus [10] entnommen.

Im Fall von Chrom ist die Art der Zwischenschichtkopplung abhängig von der Chromschichtdicke. Abb 2.3 zeigt das Verhalten der Kopplung in Bezug auf die Schichtdicke. Bei negativen Werten ist die Kopplung antiferromagnetisch, bei positiven ferromagnetisch.

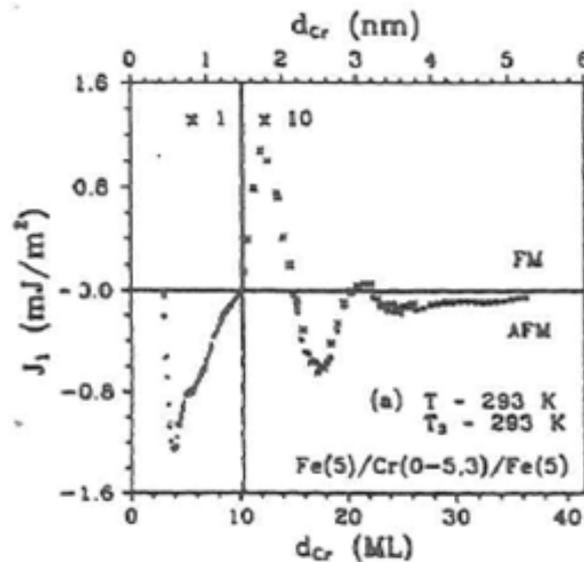


Abbildung 2.3: Zwischenschichtaustauschkopplung in Fe/Cr/Fe-Heterostrukturen als Funktion der Cr-Schichtdicke, aus [10] entnommen.

2.2 Streumethoden zur Untersuchung dünner Schichten

Die Streuung ist in der Physik der kondensierten Materie eine weit verbreitete Methode zur Untersuchung von Materialien. Dabei dienen Neutronen, Elektronen und Röntgenstrahlen mit ihren verschiedenen Eigenschaften als Sonden für verschiedene Phänomene. Man unterscheidet prinzipiell zwischen der elastischen Streuung zur Untersuchung der Struktur und der inelastischen Streuung zur Untersuchung der Dynamik eines Systems. In dieser Arbeit liegt das Hauptaugenmerk auf der Neutronenstreuung. Außerdem beschränken wir uns hier auf die elastische Streuung. Auf Grund der Ladungsneutralität der Neutronen hängt ihr Streuquerschnitt nicht von der Kernladungszahl ab und die Eindringtiefe der Neutronen ist sehr groß. Es kann sowohl die nukleare Struktur auf Grund der starken Wechselwirkung als auch die magnetische Struktur auf Grund der Wechselwirkung des magnetischen Momentes, $\mu_n = 1,913 \frac{e\hbar}{2m_p}$, mit den magnetischen Momenten der Probenelektronen untersucht werden. Mit einer de-Broglie Wellenlänge der thermischen Neutronen ($E \approx 25$ meV) im Bereich der Gitteratomabstände (~ 1 Å) können Interferenzphänomene zur Strukturuntersuchung herangezogen werden. Die elastische Streuung ist eine tiefenaufgelöste Methode zur Strukturbestimmung. Des Weiteren kann der Anteil der magnetischen Streuung durch eine Polarisationsanalyse von der strukturellen Streuung getrennt werden, sodass die Streuung Auskunft über die mikroskopische Magnetisierung geben kann. Hier werden die Grundlagen der Streuung vorgestellt, für eine genauere Auseinandersetzung wird auf [11] verwiesen.

2.2.1 Streutheorie

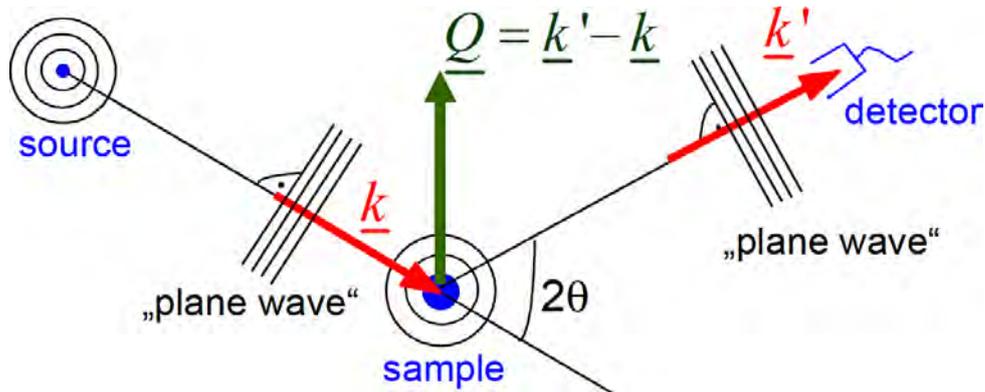


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung eines Streuexperimentes nach der Fraunhofer Näherung, aus [12] entnommen.

Für die Beschreibung der elastischen Streuung wird die sogenannte Fraunhofer Näherung herangezogen. In Abb. 2.4 ist ein typischer Aufbau eines Streuexperimentes in dieser Näherung zu sehen. Dabei kann das Wellenpaket, welches auf der Probe auftrifft, als eine ebene Welle betrachtet werden, wenn der Abstand zwischen Strahlungsquelle und der

Probe viel größer als die Probengröße ist. Das gleiche gilt für die auf den Detektor auftreffende Welle, falls auch der Abstand der Probe zum Detektor groß ist. Die ebene Welle, des einfallenden Strahls, kann dabei durch den Wellenvektor \vec{k} beschrieben werden. Die gestreute ebene Welle wird durch \vec{k}' beschrieben. Zusätzlich wird eine monochromatische Quelle angenommen. Für den Fall der elastischen Streuung kann die Beziehung

$$k = |\vec{k}| = |\vec{k}'| = k' = \frac{2\pi}{\lambda} \quad (2.5)$$

aufgestellt werden, bei der die Beiträge der Wellenvektoren vor und nach der Streuung gleich groß sind.

Der Streuvektor wird zu

$$\vec{Q} = \vec{k}' - \vec{k} \quad (2.6)$$

definiert. Dabei hat $\hbar\vec{Q}$ die Bedeutung des Impulsübertrags während der Streuung. Die Größe des Streuvektors lässt sich über

$$Q = |\vec{Q}| = \sqrt{k^2 + k'^2 + 2kk' \cos(2\Theta)} \Rightarrow Q = \frac{4\pi}{\lambda} \sin \Theta \quad (2.7)$$

berechnen, wobei 2Θ der Richtungsänderung des Wellenvektors entspricht.

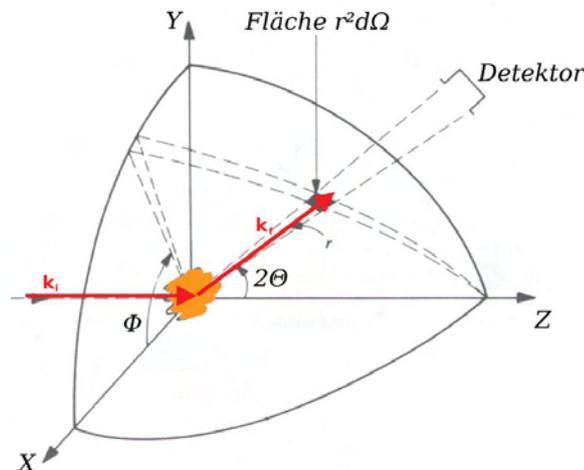


Abbildung 2.5: Geometrie zur Herleitung des Streuquerschnittes, aus [12] entnommen.

Bei einem Streuexperiment wird die Intensität $I(\vec{Q})$ in Abhängigkeit des Streuvektors \vec{Q} gemessen. Die an der Probe gestreute Strahlung wird mittels eines Detektors detektiert. Dieser hat die Fläche dS und überspannt im Abstand r damit einen Raumwinkel von $d\Omega = dS/r^2$ (Abb. 2.5). Die Position des Detektors wird durch die Winkel Φ und Θ in Bezug auf die einfallende Welle beschrieben. Die gemessene Intensität ist proportional zu dem Querschnitt, welcher ein Maß für die Wahrscheinlichkeit ist, dass zwischen dem einfallenden Teilchen der Materie eine Wechselwirkung stattfindet. In Abbildung 2.5 ist die verwendete Geometrie zur Herleitung des Streuquerschnittes zu sehen. Der differentielle

Streuquerschnitt $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ ist proportional zu der Wahrscheinlichkeit, dass ein Teilchen durch die Wechselwirkung mit der Probe in den Raumwinkelbereich $d\Omega$ gestreut wird. Dieser wird durch:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{dn}{Jd\Omega} \quad (2.8)$$

definiert, wobei dn der Anzahl der detektierten Teilchen entspricht. Der differenzielle Streuquerschnitt ist dabei auf den einfallenden Teilchenstrom J normiert. Durch die Integration über alle Raumwinkel erhält man den totalen Streuquerschnitt

$$\sigma = \int \frac{d\sigma(\Theta, \Phi)}{d\Omega} d\Omega. \quad (2.9)$$

Für die mikroskopische Berechnung des differenziellen Streuquerschnittes ist eine quantenmechanische Betrachtung der Wechselwirkung der Strahlung mit der Probe notwendig. Das Betragsquadrat der Wellenfunktion ist dabei proportional zum differenziellen Streuquerschnitt. Der Einfluss der Wechselwirkung auf die Wellenfunktion wird über ein Potential $V(\vec{r})$ in der Schrödingergleichung beschrieben.

$$\hat{H}\psi = \left(-\frac{\hbar^2}{2m}\Delta + V(\vec{r}) \right) \psi = i\hbar \frac{\partial}{\partial t} \psi. \quad (2.10)$$

Die Lösungen der Schrödingergleichung geben die möglichen Zustände des Systems an. Da wir nur elastische Streuung betrachten, kann die zeitliche Entwicklung durch den Faktor $e^{-\frac{iE}{\hbar}t}$ innerhalb der Wellenfunktion beschrieben werden. So kann eine Wellengleichung für den räumlichen Teil der Wahrscheinlichkeitsamplitude ψ aus Gleichung 2.10 abgeleitet werden:

$$(\Delta + k^2(\vec{r}))\psi = \frac{2m}{\hbar^2} V\psi \quad (2.11)$$

$$\text{mit } k^2(\vec{r}) = \frac{2m}{\hbar^2} (E - V(\vec{r})). \quad (2.12)$$

Eine Lösung dieser Wellengleichung kann im Vakuum ($V(\vec{r})=0$) und unter der Annahme der Fraunhofer Näherung durch ebene Wellen $\psi = \psi_0 e^{i(k\vec{r} - \frac{E}{\hbar}t)}$ der Energie $E = \frac{\hbar^2 k^2}{2m}$ gegeben werden. Für die Lösung der Wellengleichung 2.11 in Materie kann diese mit der Methode der Greenschen Funktion gelöst werden.

Es wird angenommen dass eine Funktion $G(\vec{r}, \vec{r}')$ existiert, für die $(\Delta + k^2)G(\vec{r}, \vec{r}') = \delta(\vec{r} - \vec{r}')$ gilt. Eine mögliche Form der Greenschen Funktion ist:

$$G(\vec{r}, \vec{r}') = -\frac{1}{4\pi} \frac{e^{ik|\vec{r}-\vec{r}'|}}{|\vec{r}-\vec{r}'|}. \quad (2.13)$$

Die Lösung von Gleichung 2.11 ist mit Hilfe der Greenschen Funktion gegeben durch:

$$\psi(\vec{r}) = \psi_0 + \frac{2m}{\hbar^2} \int G(\vec{r}, \vec{r}') V(\vec{r}') \psi(\vec{r}') d^3 r' \quad (2.14)$$

$$\stackrel{1.Born}{\approx} e^{i\vec{k}\vec{r}} - \frac{m}{2\pi\hbar^2} \frac{e^{ikr}}{r} \int V(\vec{r}') e^{-i\vec{Q}\vec{r}'} d^3 r', \quad (2.15)$$

wobei ψ_0 einer ebenen Welle, der Lösung im homogenen Fall (ohne Potential) entspricht. Diese nun erhaltene integrale Form (Gleichung 2.14) hat den Vorteil, dass sie iterativ gelöst werden kann. Die Entwicklung nach den Wellenfunktionen wird als Born-Serie bezeichnet. Unter der Annahme einer schwachen Wechselwirkung reicht meist schon die erste Ordnung der Entwicklung, die sogenannte Born'sche Näherung (Gleichung 2.15). In dieser Näherung wird nur die Einfachstreuung berücksichtigt. Besonders für die Neutronenstreuung, bei der das Wechselwirkungspotential klein ist, liefert diese Näherung gute Ergebnisse. Es ergibt sich folgende Streuamplitude in der Born'schen Näherung:

$$f(\Theta, \phi) = \frac{m}{2\pi\hbar^2} \int V(\vec{r}') e^{-i\vec{Q}\vec{r}'} d^3r', \quad (2.16)$$

mit dem Streuvektor $\vec{Q} = \vec{k}' - \vec{k}$.

Um den Zusammenhang zu dem differentiellen Streuquerschnitt zu erhalten, ist zu beachten, dass die Wahrscheinlichkeit in der Quantenmechanik, ein Teilchen im Raumelement d^3r zu finden, durch das Betragsquadrat der Wellenfunktion $|\psi|^2$ gegeben ist. Daher gilt:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = |f(\Theta, \phi)|^2 = \frac{m^2}{4\pi^2\hbar^4} \left| \int V(\vec{r}') e^{-i\vec{Q}\vec{r}'} d^3r' \right|^2. \quad (2.17)$$

In Gleichung 2.16 kann man erkennen, dass die Streuamplitude die Fouriertransformierte des Streupotentials ist. Da man in einem Streuexperiment jedoch das Betragsquadrat der Streuamplitude über den differentiellen Streuquerschnitt misst, geht die Phaseninformation verloren. Daher kann man das Streupotential nicht einfach durch Rücktransformation berechnen, sondern ist auf die Modellierung der Streuintensität angewiesen. Dabei wird ein Modell der untersuchten Struktur erstellt, auf dessen Basis die Streuintensitäten berechnet und mit dem Experiment verglichen werden. Dieses Modell wird iterativ verbessert um eine möglichst gute Übereinstimmung der Simulation mit den gemessenen Daten zu erhalten.

2.2.2 Reflektometrie

Reflektometrie ist eine Streutechnik zur tiefenaufgelösten Bestimmung nuklearer und magnetischer Profile in Dünnschichtsystemen. Die Reflektometrie wurde in den 1980er Jahren schon exzessiv zur Untersuchung weicher Materie, wie Polymeren oder den Effekten von Flüssigkeiten an Oberflächen, genutzt. Auf Grund der Forschung an dünnen Schichten gewann diese Methode auch in der Festkörperphysik an Bedeutung.

In Abbildung 2.6 ist der Strahlengang einer typischen Reflektometriemessung abgebildet. Ein monochromatischer und gut kollimierter Strahl trifft unter einem wohl definierten Winkel $\alpha_i = \Theta$ (üblicherweise $\Theta \ll 5^\circ$) auf die Probe. Dort wird er teilweise reflektiert und teilweise in das Material transmittiert. Es kommt zur sogenannten spekulären Streuung, die bei $\alpha_i = \alpha_f$ beobachtbar ist, und zur off-spekulären bzw. diffusen Streuung bei Winkeln $\alpha_i \neq \alpha_f$.

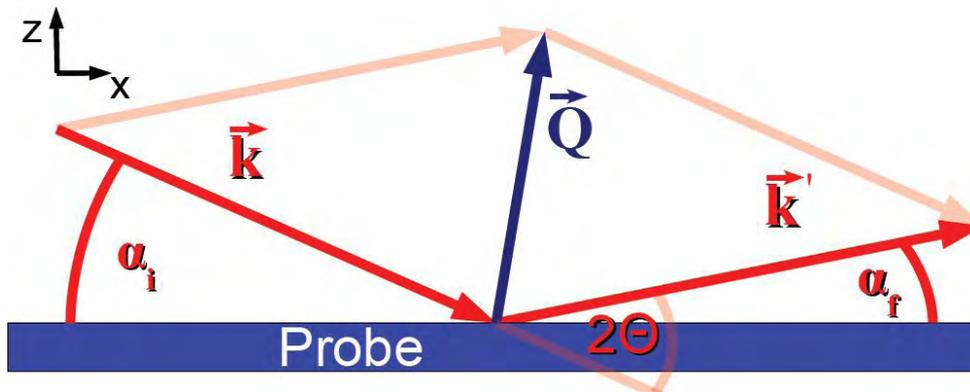


Abbildung 2.6: Streuung unter streifendem Einfall bei einer Reflektometriemessung, adaptiert aus [13]

Spekuläre Reflektivität: Bei gleich großen Einfalls- und Reflektionswinkeln ($\alpha_i = \alpha_f$) spricht man von der spekulären Reflektivität. Der Streuvektor steht dann immer senkrecht zur Probenoberfläche. Die spekuläre Streuung enthält tiefenaufgelöste Informationen über die lateral gemittelten Ordnungsparameter, wie z.B. Schichtdicken und Rauigkeiten, der Schichten.

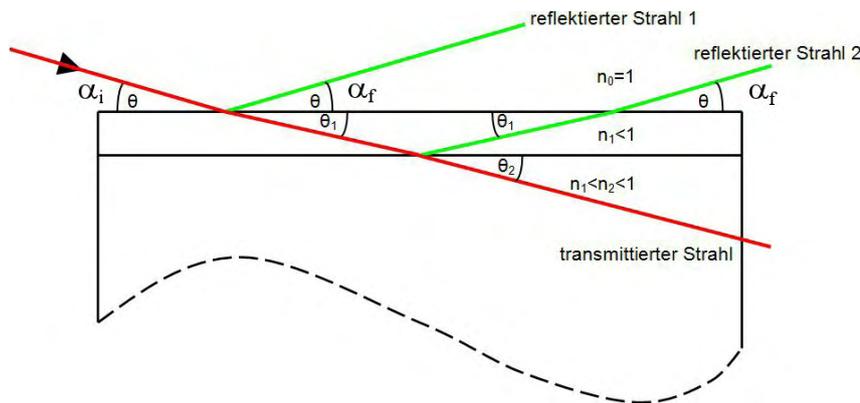


Abbildung 2.7: Reflexion und Brechung an einer Einzelschicht auf einem Substrat, adaptiert aus [14].

In Abb. 2.7 ist der Fall der Reflexion und Brechung an einer Einzelschicht auf einem Substrat gezeigt. Der Strahl wird sowohl an der Oberfläche als auch an der Grenzfläche reflektiert. Diese verschiedenen Strahlen können, abhängig von der Wellenlänge und der Wegdifferenz, sowohl konstruktiv, als auch destruktiv interferieren. Maximale Intensität wird erreicht, wenn die Wegdifferenz genau ein ganzzahliges Vielfaches der Wellenlänge beträgt.

Die Streuamplitude ist eine Faltung der Fourier-Transformationen des Kristallpotentials und mesoskopischer Strukturen, wie z.B. Grenzflächen verschiedener Materialien. Misst man nur einen kleinen Winkelbereich, so erhält man nur einen kleinen Ausschnitt dieser Faltung. Dieser ist nach der Rücktransformation nicht vom Produkt eines Mittelwertes

der Potentiale zu unterscheiden. Daher können die untersuchten Kristalle als Kontinuum betrachtet werden, so dass die spekuläre Reflektivität analog zur klassischen Optik, unter Verwendung angepasster Brechungsindizes, betrachtet werden kann [15]. Der komplexe Brechungsindex n kann direkt aus dem Kristallpotential abgeleitet werden [11, 16].

$$n = 1 - \delta + i\beta, \quad (2.18)$$

$$\text{mit} \quad \delta = \frac{\lambda^2}{2\pi} \sum_j \Re(b_j)\rho_j, \quad (2.19)$$

$$\text{und} \quad \beta = \frac{\lambda^2}{2\pi} \sum_j \Im(b_j)\rho_j. \quad (2.20)$$

Für die meisten Materialien sind die Streulängendichten für Röntgen- und Neutronenstrahlung positiv, sodass der Brechungsindex kleiner als 1 wird. Aus diesem Grund gibt es bei dem Übergang von Luft zu Probe einen Winkelbereich der Totalreflektion, der über das Snellius'sche Brechungsgesetz bestimmt werden kann:

$$\alpha_t = \frac{\pi}{2} - \arcsin\left(\frac{n_2}{n_1}\right). \quad (2.21)$$

Für größere Einfallswinkel ($\alpha_i > \alpha_t$) tritt wie oben angesprochen sowohl Reflektion als auch Transsmission an den Grenzflächen auf. Die Anteile des reflektierten bzw. transmittierten Strahls werden durch die Fresnelschen Formeln aus der Optik beschrieben. Dabei fließt der Brechungsindex in den Reflektions- bzw. Transmissionskoeffizienten, R und T , ein.

$$R = \left| \frac{\alpha_i - n\alpha_t}{\alpha_i + n\alpha_t} \right|^2 \quad (2.22)$$

$$T = \left| \frac{2\alpha_i}{\alpha_i + n\alpha_t} \right|^2 \quad (2.23)$$

In Abbildung 2.8 ist eine simulierte Röntgenreflektionskurve für das verwendete Fe/Cr-Schichtsystem zu sehen. Bei kleinen Winkeln ist das Totalreflektionsplateau zu erkennen. In diesem Bereich bleibt die gemessene Intensität theoretisch konstant, steigt jedoch auf Grund des Experimentaufbaus (Ausleuchtungseffekt) bis zum maximalen Totalreflektionswinkels an. Nach dem Plateau fällt die Intensität für eine ideal glatte Grenzfläche mit $I \sim \frac{1}{Q_z^4}$ [11] auf Grund der immer höher werdenden Transmission ab. Der Intensitätsabfall wird auf Grund von Rauigkeiten verstärkt. Die Intensitätsmaxima bzw. Minima werden durch konstruktive und destruktive Interferenz hervorgerufen. Aus diesen Extrema lassen sich die Schichtdicken, in der Kleinwinkelnäherung und für den Bereich, in dem die kinematische Näherung gilt, leicht über

$$\Delta Q \approx \frac{2\pi}{d} \quad (2.24)$$

berechnen. Dabei sind die Extrema durch die Gesamtschichtdicke D und die Dicke der einzelnen periodischen Schichten d überlagert.

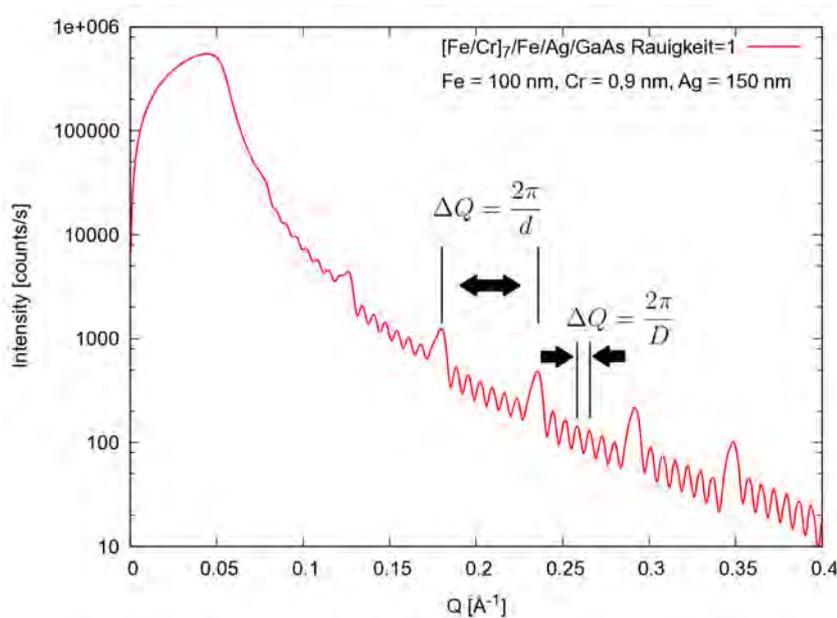


Abbildung 2.8: *Simulierte Röntgenreflektometrikurve für das Schichtsystem dieser Arbeit.*

Diffuse Streuung: Falls die Grenzflächen der untersuchten Proben Fluktuationen, wie zum Beispiel Rauigkeiten, aufweisen, tritt die sogenannte diffuse Streuung auf. Bei der diffusen Streuung werden die Strahlen zusätzlich an der modulierten Grenzfläche gebeugt, was zu Streuwinkeln $\alpha_f \neq \alpha_i$ führt (Abb. 2.9). Aus der diffusen Streuung bzw. off-spekulären Streuung erhält man Informationen über die Fluktuationen der gemittelten Werte der spekulären Messung.

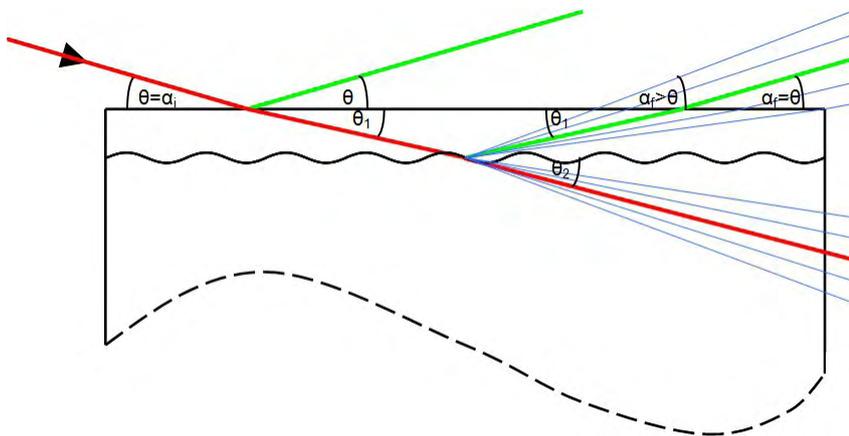


Abbildung 2.9: *Spekuläre Reflektivität und diffuse Streuung an einer lateral modulierten Grenzfläche, aus [14] entnommen.*

Die diffuse Streuung lässt sich nicht mehr durch die Born'sche Näherung beschreiben. Hier muss die sogenannte Distorted Wave Born Approximation (DWBA) angewendet werden. In dieser Näherung wird das Streupotential jeder Schicht in eine Summe aus einem exakt lösbaeren Teil und einem Störteil aufgeteilt. Der exakt lösbaere Teil ist eine Mittelung über

die lateralen Parameter und führt zur spekulären Streuung. Der Störteil des Potentials behandelt die Fluktuationen der gemittelten Parameter als kleine Störung innerhalb der Störungstheorie. Des Weiteren können strukturelle Peaks in der diffusen Streuung durch eine laterale Periode der Proben in x-Richtung (Abb. 2.6) hervorgerufen werden. Die Lage dieser off-spekulären Peaks kann durch

$$Q_x = \frac{2\pi}{P} = \frac{2\pi}{\lambda} (\cos(\alpha_i)^2 - \cos(\alpha_f)^2) \approx \frac{\pi}{\lambda} (\alpha_i^2 - \alpha_f^2) \quad (2.25)$$

berechnet werden. Oft wird die spekuläre Reflektivität zusammen mit der diffusen Streuung gemessen. Eine Intensitätskarte einer solche Messung ist exemplarisch in Abb. 2.10 zu sehen. Der Einfallswinkel ist gegen den Reflektionswinkel aufgetragen, wobei die gemessene Intensität in einer logarithmischen Farbskala dargestellt ist.

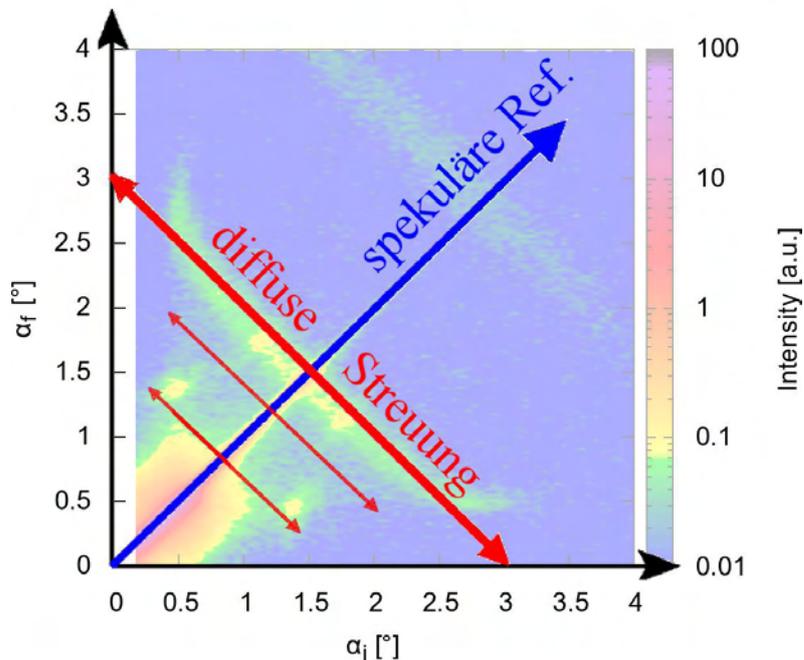


Abbildung 2.10: Beispiel einer Intensitätskarte einer Neutronenreflektometriemessung an einer strukturierten Fe/Cr-Vielfachschicht, zur Darstellung der spekulären und diffusen Streuung. Die Intensität ist auf einer logarithmischen Farbskala dargestellt. Der Einfallswinkel ist gegen den Reflektionswinkel aufgetragen.

Magnetische Wechselwirkung

Durch die Ausnutzung der Wechselwirkung des magnetischen Moments der Neutronen kann neben der nuklearen Struktur auch die magnetische Struktur untersucht werden. Auf Grund der Dipol-Dipol-Wechselwirkung des magnetischen Moments des Neutrons mit dem Magnetfeld der Probe, welches durch die Spins der ungepaarten Elektronen und dem magnetischen Moment des Bahndrehimpulses hervorgerufen wird, muss das gesamte Wechselwirkungspotential für Neutronen um den Term

$$V_{mag} = -\gamma_n \mu_N \vec{\sigma} \vec{B} \quad (2.26)$$

erweitert werden. Dabei ist $\vec{\sigma}$ der Spinoperator zusammengesetzt aus den Paulimatrizen. Das Wechselwirkungspotential mit dem zusätzlichen magnetischen Beitrag führt auf den differentiellen Wirkungsquerschnitt:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = (\gamma_n r_0)^2 \left| \frac{1}{2\mu_B} \langle \sigma'_z | \vec{\sigma} \cdot \vec{M}_\perp(\vec{Q}) | \sigma_z \rangle \right|^2. \quad (2.27)$$

Zur Herleitung dieser Gleichung wird auf Fachliteratur, wie z.B. [17] hingewiesen. Man kann aus der Gleichung jedoch wichtige Informationen erhalten. Da nur die σ_z Matrizen in der Gleichung 2.27 vorkommen, kann sich die Spinrichtung der Neutronen in z-Richtung, der Quantisierungsachse, ändern. Des Weiteren trägt nur die Komponente der Magnetisierung, die senkrecht zum Streuvektor \vec{Q} steht, zum differentiellen Wirkungsquerschnitt bei. Daher kann man nur die Magnetisierung in dieser Richtung messen.

Polarisationsanalyse

Eine wichtige Untersuchungsmethode für die magnetischen Eigenschaften ist die polarisierte Neutronenstreuung mit Polarisationsanalyse entlang einer Richtung. Dabei wird der einfallende Neutronenstrahl bezüglich der Quantisierungsachse polarisiert und die Polarisation nach der Streuung analysiert.

Zur Beschreibung der Polarisation wird die Wellenfunktion der Neutronen als zweikomponentige Ortswellenfunktion geschrieben:

$$\psi(\vec{r}) \rightarrow \begin{pmatrix} \psi_+(\vec{r}) \\ \psi_-(\vec{r}) \end{pmatrix} \quad (2.28)$$

$\psi_+(\vec{r})$ beschreibt dabei die Neutronen mit Spin „up“ und $\psi_-(\vec{r})$ die Neutronen mit Spin „down“ in Bezug auf die Quantisierungsachse. Die Wellengleichung kann für das Gesamtpotential der nuklearen und magnetischen Wechselwirkung,

$$V(\vec{r}) = \frac{2\pi\hbar^2}{m} \rho_N b - \gamma_n \mu_N \vec{\sigma} \vec{B}, \quad (2.29)$$

gelöst werden und führt zu dem grundlegenden Gleichungssystem für das Verständnis der Polarisationsanalyse. Das Gleichungssystem ist gekoppeltet:

$$\psi_+''(\vec{r}) + \left[k^2 - 4\pi b \rho_N + \frac{2m\gamma_n \mu_n}{\hbar^2} B_\parallel \right] \psi_+(\vec{r}) + \frac{2m\gamma_n \mu_n}{\hbar^2} B_\perp \psi_-(\vec{r}) = 0 \quad (2.30)$$

$$\psi_-''(\vec{r}) + \left[k^2 - 4\pi b \rho_N - \frac{2m\gamma_n \mu_n}{\hbar^2} B_\parallel \right] \psi_-(\vec{r}) + \frac{2m\gamma_n \mu_n}{\hbar^2} B_\perp \psi_+(\vec{r}) = 0. \quad (2.31)$$

Dabei ist B_\parallel das Magnetfeld der Probe parallel zum Führungsfeld des Experimentes und B_\perp senkrecht dazu. Beide Felder sind wiederum senkrecht zum Streuvektor \vec{Q} . Aus den Gleichungen 2.30 und 2.31 kann man erkennen, dass es vier verschiedene Prozesse gibt: zwei Spin-Flip-Prozesse (SF) und zwei nicht-Spin-Flip-Prozesse (NSF).

$$\begin{aligned}
 & \quad (++) - \text{Kanal} \quad (up \rightarrow up) \\
 NSF \Rightarrow & \\
 & \quad (--) - \text{Kanal} \quad (down \rightarrow down)
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 & \quad (+-) - \text{Kanal} \quad (up \rightarrow down) \\
 SF \Rightarrow & \\
 & \quad (-+) - \text{Kanal} \quad (down \rightarrow up)
 \end{aligned}$$

Für die Komponenten der Magnetisierung der Probe in B_{\parallel} -Richtung gibt es Intensitäten in den NSF-Kanälen, hier sind die Gleichungen entkoppelt. Es werden sowohl Anteile der nuklearen als auch der magnetischen Streuung gemessen, wobei deren Anteile an der Streuung bei magnetischen Proben in der gleichen Größenordnung liegt. Im $(++)$ -Kanal wird der Beitrag der magnetischen Streuung zu der nuklearen Streuung addiert und im $(--)$ -Kanal subtrahiert. Die Komponenten der Magnetisierung der Probe, die in B_{\perp} -Richtung liegen, liefern bei der Streuung Intensitäten in den SF-Kanälen. Die Gleichungen sind in diesem Fall gekoppelt. In den SF-Kanälen wird ein rein magnetisches Signal gemessen. Durch diese Messungen können Informationen über die Magnetisierungsrichtungen in der Probe gewonnen werden: tiefenaugelöste, Lagenweise Vektormagnetometrie.

Kapitel 3

Grundlagen der experimentellen Methoden und Instrumente

3.1 Experimentelle Methoden und Instrumente zur Probenherstellung

Die Probenherstellung, inklusive der Strukturierung der Proben, ist ein Teil der hier vorgestellten Diplomarbeit. Die Schichten des in der Einleitung vorgestellten Fe/Cr-Schichtsystems wurden mittels einer Molekularstrahlepitaxie-Anlage gewachsen. Die Strukturierung der Proben wurde durch eine Kombination der Nanoimprint-Lithographie und einem Ionenstrahlätzprozess realisiert. Um einen Überblick über die verwendeten Instrumente und Methoden zu erhalten, werden diese in diesem Kapitel kurz vorgestellt.

3.1.1 Molekularstrahlepitaxie

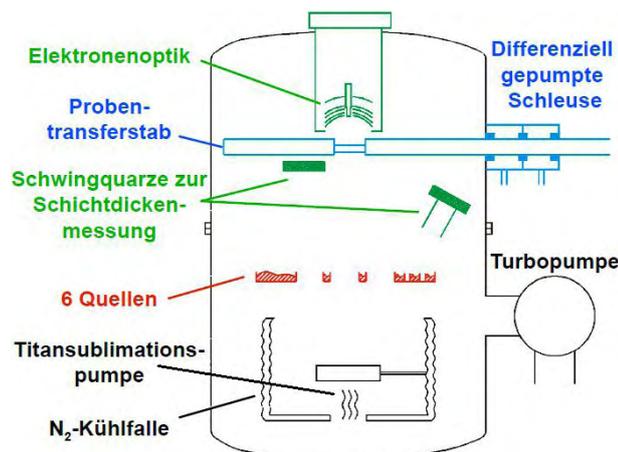


Abbildung 3.1: Schematischer Aufbau der MBE-Anlage, entnommen aus [18].

Die epitaktisch gewachsenen Schichten wurden mit einer Molekularstrahlepitaxie-Anlage (engl. Molekular Beam Epitaxy, MBE) hergestellt. Hierbei handelt es sich um eine Ultrahochvakuumanlage (UHV) mit einem Basisdruck von $2 \cdot 10^{-10}$ mbar. Die MBE-Anlage

ist schematisch in Abb. 3.1 dargestellt. Die Hauptkammer verfügt über eine Turbomolekularpumpe, der eine Öldiffusionspumpe als Vorpumpe vorgeschaltet ist. Mit einer Titansublimationspumpe und einer N_2 -Kühlfalle kann der Druck während des Aufdampfens kleiner als 10^{-9} mbar gehalten werden. Über ein Schleusensystem können die Proben in die Anlage ein- und ausgeschleust werden ohne die Kammer belüften zu müssen. Dazu ist ein Probenhalter an einem Probenstab befestigt, der durch das Schleusensystem aus zwei Schleusenstufen, die durch Dichtringe getrennt sind, in die Hauptkammer befördert werden kann. Die erste Schleusenkammer wird durch eine Öldiffusionspumpe evakuiert und erreicht einen Druck von ca. $4 \cdot 10^{-3}$ mbar. An die zweite Schleusenstufe ist eine Turbomolekularpumpe angeschlossen, mit der ein Druck von $4 \cdot 10^{-5}$ mbar erreicht werden kann. Die zweite Schleusenkammer führt in die Hauptkammer der Anlage. Des Weiteren kann die Probe über den Probenhalter geheizt werden. Die Anlage verfügt über vier direkte Quellen, welche durch zwei verschiedene Elektronenstrahlheizungen zum Verdampfen gebracht werden. Dabei wird ein Elektronenstrahl auf das zu verdampfende Material gelenkt, wodurch dieses erhitzt wird. Weiterhin sind zwei indirekte Quellen verfügbar. Bei diesen indirekten Quellen wird nicht das zu verdampfende Material selbst, sondern der Tiegel, in dem sich das Material befindet, erhitzt. Im Falle von Chrom als zu verdampfendes Material ist eine indirekte Quelle sinnvoll, da Chrom nicht schmilzt, sondern direkt sublimiert.

Die herrschende Aufdampfrate wird über einen Schwingquarz bestimmt. Ein Schwingquarz hat eine massenabhängige Schwingungsfrequenz über deren Veränderung die Aufdampfrate bestimmt wird.

Zur in-situ Charakterisierung der Kristallqualität ist eine Low Energy Elektron Diffraction (LEED) Vorrichtung und zur Untersuchung der elementaren Zusammensetzung ein Auger Spektrometer in der MBE Anlage verbaut.

3.1.2 Nanoimprint-Lithographie



Abbildung 3.2:
Nanoimprinter
Nx-2000 [19].

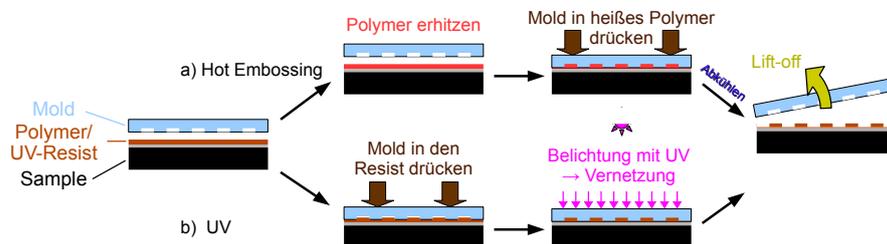


Abbildung 3.3: Imprintprozess, aus [20].

Die Nanoimprint-Lithographie ist ein Lithographieverfahren zur Herstellung von Nanostrukturen. Seit die Nanoimprint-Lithographie vor etwa 15 Jahren von Chou et al. [21]

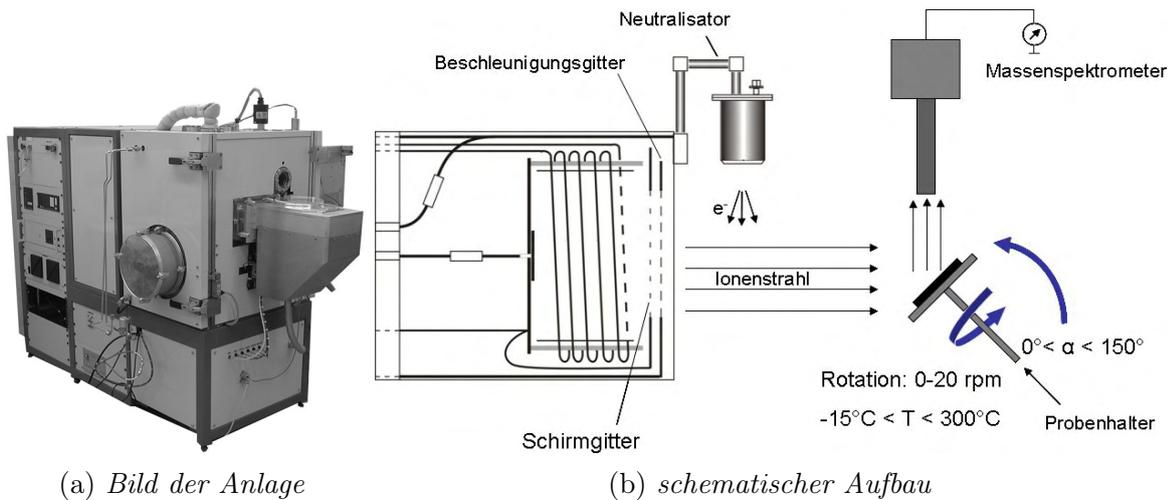
eingeführt wurde, ist sie eine aufstrebende und kostengünstige Methode zur Strukturierung, die sowohl einen hohen Durchsatz als auch eine hohe Auflösung bietet. Daher ist sie eine gute Alternative zur Elektronenstrahl-Lithographie und zu optischen Lithographiemethoden. Es sind Strukturübertragungen möglich, die kleiner als 10 nm sind [22]. Bei der Nanoimprint-Lithographie handelt es sich um ein Prägeverfahren bei dem ein Stempel, auf dem sich die gewünschten Strukturen befinden, in einen Lithographielack gepresst wird und die Strukturen so übertragen werden. Dabei unterscheidet man zwischen zwei Arten der Imprint-Lithographie: dem thermischen- und dem UV-Nanoimprint. Die Auflösung ist bei diesen Verfahren lediglich durch die auf dem Stempel vorgegebenen Strukturen begrenzt, die per Elektronenstrahl-Lithographie geschrieben werden.

Thermischer Nanoimprint: Bei dem thermischen Nanoimprint (engl. hot embossing) in dieser Arbeit wurden Strukturen von einem Quarzstempel direkt in eine Fluon ETFE Folie aus Ethylen Tetrafluoroethylen übertragen. Bei diesem Verfahren ist kein Lack für die Übertragung der Strukturen nötig. Der Quarzstempel wird auf der Folie ausgerichtet und die Strukturen werden durch Einwirkung von Druck und Temperatur in die Folie übertragen. Dabei wird die Glasübergangstemperatur der Folie überschritten, sodass sich die Strukturen des Quarzstempels in die weiche Folie pressen lassen. Nachdem die Folie abgekühlt und wieder erhärtet ist, kann der Stempel von dem Material getrennt werden.

UV-Nanoimprint: Bei dem UV-Nanoimprint werden die Strukturen von einem Stempel in einen UV-Lack übertragen. Dieser ist nach dem Auftragen auf die Probe noch unvernetzt. Nach dem Ausrichten des Stempels auf der belackten Probe wird dieser in den noch weichen UV-Lack gepresst, sodass sich der Lack in allen Hohl- und Zwischenräumen des Stempels verteilen kann. Nachdem die Strukturen so in den UV-Lack übertragen wurden, wird der UV-Lack durch eine Belichtung mit UV-Licht ausgehärtet. Der Stempel muss für diesen Prozess UV-lichtdurchlässig sein. Nach dem Aushärten des Lackes kann die Probe von dem Stempel gelöst werden. Auch hier sind gute anti-Adhäsions Eigenschaften des Stempels oder eine zusätzliche Antihafschicht zwischen dem Imprintlack und dem Stempel nötig, um eine defektfreie Trennung zu gewährleisten. Der große Vorteil dieses Verfahrens ist die geringe thermische Belastung der Probe, da der Prozess bei Raumtemperatur stattfindet. Außerdem sind die nötigen Prozessdrücke während des Imprintes kleiner als bei dem thermischen Imprint, sodass auch die mechanische Belastung der Proben geringer ist.

3.1.3 Reaktives Ionenstrahlätzen

Um die Strukturierung des Lackes in die darunter liegenden Schichten zu übertragen, ist ein gerichteter Ätzprozess notwendig. Aus diesem Grunde ist das Trockenätzverfahren des (reaktiven) Ionenstrahlätzens (engl. reactive ion beam etching, RIBE) ein geeignetes Verfahren. Verwendet wurde die Ionfab 300 Plus der Firma Oxford Plasma Technology (Abb. 3.4a). Die Anlage kann mit verschiedenen Ätzgasen betrieben werden. Bei Verwendung von reaktiven Ätzgasen, wie z.B. CF_4 , O_2 oder SF_6 kann die Anlage reaktiv ätzen. Bei Verwendung von Edelgasen (z.B. Argon) ist der Ätzprozess nicht reaktiv, hier spricht man vom Ionenstrahlätzen. Die Ionen werden auf die Probe beschleunigt, wo sie durch



(a) Bild der Anlage

(b) schematischer Aufbau

Abbildung 3.4: RIBE-Anlage Ionfab 300 Plus der Firma Oxford Plasma Technology, entnommen aus [23]

die hohe kinetische Energie Oberflächenatome aus der Probe herausschlagen. Durch den gerichteten Ionenstrahl ist das Ionenstrahlätzen ein anisotropes Ätzverfahren. Bei dem reaktiven Ionenstrahlätzen wird der physikalische Abtrag von der chemischen Reaktion der Gasatome mit den Atomen der Probenoberfläche unterstützt.

Der schematische Aufbau der RIBE-Anlage ist in Abb. 3.4b zu sehen. In die Ionenquelle wird das verwendete Ätzgas eingelassen. Ein Plasma wird durch Anlegen einer Anregungsfrequenz im Radiofrequenzbereich über Stokionisation erzeugt. Die so erzeugten positiv geladenen Ionen werden über ein negativ geladenes Beschleunigungsgitter in Richtung der Probe beschleunigt. Zusätzlich werden die Ionen durch ein Schirmgitter fokussiert, sodass ein gerichteter Ionenstrahl erzeugt wird. In der Hauptkammer der RIBE-Anlage befindet sich ein Neutralisator der Elektronen emittiert, welche die beschleunigten Ionen neutralisieren, um ein Aufladen der Probe zu verhindern. Dies ist bei nicht leitenden Proben nötig, da die Aufladung der Probe die nachfolgenden Ionen abstoßen würden. Die durch den Ätzprozess aus der Probe herausgeschlagenen Atome werden über eine Absaugvorrichtung, die zusätzlich über ein Massenspektrometer verfügt, abgepumpt. Über das Massenspektrometer können während des Ätzprozesses Informationen über das geätzte Material gegeben werden. Die Hauptkammer verfügt über einen rotierenden Probenhalter, der um bis zu 150° zum einfallenden Ionenstrahl gekippt werden kann. Durch die Rotation der Probe werden Abschattungseffekte beim Ätzprozess minimiert. Die Temperatur der Probe wird während des Ätzvorganges über eine Heiz- und Kühlvorrichtung konstant gehalten. In der Hauptkammer herrscht ein Druck von weniger als 10^{-4} mbar, also Hochvakuum. So ist die freie Weglänge der beschleunigten Atome groß genug, um mit der nötigen Energie auf der Probe aufzutreffen und nicht vorher gestreut zu werden.

3.2 Experimentelle Methoden und Instrumente zur Probencharakterisierung

In diesem Kapitel werden die verwendeten Instrumente und Methoden zur Probencharakterisierung vorgestellt. Die Proben wurden auf ihre strukturellen und magnetischen Eigenschaften hin untersucht. Dazu wurden sowohl makroskopische als auch mikroskopische Methoden verwendet.

3.2.1 Low Energy Electron Diffraction

Die Beugung niederenergetischer Elektronen (engl. Low Energy Electron Diffraction, LEED) ist eine Methode zur Überprüfung der oberflächennahen Kristallstruktur und der Oberfläche. Die geringe Eindringtiefe der elastisch gestreuten Elektronen ist der Grund für die Oberflächenempfindlichkeit dieser Untersuchungsmethode. Es werden Elektronen als Sonden verwendet, die eine Wellenlänge im Bereich der Atomabstände des Kristallgitters haben, d.h. einige Ångström. Damit die Elektronen nicht an Gasatomen streuen und die Oberfläche der zu untersuchenden Schicht lange genug sauber bleibt, muss im Ultrahochvakuum gearbeitet werden.

Die Elektronen, welche aus einem heißen Filament austreten, werden über einen Wehnelt Zylinder beschleunigt und über ein elektrostatisches Linsensystem auf die Probe fokussiert. Dort werden die Elektronen an den Gitteratomen der Probe zurückgestreut und auf einen Fluoreszenzschirm beschleunigt. An den Stellen, an denen die Elektronen auf den Schirm auftreffen, leuchtet dieser auf, sodass das Beugungsmuster sichtbar wird.

Ein Beispiel eines solchen Beugungsmusters ist in Abb. 3.5 zu sehen. Es zeigt das Beugungsmuster einer auf Galiumarsenid aufgewachsenen Silberschicht. Die Energie der Elektronen betrug 140 eV. Die scharfen Reflexe zeigen, dass die Ag-Schicht kristallin und die Oberfläche sauber ist.

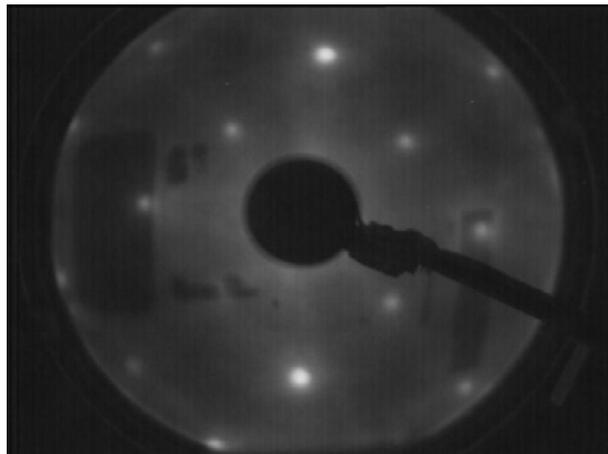


Abbildung 3.5: *Beispiel eines LEED-Bildes einer Ag-Schicht (Energie 140 eV).*

Die Wellenlänge der Elektronen kann über die Beschleunigungsspannung, und damit über ihre Energie, verändert werden. Der Zusammenhang zwischen der Energie und der Wellenlänge λ ist dabei nach De-Broglie gegeben.

3.2.2 Magneto-optischer Kerr-Effekt

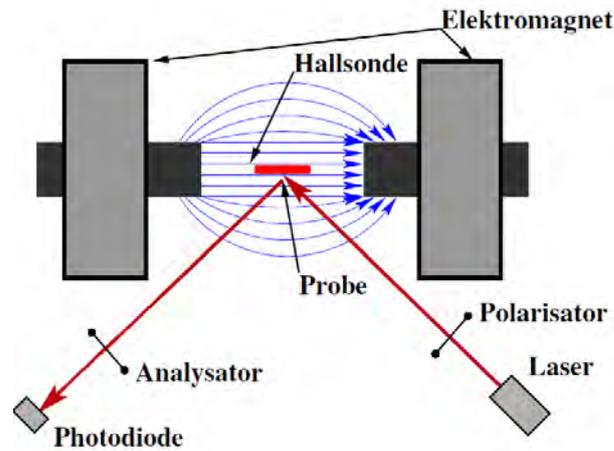


Abbildung 3.6: *Typischer MOKE-Aufbau.*

Eine einfache und schnelle Methode Magnetisierungskurven dünner Schichten zu messen ist der magneto-optische Kerr-Effekt (MOKE). Der verwendete Aufbau des MOKE ist in Abb. 3.6 dargestellt. Bei dieser Methode wird die Polarisationsänderung eines linear polarisierten Lichtstrahles nach der Reflektion an einer ferromagnetischen Schicht um den Kerr-Winkel ω_K ausgenutzt. Die Änderung des Kerr-Winkels ist proportional zu der Magnetisierungsänderung der Probe. Das linear polarisierte Licht lässt sich durch links- und rechtszirkular polarisiertes Licht beschreiben. Durch unterschiedliche Ausbreitungsgeschwindigkeiten für die links und rechtszirkularpolarisierten Anteile des Lichtes bei der Reflektion an der Probenoberfläche kommt es zu einer Phasenverschiebung, wodurch sich die Polarisationsachse um den Kerr-Winkel ω_K dreht. Die Ausbreitungsgeschwindigkeiten sind dabei abhängig von der Magnetisierung der Probe. Durch den zusätzlichen Unterschied der Absorption für die zwei zirkular polarisierten Anteile wird das linear polarisierte Licht zudem elliptisch polarisiert. In Abb. 3.7 ist das Verhalten des Lichtes bei der Interaktion mit der Probe zu sehen. Man unterscheidet zwischen dem polaren-, longitudinalen- und transversalen MOKE. In dieser Arbeit wurde lediglich der longitudinale magneto-optische Kerr-Effekt gemessen.

Als Lichtquelle dient ein einfacher Diodenlaser, dessen Licht ($\lambda=635$ nm) durch einen Glan-Thompson Polarisationsfilter polarisiert wird. Das polarisierte Laserlicht wird auf die zu vermessende Probe gerichtet, welche sich zwischen zwei Polschuhen eines Elektromagneten befindet, mit dem beliebige externe Magnetfelder von -300 mT bis +300 mT eingestellt werden können. Das Magnetfeld an der Probe wird über eine Hall-Sonde, die so nah wie möglich an der Probe positioniert ist, gemessen. Der von der Probe reflektierte Laserstrahl trifft nun auf einen weiteren Linearpolarisator, der als Analysator fungiert. Hinter dem Analysator befindet sich eine Diode, welche die Intensität des einfallenden Lichtes misst.

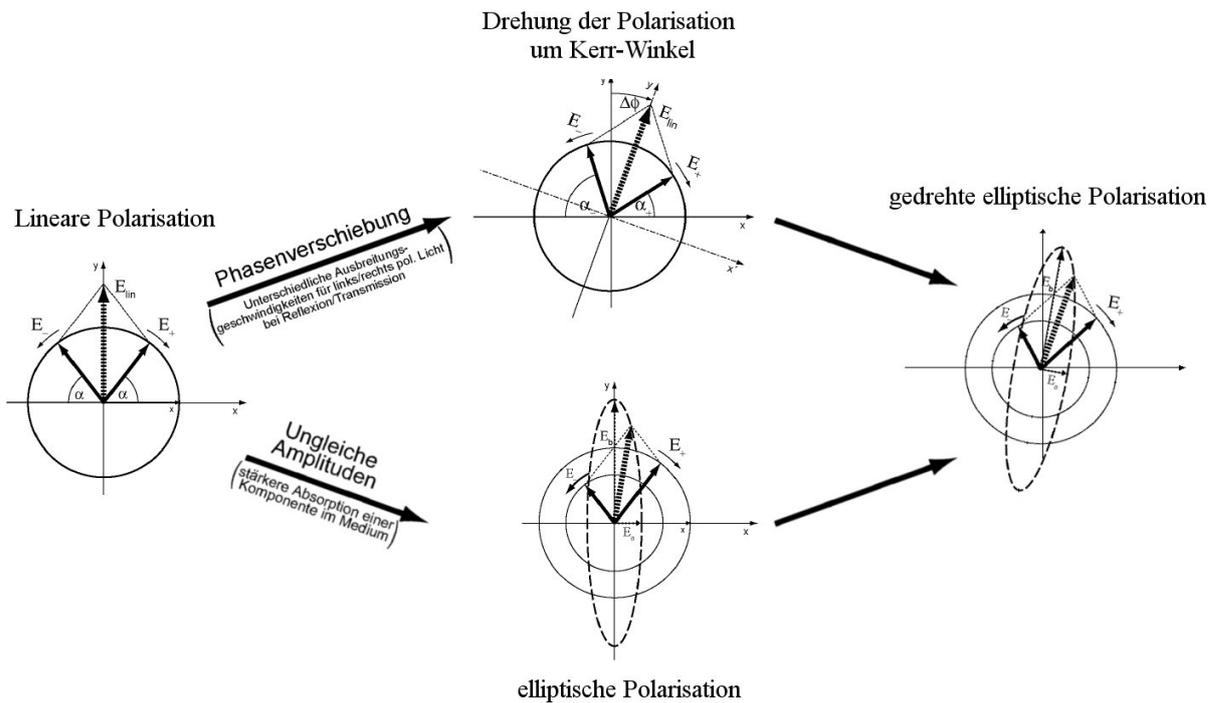


Abbildung 3.7: Verhalten der Polarisation bei einem MOKE-Experiment, adaptiert aus [24].

3.2.3 SQUID-Magnetometer

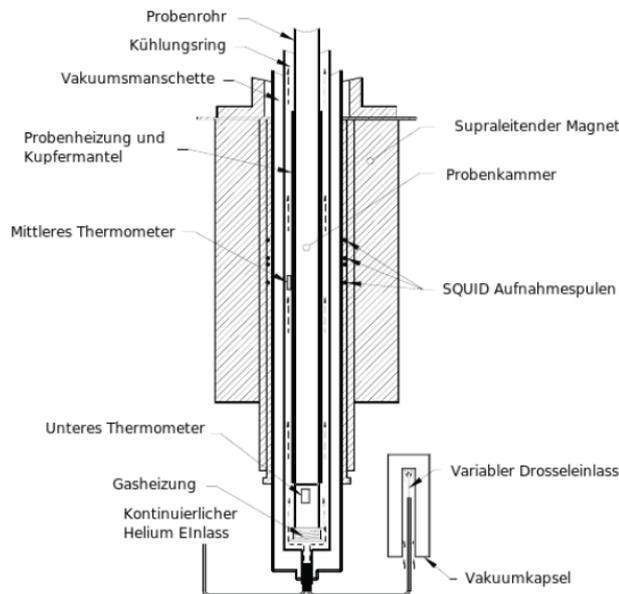


Abbildung 3.8: SQUID-Magnetometer des MPMS der Firma Quantum Design aus [25].

Das SQUID-Magnetometer „Magnetic Property Measurement System“ (MPMS) der Firma Quantum Design ist ein Messsystem zur Bestimmung magnetischer Eigenschaften. Vereinfacht gesprochen ist ein SQUID-Magnetometer ein Fluss-nach-Spannungs-Konverter,

der auf äußerst kleine magnetische Flüsse reagiert (Flussquant: $h/2e$). Das Magnetometer basiert auf einem sogenannten SQUID, d.h. Superconducting Quantum Interference Device (dt. supraleitende Quanteninterferenzeinheit) (Abb. 3.8). Ein SQUID ist aufgebaut aus einem supraleitenden Ring, der an ein oder zwei Stellen von einem Josephson-Tunnelkontakt unterbrochen ist. Ein magnetisches Feld innerhalb des Rings sorgt für Interferenz des durchfließenden Stroms und kann so sehr genau (in Auflösung eines Flussquantes) gemessen werden. Für das genaue Verständnis sei der interessierte Leser auf das Manual [25] oder Literatur zu Josephson-Kontakten in Standardtextbüchern verwiesen. Bei dem hier verwendeten Magnetometer können externe Magnetfelder bis zu ± 7 Tesla angelegt werden. Die Feldhomogenität beträgt 0,01% über einen Bereich von 4 cm. Das MPMS verfügt weiterhin über eine präzise Temperatureinheit, mit dem ein Bereich von 1,9 - 400K abgedeckt wird. Mit einem optionalen Ofen können 800 K erreicht werden.

3.2.4 Rasterkraftmikroskop

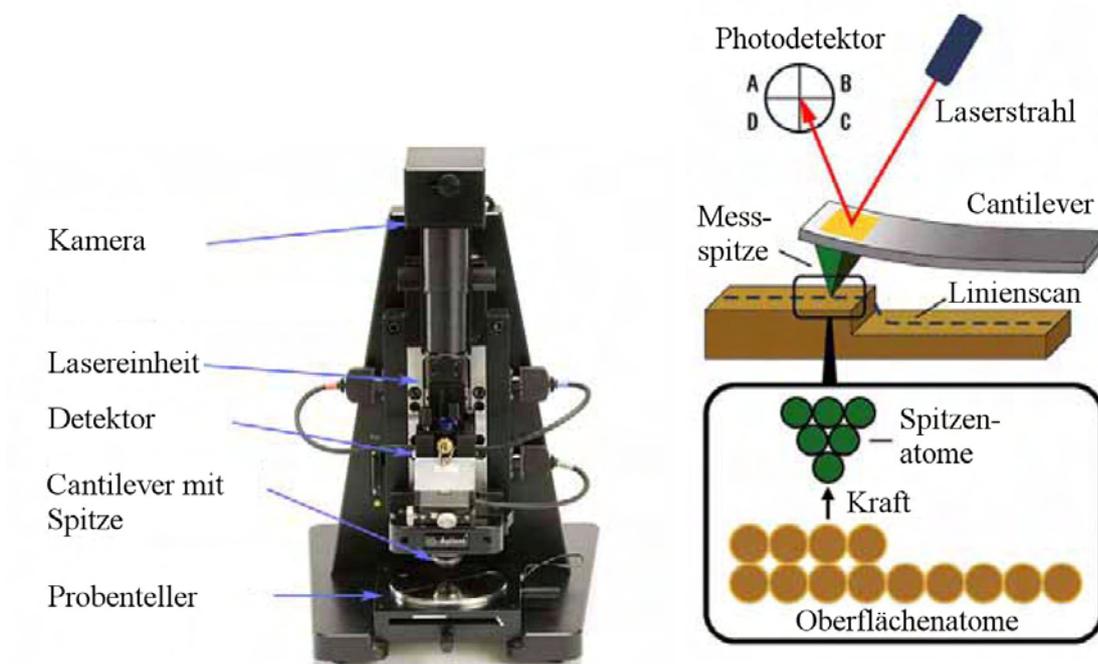


Abbildung 3.9: Agilent 5400 AFM [26]

Abbildung 3.10: AFM-Prinzip [26]

Das Rasterkraftmikroskop (engl. Atomic force microscope, AFM) ist ein Messinstrument zur Untersuchung von Oberflächen. Dabei wird die Wechselwirkung zwischen einer Messspitze und der Probe, welche über das Lennard-Jones-Potential beschreibbar ist, ausgenutzt. Zur Untersuchung der Strukturen wurde in dieser Arbeit das 5400 Scanning Probe Microscope der Firma Agilent Technologies im Nicht-Kontakt-Modus verwendet. Dabei wird die Messspitze, welche an einer Blattfeder, dem sogenannten Cantilever, befestigt ist, der Probe angenähert und über sie gerastert. Der Cantilever wird zur Schwingung

nahe der Resonanzfrequenz angeregt, welche über die Reflektion eines auf den Cantilever gerichteten Laserstrahl mittels eines 4-Quadrantendetektors registriert wird. Über die Änderung der Schwingungsamplitude mit dem Abstand zur Oberfläche der Probe wird die Topographie der Probe bestimmt. Dabei wird die Amplitude durch Nachregeln der Höhe der Messspitze durch Piezokristalle konstant gehalten. Aus dieser Regelung wird das Höhenprofil erstellt. Die Messungen mit dem AFM gaben Aufschluss über die Topographie und somit über die Qualität der Strukturen der Probe.

3.2.5 Rasterelektronenmikroskop

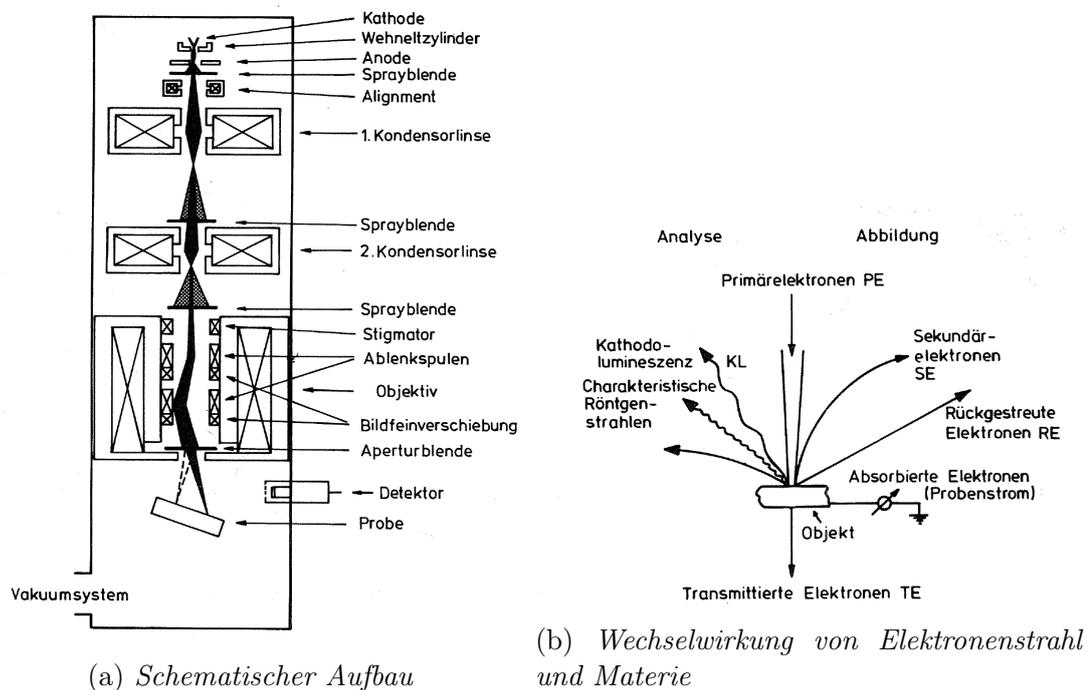


Abbildung 3.11: Rasterelektronenmikroskop, aus [27].

Ein Rasterelektronenmikroskop REM (engl. scanning electron microscope, SEM) ist ein bildgebendes Verfahren zur Untersuchung von Oberflächen. Das REM rastert die zu untersuchende Probe mit einem feingebündelten Elektronenstrahl ab, wobei die Wechselwirkung der Elektronen mit der Probe zur Erzeugung des Bildes ausgenutzt wird. Der schematische Aufbau des Rasterelektronenmikroskops ist in Abb. 3.11a zu sehen. Die benötigten Elektronen werden durch eine Kathode erzeugt, über einen Wehneltzylinder fokussiert und durch eine Anode in Probenrichtung beschleunigt. Über ein komplexes Linsensystem wird der erzeugte Elektronenstrahl zur Probe gelenkt. Dort interagieren die Elektronen mit der Probe über die in Abbildung 3.11b gezeigten Wechselwirkungen. Die in dieser Diplomarbeit gezeigten Bilder nutzen vor allem zwei Kontrastarten:

- **Topographiekontrast:** Hier wird das Signal von Sekundärelektronen, die durch die Wechselwirkung des Primärstrahles mit den Atomen in der Probe erzeugt werden

und die Probe verlassen, genutzt. Sie haben eine Energie von einigen eV und werden durch einen Everhart-Thornley-Detektor registriert. Diese niederenergetischen Elektronen stammen aus der Oberfläche der Probe und bilden so die Topographie der Probe ab. Da das Volumen, in dem Sekundärelektronen generiert werden, klein ist, erlauben diese Bilder eine sehr hohe Auflösung (wenige nm).

- **Materialkontrast:** Dieser Kontrast wird durch Rückstreuelektronen gebildet. Sie haben eine typische Energie von einigen keV. Die Rückstreuelektronen nehmen mit zunehmender Ordnungszahl zu und geben daher einen elementspezifischen Kontrast. Schwere Elemente werden heller und leichte Elemente dunkler abgebildet und geben so Rückschlüsse über die chemische Natur der Probe.

Neben diesen beiden Kontrastformen gibt es noch viele weitere Methoden zur Bildgebung im Rasterelektronenmikroskop. So erscheinen Flächen, die zum Detektor geneigt sind, heller als Flächen, die von ihm abgewandt sind. Durch Kanten-, Aufladungs- und Abschattungskontraste entsteht der Eindruck einer dreidimensionalen Abbildung der Probe.

3.2.6 Röntgenreflektometer

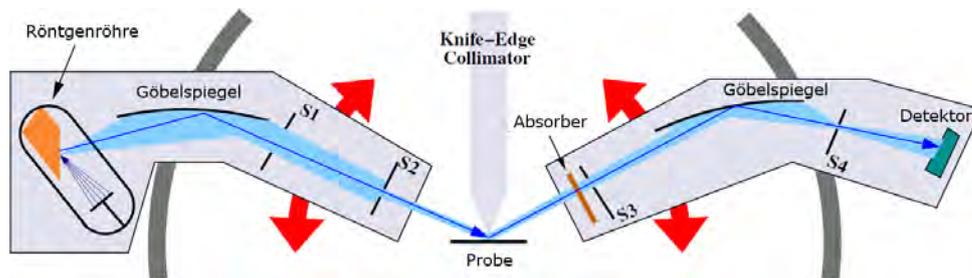


Abbildung 3.12: Röntgendiffraktometer D8 Advanced, adaptiert aus [13]

Das Röntgendiffraktometer D8 Advanced der Firma Bruker AXS wurde in dieser Arbeit als Reflektometer zur Untersuchung dünner Schichten verwendet. Das Reflektometer verfügt über eine Cu K- α Röntgenquelle, deren Strahlung über einen Göbelspiegel und ein System aus Spaltblenden auf die Probe gelenkt wird. Die Spalte können ausgetauscht werden, um verschiedene Auflösungen zu erhalten. Im Strahlengang nach der Reflexion an der Probe befindet sich ein Absorber, der den Detektor vor zu hohen Strahlungsintensitäten schützt. Der Grad der Absorption kann während der Messung verändert werden. Es folgt ein Blendensystem und ein weiterer Göbelspiegel, durch die der reflektierte Strahl in den Detektor gelenkt wird. Das Reflektometer verfügt weiterhin über eine Probenkammer, welche evakuiert werden kann. Dies ist nützlich um eine Oxidation der Eisenschichten bei der Messung der Proben zu verhindern. Eine sogenannte Schneidblende (engl. Knife-Edge-Collimator, KEC) sorgt für eine optimale Kollimation des Primärstrahles. Das Reflektometer wurde für Messungen zur Bestimmung von Schichtdicken, Rauigkeiten und der Periode der Strukturierung verwendet.

3.2.7 Neutronenreflektometer D17

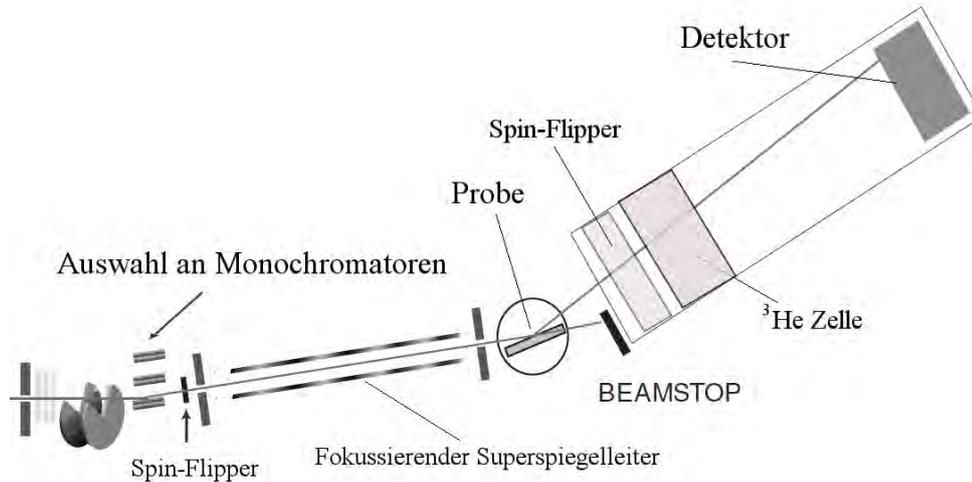


Abbildung 3.13: Schematischer Aufbau des Neutronenreflektometers D17, adaptiert aus [28].

Das D17 [28] ist ein Neutronenreflektometer am Forschungsreaktor des Institut Laue-Langevin in Grenoble, Frankreich. Auf Grund des hohen Neutronenflusses von $9.6 \cdot 10^9$ n/s/cm² an der Probenposition und des geringen Untergrunds ist es möglich Reflektivitäten von bis zu 10^{-8} zu messen. Das D17 kann in drei verschiedenen Modi genutzt werden: time-of-flight, monochromatisch und polarisiert. Die Messungen in dieser Diplomarbeit wurden mit polarisierten Neutronen und linearer Polarisationsanalyse durchgeführt. Als Polarisator dient ein S-förmiger Ni/Ti Superspiegel. Eine ³He Zelle dient als Polarisationsanalysator, um gleichzeitig die spekuläre Reflektivität und diffuse Streuung messen zu können. In dem Polarisationsmodus arbeitet das D17 mit einer festen Wellenlänge von $5,378 \text{ \AA}$ und einer Wellenlängenunschärfe von $\frac{\Delta\lambda}{\lambda} = 4\%$. Das Neutronenreflektometer D17 deckt einen Q-Bereich von $0.005 \text{ \AA}^{-1} < Q < 1.5 \text{ \AA}^{-1}$ ab.

Durch einen Spin-Flipper hinter dem Polarisator kann die Polarisation der Neutronen des einfallenden Strahls umgedreht werden. Dieser Spin-Flipper erzeugt durch eine Spule ein konstantes Magnetfeld senkrecht zur Polarisations- und Strahlrichtung, sodass die Neutronenspins eine Larmor-Präzession um π durchführen. Vor dem ³He-Analysator befindet sich ein Radiofrequenz-Spin-Flipper, der die Richtung des Neutronenspins ebenfalls um π dreht. Dieser Aufbau ermöglicht die Messung mit polarisierten Neutronen und voller Polarisationsanalyse. In einer evakuierten Kammer befindet sich ein 250x500 mm großer Flächendetektor, welcher das simultane Messen der spekulären Reflektivität und diffusen Streuung ermöglicht.

Kapitel 4

Probenherstellung und Prozessoptimierung

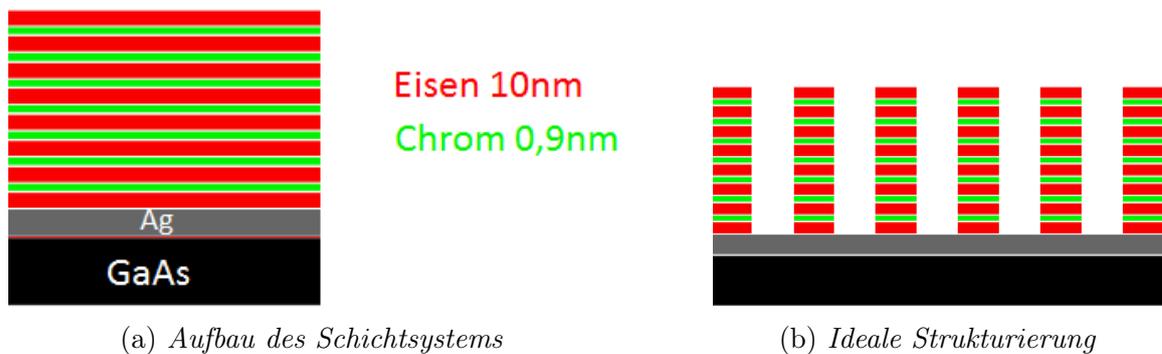


Abbildung 4.1: Schematischer Aufbau des zu untersuchenden Fe/Cr-Vielfachschichtsystems.

Das untersuchte System besteht aus einem Galiumarsenid (GaAs) Substrat mit (001) Oberfläche, auf der eine Fe-Keim Schicht mit einem Ag-Puffer gewachsen wurde. Auf diesem wurden sieben Doppellagen Fe/Cr gewachsen, die von einer weiteren Fe-Schicht abgeschlossen werden (Abb. 4.1a). Durch die Chromzwischen-schicht sind die Eisenschichten antiferromagnetisch gekoppelt. Nachdem das Vielfachschichtsystem gewachsen wurde, wurde es durch eine Kombination aus der Nanoimprint-Lithographie und einem Ionenstrahlprozess lateral strukturiert. Ein idealisiertes Ergebnis der gewünschten Form der Strukturierung ist in Abbildung 4.1b zu sehen. In diesem Kapitel wird sowohl die Herstellung der Schichten und die Strukturierung, als auch die Entwicklung und Optimierung der nötigen Prozessschritte beschrieben.

4.1 Schichtwachstum

Die Eisen und Chromschichten des Vielfachschichtsystems wurden mittels Molekularstrahlepitaxie gewachsen. Um ein optimales und kristallines Schichtwachstum zu erreichen

wurden einige Vorarbeiten durchgeführt. So wurden die Schwingquarze neu kalibriert um sicher zu stellen, dass die angezeigten Aufdampfraten den realen Raten entsprechen. Die Schichtdicke der Chromzwischen-schichten wurden so angepasst, dass eine möglichst große antiferromagnetische Kopplung zwischen den Eisenschichten entsteht. Die Substratvorbereitung war ein besonders wichtiger Schritt zu einem guten und kristallinen Schichtwachstum.

4.1.1 Substratvorbereitung

Galiumarsenid eignet sich gut als Substrat, da die Wachstumseigenschaften von Metallen auf diesen Wafern sehr gut bekannt sind [29, 30]. Die zwei Zoll GaAs-Wafer wurden mittels eines Diamantritzers in die gewünschten Richtungen angeritzt und anschließend durch schwachen Druck auf den Wafer gebrochen. Für das erste Streuexperiment wurden 10x10 mm große Substrate in [110]-Richtung gebrochen. Auf diese Weise liegen die magnetisch leichten Richtungen der Eisenschichten, die aufgewachsen werden, entlang der Waferkanten. So ist die Orientierung der Streifen entlang der magnetischen leichten Achsen bei der Strukturierung gut zu realisieren. Die Wafer für die zweite Messzeit wurden in [100]-Richtung gebrochen und die Substratgröße wurde auf 12x12 mm erhöht, um eine größere Intensität bei der Neutronenstreuung zu erzielen. In diesem Fall liegen die magnetisch leichten Achsen der Eisenschichten in Richtung der Diagonalen der Substrate (45° verdreht zur Waferkante). Bevor die Substrate in die MBE-Anlage eingeschleust wurden, mussten sie gereinigt werden, um ein gutes und kristallines Wachstum zu gewährleisten. Dazu wurden sie 15 min. mit Aceton in einem Ultraschallbad behandelt. Anschließend wurde das Aceton mit 2-Propanol abgespült, welches mit Stickstoff abgeblasen wurde. So wurden alle makroskopischen Verunreinigungen vom Substrat entfernt. Die vorbereiteten Wafer wurden dann über die Schleuse der MBE in die Hauptkammer eingeschleust. Es ist zu erwähnen, dass es sich bei den im Folgenden angegebenen Temperaturen nicht um absolute Werte handelt. Da das Thermoelement auf der Rückseite des Probenhalters befestigt ist, gibt es einen unbekanntem Offset der Temperatur um ca. 80°. Daher werden die Temperaturen nicht in °C sondern in a.u. angegeben. Die Temperaturen der Anlage sind jedoch reproduzierbar. Um ein epitaktisches Wachstum der Schichten zu ermöglichen, wurden die eingeschleusten GaAs-Substrate bei 550° a.u. für 120 min. geheizt. Durch das sogenannte Tempern werden mikroskopische Verunreinigungen auf der Oberfläche des Substrates (Adatome), im Besonderen Oxide, entfernt. Nach diesem Schritt wurde das Substrat weitere 15 min. auf 690° a.u bzw. 675° a.u. erhitzt, wodurch die Oberflächenatome genügend Energie bekommen, um sich auf energetisch optimalen Plätzen im Gitter zu positionieren, sodass eine möglichst gute kristalline Struktur entsteht. Die Qualität der kristallinen Struktur wurde mittels LEED überprüft. Die Oberfläche hat eine gute kristalline Struktur, wenn das LEED-Bild scharfe Reflexe und Rekonstruktionen zeigt. Die optimale Temperatur für diesen Temperprozess wurde in einer Testreihe bestimmt. In dieser Testreihe wurde der Wafer zuerst getempert und danach wurde die Kristallstruktur per LEED überprüft. Die Temperatur wurde so lange erhöht, bis sich keine Verbesserung des LEED-Bildes mehr zeigte.

Ein typisches LEED-Bild einer guten kristallinen Struktur eines GaAs-Substrats ist in Abbildung 4.2 zu sehen. Das Substrat wurde für die Proben der ersten Messzeit bei

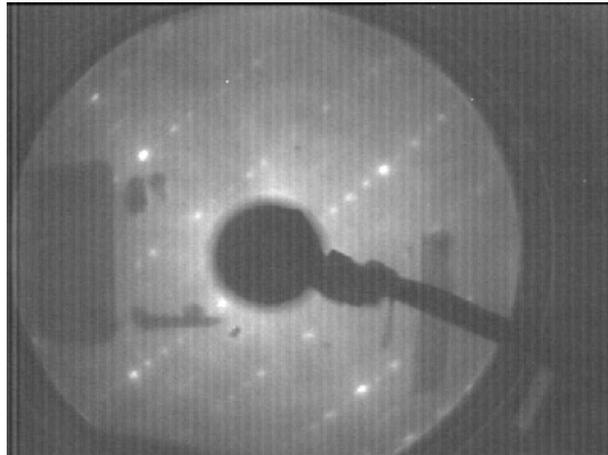


Abbildung 4.2: LEED-Bild eines GaAs-Substrats nach dem Tempern (LEED-Energie 127eV). Es sind scharfe Reflexe der $c(8 \times 2)$ -Überstruktur zu erkennen. Die Schatten auf dem LEED-Bild kommen von bedampften Stellen des LEED-Schirms.

einer Temperatur von 690° a.u. getempert. Für die Proben der zweiten Messzeit lag die Temperatur des Temperprozesses bei 675° a.u. Die nötige Temperatur ist abhängig vom Wafer und musste daher für Substrate, die aus einem neuen Wafer gebrochen wurden, neu bestimmt werden.

4.1.2 Kalibration der „tooling“ Faktoren

Der „tooling“ Faktor ist ein geometrischer Faktor, der abhängig von dem Ort des Schwingquarzes und der Entfernung zur Probe ist. Es wurden Testproben mit einer 100 nm dicken Eisen- bzw. Chromschicht gewachsen. Anschließend wurde die Dicke der gewachsenen Schicht mittels Röntgenreflektometrie gemessen. In der Abbildung 4.3 ist eine Beispielmessung in Form der roten Kurve zu sehen. Die grüne Kurve zeigt die Anpassung an die Reflektivität. Die Intensität der spekulären Reflektivität ist logarithmisch gegen den Betrag des Streuvektors Q aufgetragen. Man kann sehen, dass die Schichtdicke der Simulation gut mit den gemessenen Daten übereinstimmt, da die Position der Peaks in Q -Richtung gut durch die Anpassung wiedergegeben werden. Auf die Anpassung der Rauigkeiten wurde in dieser Simulation verzichtet, da es lediglich auf die Schichtdicke ankam, wodurch sich die Abweichung der Intensität erklärt.

Die neuen „tooling“ Faktoren t wurden über folgende Formel berechnet:

$$t_{neu} = t_{alt} \cdot \frac{D_{gemessen}}{D_{Quarz}}. \quad (4.1)$$

Sie ergeben sich zu:

	Eisen	Chrom
tooling Faktor	100%	98%

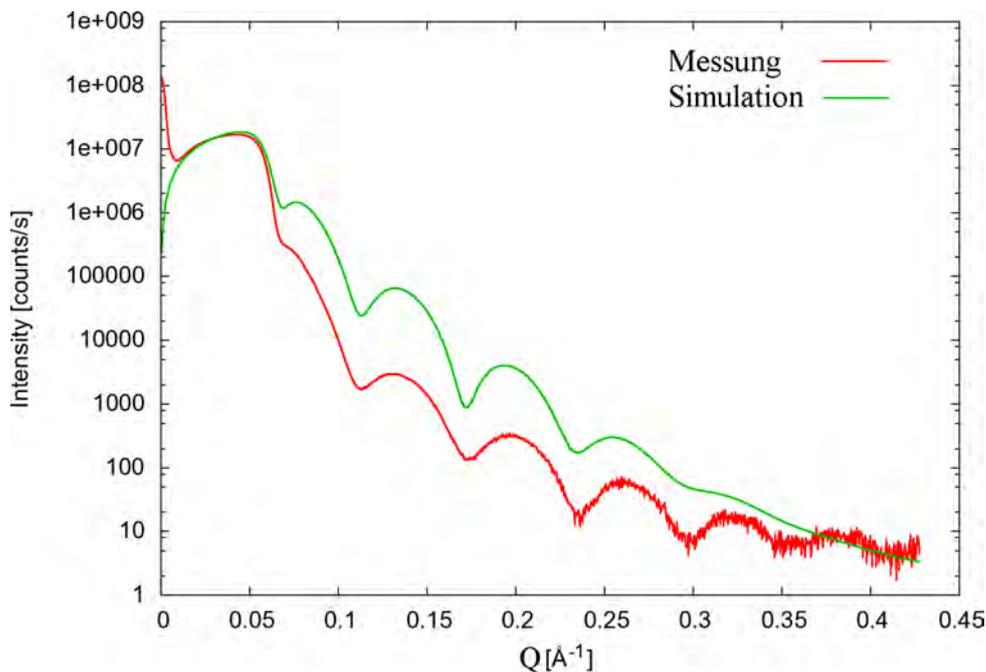
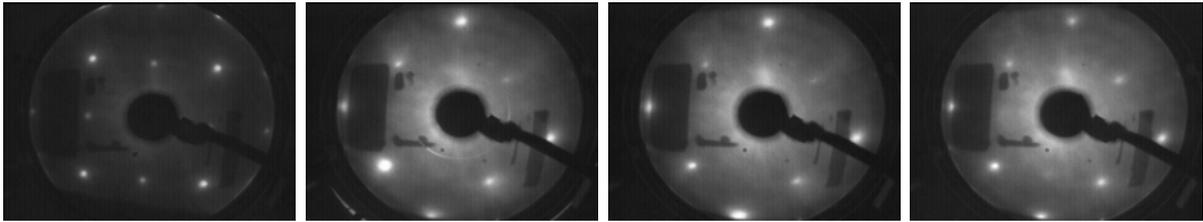


Abbildung 4.3: Reflektometriemessung einer einzelnen Chromschicht zur Schichtdickenbestimmung.

4.1.3 Epitaktisches Wachstum

Durch die Vorarbeiten wurden optimale Bedingungen für eine gute Probenherstellung geschaffen. Die gute Substratvorbereitung ist besonders wichtig, da nur so ein epitaktisches Wachstum der Schichten möglich ist. Das Schichtsystem wurde nach einem standardisierten Verfahren aufgewachsen [29, 30]. Dabei wurde auf das GaAs-Substrat ein 5 Å dünner Eisenkeim aufgewachsen. Dieser stellt sicher, dass der folgende Silber-Puffer in die (100)-Richtung wächst. Ohne diesen Eisenkeim würde das Silber sowohl in (100)- als auch in (111)-Richtung wachsen. Der Silber-Puffer dient zur Glättung der Rauigkeiten des GaAs-Substrates. Die Aufdampfrate betrug dabei $0.1 \frac{\text{Å}}{\text{s}}$ und die Proben temperatur 130° a.u. Auf den Eisenkeim wird der 1500 Å dicke Silber-Puffer mit einer Rate von $0.4 \frac{\text{Å}}{\text{s}}$ und einer Temperatur von 130° a.u. aufgedampft. Dieser wird für eine Stunde bei 270° a.u. getempert. Auf den Silber-Puffer wurde nun das eigentliche Schichtsystem gewachsen. Sowohl die Eisenschichten als auch die Chromschichten wurden bei Raumtemperatur mit einer Aufdampf rate von $0.2 \frac{\text{Å}}{\text{s}}$ aufgedampft. Hier wurde auf das Heizen der Probe verzichtet, um eine Interdiffusion von Chrom und Eisen zu verhindern. Nach jeder gewachsenen Schicht wurde die Qualität der Schicht mittels LEED überprüft. Eine Reihe LEED-Bilder einiger Schichten ist in Abbildung 4.4 zu sehen. Es ist zu erkennen, dass die Schichten scharfe Reflexe zeigen und somit kristallin gewachsen sind. Es wurden acht 100 Å dicke Eisenschichten aufgedampft, die jeweils mit einer 9 Å dicken Chromzwischen schicht getrennt sind.



(a) *Ag-Puffer* (b) *erste Fe-Schicht* (c) *erste Cr-Schicht* (d) *letzte Fe-Schicht*

Abbildung 4.4: *LEED-Bilder zur Kontrolle des kristallinen Wachstums.*

4.1.4 Bestimmung der optimalen Chromschichtdicke

In Kapitel 2.1.2 wurde die Abhängigkeit der antiferromagnetischen Kopplung von der Chromzwischen-schichtdicke angesprochen. Um eine möglichst große Kopplung zwischen den Eisenschichten zu erhalten wurden Fe/Cr/Fe-Testproben hergestellt, bei denen die Chromschichtdicke 9, 10 bzw. 11 Å betrug. Es wurden Magnetisierungskurven mit dem MPMS gemessen, um das Verhalten der Zwischenschichtaustauschkopplung in Bezug auf die Schichtdicke zu untersuchen. In Abbildung 4.5 sind die Messungen der Proben mit verschiedenen Chromschichtdicken zu sehen.

Die Magnetisierungskurven zeigen das typische antiferromagnetische Verhalten und vier Spin-Flop Übergänge auf Grund der vierfachen Kristallanisotropie. In Sättigung liegen die magnetischen Momente beider Schichten in Richtung des externen Magnetfeldes, welches entlang einer magnetisch leichten Achse angelegt wurde. Wird das Magnetfeld verringert, gibt es auf Grund der antiferromagnetischen Kopplung und der vierfachen Kristallanisotropie einen Spin-Flop Übergang, bei dem sich die Momente einer Schicht um 90° zur anderen Schicht orientieren und dort ebenfalls in Richtung einer magnetisch leichten Achse liegen. Wird das Magnetfeld weiter verringert, gibt es einen zweiten Spin-Flop Übergang, an dem Punkt, an dem die Stärke der antiferromagnetischen Kopplung ausreicht, um die Zeemann Energie durch das externe Feld zu überwinden. Die magnetischen Momente der beiden Schichten sind nun um 180° zueinander ausgerichtet. Zwischen den Spin-Flop Übergängen zeigen alle Magnetisierungskurven das typische antiferromagnetische Verhalten für gekoppelte Fe/Cr/Fe-Schichten, wie es auch in Abb. 2.2 im Theorieteil beschrieben ist. Die Messung der Probe mit der 9 Å Chromschicht (Abb. 4.5c) verläuft nicht durch den Nullpunkt. Hier heben sich die Momente nicht komplett auf, was durch unterschiedlich dicke Eisenschichten zu erklären ist. Der unerwartete Knick der Magnetisierungskurve am Nulldurchgang in Abb. 4.5b kommt durch eine zu niedrige Messpunktdichte zustande. Die Verbindung der Punkte erweckt dort einen falschen Eindruck.

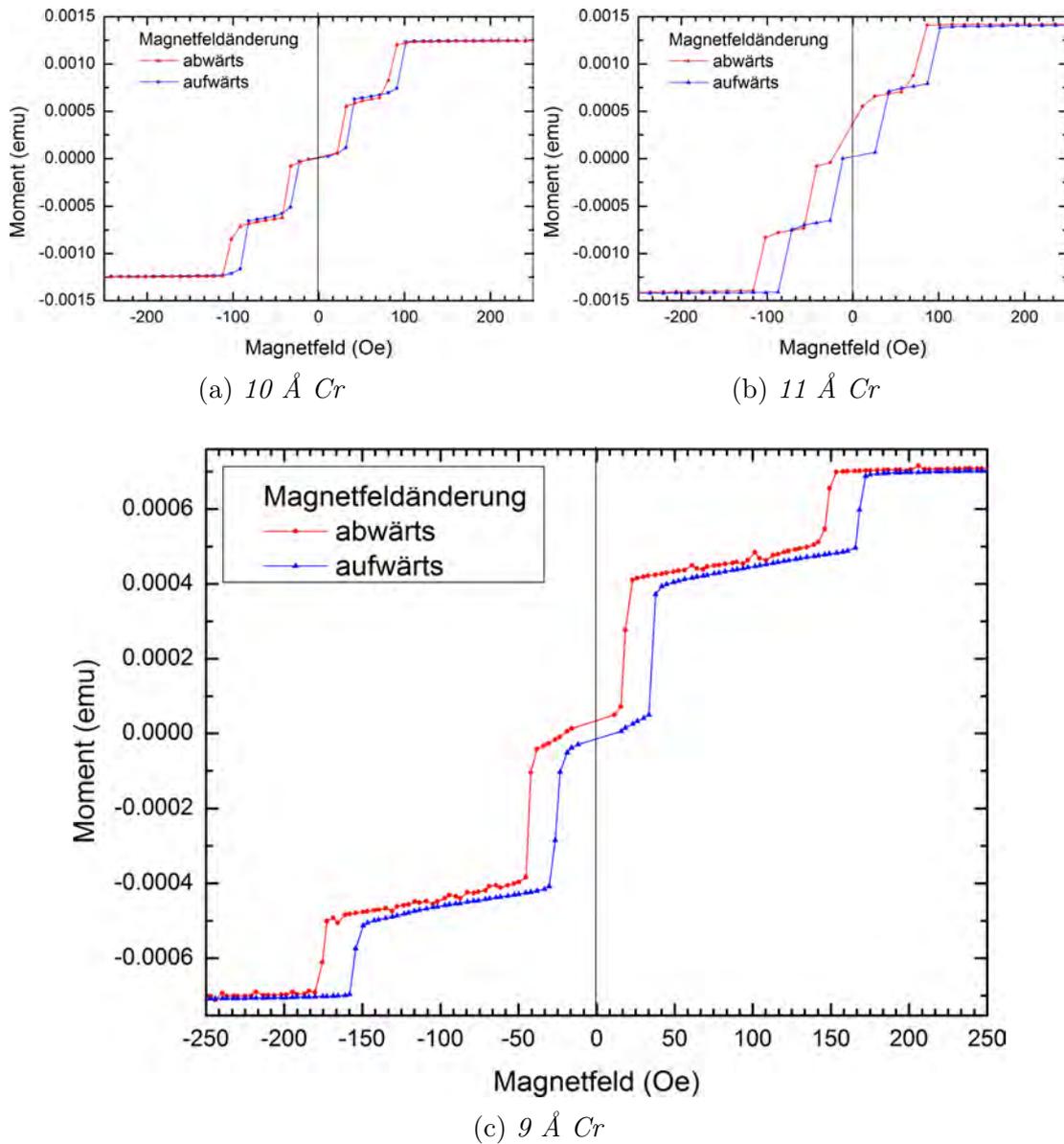


Abbildung 4.5: Magnetisierungskurven bei verschiedenen Chromzwischenichtdicken.

An der Stärke des externen Feldes, die nötig für den Spin-Flop-Übergang ist, ist gut zu erkennen, dass bei der Messung der Testprobe mit einer Zwischenschichtdicke von 9 \AA die antiferromagnetische Kopplung am größten ist. Auf Grund dieser Ergebnisse wurden alle folgenden Proben mit einer Chromschichtdicke von 9 \AA hergestellt.

4.2 Strukturierung der Proben

Die hergestellten Proben wurden im nächsten Schritt lateral strukturiert. Dazu wurde eine Kombination aus der Nanoimprint-Lithographie und einem Ionenstrahlätzprozess verwendet. Es wurden Proben für zwei Messzeiten strukturiert, die sich in der Orientierung der Streifenstruktur zur Kristallanisotropie unterscheiden.

4.2.1 UV-Nanoimprint

In Kapitel 3.1.2 wurde das Prinzip des Nanoimprints beschrieben. Für den Imprint muss die Probe mit einem speziellen Imprintlack belackt werden. Die Strukturen wurden mit einem weichen Stempel, dem sogenannten Soft Mold, in den Lack übertragen. Dieser wurde durch einen thermischen Imprint hergestellt. Die Prozessschritte und deren Optimierungen werden im folgenden Abschnitt beschrieben.

4.2.1.1 Mold Herstellung

Um die gekauften Quarzmaster, in den die Strukturen aufwendig mittels Elektronenstrahl-lithographie geschrieben wurden, zu schonen, wurde der Nanoimprint mit einem Soft Mold durchgeführt. Dieser Soft Mold ist ein Negativabdruck des Quarzmasters und wird mittels einer Folie aus Fluon ETFE (Asahi Glass Company) hergestellt. In der Arbeit von Sandra Gilles et al. [31] wurde gezeigt, dass sich diese Folie aus Ethylen Tetrafluoroethylen auf Grund ihrer guten anti-Adhäsions Eigenschaften sehr gut für diesen Prozess eignet. Des Weiteren ist die Folie preiswert und der Soft Mold kann nach Gilles et al. mehrfach verwendet werden.

Die Herstellung des Soft Molds erfolgte nach einem standartisierten Verfahren [31]. Das Prinzip des Herstellungsprozesses ist in Kapitel 3.1.2 beschrieben und in Abb. 4.6 schematisch gezeigt.

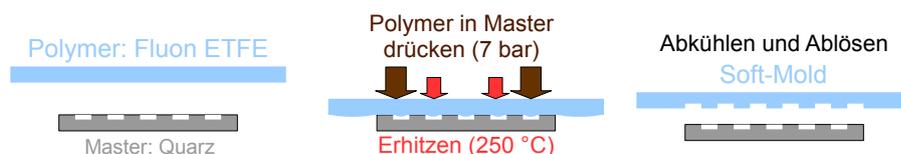


Abbildung 4.6: Schematische Darstellung des Herstellungsprozesses des Soft Molds [20].

Der Master und ein silanisierter Dummy-Wafer wurden zuerst für 5 min. mit Aceton gereinigt. Anschließend wurden sie in einem Isopropanolbad für weitere 5 min. gereinigt und mit N_2 abgeblasen. Die Fluonfolie wurde auf die passende Größe zurecht geschnitten und nur in Isopropanol gereinigt, da Aceton die Folie angreifen würde. Die Strukturen wurden von dem Master auf den Soft Mold mittels eines thermischen Imprints übertragen. Dieser Prozess wurde mit dem Nanoimprinter nx2000 der Firma Nanonex durchgeführt. Der Master wurde mit einem Druck von 7 bar bei $250^\circ C$ für 5 min. in den Soft-Mold gepresst. Die Temperatur von $250^\circ C$ liegt oberhalb der Glasübergangstemperatur des

Polymers. Der silanisierte Dummy-Wafer dient dabei als feste Unterlage bei dem Imprint-Prozess. Nach dem thermischen Imprint-Prozess wurde der Master unter Einwirkung von Isopropanol mit großer Vorsicht von dem Soft Mold gelöst. Nachdem alle Bestandteile noch einmal gründlich gereinigt wurden, konnten sie für die weiteren Prozessschritte verwendet werden.

4.2.1.2 Probenbelackung

Bevor der eigentliche Nanoimprint der Strukturen gemacht werden kann, muss die Probe belackt werden. Dafür wurde der UV-Lack MR-Cur06 der Firma Mirco Resist verwendet. Die Parameter für den Belackungsschritt sind aus vorhergehenden Arbeiten und Herstellerangaben bekannt [20, 31], werden jedoch wie in diesem Kapitel beschrieben überprüft und weiter verbessert. Um bestmögliche Bedingungen für die Strukturierung der Proben zu erhalten, wurden verschiedene Einflüsse auf die Belackung der Proben untersucht. Die Schichtdicke des aufgetragenen Lacks wurde mittels eines Ellipsometers gemessen. Außerdem wurde die Homogenität der Lackschicht begutachtet. Bei den durchgeführten Testreihen wurden die Umdrehungsgeschwindigkeit und die Vorbeschleunigung des Spin-Coaters variiert. Des Weiteren wurde der Unterschied bei Verwendung eines Haftvermittlers (Ti-Prime, MicroChemicals) und bei Gebrauch eines besonderen Aufsatzes für kleine Proben getestet. Der Aufsatz soll eine erhöhte Lösungsmittelathmosphäre schaffen, damit der Lack länger flüssig bleibt und so die Homogenität der Lackschicht gesteigert wird.

Einfluss der Umdrehungsgeschwindigkeit: In der ersten Testreihe wurde der Einfluss der Umdrehungsgeschwindigkeit des Spin-coaters auf die Lackschichtdicke und Homogenität bei sonst konstanten Parametern untersucht. Die Vorbeschleunigung der Rotation bei der Lackverteilung betrug 500 rpm für 5 sek. Solch eine Vorbeschleunigung wird oft verwendet, um den Lack erst einmal auf der Probe zu verteilen. Die Lackdicke wird danach durch die Drehzahl beim Aufschleudern bestimmt. Die mit dem Ellipsometer ermittelten Lackschichtdicken und die Qualität der Lackschicht sind in Tabelle 4.1 zu sehen. Je höher die Umdrehungsgeschwindigkeit ist, desto geringer wurde die Lackschichtdicke. Die Qualität der Lackschicht in der Mitte der Proben war in allen Fällen gut. An den Rändern der Probe türmte sich der Lack jedoch auf. Dieser Effekt trat verstärkt bei kleineren Rotationsgeschwindigkeiten auf. Vergleicht man die gemessenen Lackschichtdicken mit den Herstellerangaben von mirco resist technology (Abb. 4.7) kann man erkennen, dass die gemessenen Lackdicken größer waren als die Angaben aus dem Datenblatt. Bei den Umdrehungsgeschwindigkeiten von 4000 rpm und 5000 rpm beträgt die Abweichung ca. 40 nm, also 16 % bzw. 20 %. Die Unterschiede in den Lackdicken könnten durch die unübliche Größe der Proben von 10x10 mm zu erklären sein, bei diesen „kleinen“ Proben ist der Einfluss der Probenkanten sehr groß.

mr-UVCur06 [rpm]	Lackdicke	Qualität
6000	155	mittlere Randeffekte
5000	200	große Randeffekte
4000	242	große Randeffekte

Tabelle 4.1: *Einfluss der Umdrehungsgeschwindigkeit auf die Dicke und Qualität der Lackschicht.*

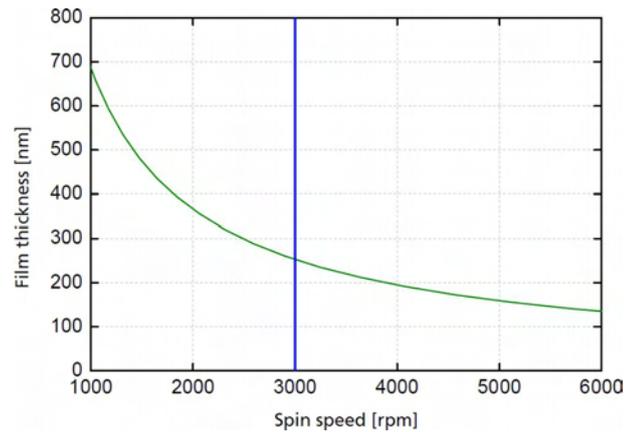


Abbildung 4.7: *Verlauf der Lackschichtdicke nach dem Belacken der Probe nach Herstellerangaben [32].*

Einfluss der Vorbeschleunigung: Eine Belackung bei einer Rotationsgeschwindigkeit von 6000 rpm ohne eine Vorbeschleunigung ergab eine leicht verringerte Lackschichtdicke von 148 nm, im Gegensatz zu der Belackung mit einer Vorbeschleunigung. Die Randeffekte waren ohne diese Vorbeschleunigung jedoch erheblich geringer und die Lackschicht insgesamt homogener.

Einfluss des Haftvermittlers: Die Untersuchung des Einflusses des Haftvermittlers auf die Lackdicke und Homogenität des Lackes ergab, dass der Haftvermittler keinen Einfluss auf die Lackschichtdicke hat (Tab. 4.2). Die Homogenität der Lackschicht war bei Verwendung des Haftvermittlers jedoch besser.

Ti-Prime	mr-UVCur06 [rpm]	Lackdicke
-	6000	158.27
X	6000	159.52
-	5000	189.86
X	5000	191.02

Tabelle 4.2: *Einfluss des Haftvermittlers auf die Lackschichtdicke.*

Einfluss des Aufsatzes und runder Wafer: Der Aufsatz für kleine Proben hatte keinen nennenswerten Einfluss auf die Homogenität und die Lackdicke und wurde deshalb nicht weiter verwendet. Der Versuch runde GaAs-Wafer mit einem Durchmesser von 12,5 mm zu belackern, um den Einfluss der Probenränder zu minimieren, ergab keine Verbesserung der Homogenität der Lackschicht. Daher wurden auch diese nicht weiter verwendet.

Da die Grabtiefe der Stempel für den Imprintprozess ca. 200 nm beträgt und man davon ausgehen kann, dass ungefähr die Hälfte des Lacks während des Imprints durch die Strukturen verdrängt wird, ist die Lackdicke von ca. 160 nm beim Aufschleudern mit 6000 rpm mehr als ausreichend dick für den Imprint. Die Lackschicht wies bei dieser Rotationsgeschwindigkeit außerdem die homogenste Oberfläche auf. Durch folgende Prozessschritte wurde ein möglichst gutes Ergebnis für die Probenbelackung erzielt:

- **Reinigung:** Vor dem Belackern wurden die Proben für 5 Minuten mit Aceton in einem Ultraschallbad gereinigt. Der gleiche Prozess wurde mit Isopropanol wiederholt, um das Aceton, welches beim Verdunsten einen dünnen Film zurück lässt, zu entfernen. Danach wurden die Proben zur Desorption von H₂O auf einer sogenannten „Hot-plate“ (Heizplatte) bei 120° C getrocknet.
- **Haftvermittler:** Im nächsten Schritt wurde der Haftvermittler TI-Prime per Spin-coating aufgetragen. Der Haftvermittler wurde nach dem Auftragen mit einer Umdrehungsgeschwindigkeit von 3000 rpm über 60 sek. ohne eine Vorbeschleunigung auf der Probe verteilt. Nach dem Spin-coaten wurde der verteilte Haftvermittler vernetzt, indem die Probe für zwei Minuten auf der 120° heißen Heizplatte ausgeheizt wurde.
- **Lackverteilung:** Nachdem der Haftvermittler vernetzt wurde, wurde der UV-Lack mittels des Spin-coaters auf der Probe verteilt. Dies geschah bei einer Umdrehungsgeschwindigkeit von 6000 rpm ohne die Vorbeschleunigung von 500 rpm. Nach der Lackverteilung wurde die Probe für 30 sek. auf einer 100°C warmen Heizplatte geheizt, um die Qualität der Lackschicht zu verbessern und eine gute Aushärtung des Lacks durch die später folgende Belichtung zu gewährleisten.

4.2.2 Imprint und Resultat

Die Strukturen können nun in die belackten Proben übertragen werden. Dies geschieht nach einem von Elisabeth Josten [20] erarbeiteten Verfahren, welches in Kapitel 3.1.2 erklärt ist. Die Parameter des UV-Imprint Verfahrens wurden optimiert, um eine bessere Reproduzierbarkeit und eine homogenere Strukturierung zu erzielen.

Die belackten Proben und der Soft Mold wurden in den Nanoimprinter eingebaut. Für die Proben deren Streifenstrukturen einen Winkel von 0° und 45° zu der Kristallanisotropie orientiert werden sollten, wurden die Waferkanten der Probe parallel zu den Kanten des Molds ausgerichtet. Die Verdrehung des Winkels wurde hier durch die veränderte Kantenrichtung des Substrats realisiert. Diese Proben werden in Zukunft durch „0°-Probe“ und „45°-Probe“ bezeichnet. Dabei bezieht sich der angegebene Winkel auf den Winkel zwischen den lateralen Strukturen und der Kristallanisotropie. Die Orientierung des

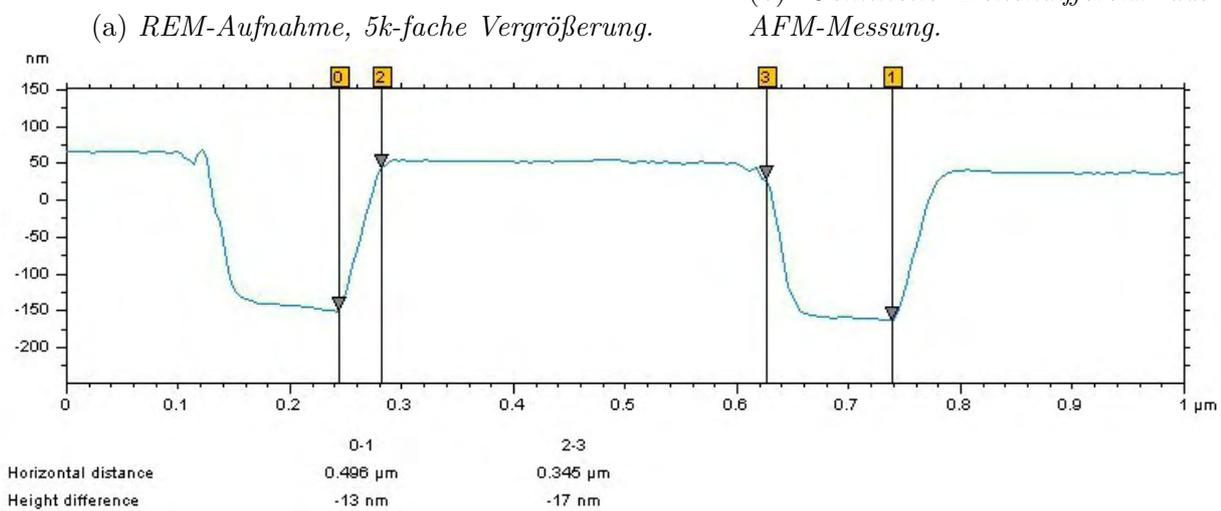
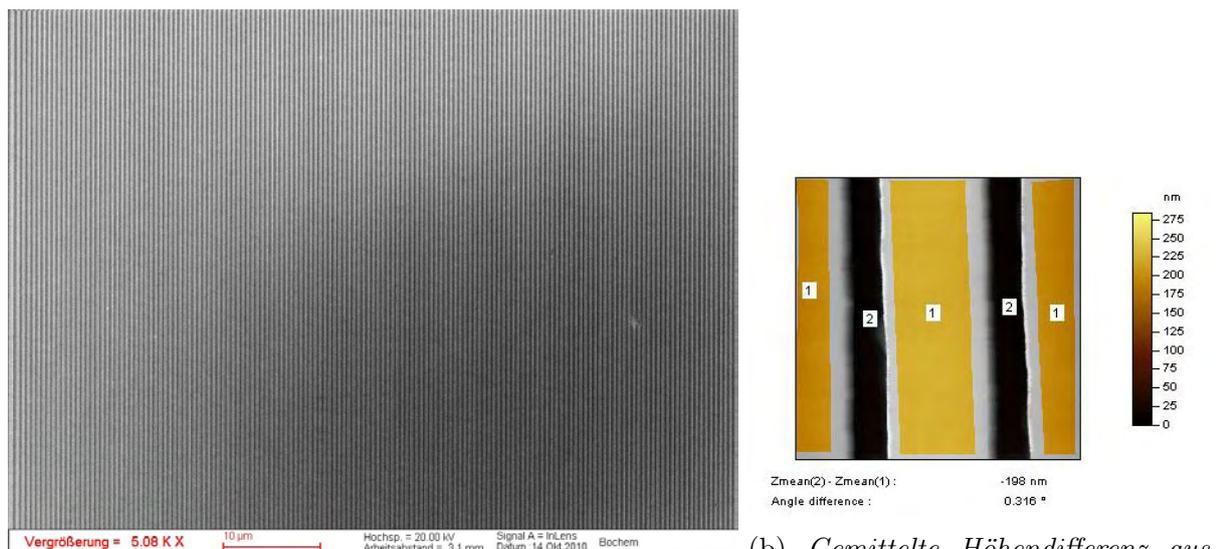
	Abpumpen	Pre-Imprint	Imprint
Zeit [min]	2	-	6
Druck [bar]	n.a.	2	7
Temperatur [°C]	-	20	20
UV-Belichtungszeit [min]	-	-	4

Tabelle 4.3: Parameter des Imprint-Prozesses.

Soft Molds bei der „30°-Probe“ wurde so gut wie möglich per Augenmaß vorgenommen. Der genaue Winkel zwischen der lateralen Struktur und der Kristallanisotropie wurde im Streuexperiment gemessen. Die Prozessparameter für den Imprint sind in Tabelle 4.3 zusammengefasst. Die Prozesskammer des Imprinters wurde nach dem Einbau der Probe und dem Soft Mold über 2 min. evakuiert. So wurde sicher gestellt, dass sich keine Luft zwischen der belackten Probe und dem Soft Mold befand und die Strukturen so in den UV-Lack übertragen werden konnten. Der Nanoimprinter verfügt über keine Messeinheit für diesen Druckbereich, sodass nur die Prozesszeit des Evakuierens veränderbar war. Nach Ablauf der Evakuierungszeit wurde der für den Imprint gewünschte Druck und die Temperatur in zwei Stufen eingestellt. In der ersten Stufe wurde der Druck auf 2 bar erhöht. Die Temperatur blieb auf der Einstellung von 20° C bei Raumtemperatur. Nachdem sich diese Werte stabilisiert haben wurde der Druck und die Temperatur auf den nötigen Prozessdruck von 7 bar bei Raumtemperatur erhöht. Die Zeit zur Stabilisierung dieser Werte betrug 2 min. Nach der Stabilisierung sind die Strukturen in den Lack übertragen und wurden durch eine UV-Belichtung über 4 min. vernetzt. Diese Belichtungszeit war ausreichend, um die vom Hersteller angegebene UV-Dosis von 700 mJ/cm^2 zu erreichen. Nach dem Imprint wurde die Prozesskammer belüftet und der Soft Mold konnte vorsichtig von der Probe getrennt werden.

Für den Nanoimprint standen vier verschiedene Strukturgrößen zur Verfügung. Dabei unterschieden sich diese in ihrer Periode von 250 nm, 500 nm, 700 nm und 1000 nm. Wie in dem AFM-Bild in Abbildung 4.8 zu sehen ist, gelang der Imprint mit der Strukturgröße von 500 nm sehr gut. Die Strukturen sind über eine große Fläche hin homogen und periodisch. Die Stege haben scharfe Kanten und eine sehr glatte Oberfläche. Die Gräben haben eine Tiefe von ca. 200 nm. Diese Höhendifferenz wurde wie in Abb. 4.8b durch die Differenz von gemittelten Bereichen der Stege und Gräben berechnet. Die Periode der Strukturen beträgt wie erwartet ca. 500 nm. Die Stegbreite ist mit ca. 345 nm etwas breiter als die erwarteten 300 nm. Die Grabenbreite liegt bei ca. 155 nm und wurde mit ca. 200 nm erwartet.

Im Gegensatz dazu gelingt der Imprint der Strukturen mit einer größeren Periode (700 nm, 1000 nm) nicht gut. In Abbildung 4.9 sieht man REM und AFM Aufnahmen von einer Strukturierung mit einem 700 nm Mold. Man kann erkennen, dass die Strukturen zwar in den Lack übertragen wurden, aber scheinbar beim Ablösen des Molds herausgerissen wurden, sodass die Strukturen weitestgehend zerstört sind. Die Periode von 700 nm konnte gut realisiert werden. Die Stege, die nicht herausgerissen wurden, haben ebenfalls gera-



(c) Höhenprofil samt Abstandsmessung. Der Abstand zwischen 0-1 und 2-3 wird gemessen.

Abbildung 4.8: Untersuchung der Probe nach dem Nanoimprint der Periode 500 nm.

de Kanten und die erwartete Periode. Der Versuch eines Imprints mit der Periode von 1000 nm ergab dieselben schlechten Resultate wie bei dem Nanoimprint mit der Periode von 700 nm.

Da die Strukturübertragung der Periode von 500 nm sehr gute Ergebnisse lieferte und die größeren Strukturen dagegen sehr inhomogen sind, wurde der Fokus in dieser Diplomarbeit auf die Strukturierung mit der Periode von 500 nm gelegt. Es hat sich herausgestellt, dass die hergestellten Soft Molds nicht, wie in der Arbeit von S. Gilles beschrieben, mehrfach verwendbar sind. Die Qualität nimmt beim zweiten Imprint mit demselben Mold bereits stark ab, was sich durch viele Fehlstellen und unsauberer Strukturen im Imprint äußert. Des Weiteren entstehen durch den Druck beim Imprintprozess Knicke im Mold an den Stellen, an denen er an den Kanten der Probe anliegt. Aus diesen Gründen wurde jeder

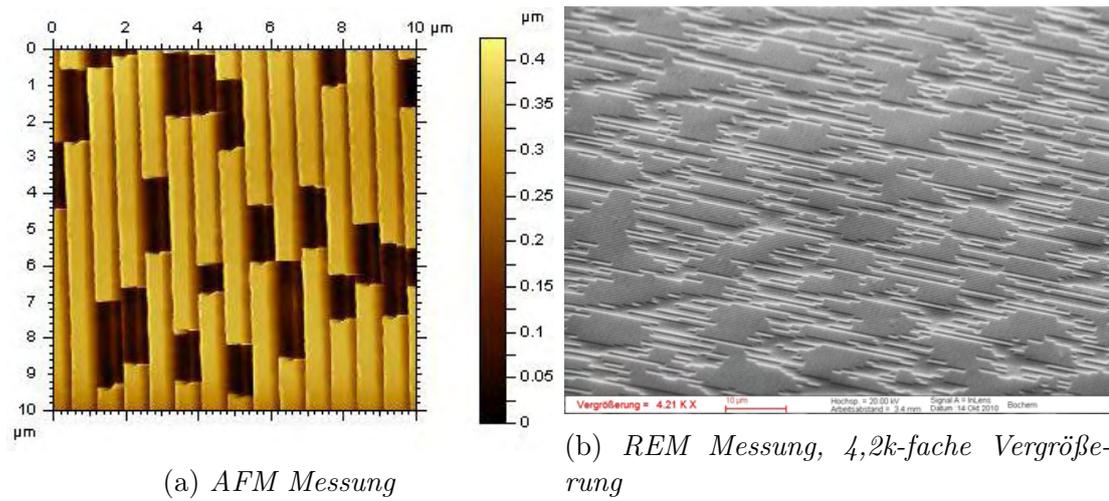


Abbildung 4.9: Untersuchung der Probe nach dem Nanoimprint der Periode 700 nm.

Soft Mold im Folgenden nur einmal verwendet.

4.3 Der Ätzprozess

Für die Übertragung der Strukturen in das Fe/Cr-Schichtsystem wurde ein neuer Prozessschritt entwickelt. Auf Grund der angestrebten Strukturen musste der Ätzprozess gerichtet sein. Hierzu wurde die in Kapitel 3.1.3 beschriebene RIBE-Anlage genutzt, die wegen des gerichteten Ionenstrahls einen anisotropen Ätzprozess bietet. Im ersten Schritt wurden Ätzraten bestimmt, die Grundlage der darauf folgenden Ätztestreihen zur Prozessentwicklung und Optimierung waren.

4.3.1 Ratenbestimmung

Um einen ersten Eindruck über den Ätzprozess zu erhalten, wurden Ätzraten für die verschiedenen Materialien und Ätzgase bestimmt. Dazu wurden Proben mit einer 100 nm dicken Eisen- oder Chromschicht epitaktisch gewachsen und einfache Silizium-Wafer mit dem Imprintlack beschichtet. Diese wurden an den Probenhalter der RIBE-Anlage befestigt. Die Hälfte der Probe wurde mit einem Blech abgedeckt, sodass dieser Teil vor dem Ätzprozess geschützt war. Nach einer Ätzzeit von einer Minute wurde die Probe ausgebaut und der Höhenunterschied zwischen der geätzten und der geschützten Seite mit einem Kontaktprofilometer vermessen. Mittels dieser Höhenunterschiede wurden die Ätzraten, deren Ergebnisse in Tabelle 4.4 zu sehen sind, bestimmt.

	Ar [$\frac{nm}{min}$]	CF ₄ [$\frac{nm}{min}$]
Eisen	8	X
Chrom	8	X
UV-Lack	26	39

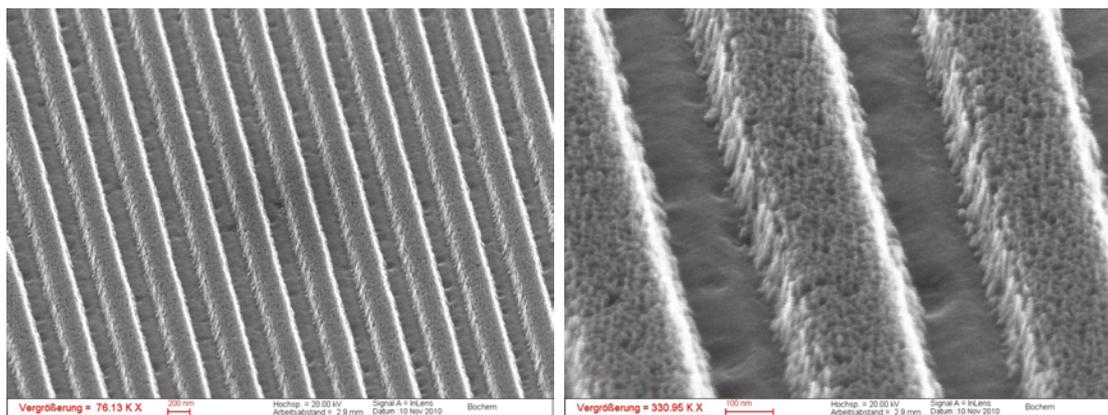
Tabelle 4.4: Ätzraten

Bei den ermittelten Ätzraten ist die hohe Rate des UV-Lacks auffällig. Durch diese hohe Ätzrate wäre ein Durchätzen aller Eisen- und Chromschichten nicht möglich, da der komplette Lack zu schnell abgetragen wäre und so seine Schutzfunktion für die Strukturen verlieren würde. Um dies weiter zu untersuchen wurden Ätztestreihen an Eisen/Chrom-Vielfachschichten durchgeführt.

4.3.2 Entwicklung des Ätzprozesses

Zur Entwicklung eines Rezepts zur Strukturierung der Proben wurden Ätztestreihen, basierend auf den zuvor bestimmten Ätzraten, durchgeführt. Der limitierende Faktor für die maximale Ätzzeit schien die Lackdicke zu sein, da die Argonätzrate für den UV-Lack unerwartet hoch war. Daher wurde die Ätzzeit für das Argonätzen im ersten Schritt so gewählt, dass der 200 nm dicke UV-Lack rechnerisch gerade eben nicht komplett verbraucht wurde. Die Ätzzeit betrug 6 min. und 30 sek. Der Einfallswinkel zwischen Argonionen und Probenflächennormalen betrug 0°. Nach dem Ätzprozess wurde die Probe im AFM und REM untersucht. Die REM-Aufnahme in Abb. 4.10a zeigen, dass die Streifenstrukturen

nach dem Ätzprozess über einen großen Bereich gut erhalten sind. Bei einer Vergrößerung um den Faktor 330000 (Abb. 4.10b) sind die einzelnen Streifen gut zu sehen. Auffällig dabei ist der Unterschied zwischen den Oberflächen der Streifen und Gräben, was auf unterschiedliche Materialien an den verschiedenen Oberflächen schließen lässt. In den Gräben besteht die Oberfläche aus Eisen oder Chrom, wobei die Stege noch mit dem Lithographielack bedeckt sind. Der Lack weist durch die Einschläge der Argonionen eine hohe kurzwellige Rauigkeit auf. Die Oberfläche der Gräben ist dagegen wesentlich glatter, weist jedoch eine langwellige Rauigkeit auf.



(a) 76k-fache Vergrößerung

(b) 330k-fache Vergrößerung

Abbildung 4.10: REM Aufnahmen nach dem 6,5 min. Argonätzprozess.

Der gemittelte Höhenunterschied (mittels AFM) zwischen den Stegen und Gräben betrug 134 nm (Abb. 4.11a) und wurde an mehreren Stellen der Probe überprüft. Das Höhenprofil in Abb. 4.11c zeigt, dass die Kanten der Streifen durch den Ätzprozess abgerundet wurden. Dies ist durch die fehlenden Nachbarn der Atome an den Kanten und somit mit einer geringeren Bindung dieser Atome zu erklären. Die Streifen wurden nicht 100%ig gerade in das Fe/Cr-Schichtsystem übertragen. Es bildeten sich vielmehr trapezförmige Streifenstrukturen. Das überraschendste Ergebnis der Messungen der geätzten Probe ist jedoch die unerwartet große Höhendifferenz zwischen den Streifen und Gräben der Struktur. Bei einer anfänglichen Höhendifferenz von ca. 200 nm nach dem Imprint, sollte der Höhenunterschied auf Grund der bestimmten Ätzraten wesentlich kleiner sein. Die erwartete Höhendifferenz würde bei einer Ätzzeit von 6 min. 30 sek. und den Ätzraten aus Tab. 4.4 bei ca. 80 nm liegen. Dies ließ vermuten, dass die bestimmten Ätzraten nicht stimmen.

Verlauf des Ätzprozesses

Auf Grund der unklaren Ätzraten der ersten Probeätzung war es von Interesse einen Einblick in den Verlauf der Höhendifferenz zwischen den Stegen und Gräben während des Ätzprozesses zu bekommen. Daher wurde eine Testreihe gestartet, in der die Probe in mehreren einminütigen Schritten geätzt wurde. Nach jedem Ätzschritt wurde die Höhendifferenz zwischen Steg und Graben durch eine AFM-Messung bestimmt. Es ergibt sich

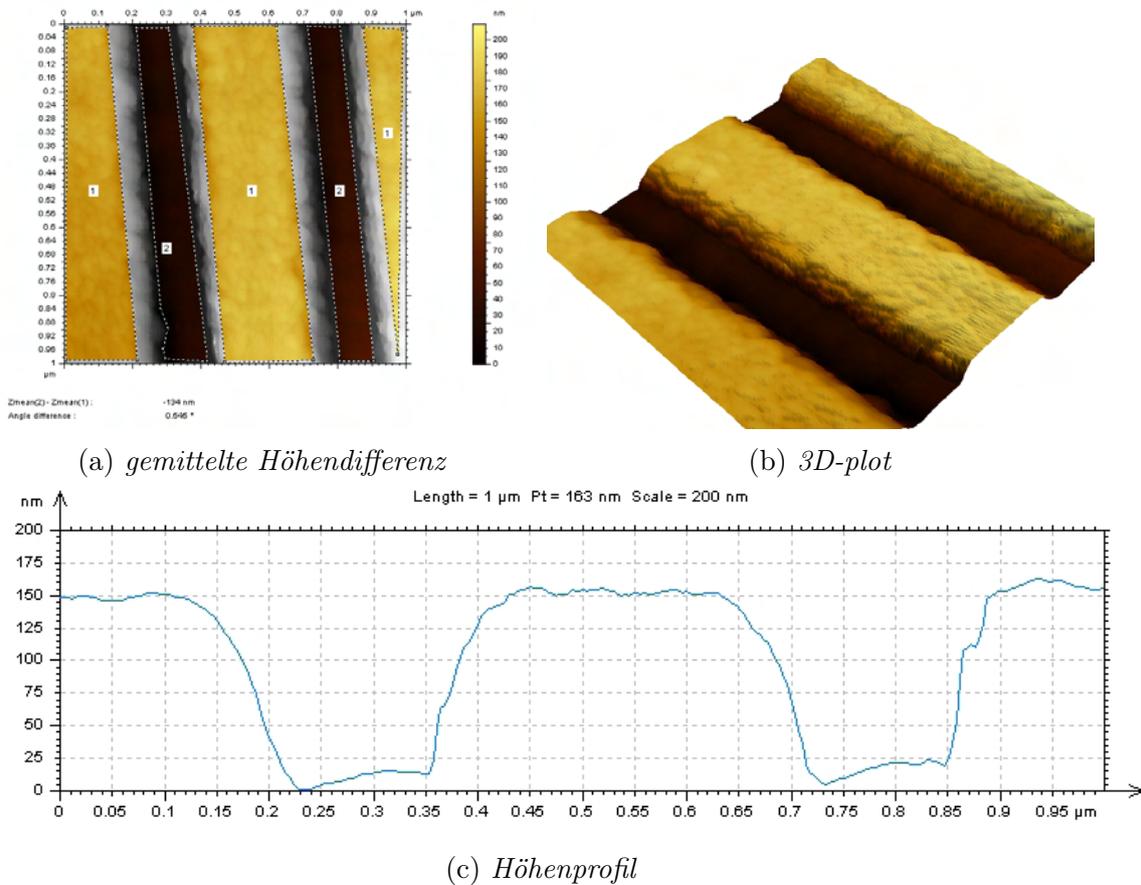


Abbildung 4.11: AFM Aufnahmen nach dem 6,5 min. Argonätzprozess.

ein theoretischer Verlauf der Höhendifferenz, welcher durch drei Geraden beschreibbar ist. Ein idealisierter Verlauf ist in Abb. 4.12 zu sehen. Bei der ersten Geraden bleibt die Höhendifferenz zwischen Steg und Graben konstant, da sich in den Gräben eine dünne Restlackschicht befindet, welche mit derselben Ätzrate wie der Lack auf den Stegen geätzt wird. Nachdem diese entfernt ist, wird die Höhendifferenz zwischen Steg und Graben idealerweise konstant kleiner, beschrieben durch die zweite Gerade. Diese Abnahme der Höhendifferenz kommt daher, dass die Stege, die mit UV-Lack bedeckt sind, eine höhere Ätzrate haben, als die Gräben die nicht mit dem UV-Lack bedeckt sind (siehe Tab. 4.4). Die Steigung dieser Geraden ist gleich der Differenz der Ätzraten $r_{Fe/Cr} - r_{Lack}$. Nachdem der komplette UV-Lack weggeätzt ist sollte die Höhendifferenz wieder konstant bleiben, da sowohl der Graben, als auch der Steg nun aus dem gleichen Material (Fe/Cr) bestehen und daher die Ätzraten gleich groß sind. Aus diesen drei Geraden und deren Schnittpunkten können nun die Ätzraten und die Dicke des Lackes in den Gräben berechnet werden.

Der Wert für die so bestimmte Lackätzrate wird aus der Höhendifferenz vor dem Ätzprozess und den Ätzzeiten an den Schnittpunkten der Gerade folgendermaßen berechnet:

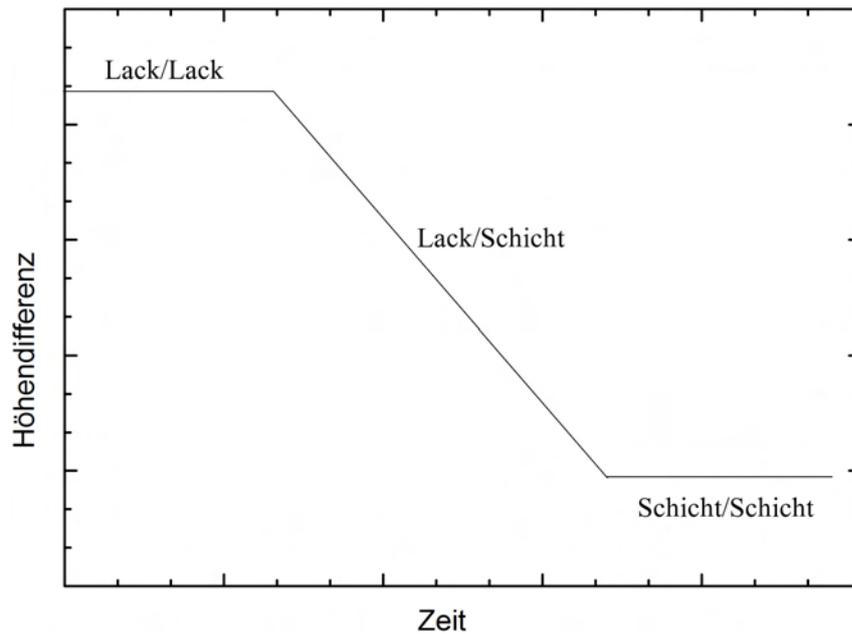


Abbildung 4.12: Verlauf der idealisierten Höhendifferenzen während des Ätzprozesses.

$$t_2 - t_1 = \frac{D}{r_{Lack}}. \quad (4.2)$$

Aus der nun bekannten Lackätzrate kann die Dicke des UV-Lacks in den Gräben zu

$$d_1 = t_1 \cdot r_{Lack} \quad (4.3)$$

berechnet werden.

Über die Steigung der zweiten Gerade kann dann die Ätzrate für Eisen und Chrom bestimmt werden, die in diesem Modell als gleich vorausgesetzt werden, was mit den bestimmten Ätzraten gut übereinstimmt.

$$m = -r_{Lack} + r_{Fe/Cr} \quad (4.4)$$

In Abbildung 4.13 ist der Verlauf der durchgeführten Ätzreihe, inklusive der Anpassung der drei Geraden, zu sehen. Nach den oben angegebenen Formeln ergeben sich folgende Werte für die Ätzraten und die Dicke der Restlackschicht in den Gräben (Tab. 4.5):

D	193 nm
d_1	5.13 nm
r_{Lack}	$25,66 \frac{nm}{min}$
$r_{Fe/Cr}$	$5,86 \frac{nm}{min}$

Tabelle 4.5: Werte aus dem Ätzverlauf

Die aus dem Ätzverlauf bestimmte Rate für den Argonätzprozess des Lacks bestätigen die in Tabelle 4.4 bestimmte Ätzrate. Die Raten für Eisen und Chrom fallen ein wenig

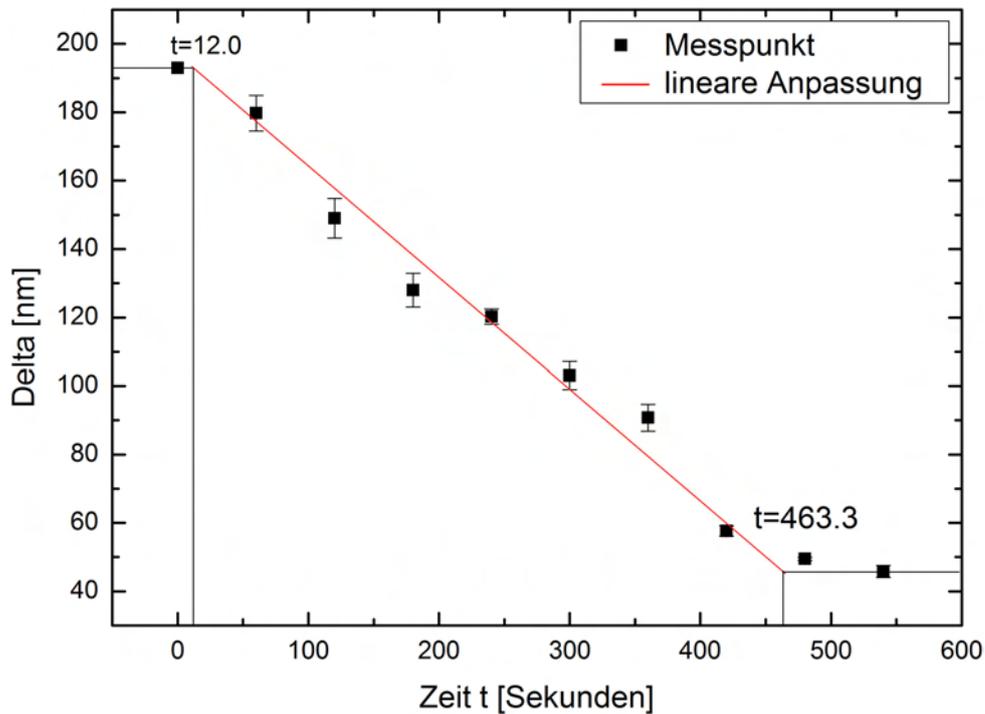


Abbildung 4.13: Verlauf der gemessenen Höhendifferenzen während des Ätzprozesses.

geringer aus als erwartet. Die Eisenschichten konnten durch das einminütige Ätzen nicht wie geplant bis zum Ag-Puffer durchgeätzt werden. Die erreichte Tiefe der Strukturen betrug lediglich 45,6 nm. Da die Höhendifferenz der Stege zu den Gräben in der 6,5 minütigen Ätzung mit diesen Ergebnissen nicht erklärt werden konnte, wurden weitere Ätztests durchgeführt.

Diese zeigten, dass die Argonätzrate des UV-Lacks abhängig von der Ätzzeit ist. Die Ätzrate scheint für längere Ätzzeiten kleiner zu werden. Es liegt die Vermutung nahe, dass sich der UV-Lack durch den Ionenbeschuss erwärmt und sich so seine Eigenschaften verändern. Es ließ sich jedoch keine endgültige Erklärung für das Verhalten des UV-Lacks finden. Da sich der UV-Lack so unberechenbar verhielt, wurde ein H_2 -Plasmaprozess zur Entfernung des Restlacks entwickelt, der in Kapitel 4.3.3 beschrieben wird. Nachdem der Restlack entfernt wurde, konnten die Proben noch einmal mittels AFM und REM untersucht werden und so ein Eindruck von den wirklichen Strukturen, die in das Fe/Cr-Schichtsystem geätzt wurden, gewonnen werden.

Bei kürzeren Ätzzeiten weisen die Proben Erhöhungen an den Stegrändern auf. Vermutlich handelt es sich dabei um sogenannte Redepositionen, die durch die Anlagerung der beim Ätzprozess herausgeschlagenen Eisen- und Chromatome entstehen. Diese Redepositionen sind jedoch in der Regel nur einige nm dick. Da die in Abb. 4.14 zu sehenden Erhöhungen jedoch wesentlich breiter sind, handelt es sich wahrscheinlich um eine Verbindung aus dem UV-Lack und den Redepositionen. Eine andere Vermutung ist, dass der UV-Lack an den Rändern durch diese Redepositionen vor dem H_2 -Plasma geschützt wird und durch

den H_2 -Plasma Prozessschritt nicht entfernt wird.

Minimierung von Redepositionen Um diese Erhöhungen zu minimieren wurden Ätztests durchgeführt, bei denen der Winkel der Argon Ionen zur Probenflächennormalen erhöht wurde. Dies sollte die aufbauenden Redepositionen wieder abbauen, da sich die Probe kontinuierlich dreht und die Stegwände so ebenfalls durch die Argon Ionen getroffen werden. Der Winkel wurde bei einer Ätzzeit von 8 min. auf 7° und 21° eingestellt.

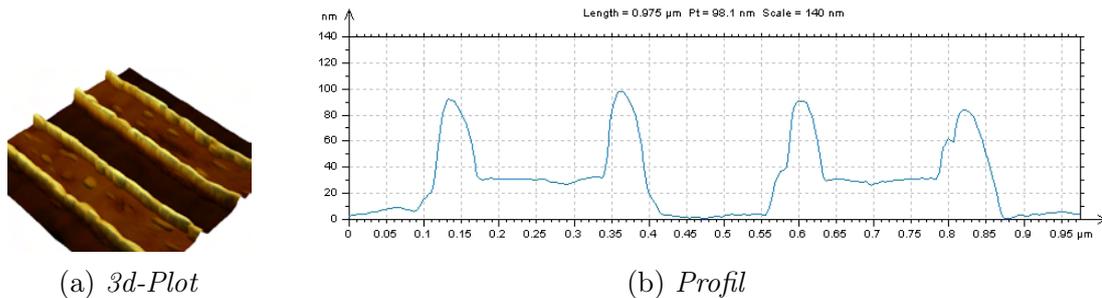


Abbildung 4.14: AFM-Aufnahmen der Strukturen, die unter einem Einfallswinkel von 7° geätzt wurden.

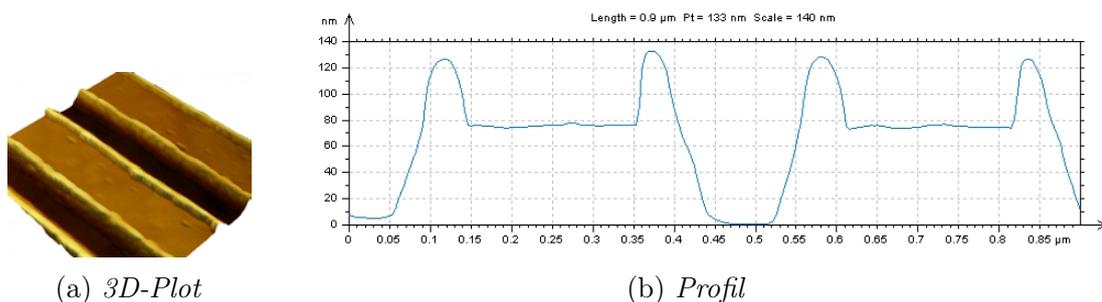


Abbildung 4.15: AFM-Aufnahmen der Strukturen, die unter einem Einfallswinkel von 21° geätzt wurden.

In den Abbildungen 4.14 und 4.15 sind die Ergebnisse dieser Tests nach Entfernung des Restlacks durch das H_2 -Plasma zu sehen. Die Steigerung des Ätzwinkels konnte den Aufbau der Redepositionen nicht verhindern. Im Vergleich der beiden Proben sind die Erhöhungen der Stege bei der Probe, welche unter dem Winkel von 21° geätzt wurde, mit ca. 50 nm etwas geringer als bei der Probe, die unter einem Winkel von 7° geätzt wurde, bei der sie ca. 65 nm betragen.

Die auf die Lackdicke angepasste Ätzzeit führte zu keinem zufriedenstellenden Ergebnis der Strukturen. Außerdem scheint die Argonätzrate für den Lack bei längeren Ätzzeiten kleiner zu werden als die Ratenbestimmung gezeigt hat. Daher wurde die Ätzzeit im nächsten Schritt an die Eisen und Chromschichtdicken angepasst. Die Ätzzeit wurde so gewählt, dass theoretisch alle Eisenschichten wie ursprünglich geplant bis hin zum

Silber-Puffer durchgeätzt werden. Die Ätzzeit betrug dabei 12 min. unter einem Winkel von 0° zur Flächennormalen. Das Ergebnis nach der Lackentfernung ist in Abb. 4.16 zu sehen. Es ist zu erkennen, dass die Erhöhungen an den Stegrändern nahezu verschwunden sind. Die Ätztiefe der Gräben beträgt über 100 nm, sodass alle Eisenschichten wie erwartet durchgeätzt wurden. Die Periode von 500 nm hat sich gut in das Schichtsystem aus Eisen und Chrom übertragen. Das Verhältnis von Stegbreite zu Grabenbreite hat sich jedoch ein wenig verändert. Die Streifenbreite beträgt nach dem Ätzen ca. 400 nm und die Gräbenbreite ca. 100 nm. Die Stege aus den Eisen und Chrom Vielfachschichten sind trapezförmig. Im ganzen wurde auf diese Weise ein Rezept entwickelt, dass zufriedenstellende Ergebnisse für die Strukturierung erreicht. Somit können nun strukturierte Proben im Nanometerbereich hergestellt werden, die für die Neutronenstreuung optimiert sind.

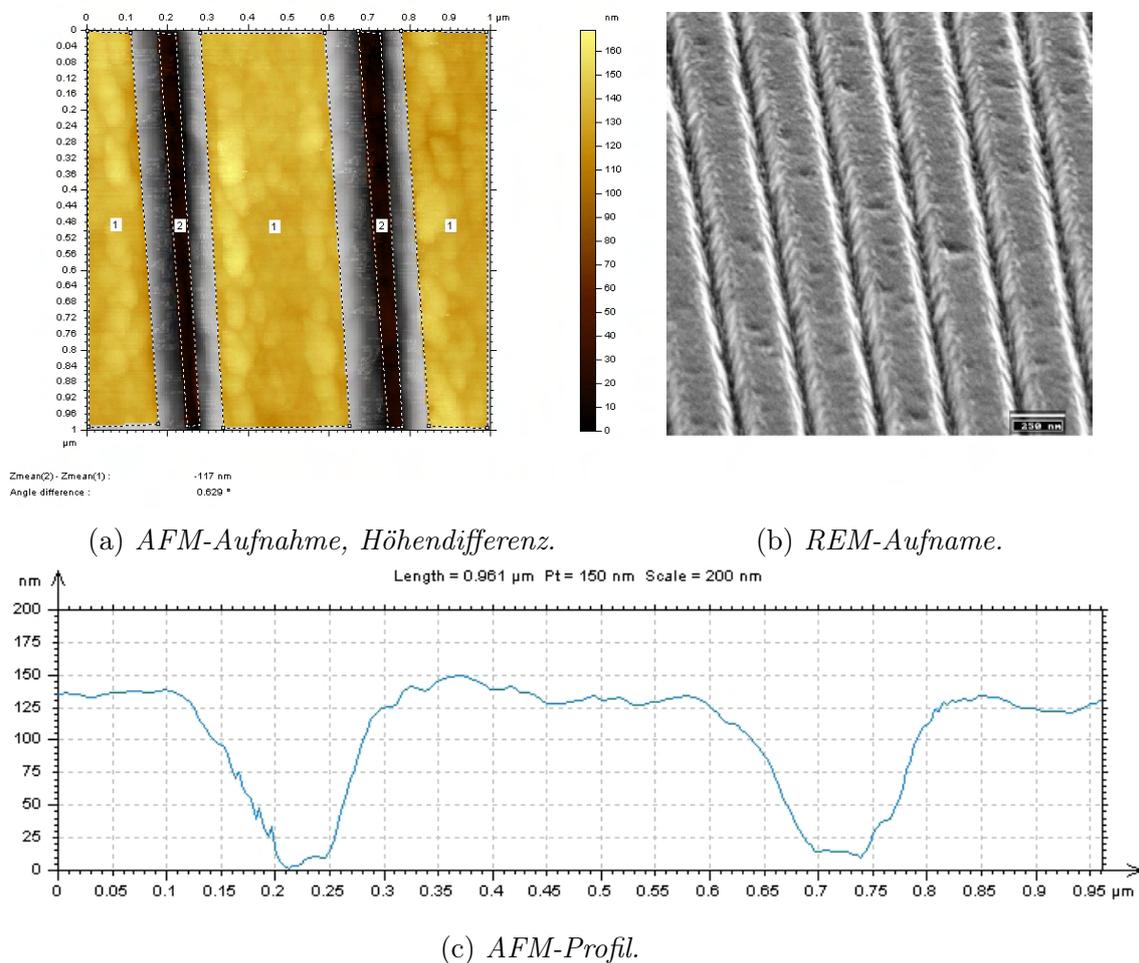


Abbildung 4.16: O^2 -Probe nach der Strukturierung und Restlackentfernung.

Streifen parallel zur Kristallanisotropie

Die Streifenstruktur der Probe für die erste Messzeit wurde entlang der Kristallanisotropie orientiert. Sie wurde 12 min. mit dem entwickelten Argon Ionenstrahlätzprozess unter einem Einfallswinkel von 0° zur Probenflächennormalen behandelt.

Streifen verdreht zur Kristallanisotropie

Zur Untersuchung der konkurrierenden Einflüsse von Kristall- und Formanisotropie wurden Proben mit derselben Streifenstruktur aber unterschiedlicher Orientierung zur Kristallanisotropie hergestellt. Der Winkel zwischen den Streifenstrukturen (Formanisotropie) und der Kristallanisotropie betrug 45° und 30° . Diese Proben wurden ebenfalls mit einem Ionenstrahlätzprozess hergestellt. Die Ätzzeit betrug 11 min. und der Winkel zur Probenflächennormalen betrug 21° .

4.3.3 H₂-Plasma zur Lackentfernung

Die Lackreste, die sich nach dem Ätzprozess noch auf der Probe befinden, würden bei den geplanten Neutronenexperimenten stören. Sie stellen ungewollte Streuzentren dar, was die Qualität der Messung mit Neutronen stark beeinträchtigen würde. Daher wurde der Restlack mittels eines Wasserstoff Plasmas „verbrannt“. Um eine Oxidation der Eisenschichten zu verhindern konnte für diesen Prozessschritt kein Sauerstoffplasma verwendet werden, wie es in den Herstellerangaben des Lacks empfohlen wird. Dieser Prozess wurde in einer RIE-Anlage (engl. reactiv ion etching, RIE) durchgeführt. Die Probe wurde dazu über eine Schleuse in die Prozesskammer eingeschleust. Die Kammer wurde mit H₂ geflutet und ein Plasma über eine Hochfrequenzspannung gezündet. Da sich die Proben durch das Plasma stark erwärmen, wurde der Prozess in 12 einminütige Schritte aufgeteilt, während derer das Plasma gezündet war. Zwischen diesen Schritten wurde der Prozess für je 1:30 min. unterbrochen, damit sich die Proben wieder abkühlen konnten. So wurde die Interdiffusion der Eisenschichten mit der Chromzwischen-schicht verhindert.

In Abbildung 4.17 und 4.18 ist der Unterschied einer Probe vor und nach dem Prozessschritt der Lackentfernung zu sehen. Man kann erkennen, dass die Oberfläche der Streifenstrukturen nach der Restlackentfernung wesentlich glatter sind. Der Höhenunterschied zwischen den Stegen und Gräben verringerte sich um ca. 28 nm. Dies ist die Dicke der Restlackschicht. Bei der abgebildeten Messung haben sich an den Rändern der Stege der Probe kleine Redepositionen gebildet, die durch das H₂-Plasma nicht entfernt werden konnten. Diese werden bei der Probenherstellung durch eine verlängerte Ätzzeit verhindert.

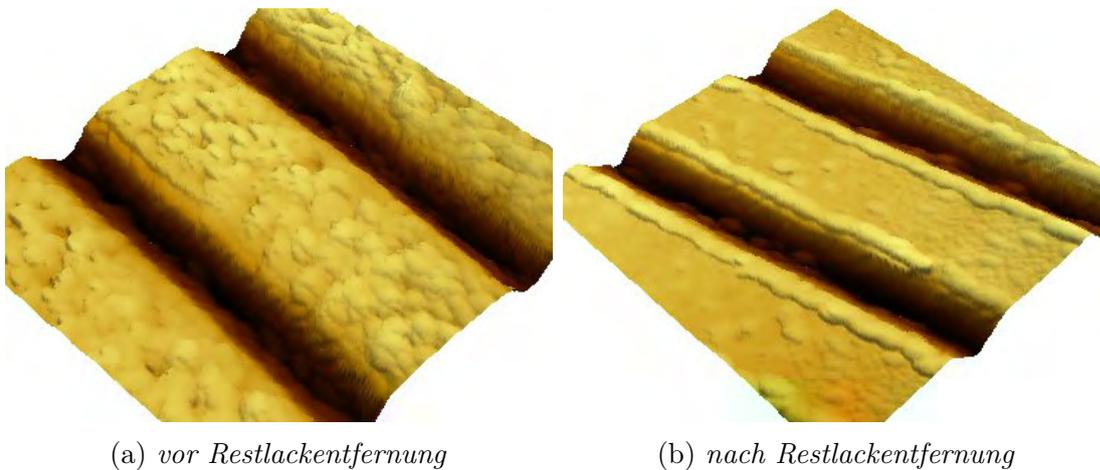


Abbildung 4.17: *Unterschied der Strukturen vor und nach der Restlackentfernung, AFM-Aufnahmen.*

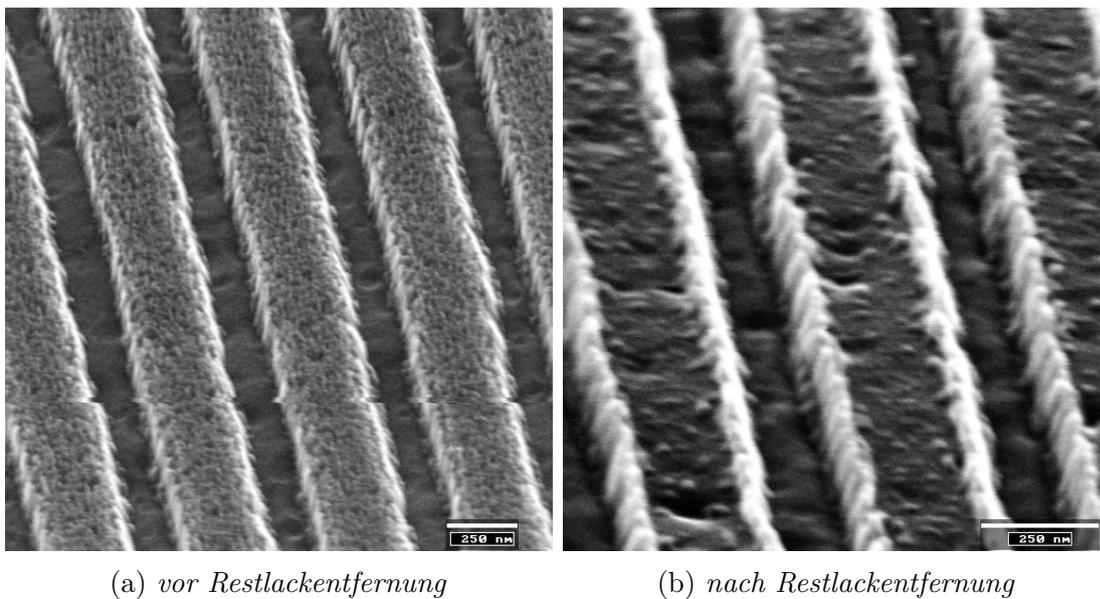


Abbildung 4.18: *Unterschied der Strukturen vor und nach der Restlackentfernung, REM-Aufnahmen.*

4.4 Resultate der Strukturierung

Die Resultate der drei strukturierten Proben, die später auf ihre magnetischen Eigenschaften untersucht wurden, sind in den Abbildungen 4.16, 4.19 und 4.20 zu sehen. Es ist zu erkennen, dass die Strukturen gut in die Fe/Cr-Schichten übertragen werden konnten. Die Periode von ca. 500 nm ist in allen drei Fällen gut reproduziert. Die Tiefe der Gräben ist wie geplant größer als die Gesamtschichtdicke, sodass alle Eisenschichten durchgeätzt sind. Die Streifenstruktur weicht in ihrer Form von der idealen Form ab. Sie sind tra-

pezförmig. Bei der 45°- und 30°-Probe sind kleine Redepositionen am Rand der Stege zu erkennen. Die 45°-Probe weist, wie in der REM-Aufnahme in Abb. 4.19b zu erkennen, die glatteste Oberfläche auf.

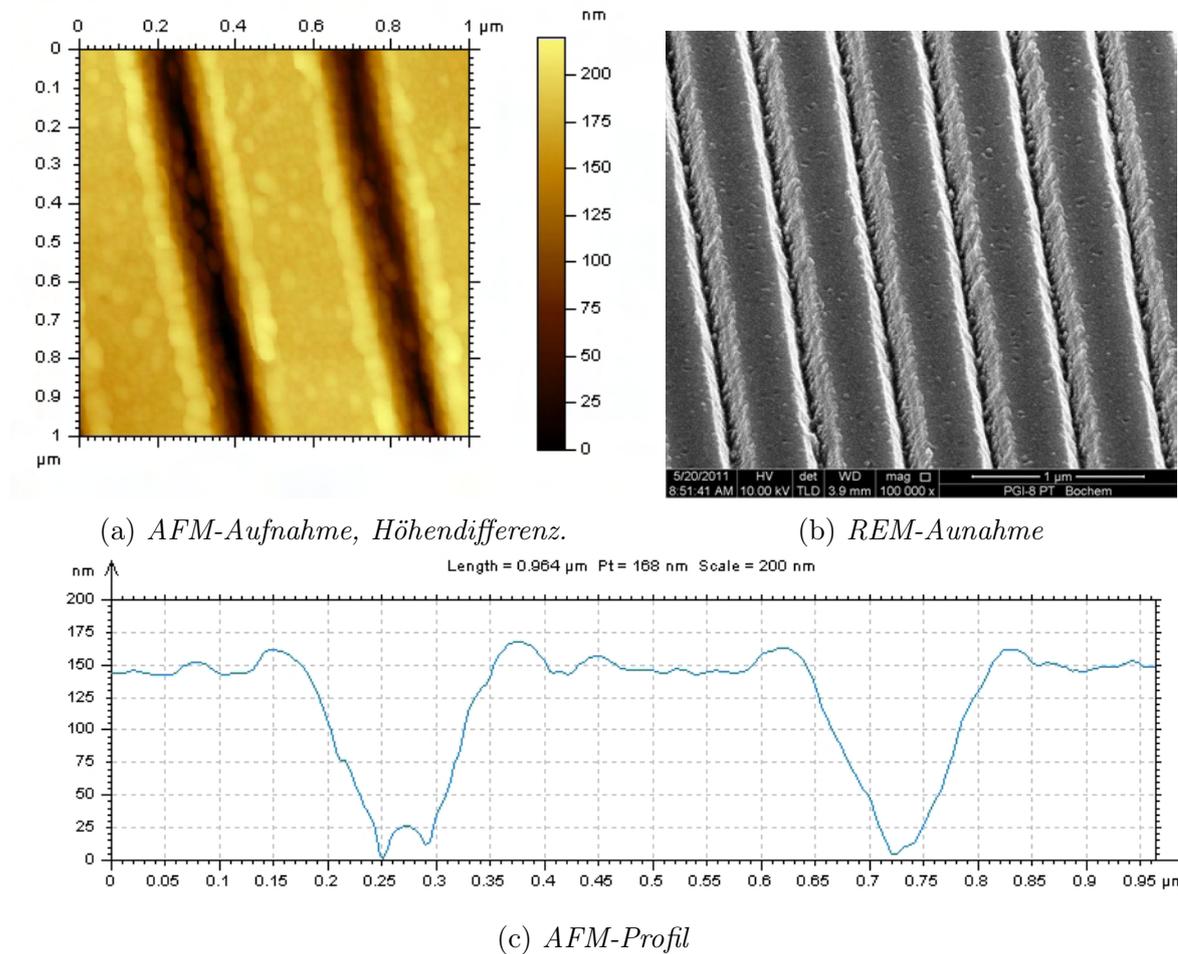
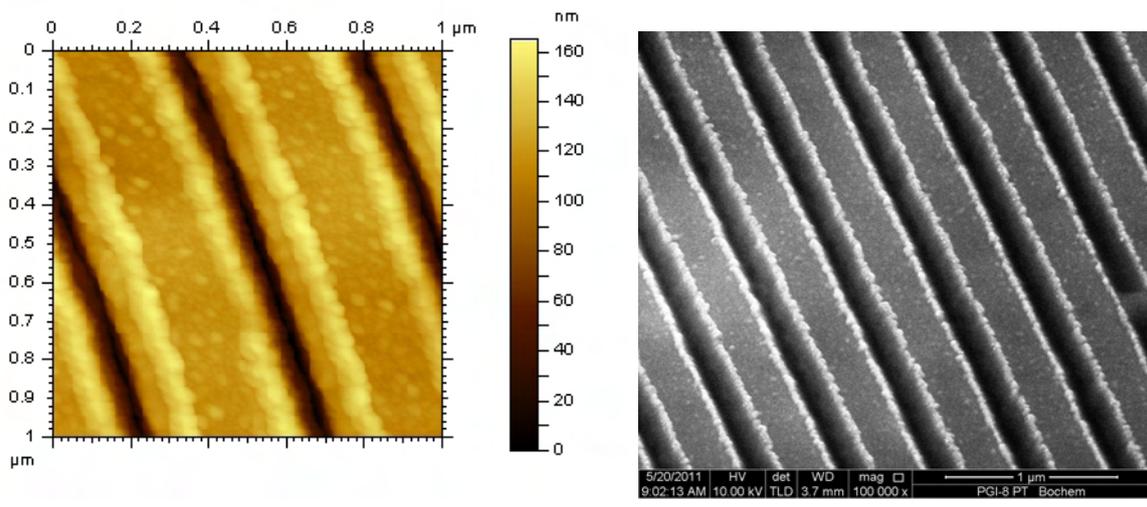
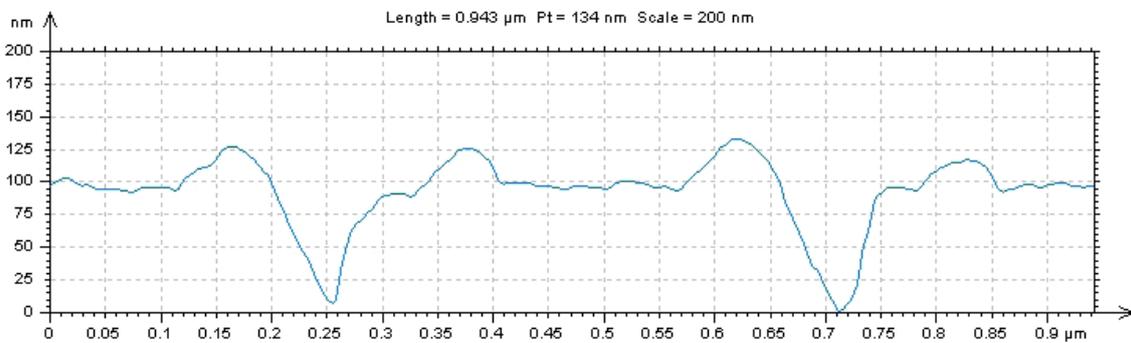


Abbildung 4.19: Resultat der Strukturierung der 45°-Probe.

(a) *AFM-Aufnahme, Höhendifferenz.*(b) *REM-Aufnahme.*(c) *AFM-Profil.*Abbildung 4.20: *Resultat der Strukturierung der 30°-Probe.*

Kapitel 5

Makroskopische magnetische Eigenschaften und strukturelle Probencharakterisierung

Die makroskopisch magnetischen sowie die strukturellen Eigenschaften der Proben wurden charakterisiert, um die Qualität der Proben zu überprüfen. Die antiferromagnetische Kopplung wurde durch MOKE-Messungen der unstrukturierten Proben kontrolliert. Um den Einfluss der Strukturierung auf die makroskopisch magnetischen Eigenschaften der Proben zu bestimmen, wurden Magnetisierungsmessungen mittels des MPMS durchgeführt. Die strukturelle Untersuchung der Proben in Bezug auf Schichttrauhigkeiten, Schichtdicken und der Periode der Strukturen wurde anhand von Röntgenreflektometriemessungen gemacht.

5.1 Überprüfung der AF-Kopplung

Um sicher zu stellen, dass die gewachsenen Proben antiferromagnetisch gekoppelt sind, wurden Magnetisierungskurven der unstrukturierten Proben mittels Messung des magneto-optischen Kerr-Effekts gemessen. Das Prinzip und der Aufbau des MOKE sowie der theoretische Verlauf antiferromagnetisch gekoppelter Schichten wurde in Kapitel 3.2.2 erklärt. Das externe Magnetfeld wurde bei den Messungen entlang einer magnetisch leichten Richtung angelegt und erreichte einen Maximalwert von 150 mT, bei dem die Proben sicher gesättigt waren. Eine Beispielmessung ist in Abbildung 5.1 zu sehen.

Das Verhalten der magnetischen Momente ist analog zu dem Verhalten der Magnetisierungskurven, welches in Kapitel 4.1.4 erklärt wurde. Auf Grund der geringen Eindringtiefe (ca. 20 nm) des Laserlichts ist nur die oberste Eisenschicht durch das MOKE Experiment beobachtbar. Daher sind in der Magnetisierungskurve nur zwei Sprünge, bei ± 20 mT, zu sehen, welche sich durch die Spin-Flop Übergänge der obersten Eisenschicht erklären. Zwischen den Spin-Flop Übergängen zeigt die Magnetisierungskurve ein lineares Verhalten, welches die antiferromagnetische Kopplung der Schichten bestätigt. Bei Magnetfeldern über den Spin-Flop Übergängen scheint die Magnetisierung abzunehmen. Dies ist

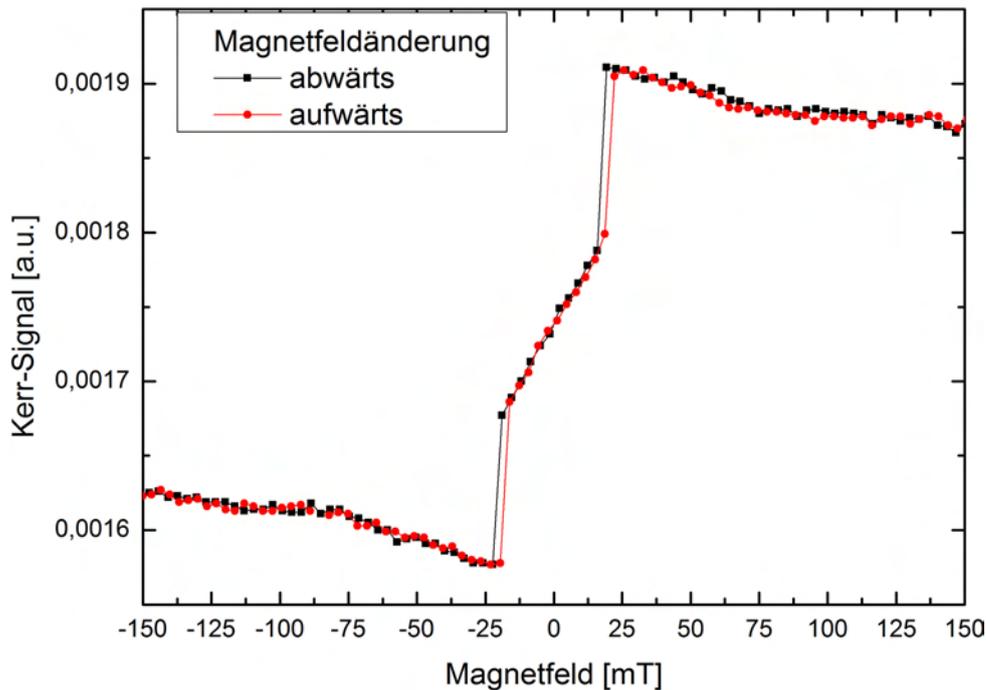


Abbildung 5.1: *typische MOKE-Messung bei AF-gekoppelten Schichtsystemen.*

durch einen Laserdrift und die Mischung verschiedener Kerr-Effekte durch eine ungenaue Probenjustage zu erklären. Ab einem externen Magnetfeld von ca. 75 mT ist die Probe gesättigt. Alle hergestellten Proben zeigten dieses Verhalten. Der Versuch, die Proben nach der Strukturierung mittels MOKE Messungen zu untersuchen, lieferte keine auswertbaren Ergebnisse. Die Intensitätsänderung war bei dem zur Verfügung stehenden Aufbau kleiner als das Rauschen, sodass keine Informationen aus der Messung gezogen werden konnten.

5.2 Magnetische Eigenschaften der strukturierten Proben

Um die makroskopischen magnetischen Eigenschaften der strukturierten Proben zu untersuchen wurden SQUID Messungen an 3x3mm großen Stücken der Probe am hausinternen MPMS durchgeführt.

Um eine Vorstellung der Magnetisierung bei dem Neutronenexperiment zu erhalten, wurde die Probe in der gleichen Orientierung wie bei dem Streuexperiment am D17 (ILL) eingebaut. Die Stege der Strukturierung waren daher um 15° bezüglich des externen Magnetfeld verkippt. Es wird das integrierte magnetische Moment der Probe in Feldrichtung gemessen. In Abbildung 5.2 ist beispielhaft die gemessene Magnetisierungskurve der strukturierten 0° -Probe zu sehen. Die konstante Steigung lässt auf eine antiferromagnetische Kopplung der Eisenschichten schließen. Die Proben sind ab einem externen Magnetfeld von 4500 Oe gesättigt. Der exakte Nulldurchgang der Messung weist darauf hin, dass sich die magnetischen Momente der Eisenschichten im Remanenzfeld gegenseitig aufheben, al-

so einen Winkel von 180° zueinander einnehmen. Es gibt ein kleines Plateau bei 115 Oe und zwei weitere Plateaus zwischen 730 Oe - 990 Oe und 990 Oe - 1230 Oe.

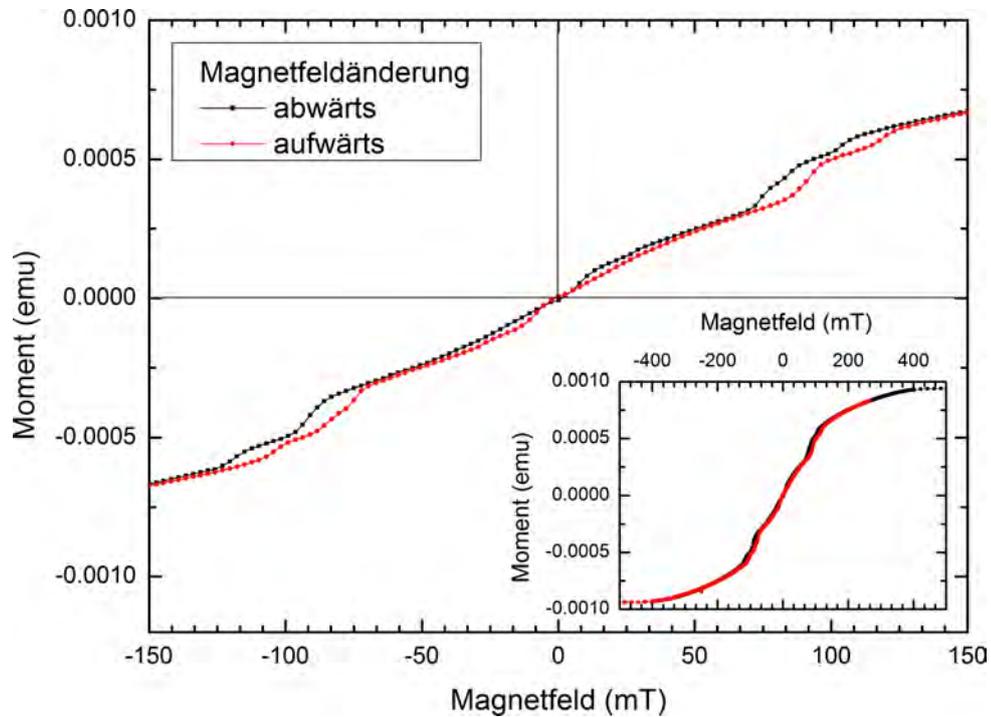


Abbildung 5.2: Magnetisierungskurve der 0° -Probe, gemessen im SQUID-Magnetometer.

5.3 Schichtdicken, Rauigkeiten und laterale Strukturperiode

Zur Untersuchung der Schichtdicken und Rauigkeiten der einzelnen Schichten wurden Röntgenreflektometriemessungen durchgeführt. Diese Daten dienen später zur Vereinfachung der Anpassung der Neutronendaten. Eine Beispielmessung der spekulären Reflektivität ist in Abb. 5.3 zu sehen. Die Simulation wurde durch ein Simulationsprogramm von E. Kentzinger angepasst und zeigt eine gute Übereinstimmung mit den gemessenen Daten, lediglich die Auflösungsfunktion scheint nicht richtig gewählt zu sein.

Um die Periodizität der Strukturierung zu untersuchen wurden weiterhin Messungen der diffusen Streuung gemacht. Dazu wurde eine Intensitätskarte aus sogenannten „rocking curves“ erstellt. Eine solche Messung ist in Abb. 5.4 zu sehen. Die Intensität ist in einer logarithmischen Farbskala und der Einfallswinkel α_i gegen den Reflektionswinkel α_f aufgetragen. Es sind die Bragg-peaks (1) der Schichtstruktur mit deren Bragg-sheets auf Grund der lateralen Korrelationen zu erkennen. Des Weiteren sind die strukturellen Peaks (2) in der diffusen Streuung zu sehen.

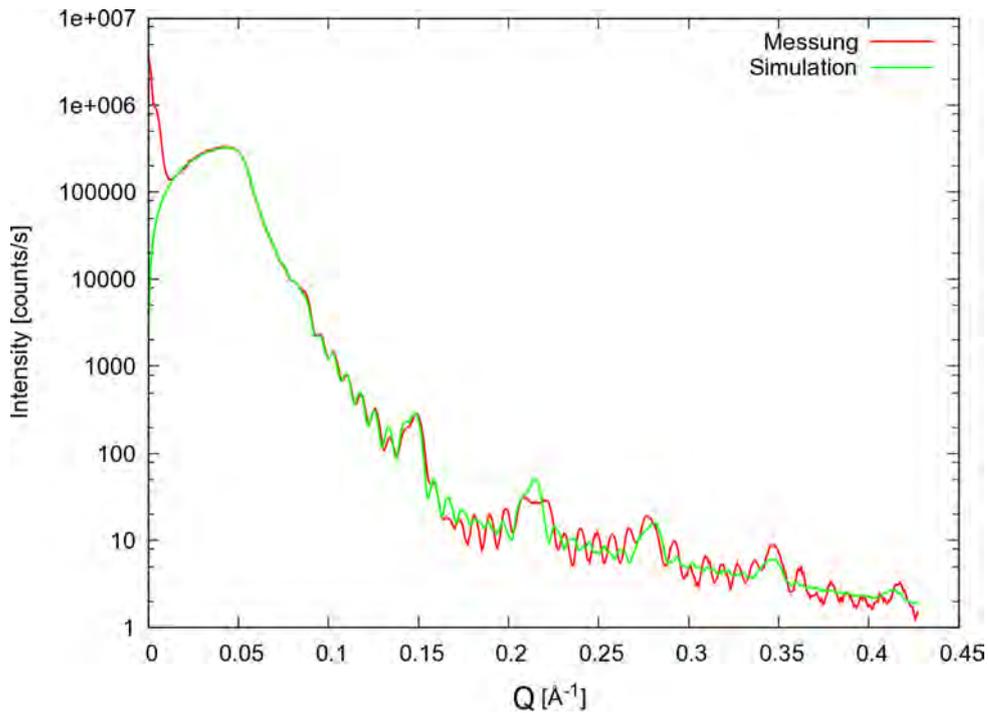


Abbildung 5.3: *Spekuläre Reflektivität der unstrukturierten Referenzprobe*

Für die Periode P der Struktur der Probe gilt folgende Relation:

$$\frac{2 \cdot \pi}{P} = \frac{2 \cdot \pi}{2 \cdot \lambda} \cdot (\alpha_i^2 - \alpha_f^2). \quad (5.1)$$

Dabei sind α_i und α_f der Einfallswinkel bzw. Reflektionswinkel. Die Wellenlänge der Kupfer k_α Linie, welche als Röntgenquelle des Röntgenreflektometers dient, beträgt $1,54 \text{ \AA}$. Die aus den Messungen berechnete Periodizität ergibt sich zu $502 \pm 10 \text{ nm}$. Dies passt gut mit der Erwartung und den AFM-Messungen zusammen.

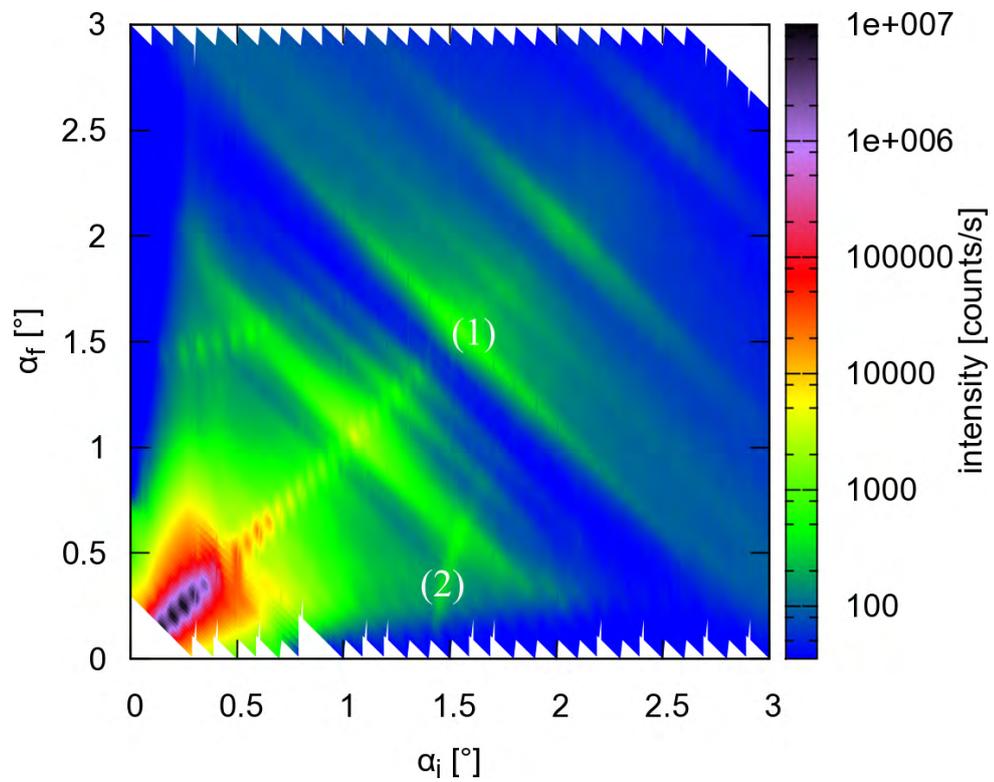


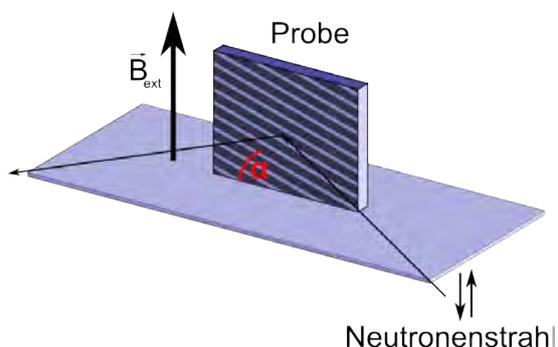
Abbildung 5.4: Aus „rocking curves“ erstellte Intensitätskarte einer strukturierten Probe. Zu sehen sind die Bragg-Peaks (1) und die lateralen Strukturpeaks (2).

Kapitel 6

Mesoskopische Untersuchung - Neutronenstreuung

Um die mesoskopisch magnetischen Eigenschaften der Proben zu untersuchen, wurden Neutronenstreuexperimente bei ausgewählten externen Magnetfeldern durchgeführt. Wie in Kapitel 2.2.1 erklärt wechselwirkt das magnetische Moment des Neutrons mit den magnetischen Momenten in der Probe. Durch die Option polarisierter Neutronen mit voller Polarisationsanalyse kann die nukleare von der magnetischen Streuintensität getrennt werden. So kann die gemittelte Magnetisierungsrichtung jeder einzelnen Eischicht in der spekulären Reflektivität bestimmt werden. Die diffuse Streuung wurde ebenfalls gemessen und gibt Aufschluss über laterale Korrelationen, wie z.B. Fluktuationen der Rauigkeit. Die Messungen wurden an dem Neutronenreflektometer D17 des ILL durchgeführt (Kap. 3.2.7).

6.1 Probenorientierung



(a) Schematische Darstellung der Probenorientierung bei dem Neutronenexperiment.



(b) Bild des Elektromagneten und der Probe am D17.

Abbildung 6.1: Probenumgebung am Neutronenreflektometer D17

In Abbildung 6.1a ist die Orientierung der Probe während des Neutronenexperiments zu sehen. Die Streifenstruktur wurde so orientiert, dass sie einen Winkel von 15° zum Neutronenstrahl einnahm. Auf Grund dieser Orientierung wurde die Periode der Strukturierung in Strahlrichtung, die durch die Neutronen beobachtet wurde, erhöht. Das sorgt dafür, dass die erwarteten lateralen Reflexe bei kleineren Winkeln erscheinen (Gl. 5.1) und daher in ihrer Intensität erhöht sind. Außerdem rücken die lateralen Reflexe näher zusammen, sodass es möglich sein sollte mehrere Ordnungen der Reflexe im betrachteten Winkelbereich zu beobachten. Der in Abbildung 6.1b sichtbare Elektromagnet dient zur Erzeugung der externen Magnetfelder senkrecht zum Neutronenstrahl. Die Polarisationsrichtung der Neutronen liegt bei dem Experiment parallel zum externen Magnetfeld.

6.2 Einfluss der Strukturierung

In der ersten Messzeit wurde der Einfluss einer Strukturierung auf die magnetischen Eigenschaften des Fe/Cr-Systems untersucht. Dafür wurde eine strukturierte Probe und eine unstrukturierte Referenzprobe im Neutronenexperiment gemessen. Die Streifenstrukturen der strukturierten Probe lagen dabei in Richtung der Kristallanisotropie. Es standen fünf Messtage am Neutronenreflektometer D17 (Kap.3.2.7) am Forschungsreaktor des ILL in Grenoble zur Verfügung. Die Proben wurden wie in Kapitel 6.1 beschrieben eingebaut. Es wurden Messungen bei einem externen Magnetfeld von 500 mT, 16 mT und im Führungsfeld durchgeführt. Dabei wurden die Felder immer aus der Sättigung heraus (500 mT) angelegt. Es wurden $\theta - \theta$ -Scans von $0,1^\circ$ bis 5° mit einer Schrittweite von $0,05^\circ$ gemessen.

In Abbildung 6.2 ist das Detektorbild einer Messung zu sehen. Die spekuläre Intensität ist in Form des vertikalen Streifens (a) auf der rechten Seite zu sehen. Links daneben sieht man die Intensität der diffusen Streuung und eines lateralen Strukturreflexes (b). Dieser ist auf Grund der Orientierung der Streifenstruktur verkippt [33]. Durch die Divergenz des Neutronenstrahls sehen die Neutronen unterschiedliche Perioden der Strukturierung. Dieser Einfluss ist vernachlässigbar, falls die Streifen senkrecht zum Neutronenstrahl orientiert sind, da der Sinus für Winkel um 90° eine geringe Steigung hat und die Variation der durch die Neutronen beobachteten Periode somit klein ist. Bei der Drehung der Streifenstrukturen zu 15° ist der Einfluss des Sinus jedoch wesentlich größer, sodass die Verkipfung des lateralen Reflexes auf dem Detektor nicht mehr vernachlässigbar ist. Dieser Effekt wurde von B. Dorner und A. Wildes [34] genau beschrieben.

Zur Erstellung der Intensitätskarten wird das Detektorbild an jedem Q-Wert vertikal integriert und jedem Pixel in x-Richtung des Detektors ein Winkel zugeordnet. Auf Grund der Verkipfung der Intensität der lateralen Strukturreflexe wird hier ein Fehler bei der Integration gemacht. Im Rahmen dieser Diplomarbeit war es jedoch nicht möglich eine verbesserte Integrationsmethode zu entwickeln, daher wurde der Auflösungsverlust der lateralen Reflexe bei der vertikalen Integration in Kauf genommen.

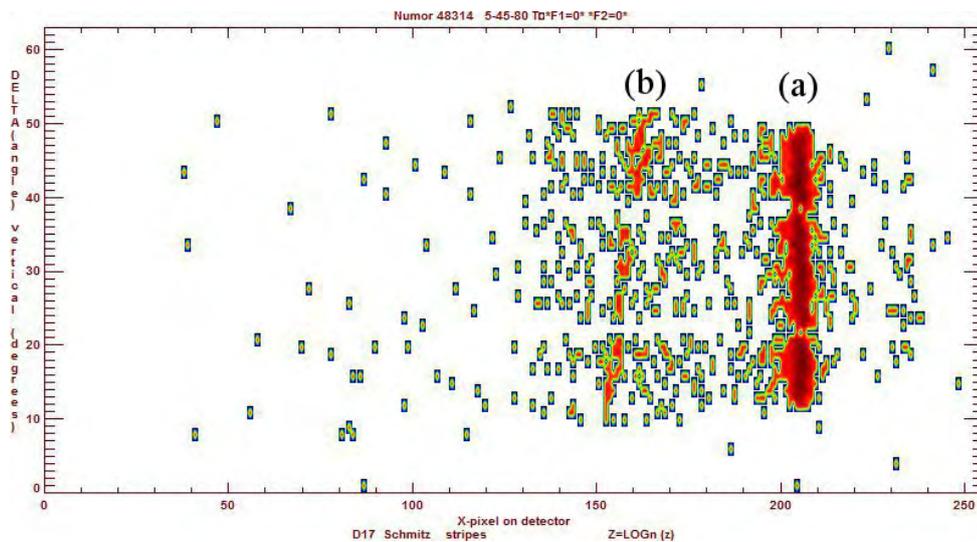


Abbildung 6.2: Detektorbild bei Messung der spekulären Reflektivität (a) und diffusen Streuung. Zu sehen ist auch die Streuung durch die laterale Strukturierung (b).

6.2.1 Untersuchung der Referenzprobe

Sättigungsmessung

In Abbildung 6.3 sind die unkorrigierten (d.h ohne Polarisationskorrekturen usw.) Daten der Referenzprobe der Neutronenmessungen bei einem externen Magnetfeld von 500 mT zu sehen. Die Probe ist laut der Vorcharakterisierung bei diesem externen Magnetfeld voll gesättigt.

In dem NSF (++)-Kanal der Referenzprobe in Abbildung 6.3a kann man die Bragg-Reflexe (1) erster und zweiter Ordnung sehen. Sie geben Informationen über die Schichtdicke der Fe/Cr-Doppellagen. Des Weiteren sind die sogenannten „Kiessig fringes“ (3), die Reflexe, die durch die Gesamtschichtdicke hervorgerufen werden, zwischen dem Totalreflektionsplateau (4) und dem ersten Bragg-Reflex zu sehen. Ausgehend von den Bragg-Reflexen sieht man die diffusen Bragg-sheets (2), die Informationen über die lateralen Korrelationen der Grenzflächen enthalten.

Im (--) -Kanal in Abbildung 6.3b gibt es bei der Sättigungsmessung, außer durch die Ineffizienzen des Experiments, kein Signal. Die Spin-Flipper sowie der Analysator bzw. Polarisator haben jeweils eine Effizienz von unter 100%. Das Fehlen der Intensität in dieser Messung wird durch eine besondere Eigenschaft der Kombination aus Eisen und Chromschichten hervorgerufen. In Sättigung ist die Differenz aus der nuklearen und magnetischen Streulängendichte von Eisen genauso groß wie die nukleare Streulängendichte von Chrom. Daher gibt es für die Neutronen in diesem Fall keinen Kontrast zwischen Eisen und Chrom und daher keine Merkmale im Streubild.

In den Spin-Flip-Kanälen der Messung, in denen das rein magnetische Signal der ma-

netischen Momente senkrecht zum externen Magnetfeld und senkrecht zur Polarisationsrichtung der Neutronen gemessen wird, ist ebenfalls kein Signal zu beobachten. Dies entspricht der Erwartung bei der Sättigungsmessung, da alle magnetischen Momente der Probe in Feldrichtung anliegen. Der Unterschied in den zwei Spin-Flip-Kanälen wird durch eine Kontamination der Messung mit langwelligeren Neutronen, die der zweite Spin-Flipper nicht flippen kann, hervorgerufen. Durch die Ineffizienzen des Experiments ist in den Spin-Flip-Kanälen ebenfalls ein geringes Signal zu sehen.

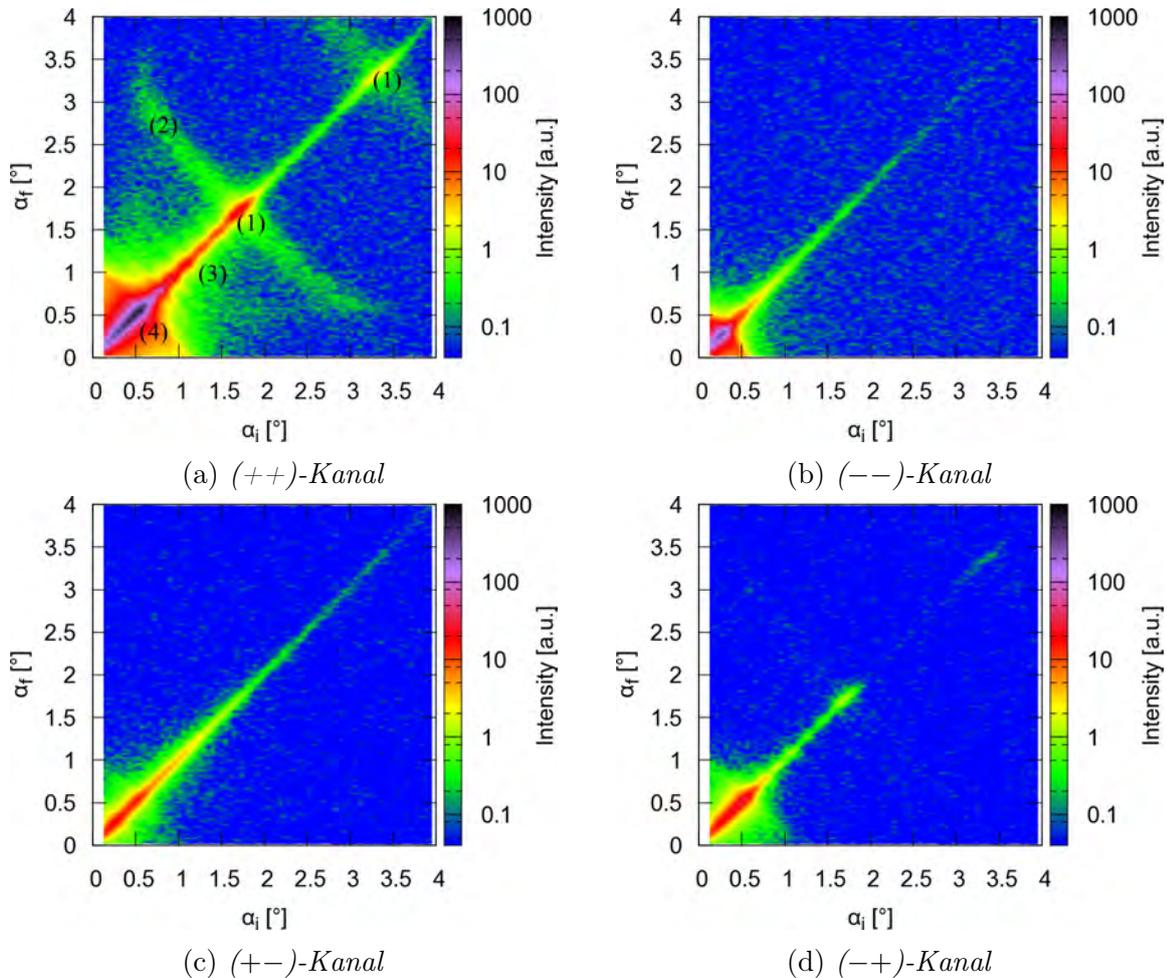


Abbildung 6.3: Intensitätskarten der Messung der Referenzprobe in Sättigung (500 mT).

Um die Neutronenstreudaten quantitativ auswerten zu können, wurde die sogenannte wahre spekuläre Reflektivität aus den Intensitätskarten extrahiert. Für die Winkel $\alpha_i = \alpha_f$ wird eine Überlagerung der spekulären Reflektivität und diffusen Streuung gemessen. Um das rein spekuläre Signal zu erhalten wurde der Anteil der diffusen Streuung abgezogen. Die Breite der spekulären Reflektivität wird durch die Anpassung einer Gaussfunktion an den Schnitt entlang des ersten Bragg-sheets abgeschätzt. Diese Breite legt die Bereiche, die gemittelt und voneinander abgezogen werden, fest. Beispielfhaft sind diese Bereiche in

Abbildung 6.4 zu sehen. Die roten Bereiche werden gemittelt und von dem gemittelten grünen Bereich abgezogen. Dabei entspricht die Breite der Bereiche derer aus den Gaus-sfits.

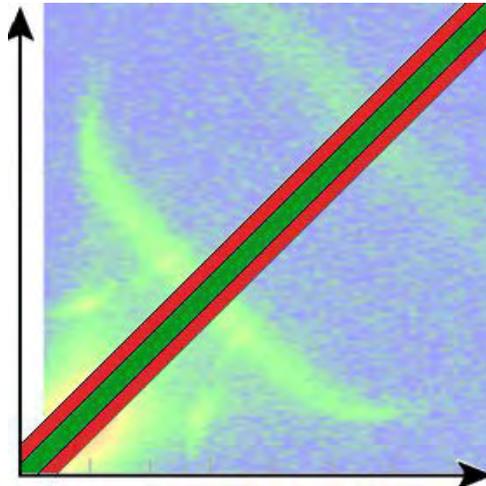


Abbildung 6.4: Skizze zur Erklärung der Extraktion der wahren spekulären Reflektivität.

Um die so erhaltene wahre spekuläre Reflektivität anzupassen wurde ein von E. Kentzinger entwickeltes Simulationsprogramm genutzt, welches auf dem in [35, 36] beschriebenen Formalismus beruht. Nach einer manuellen Annäherung können die Parameter durch eine χ^2 -Minimierung angepasst werden. Die wichtigsten Parameter, die in die Simulation eingehen sind: die Schichtdicken, die Grenzflächenrauhigkeiten, die Streulängendichten und die gemittelte Magnetisierungsrichtung der einzelnen Schichten. Zur Erzeugung der Eingabedatei für das Simulations- und Anpassungsprogramm und zur Datendarstellung bzw. Manipulation wurde das von A. Glavic geschriebene Programm „Plot-skript“ benutzt.

Die extrahierten spekulären Reflektivitäten der Sättigungsmessung sind in Abbildung 6.5 mit der bestmöglichen Anpassung zu sehen. Die Intensität der wahren spekulären Reflektivität ist gegen den Einfallswinkel Θ aufgetragen. Da die Probe gesättigt war, konnte die lateral gemittelte Magnetisierung aller Schichten in Richtung des externen Feldes (90°) gelegt werden.

Die Anpassung an die Daten ist sehr gut. Die Bragg-Reflexe der Doppel- und Gesamtschichtdicke von $93 \pm 9 \text{ \AA}$ bzw. $744 \pm 25 \text{ \AA}$ werden gut wiedergegeben. Die so erhaltenen Werte für die Schichtdicke und die Rauigkeiten der Schichten wurden für die weiteren Messungen übernommen. Da der $(+-)$ -Kanal auf Grund der angesprochenen Kontamination ein fehlerhaftes Signal liefert, wird er in den weiteren Messungen nicht weiter beachtet.

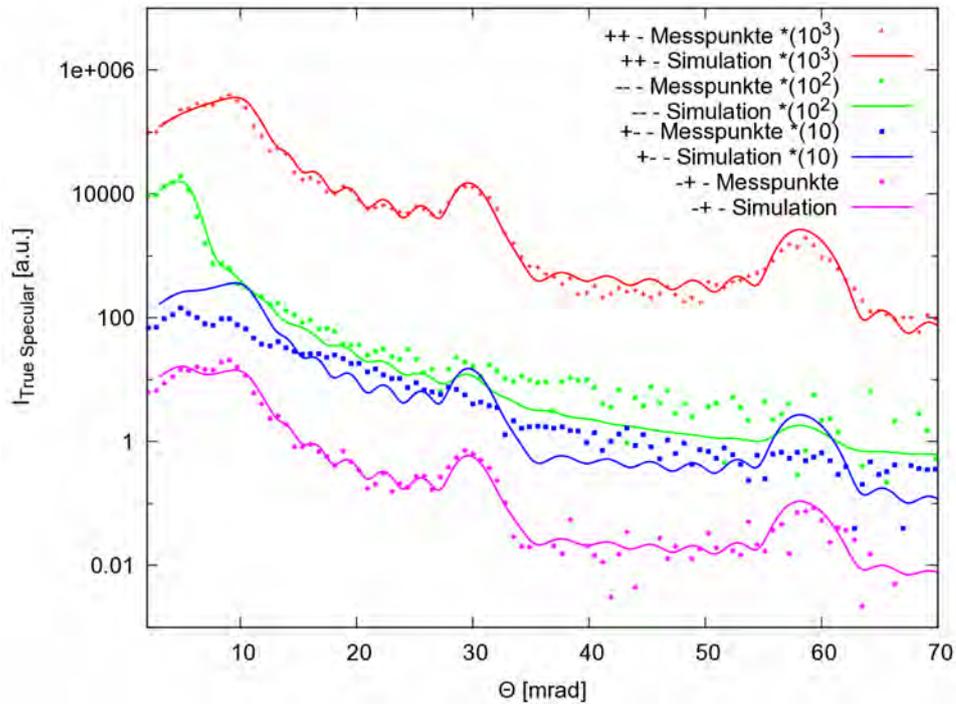


Abbildung 6.5: *Spekuläre Reflektivität der Referenzprobe bei einem externen Magnetfeld von 500 mT mit der bestmöglichen Anpassung.*

Messung bei 16 mT

Die Messung bei einem externen Magnetfeld von 16 mT ist in Abb. 6.6 zu sehen. Der (++)-Kanal der Referenzprobe zeigt neben den aus der Sättigungsmessung bekannten Merkmalen zusätzlich Bragg-Reflexe der Ordnung $\frac{1}{2}$ und $\frac{3}{2}$. Das bedeutet, dass die magnetische Periode in z-Richtung, die durch die Neutronen beobachtet wird, verdoppelt wurde. Das wiederum heißt, dass sich die Eisenschichten auf Grund der Zwischenschichtkopplung antiferromagnetisch ausrichten. Auch im (--)Kanal werden nun Intensitäten gemessen, da es für die Neutronen bei dieser Konfiguration einen Kontrast zwischen Eisen und Chrom gibt. Es sind besonders die Bragg-Reflexe der Ordnung $\frac{1}{2}$ und $\frac{3}{2}$ gut in der spekulären Reflektivität zu sehen. Die diffuse Streuung der Bragg-sheets ist wesentlich schwächer als im (++)-Kanal.

In den SF-Kanälen ist bei dem externen Magnetfeld von 16 mT wie erwartet nun ein Signal zu sehen. Hier gibt es Komponenten der Magnetisierung senkrecht zum externen Magnetfeld. Die Bragg-Reflexe der Ordnung $\frac{1}{2}$ und $\frac{3}{2}$ sind mit ihren Bragg-sheets zu erkennen. Auch hier zeigt die Lage der Reflexe für den Realraum eine Periode der magnetischen Momente in z-Richtung, die auf ein antiferromagnetisches Verhalten zurückzuführen ist. Die ganzzahligen Bragg-Reflexe sind auf Grund des Strukturformfaktors für antiferromagnetisch ausgerichtete Schichten mit gleichem Formfaktor verboten.

Für die quantitative Auswertung der Magnetisierung der einzelnen Schichten wurde auch hier die wahre spekuläre Reflektivität extrahiert. Dies wurde mit Hilfe der Werte aus

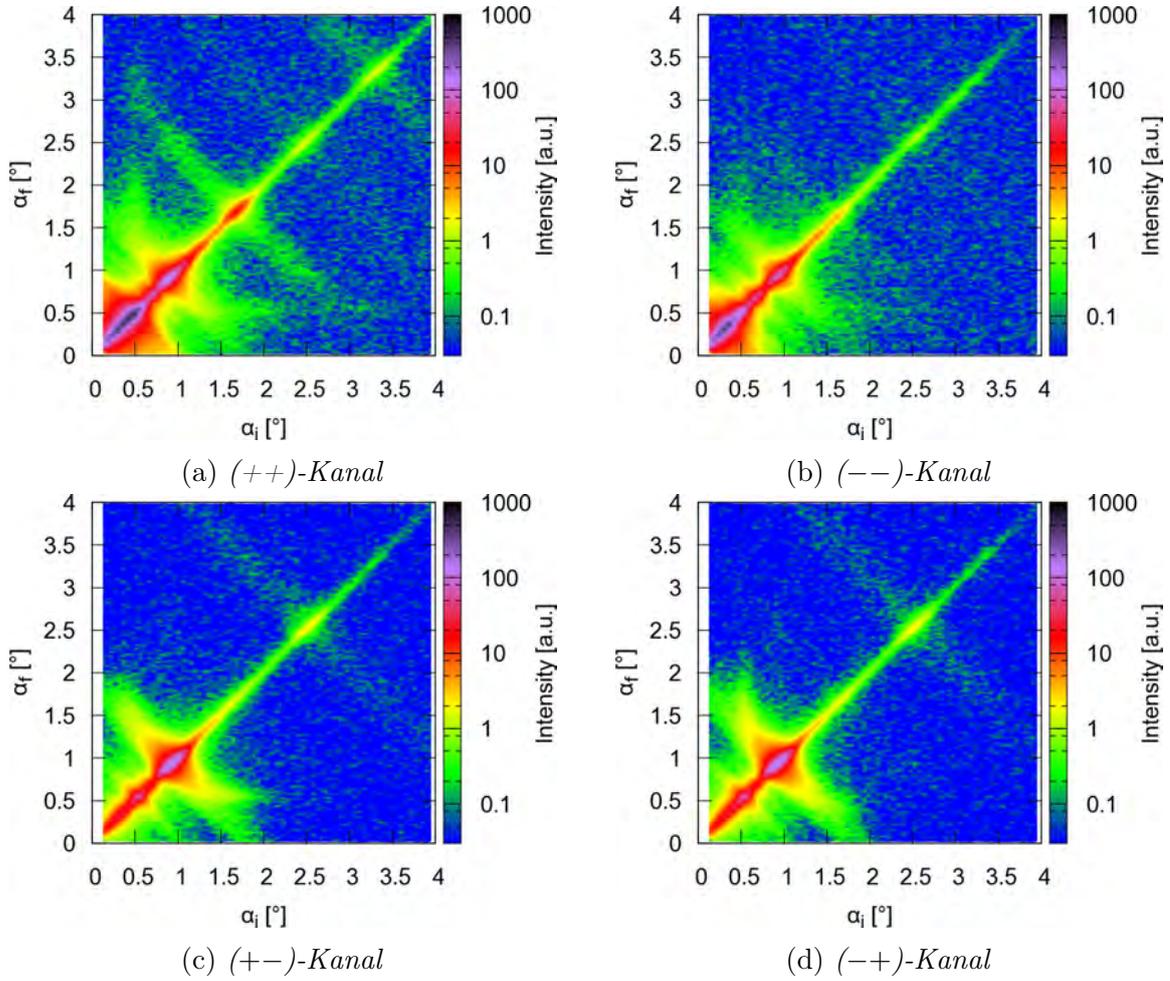


Abbildung 6.6: Intensitätskarten der Messung der Referenzprobe bei einem externen Magnetfeld von 16 mT.

der Sättigungsmessung angepasst. Dabei wurde lediglich der Parameter für die gemittelte Magnetisierungsrichtung in der Ebene jeder einzelnen Schichten verändert. Da die benachbarten Eisenschichten durch die Chromzwichenschicht antiferromagnetisch gekoppelt sind, wurde für die Anpassung angenommen, dass jede übernächste Eisenschicht den gleichen Wert der Magnetisierungsrichtung hat. Das bedeutet, dass jeweils alle geraden und alle ungeraden Schichten denselben Wert der Magnetisierungsrichtung erhalten. Die Magnetisierung der ungeraden Schichten wird im Folgenden mit M_{ug} und die der geraden Schichten mit M_g bezeichnet. Dabei wird die Schichtfolge von unten (1) nach oben (8) gezählt.

Die wahre spekuläre Reflektivität der Messung und die Anpassung ist in Abb. 6.7 zu sehen. Die Richtung der gemittelten Magnetisierung der Schichten beträgt für die geraden Eisenschichten $M_g=72,5\pm 10^\circ$ und für die ungeraden Eisenschichten $M_{ug}=179,4\pm 10^\circ$.¹

¹Die Abschätzung der Fehler wird in Kapitel 6.2.2 beschrieben (Abb. 6.17)

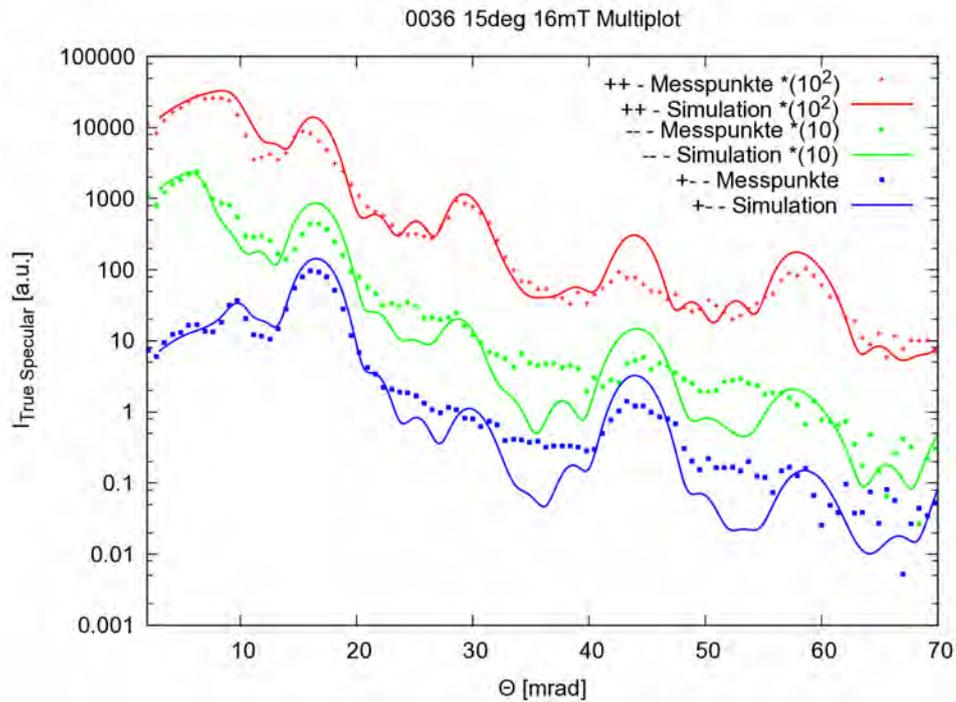


Abbildung 6.7: *Spekuläre Reflektivität der Referenzprobe bei einem externen Magnetfeld von 16 mT mit der bestmöglichen Anpassung.*

Unter Berücksichtigung der Kristallanisotropie (75° und 165°) der Eisenschichten liegen diese Werte in einem zu erwartenden Bereich. In Abbildung 6.8 sind die Richtungen der Magnetisierung der Eisenschichten und die leichten Richtungen der Magnetisierung auf Grund der Kristallanisotropie eingezeichnet. In Sättigung liegen beide Magnetisierungen in Feldrichtung (90°). Wird das externe Magnetfeld verringert dreht sich die Magnetisierung M_g in die Richtung der Kristallanisotropie bei 75° . Wegen dieser Anisotropie ist diese Position energetisch günstig. Durch die antiferromagnetische Kopplung der Schichten wird M_{ug} zu höheren Winkeln gedreht. Die antiferromagnetische Kopplung ist bei einem externen Magnetfeld ausreichend um die Magnetisierung M_{ug} aus der magnetisch leichten Richtung herauszudrehen.

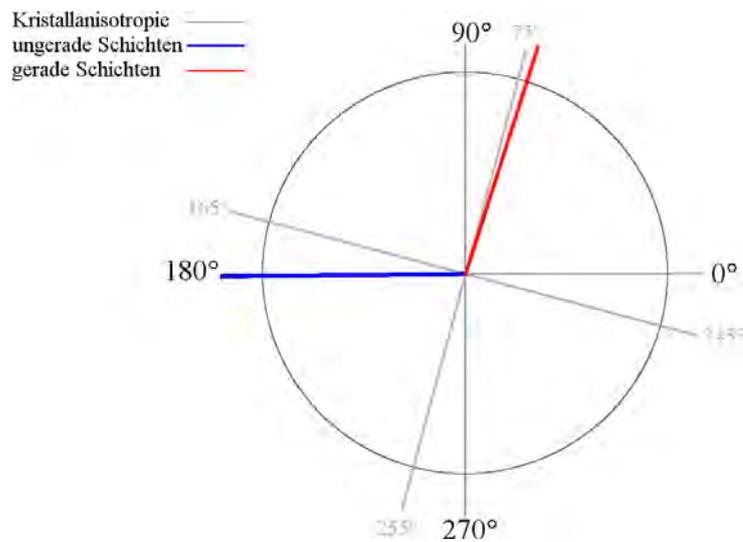


Abbildung 6.8: Magnetisierungsrichtungen der geraden und ungeraden Eisenschichten der Referenzprobe bei einem externen Magnetfeld von 16 mT. $M_{\text{ug}}=179,4^\circ$ und $M_{\text{g}}=72,5^\circ$.

Messung im Führungsfeld

Die Intensitätskarten bei der Messung im Führungsfeld (1 mT) zeigen qualitativ keine anderen Merkmale als die der Messung bei 16 mT. Daher sind Intensitätskarten der Messung im Führungsfeld im Anhang zu finden. Hier werden nur die extrahierten wahren spekulären Reflektivitäten gezeigt (Abb. 6.9).

Die durch die Anpassung ermittelte Magnetisierung der geraden Eisenschichten zeigt in Richtung $74,2 \pm 10^\circ$ und die der ungeraden Schichten in $217 \pm 10^\circ$. Graphisch ist dies in Abbildung 6.11 zu sehen. Die Magnetisierung der geraden Eisenschichten verbleibt auch bei der weiteren Verringerung des externen Magnetfeldes in der energetisch günstigen Position in Richtung der Kristallanisotropie. Die magnetischen Momente der ungeraden Schichten werden jedoch weiter gedreht. Die antiferromagnetische Kopplung reicht jedoch nicht aus, damit die Magnetisierungen M_{g} und M_{ug} den erwarteten Winkel von 180° zueinander einnehmen. Da dies sehr unerwartet ist, wird in Abbildung 6.12 der Vergleich zu der SQUID-Messung gemacht. In Abbildung 6.10 ist eine Simulation der Daten mit einer Ausrichtung der Magnetisierung der ungeraden ($M_{\text{ug}}=255^\circ$) zu den geraden Schichten ($M_{\text{g}}=74^\circ$) von 180° zu sehen. Es zeigt sich, dass diese Simulationen die Daten im $(++)$ -Kanal sowie im SF-Kanal schlechter wiedergeben. Diese Vergleiche zeigen, dass die unerwartete Ausrichtung zutrifft.

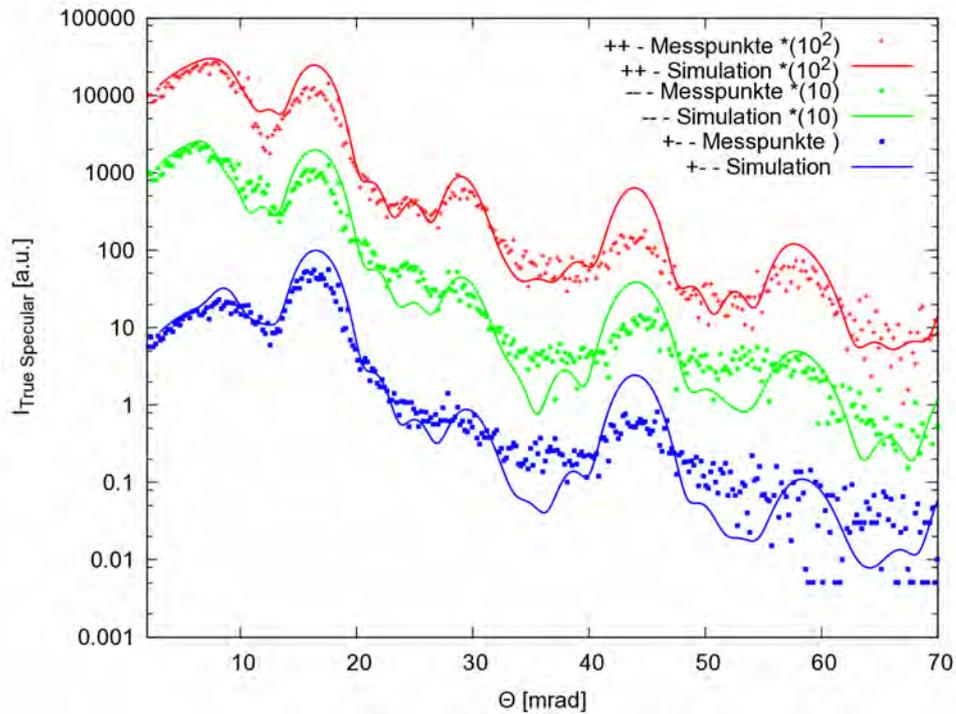


Abbildung 6.9: *Spekuläre Reflektivität der Referenzprobe im Führungsfeld (1 mT) mit der bestmöglichen Anpassung.*

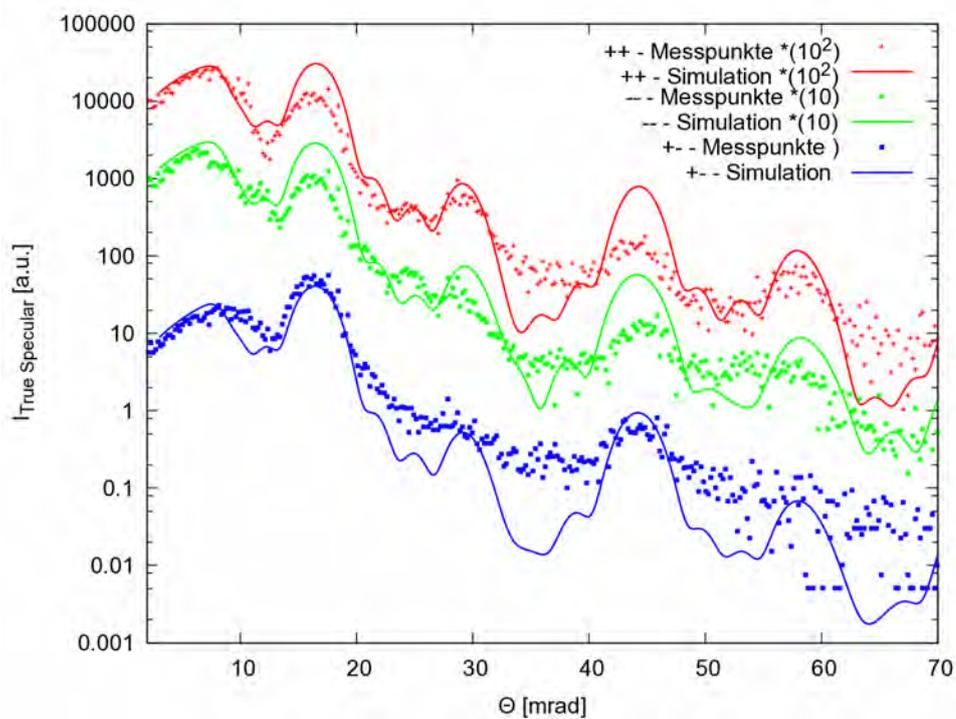


Abbildung 6.10: *Spekuläre Reflektivität der Referenzprobe im Führungsfeld (1 mT) mit Anpassung. Hier wird eine Ausrichtung der Magnetisierungsrichtungen von 180° der geraden zu den ungeraden Schichten angenommen.*

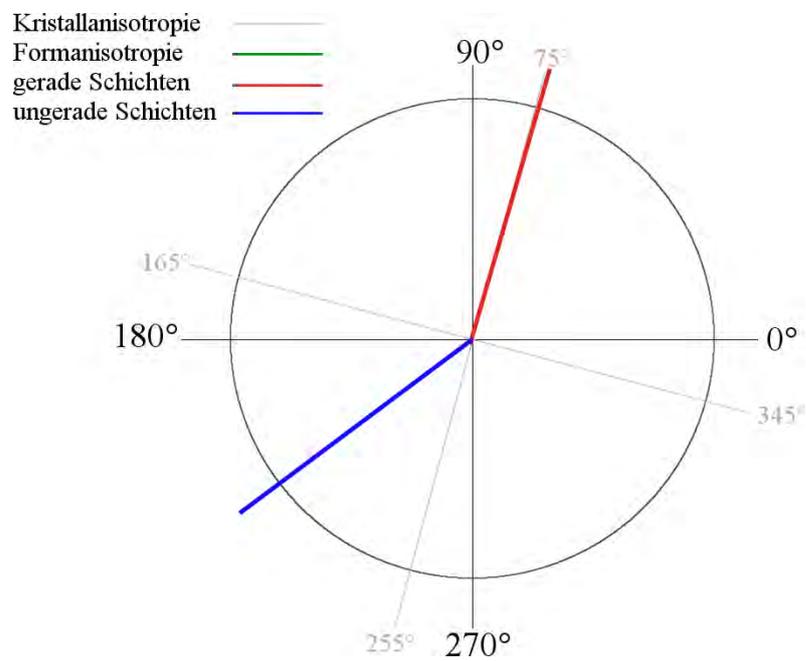


Abbildung 6.11: Magnetisierungsrichtungen der geraden und ungeraden Eisenschichten der Referenzprobe bei einem externen Magnetfeld von 1mT . $M_g = 74^\circ$ und $M_{\text{ug}} = 217^\circ$.

Vergleich zur makroskopischen Messung

In Abbildung 6.12 ist der Vergleich der Magnetisierung aus der SQUID- und Neutronenmessung zu sehen. Dazu wurden die Komponenten der Magnetisierung in Feldrichtung aus der Neutronenanalyse auf die gemessene Magnetisierungskurve normiert. Da die Messungen von 1 mT und 16 mT sehr dicht beisammen liegen, wird hier für einen besseren Überblick nur ein Ausschnitt der Kurve gezeigt. Die Sättigungsmessung der Neutronendaten liegt dabei auf Grund der Normierung natürlich auf der Sättigungsgeraden der SQUID-Messung. Es zeigt sich eine gute Übereinstimmung der beiden Messmethoden. Kleine Abweichungen können durch Ungenauigkeiten beim Einbau der Probe erklärt werden. Da die Winkel der Streifenstruktur zum äußeren Magnetfeld nur auf $\pm 1^\circ$ genau ist.

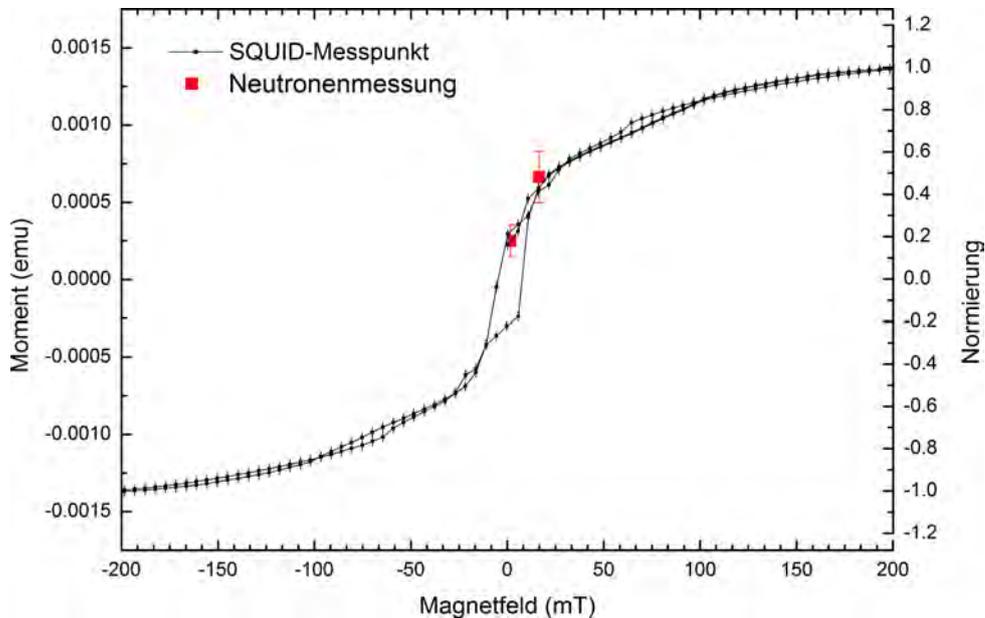


Abbildung 6.12: Vergleich der Magnetisierung in Feldrichtung zwischen der SQUID- und Neutronenmessung.

6.2.2 Untersuchung der strukturierten Probe

Sättigungsmessung

Bei der Sättigungsmessung (500 mT) der strukturierten Probe (0° -Probe) in Abbildung 6.13 erkennt man wie erwartet dieselben Merkmale wie bei der Referenzprobe. Die Bragg-Reflexe der ersten und zweiten Ordnung sind samt ihrer Bragg-sheets gut zu erkennen. Zusätzlich zu den bekannten Merkmalen sieht man die erste Ordnung der Strukturreflexe (1) in der diffusen Streuung. Dieser Reflex ist verstärkt an den Kreuzungspunkten mit dem Yoneda und dem Bragg-sheet zu sehen.

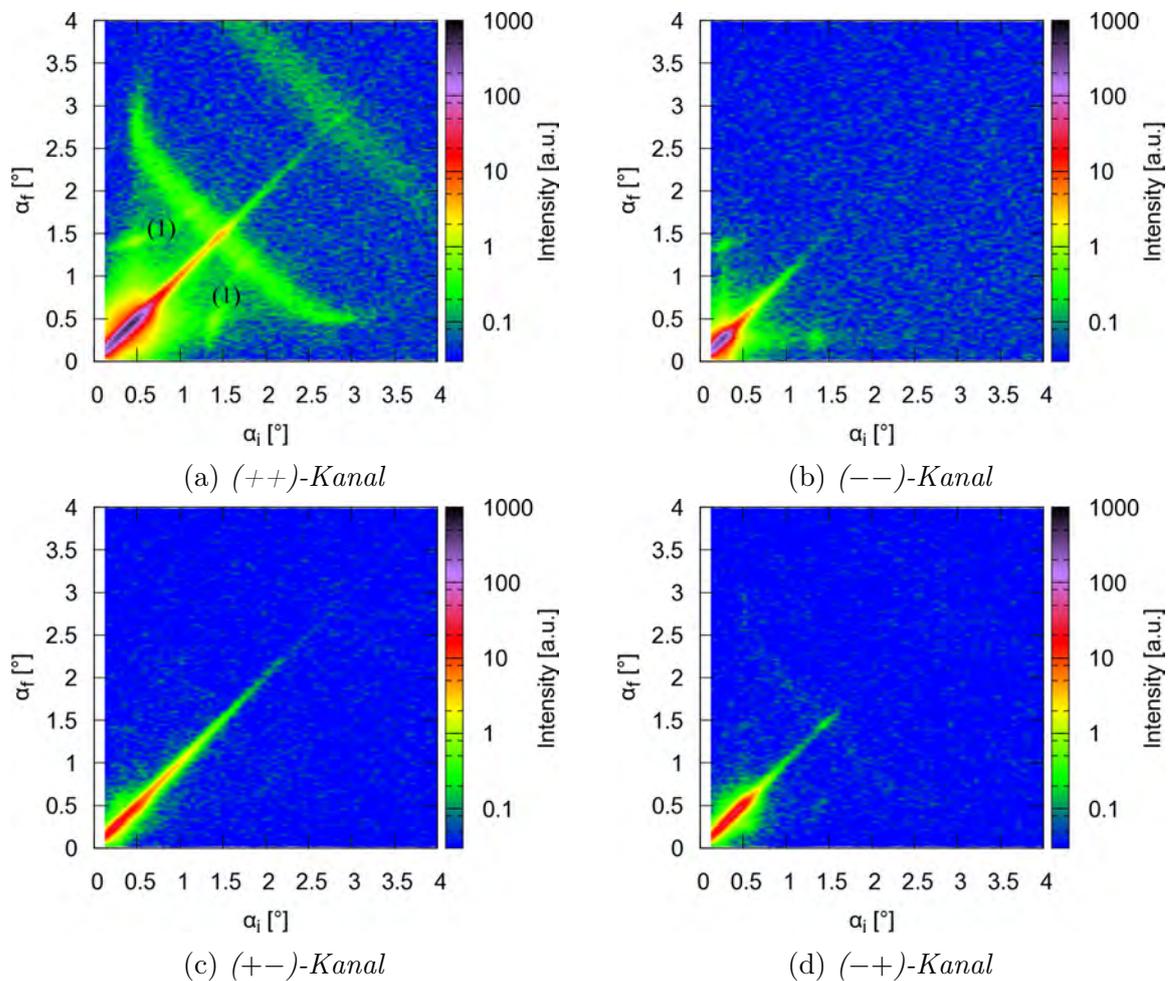


Abbildung 6.13: Intensitätskarten der Messung der strukturierten Probe (0° -Probe) in Sättigung (500 mT).

Der (---)-Kanal zeigt aus demselben Grund wie bei der Referenzprobe kein Signal. Hier scheint der strukturelle Reflex erster Ordnung auf Grund der Instrumentineffizienz durch. Die SF-Kanäle enthalten ebenfalls kein Signal, sodass auch hier alle magnetischen Momente der Probe wie erwartet in Feldrichtung (90°) liegen. Insgesamt ist die gemessene Intensität der strukturierten Probe, auf Grund von Rauigkeiten und der geringeren Materialdichte, kleiner als bei der Referenzprobe.

Abbildung 6.14 zeigt die wahre spekuläre Reflektivität der Sättigungsmessung der 0° -Probe. Der wesentlich schnellere Abfall der Reflektivität der strukturierten Probe ist auch hier erkennbar. Der zweite Bragg-Reflex wird fast nur noch durch die diffuse Streuung hervorgerufen und ist somit in der wahren spekulären Reflektivität kaum noch zu sehen. Die Messdaten wurden unter einem Winkel der Magnetisierung M_g und M_{ug} von 90° , also in Richtung des externen Magnetfeldes, angepasst. Sie ist ebenfalls in Abb. 6.14 dargestellt und zeigt eine gute Übereinstimmung mit den gemessenen Daten. Genau wie bei der unstrukturierten Probe wird bei der Anpassung der Daten der Messungen bei den anderen Magnetfeldern lediglich die gemittelte Magnetisierung der Schichten angepasst, da sich sonst keine Parameter verändern.

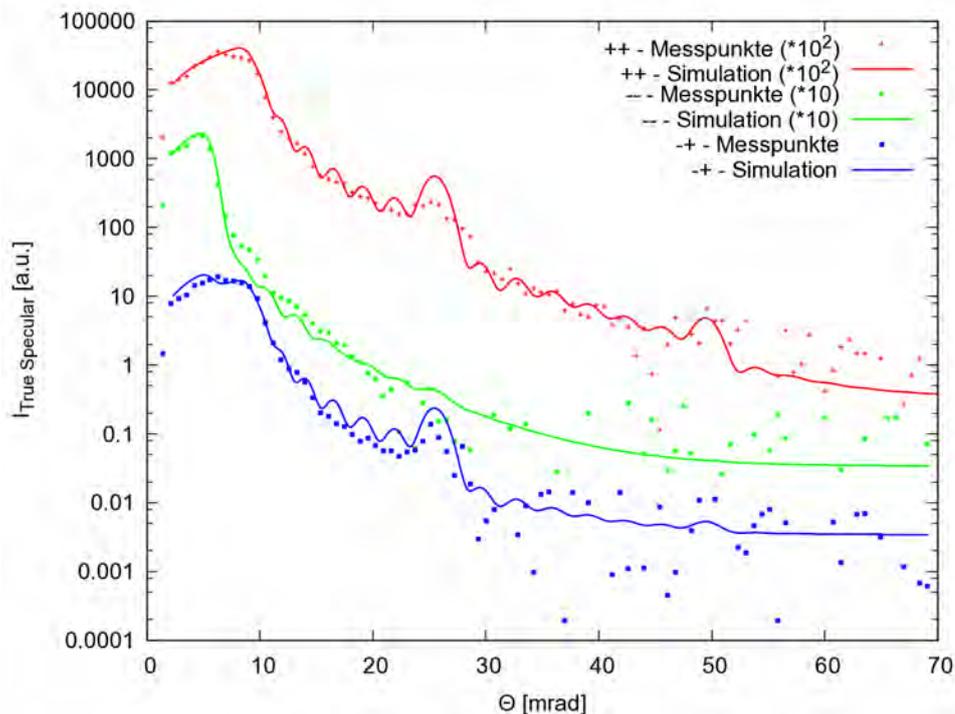


Abbildung 6.14: *Spekuläre Reflektivität der strukturierten Probe (0° -Probe) bei einem externen Magnetfeld von 500 mT mit der bestmöglichen Anpassung.*

Es sei an dieser Stelle erwähnt, dass die Trapezform der Streifen und die durch den Ätzprozess verringerte Dichte und damit auch verringerte Streulängendichte der strukturierten Probe berücksichtigt wurden. Dazu wurde die Eingabedatei für das Anpassungsprogramm verändert. Jede Eisen- und Chromschicht wurde in viele kleine „virtuelle“ Schichten aufge-

teilt. Zur Berechnung der Streulängendichten jeder dieser „virtuellen“ Schichten wurden die Parameter der AFM-Messung herangezogen bestimmt. Die Anzahl der virtuellen Schichten kann frei gewählt werden. Eine große Anzahl spiegelt die Trapezform besser wieder, macht die Simulation auf Grund des erhöhten Rechenaufwandes jedoch langsamer. Die Skizze in Abb. 6.15 zeigt einen Schnitt durch einen Streifen. Links ist das reale und rechts das durch die virtuellen Schichten aufgeteilte System zu sehen.

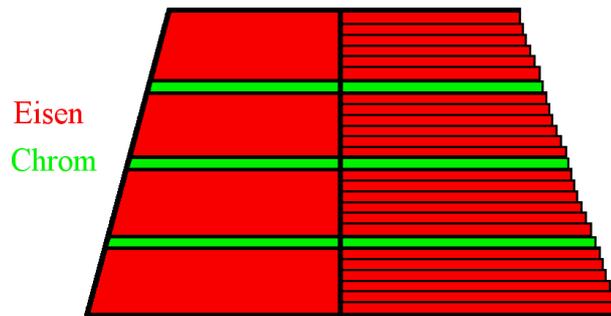


Abbildung 6.15: Schnitt durch Streifenstruktur zur Erklärung der Anpassung der Streulängendichten zur Simulation der Trapezform der Streifen. Links ist das reale und rechts das durch die virtuellen Schichten aufgeteilte System zu sehen

Messung bei 16 mT

Im Vergleich zu der Referenzprobe zeigt die strukturierte Probe (Abb. 6.16) bei diesem Magnetfeld besonders in den SF-Kanälen mehr diffuse Streuung. Zu großen Winkeln hin fällt die Intensität jedoch wie in der Sättigungsmessung stärker ab als bei der Referenzprobe. Die Reflexe der lateralen Struktur sind in allen Kanälen an den Kreuzungspunkten mit dem Yoneda sehr intensiv. In dem $(++)$ -Kanal ist sogar die zweite Ordnung dieser Strukturreflexe zu erkennen. Im Vergleich zu der Sättigungsmessung verliert der zweite Bragg-Reflex im $(++)$ -Kanal besonders im Bereich der diffusen Streuung an Intensität. Die kombinierte Streulängendichte aus nuklearer und magnetischer Streuung ist hier kleiner geworden, da die magnetischen Momente der Probe aus der Richtung des externen Feldes heraus gedreht wurden. Der Bragg-Reflex erster Ordnung ist in dem $(--)$ -Kanal der strukturierten Probe deutlicher zu erkennen, als bei der Messung der Referenzprobe. Die hohe Intensität in den SF-Kanälen zeigt qualitativ, dass die Momente der Proben größtenteils senkrecht zum externen Magnetfeld liegen. Auch hier sind die ganzzahligen Bragg-Reflexe verboten.

Um eine quantitative Aussage über die Magnetisierungsrichtung der Eisenschichten bei 16 mT machen zu können, wurde wieder die wahre spekuläre Reflektivität aus den gemessenen Intensitätskarten entnommen. Ein passender Fit für diese Messung erwies sich als schwierig. Wie man in Abbildung 6.17 sehen kann, ist es nicht leicht zu entscheiden welche Anpassung am besten passt. Ein Fit, der die Daten zum Beispiel am halbzahligen Bragg-Reflex (z.B. $M_{\text{ug}}=163^\circ/M_{\text{g}}=354^\circ$) besser beschreibt, spiegelt die Daten am ganzzahligen schlechter wider als ein anderer Fit (z.B. $M_{\text{ug}}=176^\circ/M_{\text{g}}=360^\circ$). Daher wird hier ein Fehler auf den Winkel der Magnetisierung von 10° angenommen. Betrachtet man die herrschenden Anisotropien in der Probe (Abb. 6.18) ist es physikalisch am sinnvollsten,

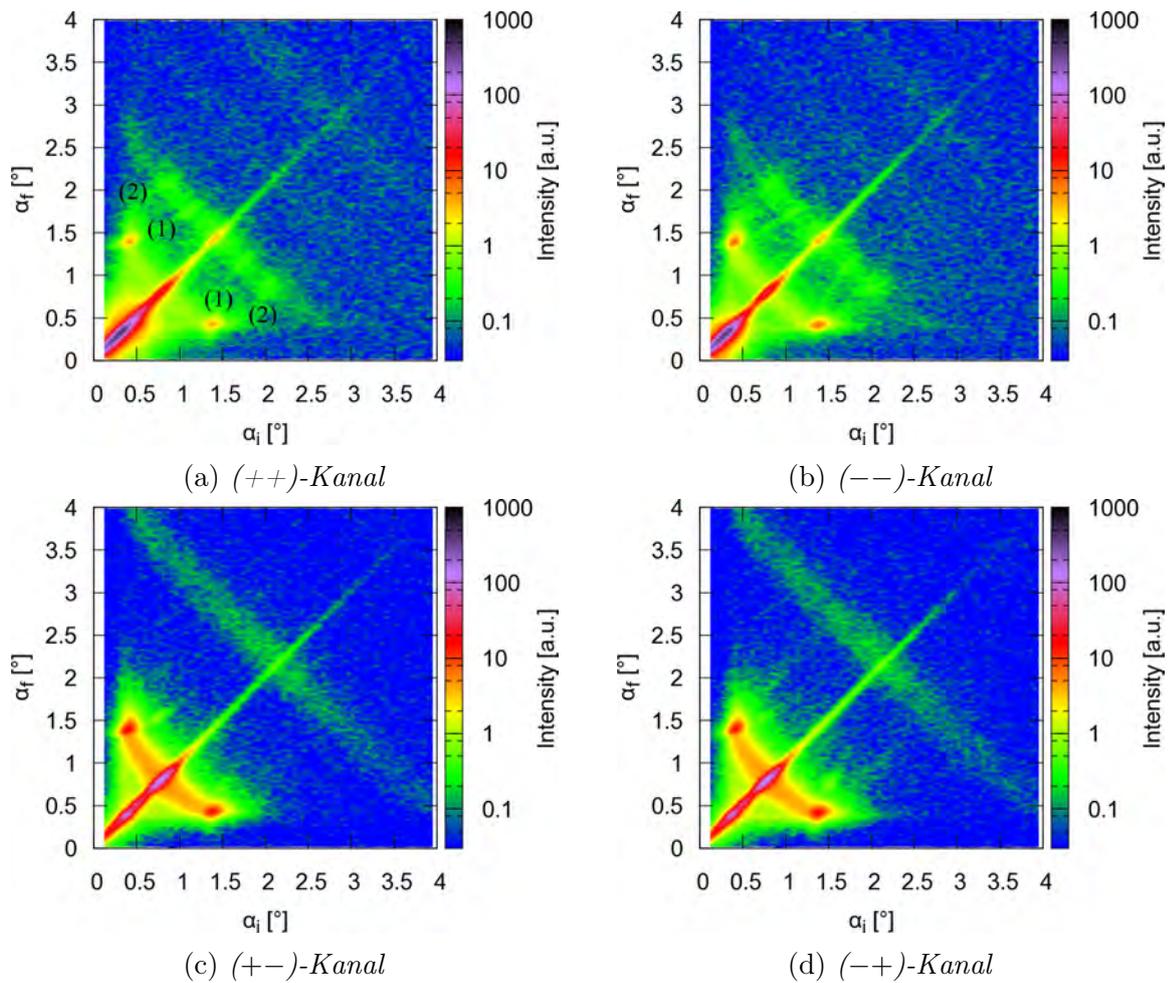


Abbildung 6.16: Intensitätskarten der Messung der strukturierten 0° -Probe bei einem externen Magnetfeld von 16 mT.

wenn die magnetischen Momente in Richtung der Streifenstruktur (165° und 345°) und damit in Richtung der Form- und Kristallanisotropie liegen.

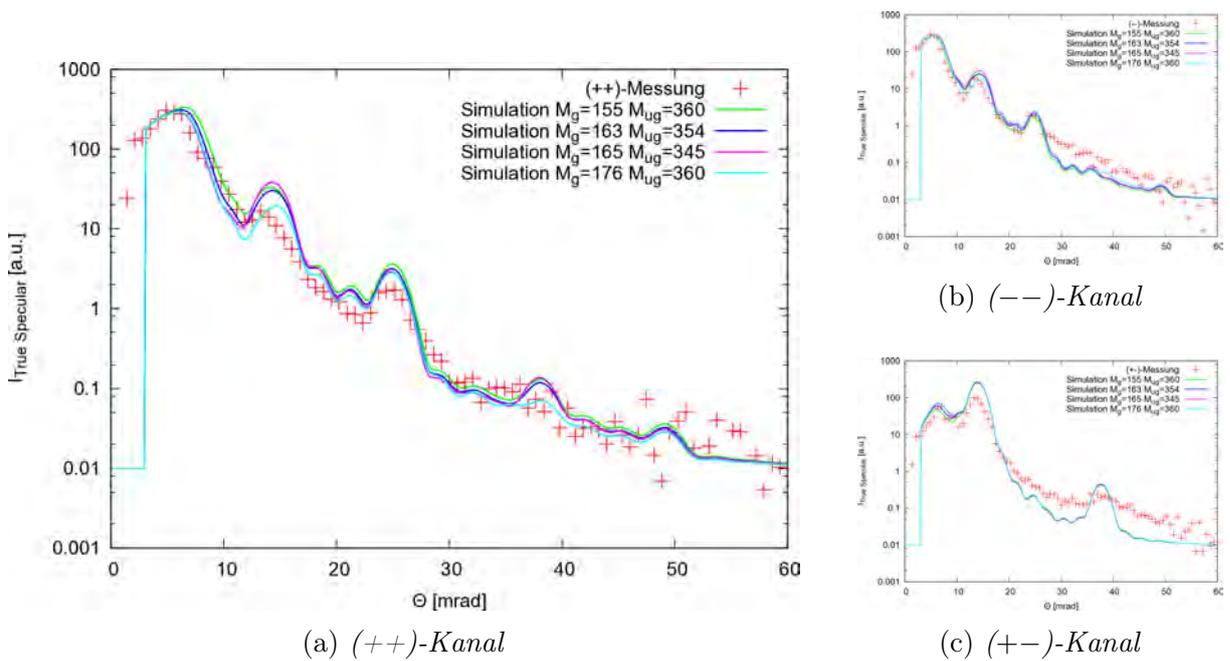


Abbildung 6.17: Mögliche Anpassungen der wahren spekulären Reflektivität der strukturierten Probe bei einem externen Magnetfeld von 16 mT.

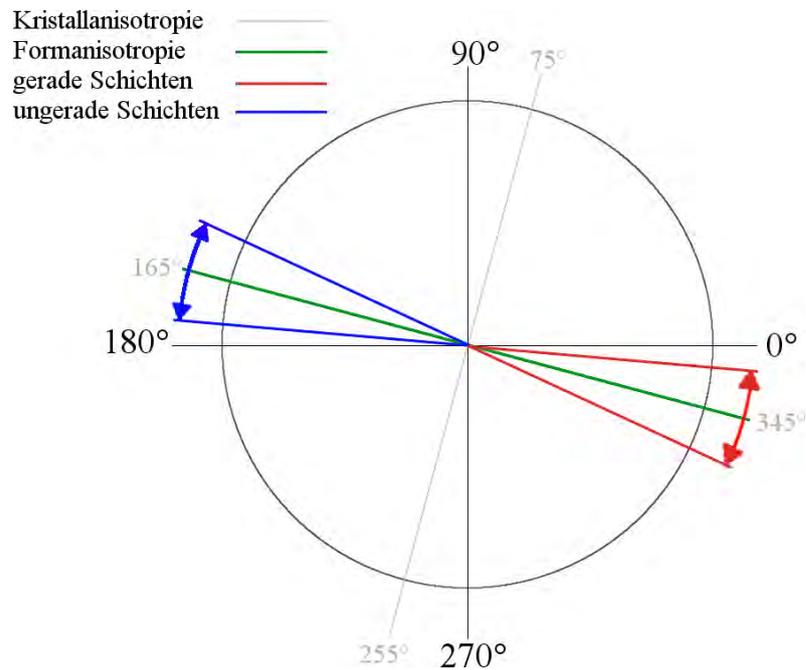


Abbildung 6.18: Magnetisierungsrichtungen der geraden und ungeraden Eisenschichten der strukturierten Probe bei einem externen Magnetfeld von 16 mT. Die Kristall- und Formanisotropie ist ebenfalls eingezeichnet.

Um eine genauere Aussage über die Magnetisierungsrichtung machen zu können, wurde die SQUID-Messung der Probe herangezogen. Der Vergleich der beiden Messungen ist in Abb. 6.19 zu sehen. Aus der SQUID-Messung ist ersichtlich, dass eine Ausrichtung der Momente entlang der Streifenstruktur hier nicht sinnvoll ist, da sich die magnetischen Momente der Schichten auf Grund der geraden Anzahl von Eischichten aufheben müssten. Da in der SQUID-Messung bei einem externen Feld von 16 mT jedoch ein Moment gemessen wurde, ist dies nicht der Fall. Eine gute Übereinstimmung der Neutronen- und SQUID-Messung wird mit folgenden Werten für die Magnetisierungswinkel erreicht: $M_{\text{ug}}=163\pm 10^\circ$ und $M_{\text{g}}=355\pm 10^\circ$. Die Magnetisierung liegt somit in dem vorher abgeschätzten Fehlerbereich, wird aber durch das externe Magnetfeld von 16 mT ein wenig aus der Anisotropierichtung ausgelenkt.

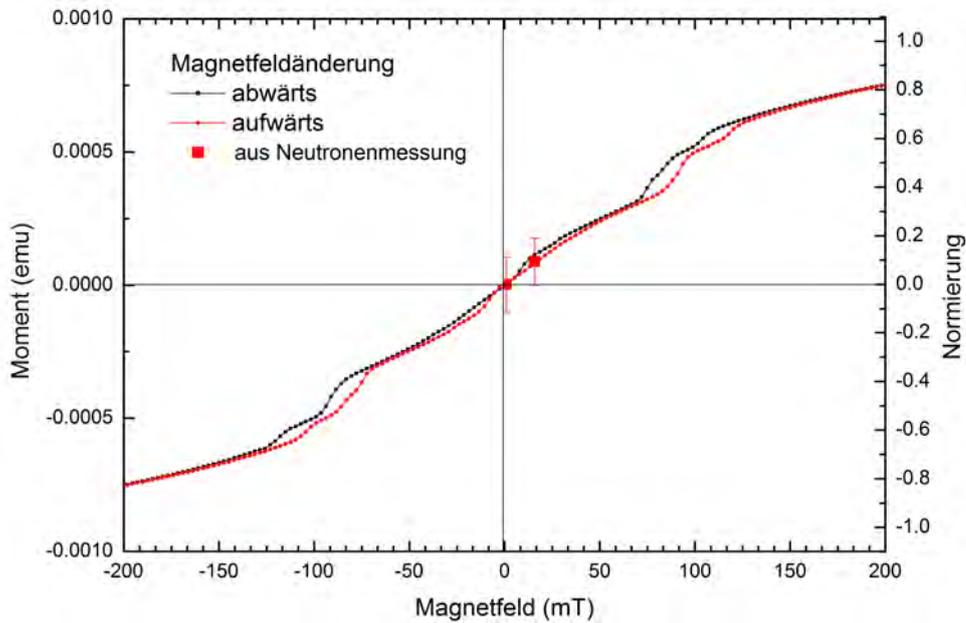


Abbildung 6.19: Vergleich der Magnetisierungskomponente in Feldrichtung zwischen der Neutronen- und SQUID-Messung.

Messung im Führungsfeld

Auch bei der Messung der strukturierten Probe im Führungsfeld (1 mT) lassen sich qualitativ keine neuen Merkmale, im Vergleich zu der Messung bei 16 mT, feststellen. Daher wird bei Interesse an den Intensitätskarten auf den Anhang verwiesen. Der Vergleich der wahren spekulären Reflektivitäten zeigt, dass sich die Messungen auch quantitativ kaum voneinander unterscheiden (Abb. 6.20). Die Änderung des externen Magnetfeldes von 16 mT auf 1 mT hat somit fast keinen Einfluss auf die Magnetisierungsrichtungen der Eisenschichten. Der $(++)$ -Kanal zeigt bei einem Magnetfeld von 16 mT etwas mehr und der $(--)$ -Kanal etwas weniger Signal. Außerdem ist etwas mehr Signal im SF-Kanal bei 16 mT, was auf eine leicht größere Komponente der Magnetisierung senkrecht zum externen Feld hinweist. Hier zeigt der Vergleich der SQUID- und Neutronenmessung (Abb. 6.19), dass die magnetischen Momente in Richtung der Streifenstruktur liegen. Das integrierte Moment aus der SQUID-Messung liegt bei 0, woraus folgt, dass sich die Momente der Eisenschicht gegenseitig aufheben. Aus der Neutronenmessung wird damit klar, dass die Momente bei $M_{\text{ug}}=165^\circ$ und $M_{\text{g}}=345^\circ$ also in Richtung der Streifenstruktur liegen. Hier zeigt sich explizit der Einfluss der Strukturierung der Probe. Durch die zusätzliche Formanisotropie entsteht für die Magnetisierung ein Energieminimum in Streifenrichtung, in dem die magnetischen Momente der einzelnen Schichten bevorzugt liegen. Bei der Referenzprobe fehlt dieser zusätzliche Betrag der Formanisotropie, sodass die Änderung des externen Magnetfeldes einen viel größeren Einfluss auf die Magnetisierungsrichtung der Probe hat. Bei der Referenzprobe liegt die Magnetisierung der geraden Schichten immer noch fast in Feldrichtung wohingegen die Magnetisierung der ungeraden Schichten um 127° aus der 90° -Stellung, bei Sättigung, gedreht wurde. Die Energieminima der Kristallanisotropie sind hier ohne die zusätzliche Formanisotropie äquivalent. Abschließend kann man sagen, dass die Strukturierung und die damit hervorgerufene Formanisotropie einen großen Einfluss auf die Orientierung der magnetischen Momente der einzelnen Schichten hat.

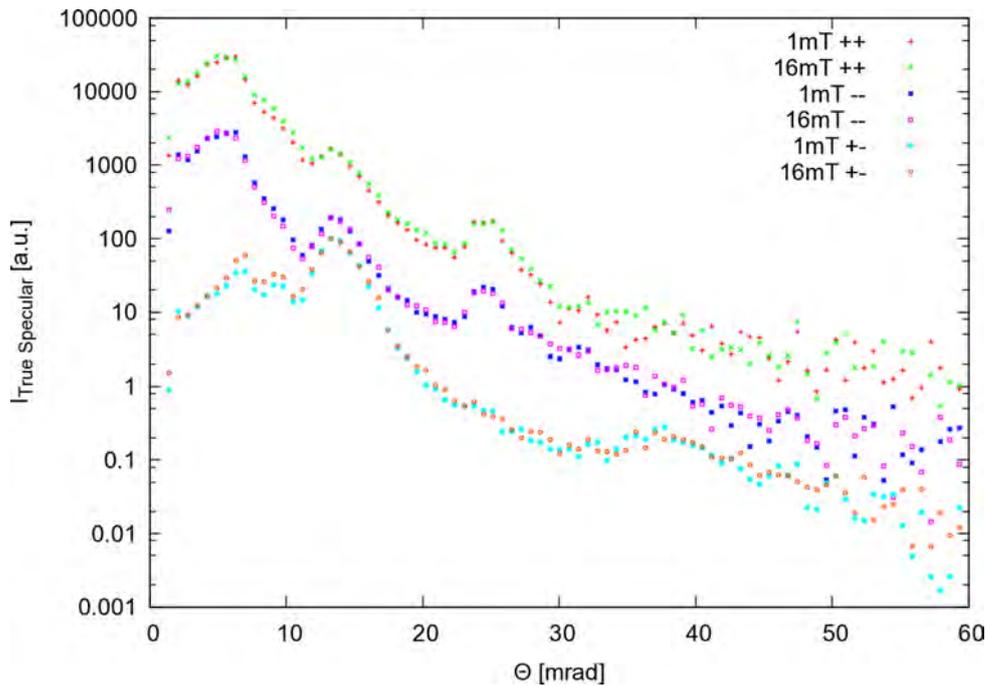


Abbildung 6.20: Vergleich zwischen den wahren spekulären Reflektivitäten der Messungen bei 1 mT und 16 mT.

6.3 Konkurrierende Einflüsse der Kristall- und Formanisotropie

Der Einfluss der Strukturierung hat gezeigt, dass es durch den zusätzlichen Beitrag der Formanisotropie eine bevorzugte Richtung der Magnetisierung in Streifenrichtung gibt. Die Form- und Kristallanisotropie haben sich bei der Untersuchung überlagert. Im nächsten Schritt wurde der konkurrierende Einfluss dieser beiden Anisotropieformen untersucht, indem die Streifenstruktur und damit die Formanisotropie gegen die Kristallanisotropie verdreht wurde. Die herrschenden Anisotropien der 30°-Probe sind in Abb. 6.21 zu sehen. Die Kristallanisotropie ist auf Grund der Waferorientierung um 45° zur Probenkante verkippt. Die Streifenstruktur wurde um 15° zur Probenkante verkippt. Die Probe wurde im Neutronenreflektometer D17 am ILL vermessen. Dazu wurden Θ - Θ -Scans von 0.1° bis 3.5° mit einer Schrittweite von 0.02° gemessen. Da im Vergleich zur ersten Messzeit mehr Zeit zur Verfügung stand, wurde sowohl in kleineren Schritten als auch mit einer besseren Auflösung gemessen. Die Auflösung wurde dabei auf die Schrittweite der Messung angepasst. Der geringere Fluss wurde durch eine verlängerte Messzeit kompensiert. Es wurden Messungen bei einem externen Magnetfeld von 500 mT, 300 mT, 161 mT, 80 mT und im Führungsfeld (1 mT) in dieser Reihenfolge durchgeführt. Die Probe wurde wie in Kapitel 6.1 eingebaut. Die Streifenstruktur wurde jedoch in einem Winkel von 30° zum Neutronenstrahl eingebaut. Auch hier wurde mit polarisierten Neutronen und voller Polarisationsanalyse gemessen.

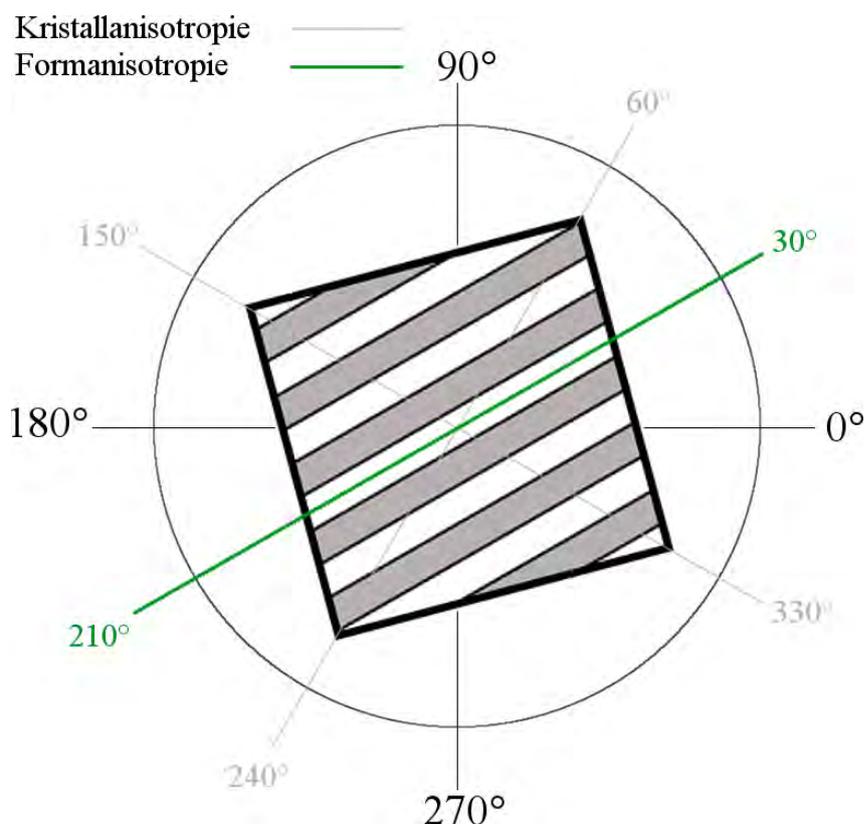


Abbildung 6.21: Schematische Darstellung der Anisotropien der 30°-Probe.

Messung der 30°-Probe bei 500 mT

In Abbildung 6.22 sind die Intensitätskarten der Messung bei 500 mT dargestellt. Wie die Messung zeigt, ist die Probe bei diesem Magnetfeld gesättigt. In den Spin-Flip-Kanälen ist daher keine Intensität zu sehen. Für diese Messzeit wurde die Kontamination des (+-) -Kanals weitestgehend behoben. Der (--) -Kanal zeigt wie zu erwarten war in der Sättigungsmessung ebenfalls kein Signal. Im (++) -Kanal ist sehr schön der erste (1) und zweite (2) Bragg-Reflex mit den Bragg-sheets (3) zu sehen. Auf Grund der verbesserten Auflösung können die sogenannten „Kiessig fringes“ (4) in der diffusen Streuung zwischen dem Totalreflektionsplateau (5) und dem ersten Bragg-Reflex gut aufgelöst werden. Der erste laterale Strukturreflex (6) ist in der diffusen Streuung durchgehend vom Kreuzungspunkt mit dem Yoneda bis zum ersten Bragg-sheet sehr gut zu erkennen.

Um die Messung zu simulieren wurde die wahre spekuläre Reflektivität, wie bei der ersten Messzeit, aus den Intensitätskarten extrahiert. Diese ist mit der bestmöglichen Anpassung in Abbildung 6.23 zu sehen. Die Simulation spiegelt die gemessenen Daten gut wider. Für die Anpassung wurden die Ergebnisse der Röntgenreflektometriemessung herangezogen. Die Magnetisierung der Schichten wurde in Richtung des externen Magnetfeldes angelegt (90°), da die Probe gesättigt war. Die Werte aus der Anpassung wurden, wie auch zuvor, für alle folgenden Messungen bei kleineren Magnetfeldern übernommen. Lediglich die Richtung der Magnetisierung der Schichten wurden neu angepasst.

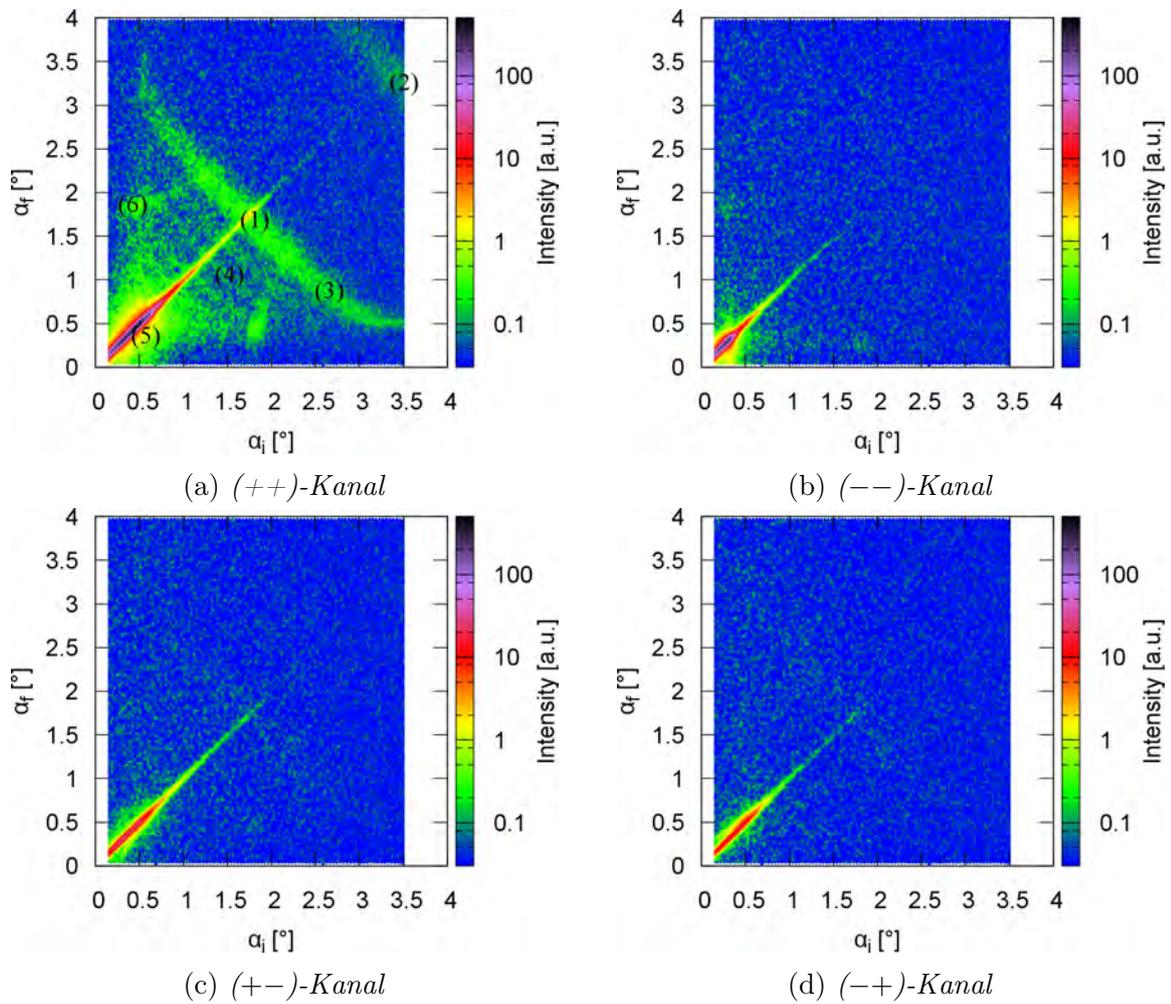


Abbildung 6.22: Intensitätskarten der Messung der strukturierten Probe (30° -Probe) bei 500 mT .

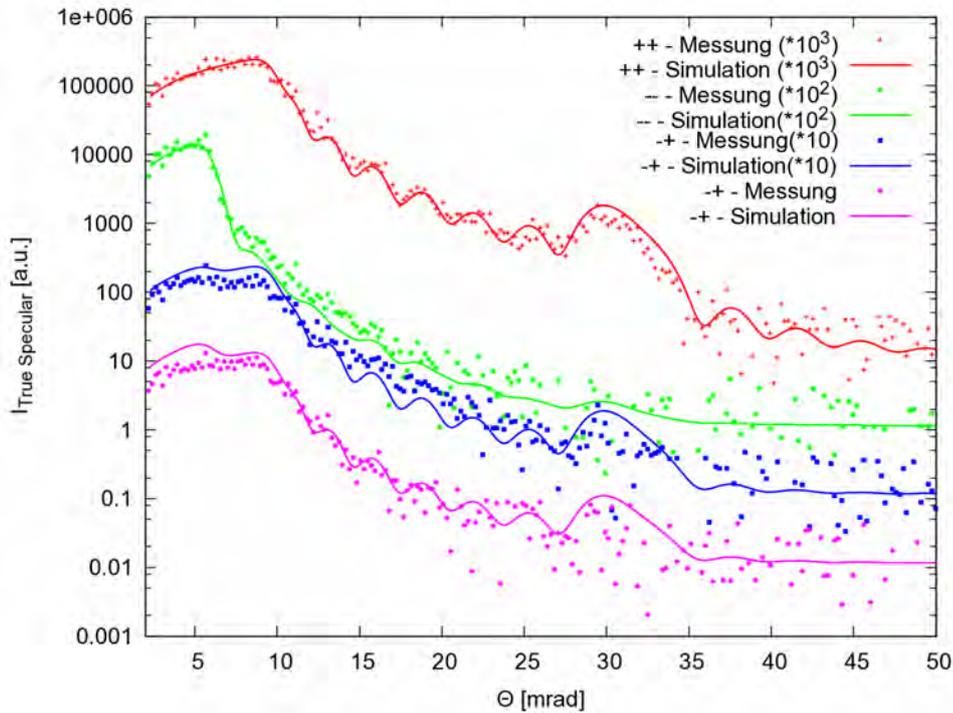


Abbildung 6.23: Wahre spekuläre Reflektivität und bestmögliche Anpassung der 30°-Probe in Sättigung (500 mT).

Messung der 30°-Probe bei 300 mT

Bei der Messung der Probe bei einem externen Magnetfeld von 300 mT ist zu erkennen, dass die Probe noch fast gesättigt ist. Abbildung 6.24 zeigt die gemessenen Intensitäten der vier Kanäle. Der (++)-Kanal zeigt keine neuen Merkmale. Im (--) -Kanal ist der erste halbzahlige Bragg-Reflex zu sehen, was auf die antiferromagnetische Ausrichtung der Momente und der so verdoppelten magnetischen Periode schließen lässt. Die Spin-Flip-Kanäle zeigen ebenfalls Bragg-Reflexe der Ordnung $\frac{1}{2}$. Die magnetischen Momente sind also bereits aus den 90° herausgedreht. An den Kreuzungspunkten mit dem Yoneda ist der erste Reflex der lateralen Struktur (1) zu erkennen. Auf Grund der Nettomagnetisierung der Probe in Feldrichtung sind die Totalreflektionsplateaus der NSF-Kanäle verschieden lang. Dies führt zu einer Anisotropie in den SF-Kanälen. Die Streubilder der SF-Kanäle gehen wegen der Umkehrbarkeit des Strahlenganges durch eine Spiegelung an der Diagonalen ineinander über.

In Abbildung 6.25 sind die wahren spekulären Reflektivitäten der einzelnen Kanäle mit ihrer Anpassung zu sehen. Eine gute und physikalisch sinnvolle Anpassung wurde mit $M_g = 91 \pm 10^\circ$ und $M_{ug} = 71 \pm 10^\circ$ gefunden. Die Magnetisierung der ungeraden Eisenschichten wird in Richtung der Kristallanisotropie bei 60° gedreht. Die Magnetisierung der geraden Schichten bleibt hingegen bei fast 90°. Das Verdrehen des Magnetisierungsvektors M_g zu höheren Winkeln wird zwar durch die antiferromagnetische Kopplung der Eisenschichten bevorzugt, wird aber durch die magnetisch harte Achse bei 105° verhindert.

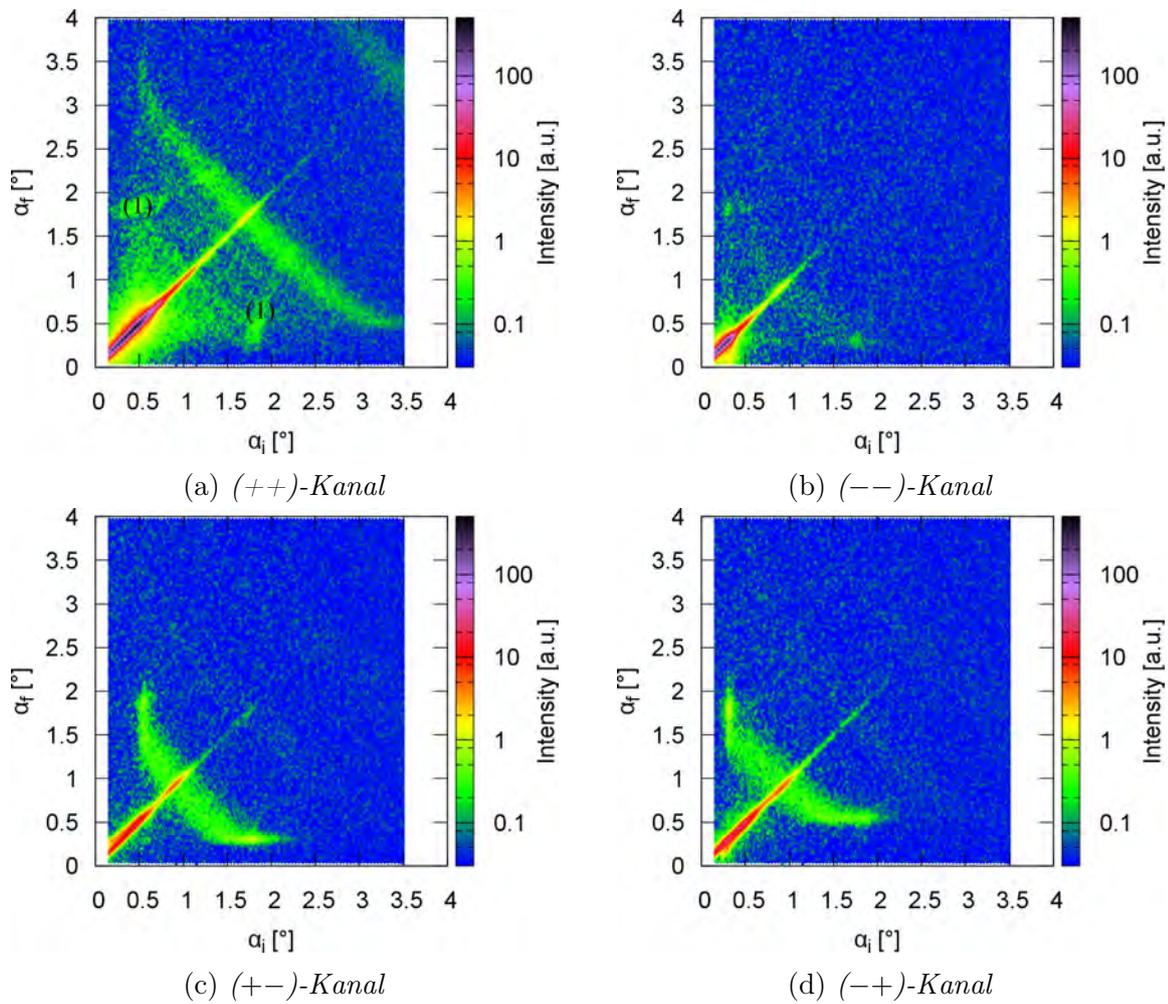


Abbildung 6.24: Intensitätskarten der Messung der strukturierten Probe (30° -Probe) bei 300 mT .

Abbildung 6.26 zeigt die Stellung der Magnetisierungsvektoren der Eisenschichten mit den in der Probe herrschenden Anisotropien.

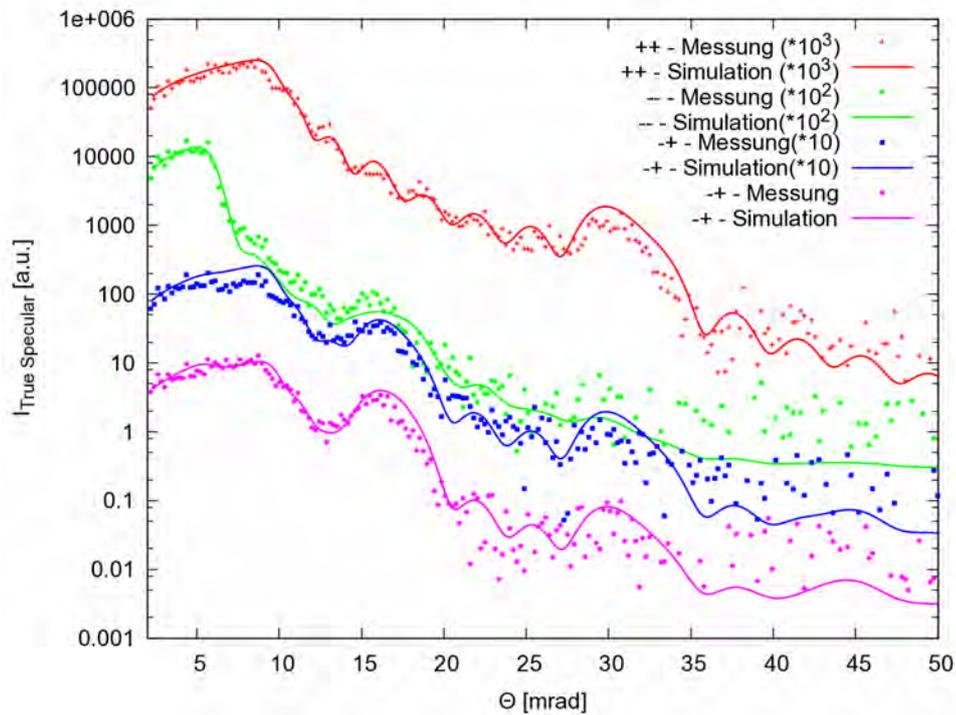


Abbildung 6.25: Wahre spekuläre Reflektivität und bestmögliche Anpassung der 30° -Probe bei einem externen Magnetfeld von 300 mT.

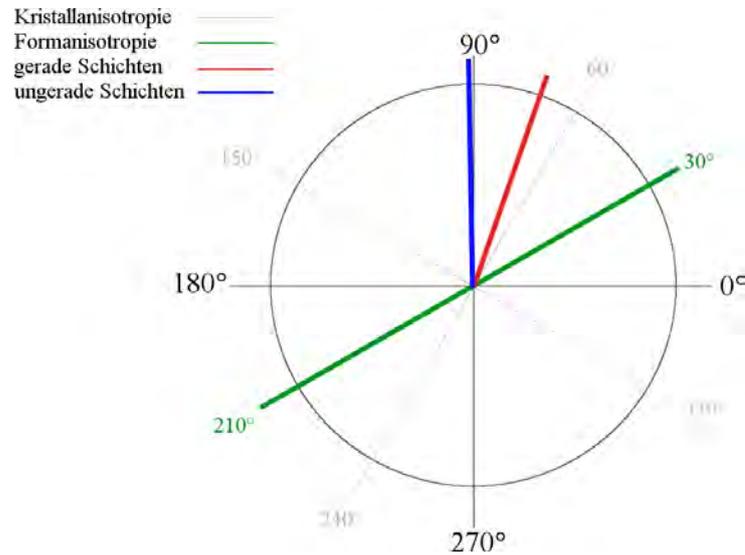


Abbildung 6.26: Magnetisierungsrichtungen der geraden und ungeraden Eisenschichten der 30° -Probe bei der 300 mT-Messung. $M_g = 91^\circ$ und $M_{ug} = 71^\circ$.

Messung der 30°-Probe bei 161 mT

Die Streubilder der Messung bei 161 mT (Abb. 6.27) zeigen neben den aus den vorgehenden Messungen bekannten Merkmalen nun auch halbzahlige Bragg-Reflexe mit deren Bragg-sheets in den NSF-Kanälen. Im (--) -Kanal wird mehr Intensität gemessen. Der Kontrast zwischen Eisen und Chrom wird auf Grund der Magnetisierungsrichtung der Schichten erhöht. Die Bragg-Reflexe der Ordnung $\frac{1}{2}$, 1 und $\frac{3}{2}$ werden aufgelöst. Der laterale Strukturreflex ist ebenfalls gut zu erkennen. Die SF-Kanäle zeigen verstärkte Bragg-Reflexe halber Ordnung. Auch hier ist der laterale Strukturreflex 1. Ordnung wieder gut zu sehen. Das starke Signal in den SF-Kanälen weist qualitativ auf eine große Komponente der Magnetisierung senkrecht zum angelegten Magnetfeld hin.

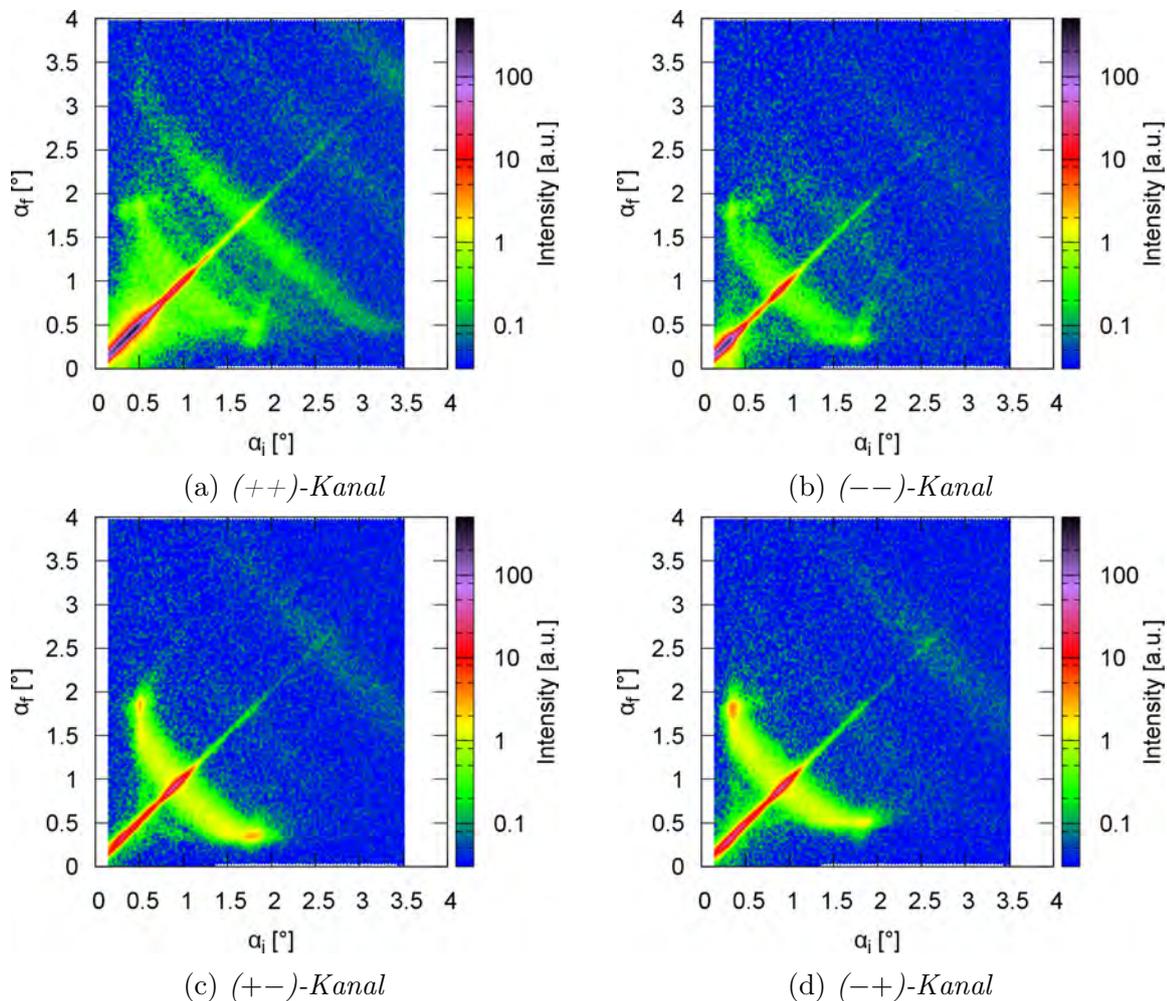


Abbildung 6.27: Intensitätskarten der Messung der strukturierten Probe (30°-Probe) bei 161 mT.

Die wahre spekuläre Reflektivität ist in Abbildung 6.28 mit der Anpassung der Magnetisierungsvektoren zu sehen. Die Anpassung ergab einen Winkel der Magnetisierung der

geraden Schichten von $M_g=162\pm 10^\circ$ und der ungeraden Schichten von $M_{ug}=60\pm 10^\circ$. Diese Werte führen zu einer akzeptablen Anpassung der Messung und sind physikalisch sinnvoll. Die Magnetisierung der ungeraden Schichten liegt in einer Kristallanisotropieachse, also in einem Energieminimum. Die Magnetisierung der geraden Schichten, die bei dem Magnetfeld von 300 mT noch bei 90° lag, wurde durch die antiferromagnetische Kopplung zu größeren Winkeln hin gedreht. Sie überwindet die schwere Achse bei 105° und springt in die Kristallanisotropie bei 150° , aus der sie nun weiter herausgedreht wird. Die Stellungen der Magnetisierungen der Schichten bei dieser Messung sind samt der Anisotropien in Abbildung 6.29 schematisch zu sehen.

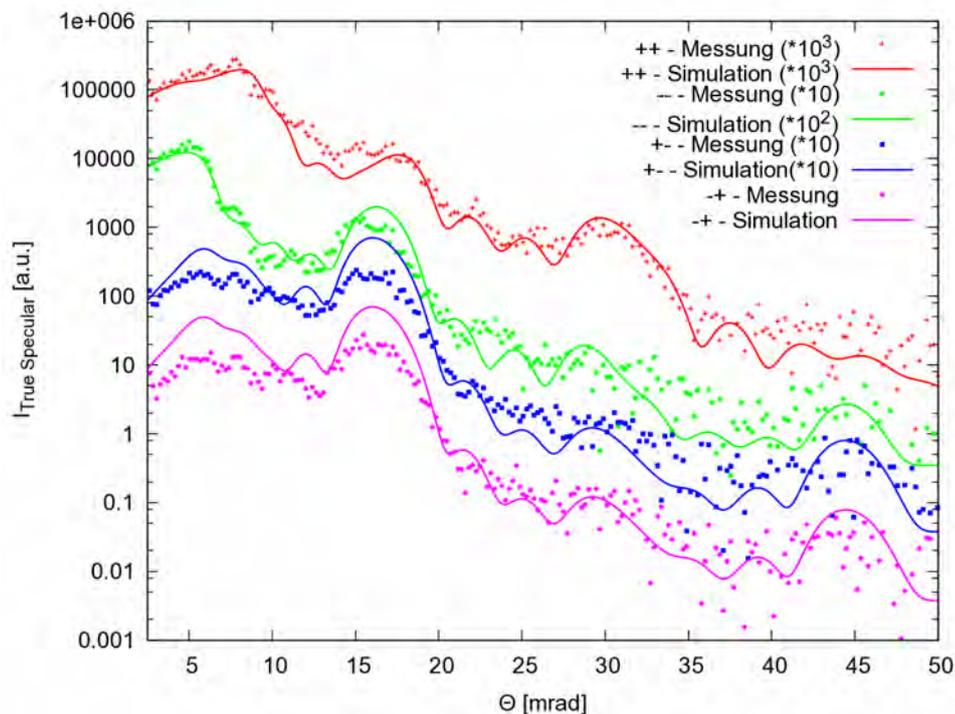


Abbildung 6.28: Wahre spekuläre Reflektivität und bestmögliche Anpassung der 30° -Probe bei einem externen Magnetfeld von 161 mT.

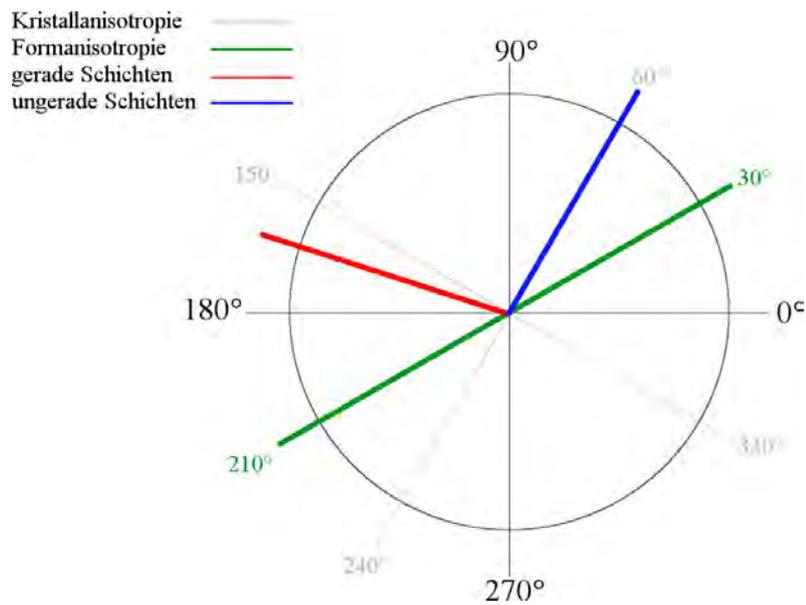


Abbildung 6.29: Magnetisierungsrichtungen der geraden und ungeraden Eisenschichten der 30°-Probe bei der 161 mT-Messung. $M_g=162^\circ$ und $M_{ug}=60^\circ$.

Messung der 30°-Probe bei 80 mT

In Abbildung 6.30 sind die Streubilder der Messung bei dem verringerten Magnetfeld von 80 mT zu sehen. Sie zeigen keine neuen Merkmale. Lediglich die Intensität in den NSF-Kanälen wird größer und in den SF-Kanälen kleiner. Das zeigt qualitativ, dass die Komponente der Magnetisierung in Richtung des externen Magnetfeldes größer und senkrecht dazu kleiner geworden ist. Die halben Bragg-Reflexe zeigen, dass sie immer noch antiferromagnetisch ausgerichtet sind.

Die wahren spekulären Reflektivitäten und die dazugehörige Anpassung sind in Abbildung 6.31 zu sehen. Die Anpassung der Magnetisierungsvektoren ergibt Werte von $M_g=209^\circ$ und $M_{ug}=60^\circ$. Wie in Abb. 6.32 zu sehen ist, zeigt die Magnetisierung der ungeraden Eisenschichten immer noch in Richtung der Kristallanisotropie.

Die Richtung der magnetischen Momente der geraden Eisenschichten wurde durch die Verringerung des Magnetfeldes und dem so stärker werdenden Einfluss der Zwischenschichtkopplung über die harte Achse (105°) hinaus in Richtung der Formanisotropie (210°) gedreht. Hier wird durch die Minimierung des Streufeldes eine energetisch günstige Richtung gebildet.

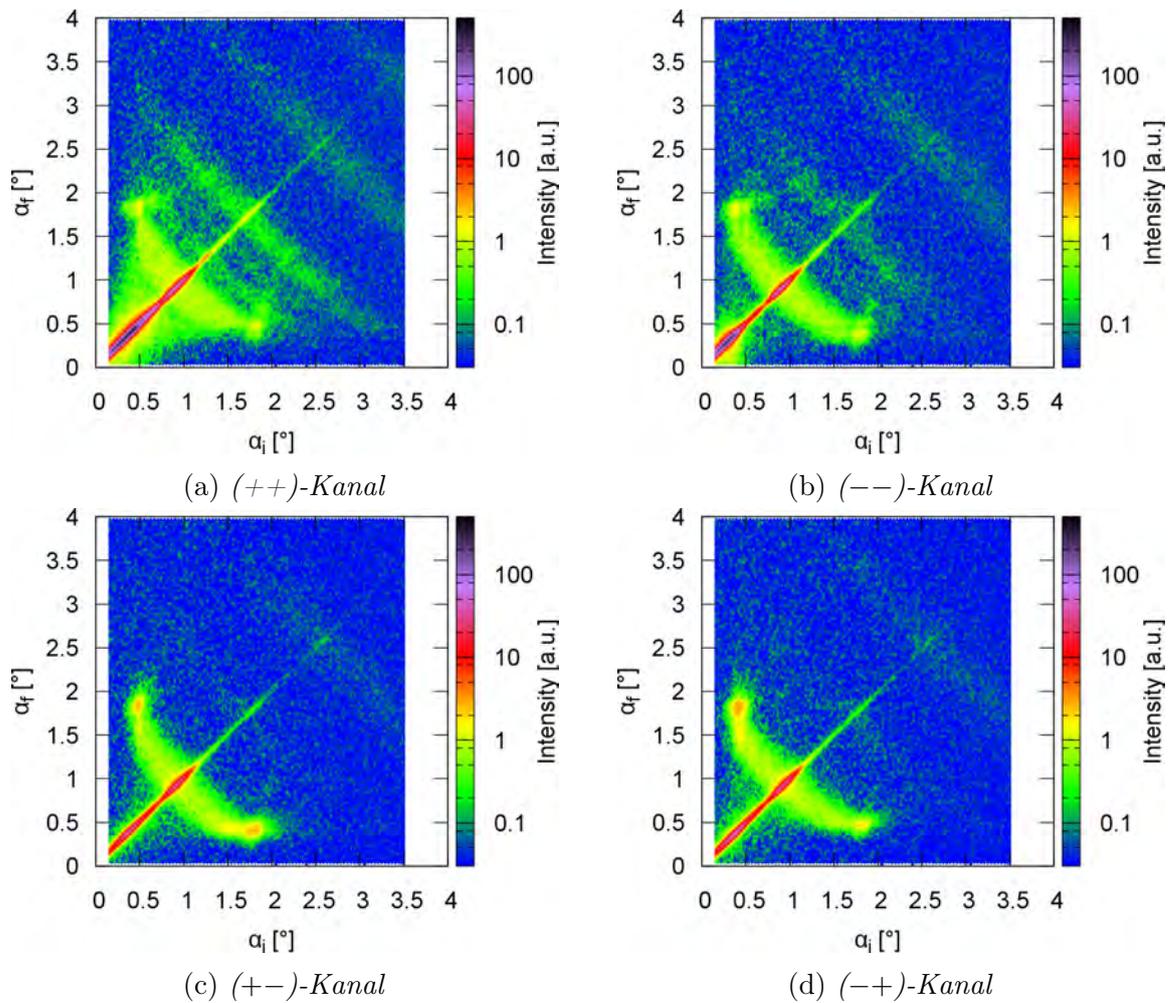


Abbildung 6.30: Intensitätskarten der Messung der strukturierten Probe (30° -Probe) bei 80 mT .

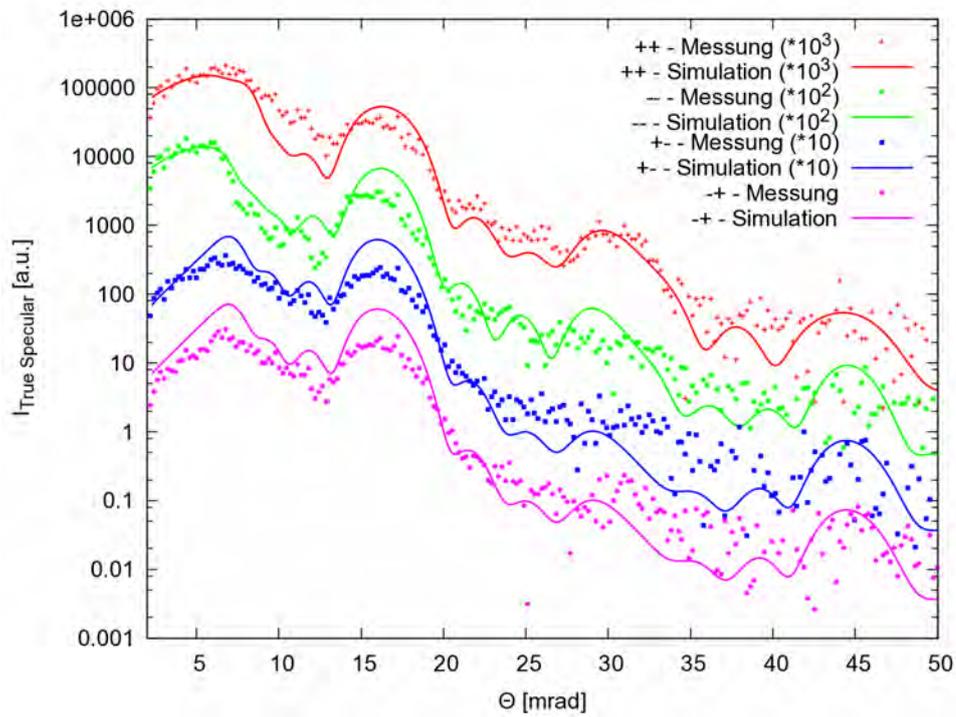


Abbildung 6.31: Wahre spekuläre Reflektivität und Anpassung der 30° -Probe bei einem externen Magnetfeld von 80 mT.

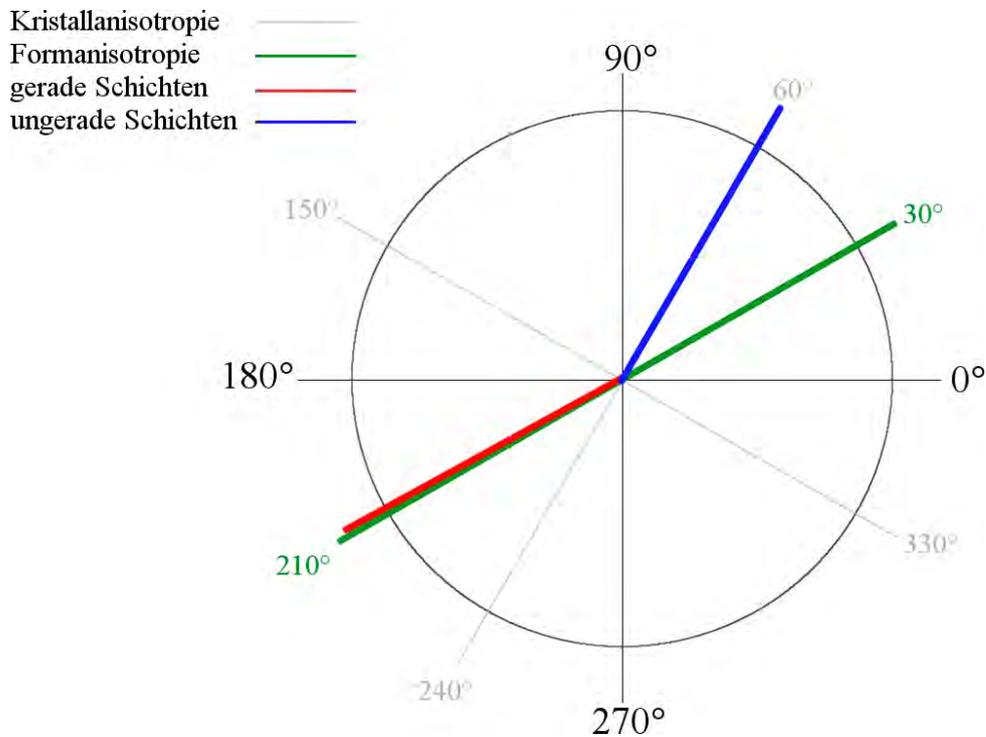


Abbildung 6.32: Magnetisierungsrichtungen der geraden und ungeraden Eisenschichten der 30° -Probe bei der 80 mT-Messung. $M_g=209^\circ$ und $M_{ug}=60^\circ$.

Messung der 30°-Probe im Führungsfeld (1 mT)

Auch die Messung im Führungsfeld zeigt keine neuen Merkmale. Der Trend, dass die Intensität in den NSF-Kanälen zu- und in den SF-Kanälen abnimmt, und so die Komponente in Richtung des externen Magnetfeldes zu und die Komponente senkrecht dazu abnimmt, setzt sich auch bei dieser Messung fort. Die Intensitätskarten sind im Anhang zu finden. Hier werden nur die wahren spekulären Reflektivitäten mit der Anpassung gezeigt (Abb. 6.33). Eine gute Anpassung der Daten und eine physikalisch sinnvolle Lösung wurde für $M_g=223\pm 10^\circ$ und $M_{ug}=60\pm 10^\circ$ gefunden (Abb. 6.34). Die Magnetisierung der ungeraden Eisenschichten bleibt immer noch im Minimum der Kristallanisotropie. Dagegen wird die Magnetisierung der geraden Eisenschichten aus der Streifenrichtung herausgedreht und liegt in dem in Remanenz erwarteten Energieminimum, welches durch die Kombination der Form- und Kristallanisotropie gebildet wird.

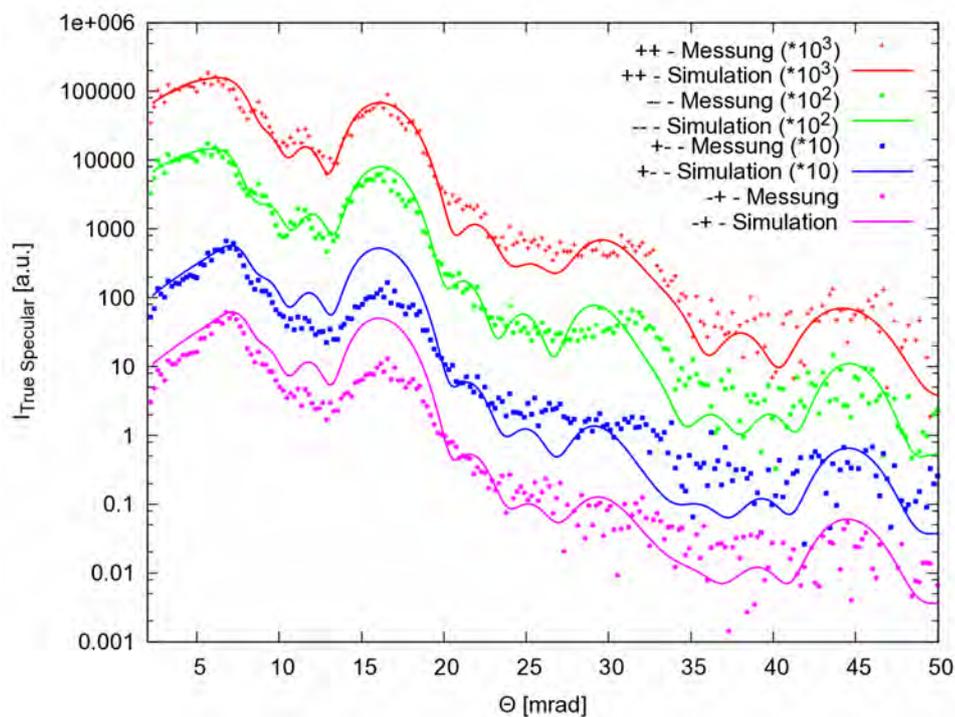


Abbildung 6.33: Wahre spekuläre Reflektivität und Anpassung der 30°-Probe im Führungsfeld (1 mT).

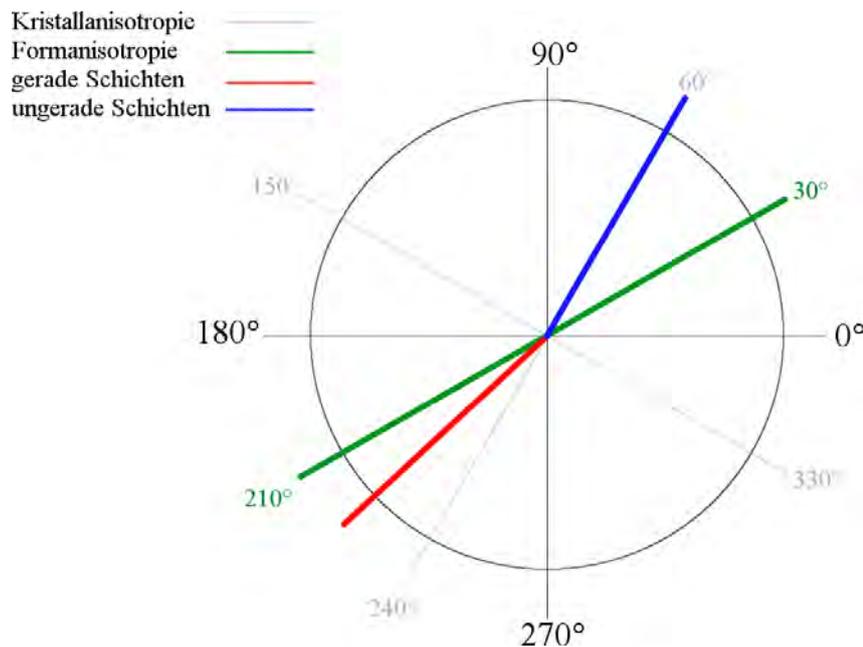


Abbildung 6.34: Magnetisierungsrichtungen der geraden und ungeraden Eisenschichten der 30° -Probe bei der 1 mT-Messung. $M_g=223^\circ$ und $M_{ug}=60^\circ$.

Analyse und Zusammenfassung

Die durchgeführten Messungen zeigen, dass die Kristallanisotropie einen größeren Einfluss auf die Magnetisierungsrichtung hat als die Formanisotropie. Besonders bei hohen Feldern kann das Streufeld der Form vernachlässigt werden. Aber auch bei kleinen Feldern ist der Beitrag der Kristallanisotropie dominierend, was das Festhalten der Magnetisierungsrichtung der ungeraden Schicht in der Kristallanisotropie bei 60° zeigt. Im Vergleich zu der Messung der strukturierten 0° -Probe aus der ersten Messzeit liegt die Magnetisierung auch bei kleinen Feldern nicht in Streifenrichtung. Die Momente der geraden Schichten liegen zwar in Remanenz zwischen der Form- und Kristallanisotropie, werden bei einer Feldänderung jedoch aus diesem Energieminimum herausgedreht. Im Führungsfeld ist der Einfluss der Strukturierung für die ungeraden Schichten nicht groß genug, um sich aus der Kristallanisotropie herauszudrehen. Zusammengefasst sind in Abbildung 6.35 die Richtungen der Magnetisierung aller Messungen zu sehen.

In Abbildung 6.36 sieht man den Vergleich zwischen den Komponenten der Magnetisierung in Feldrichtung aus den Neutronenmessungen und der SQUID-Messung der Probe. Die roten Punkte geben dabei die Nettomagnetisierung aus der Neutronenmessung in Feldrichtung an. Die Ergebnisse der beiden Messungen stimmen gut überein, wobei der Fehler auf die Messwerte bei kleinen Feldern der SQUID-Messung sehr groß ist. So ist der Sprung der SQUID-Messung um das Nullfeld herum ein Messartefakt.²

² Leider stand für diese Messung die „Reciprocating Sample Option“ (RSO) nicht zur Verfügung.

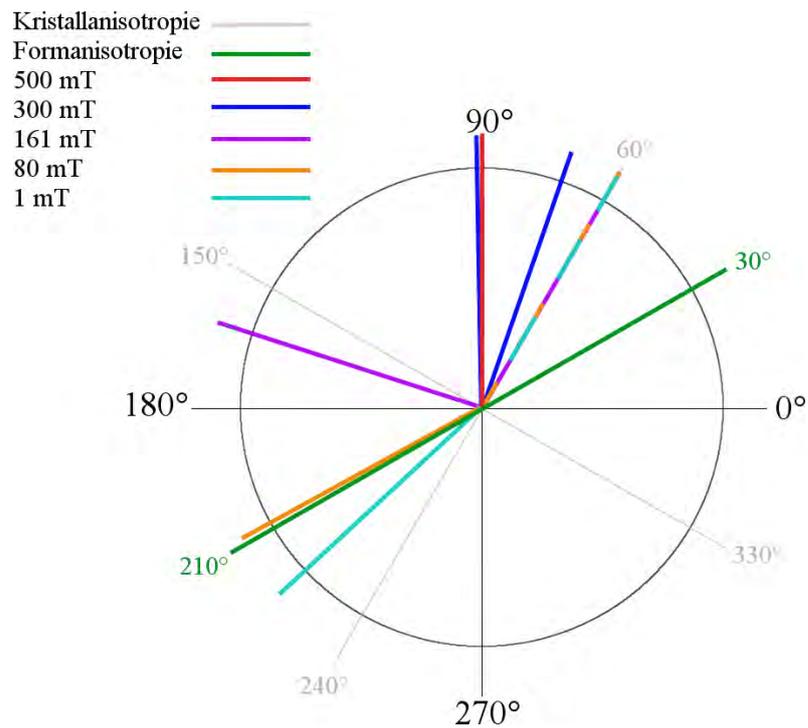


Abbildung 6.35: Verlauf der Magnetisierungsrichtungen der geraden und ungeraden Eisenschichten der 30°-Probe bei Magnetfeldabnahme.

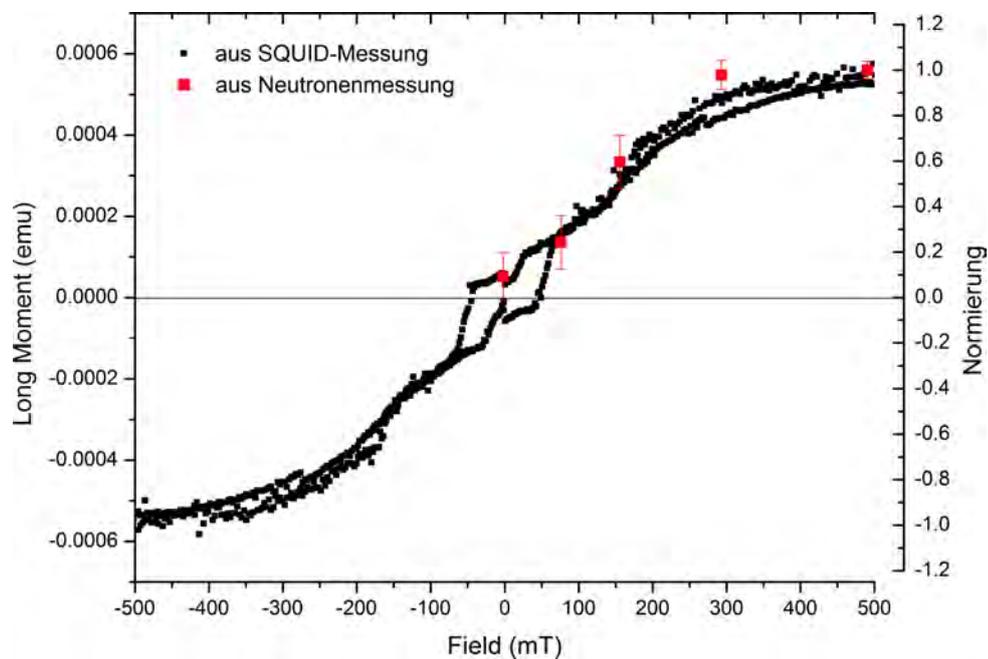


Abbildung 6.36: Vergleich der Magnetisierungskomponente in Richtung des externen Magnetfeldes zwischen der SQUID- und Neutronenmessung.

Messung der 45°-Probe

Während der zweiten Messzeit wurde eine weitere strukturierte Probe vermessen. Bei dieser Probe waren die Streifen um 45° zur Kristallanisotropie verdreht (45°-Probe). Die Probe wurde ebenfalls wie in Kap. 6.1 orientiert und sollte der Untersuchung der konkurrierenden Beiträge von Kristall- und Formanisotropie dienen. Die Parameter der Messung entsprechen derer der 30°-Probe. Diese Probe zeigte interessante und unerwartete Merkmale im Streubild, die besonders gut bei der 161 mT-Messung zu sehen sind. Daher wird diese in Abbildung 6.37 exemplarisch gezeigt. Neben den erwarteten Merkmalen wie ganzzahlige (1) und halbzahlige (2) Bragg-Reflexe, diffuser Streuung und lateraler Reflexe, zeigt die Messung zusätzlich Reflexe (3), die auf eine Periode führt, welche nicht durch den Schichtaufbau der Probe erklärbar sind.

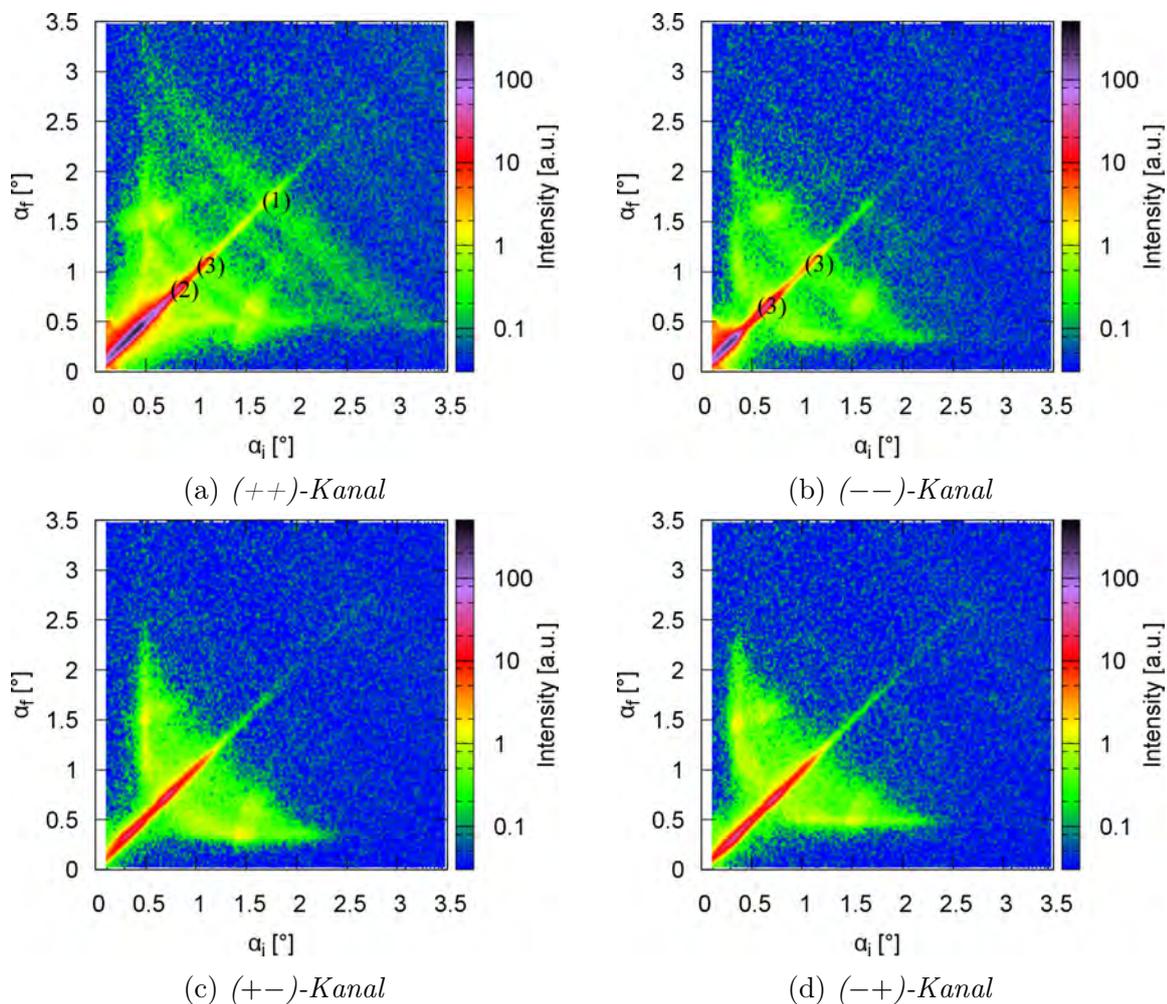


Abbildung 6.37: Intensitätskarten der Messung der strukturierten Probe (45°-Probe) bei 161 mT.

Die wahre spekuläre Reflektivität (Abb. 6.38) ermöglicht eine genauere Betrachtung der Reflexe und ihrer Position. Der Vergleich zu der Sättigungsmessung zeigt, dass es sich

bei dem Reflex bei 30 mrad um den ersten Bragg-Reflex auf Grund der Schichtstruktur handelt. Dieser ist im $(++)$ -Kanal gut sichtbar. Ausgehend von dem ersten Bragg-Reflex sollte der $\frac{1}{2}$ Bragg-Reflex auf Grund der antiferromagnetischen Kopplung und somit der Verdopplung der magnetischen Einheitszelle, bei 15 mrad liegen. Besonders im $(--)$ -Kanal sieht man, dass dieser Reflex nicht gemessen wird und daher die Annahme der antiferromagnetisch gekoppelten Eischichten hier nicht zutreffend ist. Die Reflexe bei 12 mrad und 19 mrad sind inkommensurabel, da ihre Position nicht durch eine Periode beschrieben werden kann, die einem ganzzahligen Vielfachen der Schichtdicke im Realraum entspricht. Daher nehmen wir an, dass sich Domänen innerhalb einer Schicht gebildet haben und die Nettomagnetisierung der einzelnen Schichten daher unterschiedlich sind. Eine Domänenbildung senkrecht zur Schichtebene kann auf Grund der dünnen Schichten ausgeschlossen werden.

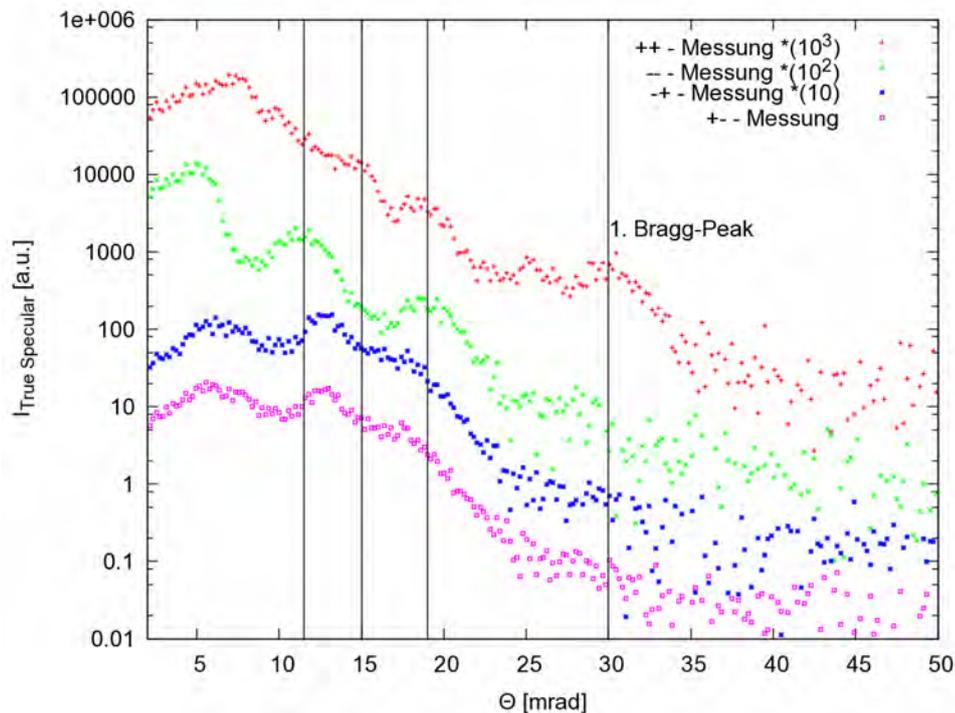


Abbildung 6.38: Wahre spekuläre Reflektivität der 45° -Probe bei 161 mT.

Es lässt sich hier auch nicht ausschließen, dass es eventuell ein Problem bei der Herstellung der Probe gegeben hat. Daher wäre es interessant eine neue Probe mit der gleichen Orientierung herzustellen und zu vermessen.

Kapitel 7

Simulation der diffusen Streuung

Die aus den Neutronenexperimenten gewonnenen Daten dienen zur Überprüfung und Weiterentwicklung von E. Kentzingers erster Version eines Programms zur Simulation der diffusen Streuung. Das Programm basiert auf dem in [35, 36, 37] erläuterten Formalismus. Die Berechnung des Streubildes erfolgt in mehreren Schritten. Die spekuläre Reflektivität wird exakt über ein optisches Modell berechnet. Die diffuse Streuung auf Grund von Rauigkeiten wird innerhalb der DWBA in einer Näherung für kleine Wellenvektorüberträge ($q_z \cdot \sigma \ll 1$), die in [38] erklärt ist, berechnet. Die Berechnung der Streuung auf Grund der Streifenstruktur der Probe wird ebenfalls innerhalb der DWBA berechnet. Die Streifenstruktur der Probe wird in Form einer Stufenfunktion berücksichtigt, bei der die Breite und Tiefe der Streifen angegeben werden kann. In dieser ersten Version des Modells wird die Trapezform der Streifen nicht berücksichtigt. Die Bildung magnetischer Domänen wird in diesem ersten Modell ebenfalls nicht berücksichtigt. Diese drei Komponenten der Streuung werden überlagert. Um ein reales Streubild zu erhalten, werden die diskreten Werte aus der Simulation mit einer Gaussfunktion in α_i und α_f gefaltet. In Abbildung 7.1 ist der Vergleich zwischen der Messung und Simulation der 30°-Probe in Sättigung zu sehen. Die Werte der Simulation wie z.B. Schichtdicken und Magnetisierungsrichtungen stammen aus der Anpassung der wahren spekulären Reflektivität. Es ist augenscheinlich, dass die Simulation die Hauptmerkmale der Messung sehr gut wiedergegeben. Das Totalreflektionsplateau (1) hat die richtige Länge und der erste Bragg-Reflex (2) liegt an der richtigen Position. Der zweite Bragg-Reflex (3) der Messung besteht nur aus diffuser Streuung und wird in der Simulation nicht wiedergegeben. Bei hohen Rauigkeiten oder großen Wellenvektorüberträgen ist die $q_z \cdot \sigma \ll 1$ -Näherung nicht mehr sinnvoll und die Intensität wird unterschätzt. Das Modell zur Simulation der diffusen Streuung auf Grund von Rauigkeiten wird diese Näherung innerhalb der DWBA in der nächsten Version nicht weiter verwenden. Dies macht die Berechnungen zwar erheblich rechenaufwändiger, wird jedoch bessere Ergebnisse liefern. Die „Kiessig fringes“ (4) werden zwischen dem Totalreflektionsplateau und dem ersten Bragg-Reflex sehr scharf simuliert. Die lateralen Strukturreflexe werden an den richtigen Stellen wiedergegeben, sind in der Simulation jedoch wesentlich dünner als in der Messung. Dies kann im Prinzip jedoch nicht verglichen werden, da die Integration bei der Messung, wie in Kap. 6.2 angesprochen, fehlerhaft ist und die lateralen Reflexe daher zu breit dargestellt werden.

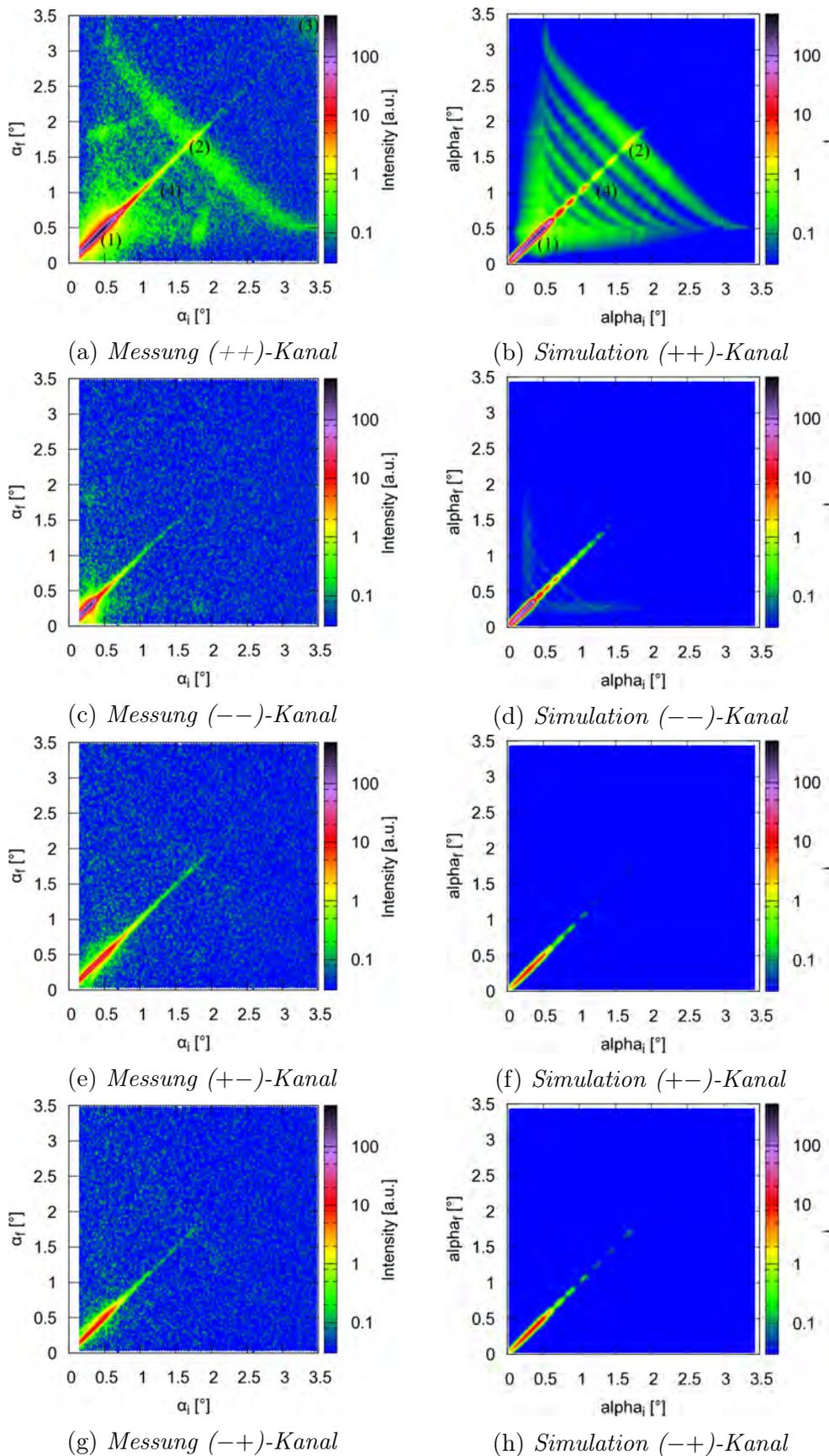


Abbildung 7.1: Vergleich der gemessenen (links) und simulierten (rechts) Intensitätskarten der strukturierten 30° -Probe in Sättigung (500 mT).

In Abbildung 7.2 ist die Simulation der diffusen Streuung der 30° -Probe bei einem externen Magnetfeld von 161 mT dargestellt. Die Parameter für die Simulation werden auch hier aus der Anpassung der wahren spekulären Reflektivität übernommen. Die meisten Merkmale der Messung werden qualitativ gut wiedergegeben. Die Intensität der diffusen Streuung wird bei großen Winkeln wie auch schon bei der Sättigungsmessung unterschätzt. Die lateralen Strukturreflexe der Simulation sind an den Kreuzungspunkten mit dem Yoneda ebenfalls etwas zu schwach. Im Großen und Ganzen kann man sagen, dass die erste Version des Modells zur Simulation der diffusen Streuung die Messungen qualitativ gut widerspiegeln. Die Betrachtung der diffusen Streuung außerhalb der Näherung für kleine Wellenvektorüberträge ist jedoch notwendig.

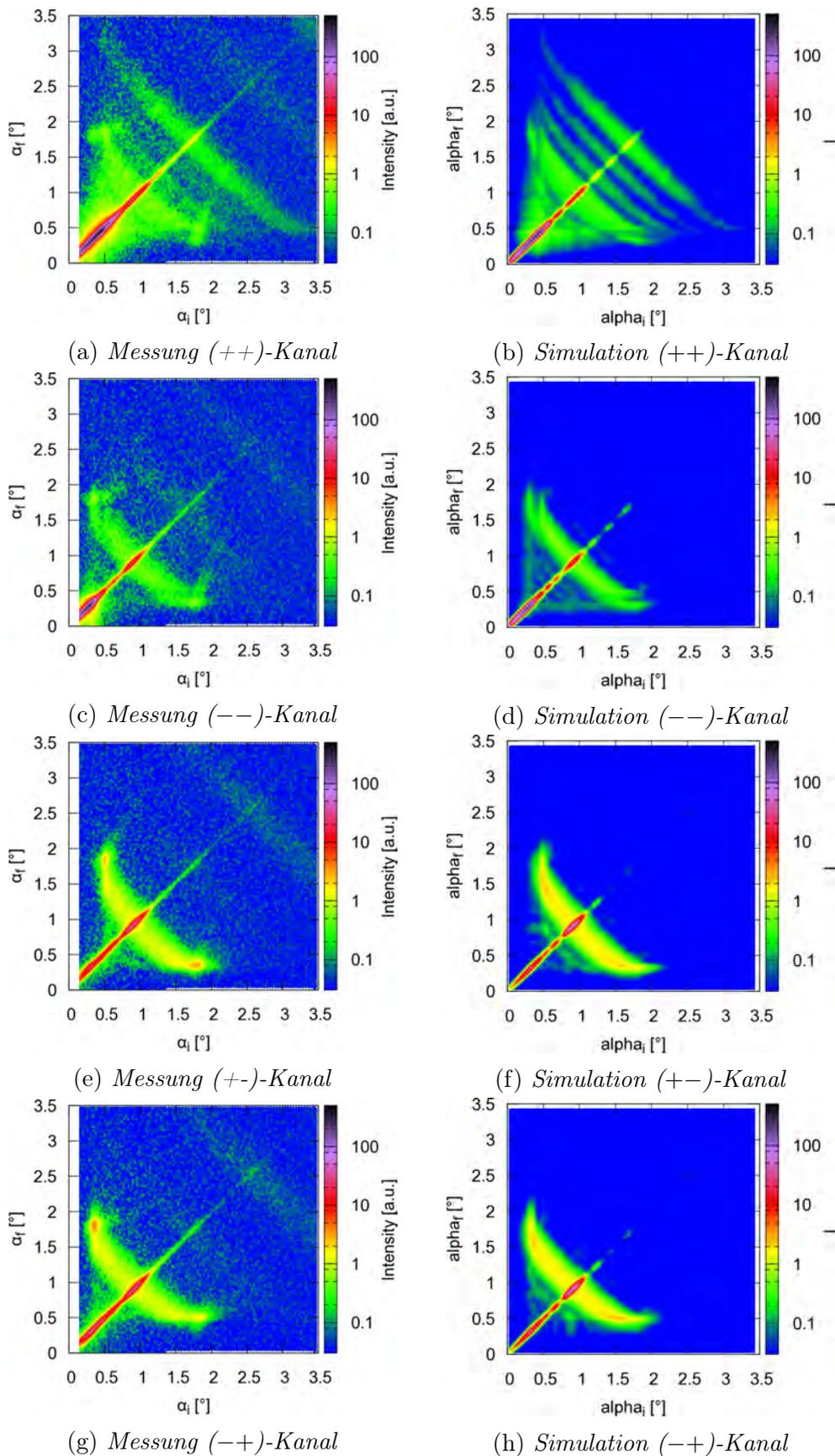


Abbildung 7.2: Vergleich der gemessenen (links) und simulierten (rechts) Intensitätskarten der strukturierten 30° -Probe bei 161 mT.

Kapitel 8

Zusammenfassung und Fazit

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurden strukturierte Proben mit verschiedenen Orientierungen hergestellt und auf ihre magnetischen Eigenschaften hin untersucht. Dabei wurde die Herstellung der Proben optimiert. Es wurde ein epitaktisches Wachstum der Eisen und Chromschichten erreicht, bei denen die optimierte Chromschichtdicke zu einer möglichst großen antiferromagnetischen Kopplung der Eisenschichten führte. Der Prozess der Strukturierung wurde an vielen Stellen verbessert. So wurden sämtliche Einflüsse auf die Probenbelackung untersucht und die Belackung dahingehend optimiert, dass eine möglichst homogene Lackschicht entsteht, die eine für den Imprintprozess nötige Schichtdicke besitzt. Die Nanoimprint-Lithographie erwies sich als eine gute Methode um die Strukturen in den Lithographielack zu übertragen. Hier wurde die Homogenität und Reproduzierbarkeit der Strukturen durch die Optimierung der Prozessparameter verbessert. Für den Übertrag der Strukturen wurde ein neuer Ätzprozess entwickelt. Dieser ermöglichte es alle Eisenschichten zu strukturieren. Dieser Prozess kann noch weiterentwickelt werden, da die Streifen der gewünschten Strukturen bisher nur in Trapezform übertragen werden konnten und das Verhalten des verwendeten Lithographielackes nicht komplett verstanden wurde. Das entwickelte Verfahren zur Entfernung des Restlacks durch ein Wasserstoffplasma lieferte gute Ergebnisse bei denen die Eisenschichten schonend behandelt wurden. Es stellt eine gute Alternative zu dem vom Hersteller geforderten Sauerstoffplasma dar, durch welches die Eisenschichten oxidiert wären.

Der Einfluss einer Strukturierung auf die magnetischen Eigenschaften eines Fe/Cr-Schichtsystems konnte untersucht werden. Mit Hilfe der SQUID- und Neutronenmessungen konnte gezeigt werden, dass sich die magnetischen Momente der Referenzprobe bei kleinen Feldern in Richtung der Kristallanisotropie ausrichten und beinahe parallel und antiparallel zur Feldrichtung stehen. Bei der strukturierten 0° -Probe zeigt sich hingegen, dass sich die magnetischen Momente der Probe bei kleinen Magnetfeldern in Richtung der Streifenstruktur, also eher senkrecht zum externen Feld, ausrichten. Die Kristallanisotropie in Richtung 165° und 345° wird durch die von der Streifenstruktur hervorgerufene Formanisotropie verstärkt und bildet daher ein tiefes Energieminimum, sodass es für die Momente energetisch günstiger ist sich in Streifenrichtung auszurichten. Eine weitere Untersuchung dieser Probenarten bei anderen externen Magnetfeldern wäre interessant, um ein vollständiges Verständnis der Magnetisierung zu erhalten. Leider mussten die Proben für

die Messungen im SQUID-Magnetometer zerbrochen werden, sodass keine weiteren Neutronenmessungen mit diesen Proben möglich waren. Der geplante neue MOKE-Aufbau könnte dabei helfen. Dieser verspricht ein besseres Signal-zu-Rauschverhältnis und macht es somit möglich, Magnetisierungskurven der strukturierten Proben zu messen, ohne sie zerbrechen zu müssen.

Die konkurrierenden Beiträge der Form- und Kristallanisotropie wurden in einem zweiten Neutronenstreuexperiment untersucht. Hier zeigt sich, dass die Kristallanisotropie in diesem System einen größeren Einfluss auf die Ausrichtung der magnetischen Momente hat, als die Formanisotropie. Die Streufelder können bei hohen Magnetfeldern vernachlässigt werden. Dadurch ist die Kristallanisotropie ausschlaggebend für die Richtung der Magnetisierung. Aber auch bei kleinen Feldern richten sich die Momente nach der Kristallanisotropie aus. Erst im Führungsfeld wurde eine Magnetisierungsrichtung gemessen, die einer Anisotropierichtung entspricht, die aus der Kombination von Kristall- und Formanisotropie erklärbar ist. Die Messung der Probe deren Streifenstruktur um 45° zu der Kristallanisotropie verdreht war, zeigte unerwartete Merkmale, die im Rahmen dieser Diplomarbeit nicht analysiert werden konnten. Hier wäre eine Analyse für das Verständnis strukturierter Proben von großem Interesse.

Die Simulationen der diffusen Streuung zeigte eine qualitativ gute Übereinstimmung mit den gemessenen Daten. Die Hauptmerkmale im Streubild wurden durch die erste Version des Modells gut wiedergespiegelt. Auf Grund der Experimente konnten die Schwächen der ersten Version erkannt werden und die zweite Version wird anhand der gewonnenen Erkenntnisse verfeinert.

Danksagung

Ich möchte mich bei allen Leuten ganz herzlich bedanken, die mich bei dieser Arbeit unterstützt haben. Mein besonderer Dank gilt:

Prof. Th. Brückel danke ich sehr herzlich dafür, dass er mir die Arbeit am Institut für Streumethoden ermöglicht hat.

Prof. Uwe Klemradt danke ich für die Übernahme des Zweitgutachtens.

Alexander Weber danke ich für die exzellente Betreuung und Unterstützung während dieser Arbeit. Die vielen Diskussionen und Anregungen haben nicht nur die Arbeit voran getrieben, sondern auch viel Spaß gemacht und zu meinem allgemeinen physikalischen Verständnis beigetragen.

Emmanuel Kentzinger gilt der Dank für die Bereitstellung und Erklärung seines Simulationsprogramms für die Reflektometrie und der Hilfe bei der Anpassung dieser Daten.

Ulrich Rücker danke ich für die Hilfe in allen Bereichen, sei es bei der Probenherstellung, als auch bei der Auswertung sämtlicher Messungen.

Rene Borowski möchte ich für die Durchführung des Ätzprozesses an der RIBE-Anlage danken.

Andrew Wildes danke ich für die Unterstützung am Neutronenreflektometer D17.

Elisabeth Josten danke ich für die Einarbeitung in den Imprintprozess und die Unterstützung während der ersten Messreise.

Des Weiteren möchte ich mich bei allen Kollegen für das gute Arbeitsklima und die ständige Hilfsbereitschaft bedanken. Besonders danke ich dabei meinen beiden Bürokollegen Johannes Reim und Jens Gallus und allen anderen Personen, die meine Arbeit fleißig korrekturgelesen haben. Es war ein tolles Jahr am Institut für Streumethoden, in dem ich sehr viel lernen konnte. Zu guter Letzt möchte ich mich noch bei meiner Familie, meiner Freundin und meinen Freunden bedanken, die mich in stressigen Zeiten ausgehalten und unterstützt haben. Vielen Dank dafür.

Literaturverzeichnis

- [1] John F. Gantz et al. *The Diverse and Exploding Digital Universe*. IDC Analyze the Future, 2008.
- [2] *The Nobel Prize in Physics 2007*. Nobelprize.org, <http://nobelprize.org/nobelprizes/physics/laureates/2007/>, 2011.
- [3] G. Binasch, Peter Grünberg, F. Saurenbach, and W. Zinn. Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer exchange. *Phys. Rev. B*, 39(7):4828–4830, Mar 1989.
- [4] O. Hellwig, J. K. Bosworth, E. Dobisz, D. Kercher, T. Hauet, G. Zeltzer, J. D. Risner-Jamtgaard, D. Yaney, and R. Ruiz . Bit patterned media based on block copolymer directed assembly with narrow magnetic switching field distribution . *Appl. Phys. Lett.*, 96:052511–052513, 2010.
- [5] A. Fert, P. Grünberg, A. Barthélémy, F. Petroff, W. Zinn. Layered magnetic structures: interlayer exchange coupling and giant magnetoresistance. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 140-144:1–8, 1995.
- [6] B. L. Johnson and R. E. Camley . Theory of giant magnetoresistance effects in Fe/Cr multilayers: Spin-dependent scattering from impurities. *Phys. Rev. B*, 44:9997–10002, 1991.
- [7] E. Josten, U. Rücker, S. Mattauch, D. Korolkov, A. Glavic and Th. Brückel. Magnetization flop in Fe/Cr GMR multilayers. *Journal of Physics: Conference Series*, 211:012023, 2010.
- [8] S. Blügel. Magnetische Anisotropie und Magnetostriktion (Theorie). In *Magnetische Schichtsysteme*, chapter C1. 30. Ferienschule des Instituts für Festkörperforschung, 1999.
- [9] P. Grünberg. Zwischenschichtaustauschkopplung: Phänomenologische Beschreibung, Materialabhängigkeit. In *Magnetische Schichtsysteme*, chapter B7. 30. Ferienschule des Instituts für Festkörperforschung, 1999.
- [10] H. Zabel. Chrom als Einzel- und Zwischenschicht. In *Magnetische Schichtsysteme*, chapter B5. 30. Ferienschule des Instituts für Festkörperforschung, 1999.

- [11] Th. Brückel, G. Heger, D. Richter, G. Roth and R. Zorn (Eds.). *Neutron Scattering - Laboratory Course - Lectures*. Zentralbibliothek Verlag, Forschungszentrum Jülich GmbH, 2010.
- [12] Th. Brückel. A neutron primer: Elastic scattering and the properties of the neutron. In *Neutron Scattering - Laboratory Course - Lectures*, chapter 2. Zentralbibliothek Verlag, 2010.
- [13] A. Glavic. *Interferenzlithografie zur Erzeugung magnetischer Nanostrukturen: Von der lateralen Strukturierung bis zur Untersuchung der magnetischen Eigenschaften*. Diplomarbeit, Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen, 2008.
- [14] E. Kentzinger und U. Rücker. Surfaces, interfaces and thin films investigated by neutron reflectometry. In *Neutron Scattering - Laboratory Course - Lectures*, chapter 12. Zentralbibliothek Verlag, 2010.
- [15] O.H. Seek and E. Kentzinger. Continuum description: Grazing Incidence Neutron Scattering. In *Neutron Scattering - Laboratory Course - Lectures*, chapter 6. Zentralbibliothek Verlag, 2005.
- [16] J. Lekner. *Theory of reflection*. Dordrecht Boston, 1987.
- [17] G.L. Squires. *Introduction to the Theory of Thermal Neutron Scattering*. Syndics of the Cambridge University Press, 1978.
- [18] U. Rücker. *Schichtsysteme aus ferromagnetischen Metallen und magnetischen Halbleitern*. Diplomarbeit, Universität zu Köln, 1994.
- [19] *Nanonex NX-2000 - User's Manual*. Nanonex.
- [20] E. Josten. *Magnetische Korrelationen in lateral strukturierten Fe/Cr-Schichtsystemen*. Diplomarbeit, Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn, 2009.
- [21] Stephen Y. Chou, Peter R. Krauss, and Preston J. Renstrom. Imprint of sub-25 nm vias and trenches in polymers. *Applied Physics Letters*, 67:3114–3116, 1995.
- [22] Stephen Y. Chou, Peter R. Krauss, Wei Zhang, Lingjie Guo, Lei Zhuang. Sub-10 nm imprint lithography and applications. *Journal of Vacuum Science and Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, 15:2897–2904, 1997.
- [23] *Installation Data sheet-Ionfab 300 Plus*. Oxford Instruments.
- [24] 2. Physikalisches Institut A. *Versuchsanleitung F4 - Magnetooptischer Kerr-Effekt*. RWTH Aachen University.
- [25] *Magnetic Property Measurement System - User's Manual*. Quantum Design.
- [26] *Agilent 5400 AFM - User's Manual*. Agilent Technology.

- [27] P.F. Schmidt. *Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse*. Expert Verlag, Renningen-Malmsheim, 1994.
- [28] R. Cubitt and G. Fragneto. The new reflectometer at the ILL. *Appl. Phys. A*, 74:S329–S331, 2002.
- [29] D. E. Bürgler, C. M. Schmidt, D. M. Schaller, F. Meisinger, R. Hofer, and H.-J. Güntherodt. Optimized Epitaxial Growth of Fe on Ag(001). *Physical Review B*, 56:4149–4158, 1997.
- [30] D. E. Bürgler, C. M. Schmidt, J. A. Wolf, T. M. Schaub and H. J. Güntherodt. Ag films on Fe/GaAs(001): from clean surfaces to atomic Ga structures. *Surface Science*, 366:295–305, 1996.
- [31] Sandra Gilles, Matthias Meier, Michael Prömpers, Andre van der Hart, Carsten Kügeler, Andreas Offenhäusser and Dirk Mayer. UV nanoimprint lithography with rigid polymer molds. *Microelectronic Engineering*, 86:661–664, 2009.
- [32] *Processing guidelines - mr-UVCur06*. Micro resist technology.
- [33] A. Wildes. Private Unterhaltung, 2010.
- [34] B. Dorner and A. Wildes. Some Considerations on Resolution and Coherence Length in Reflectometry[†]. *LANGMUIR*, 19:7823–7828, 2003.
- [35] E. Kentzinger, U. Rücker and B.P. Toperverg. Simulations of off-specular scattering of polarized neutrons from laterally patterned magnetic multilayers. *Physica B: Condensed Matter*, 335:82–88, 2003.
- [36] Emmanuel Kentzinger, Ulrich Rücker, Boris Toperverg, Frédéric Ott, and Thomas Brückel. Depth-resolved investigation of the lateral magnetic correlations in a gradient nanocrystalline multilayer. *Physical Review B*, 77:104435–104453, 2008.
- [37] Th. Brückel and W. Schweika (Eds.). *Polarized Neutron Scattering*, chapter 9. Forschungszentrum Jülich GmbH, 2002.
- [38] Jochim Stettner. *Charakterisierung von rauhen MBE-CoSi₂/Si-Schichtsystemen mittels Röntgenstreuung*. Christian-Albrechts-Universität zu Kiel, 1995.
- [39] Diverse. *Magnetische Schichtsysteme*. 30. Ferienschule des Instituts für Festkörperforschung, Forschungszentrum Jülich GmbH, 1999.
- [40] *Datenblatt Fluon ETFE*. Asahi Glass Company, <<http://www.agc.co.jp>>.

Anhang A

Röntgenreflektometriemessungen

Intensitätskarte der 30° Probe

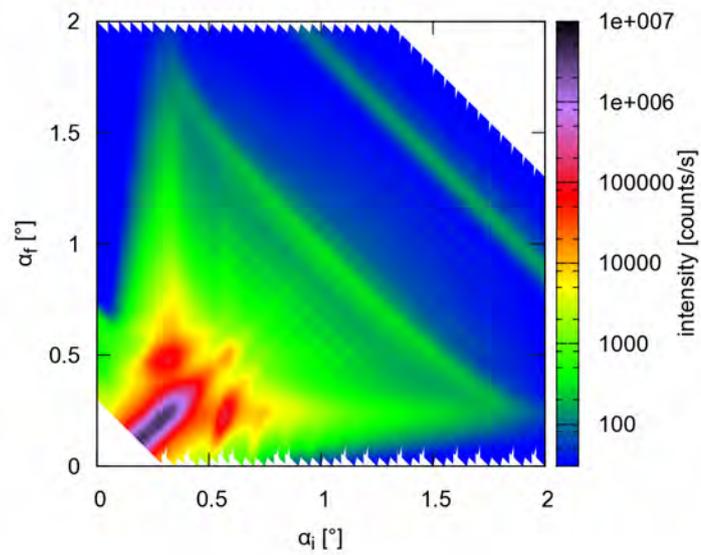


Abbildung A.1: Aus „rocking curves“ erstellte Intensitätskarte der strukturierten 30°-Probe.

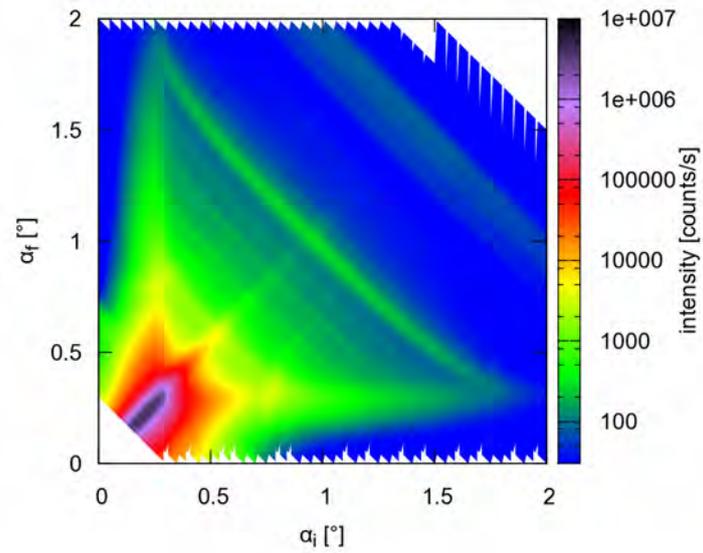
Intensitätskarte der 45° Probe

Abbildung A.2: Aus „rocking curves“ erstellte Intensitätskarte der strukturierten 45°-Probe.

Anhang B

Neutronendaten

Referenzprobe bei 1 mT

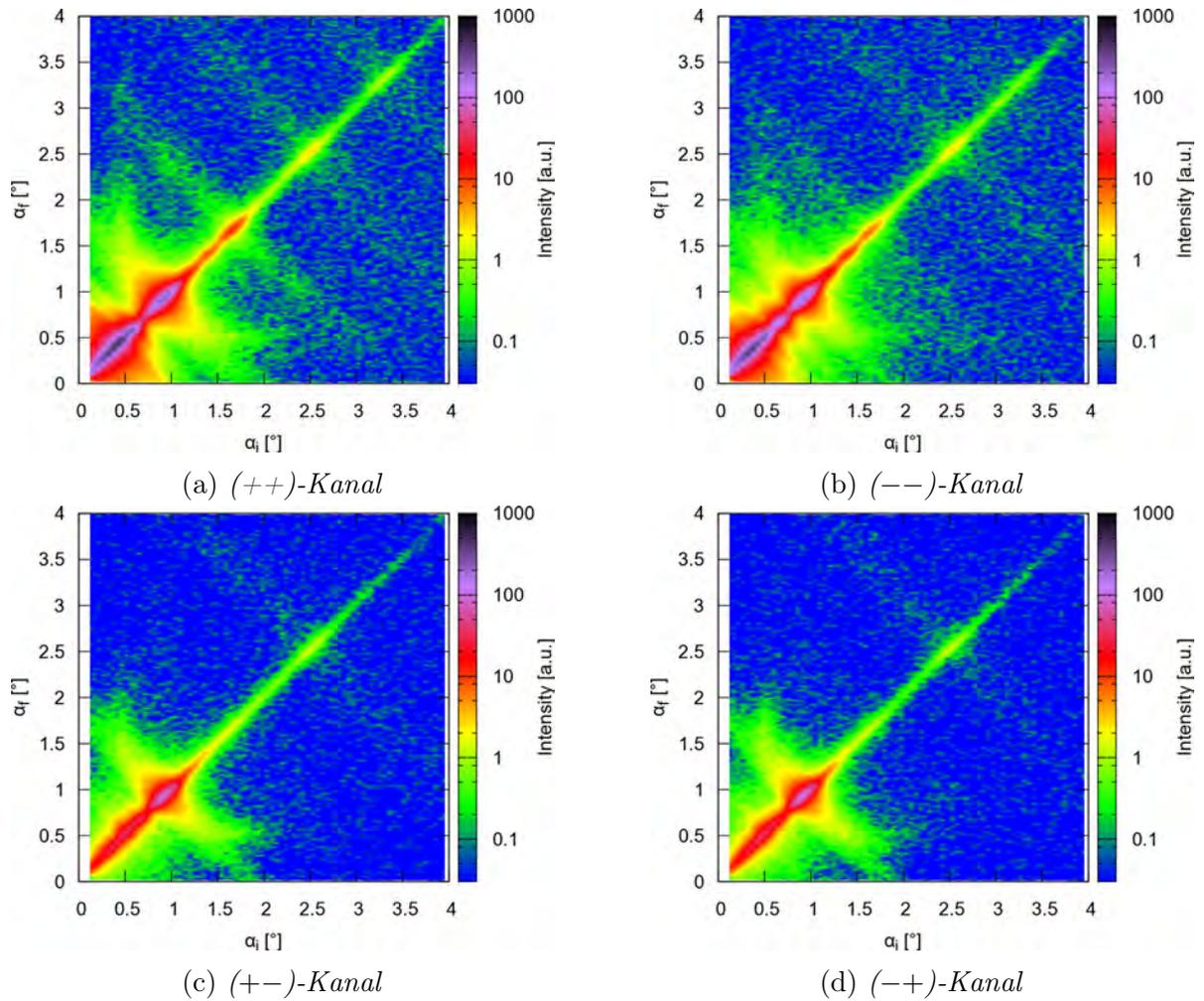


Abbildung B.1: Intensitätskarten der Messung der Referenzprobe im Führungsfeld (1 mT).

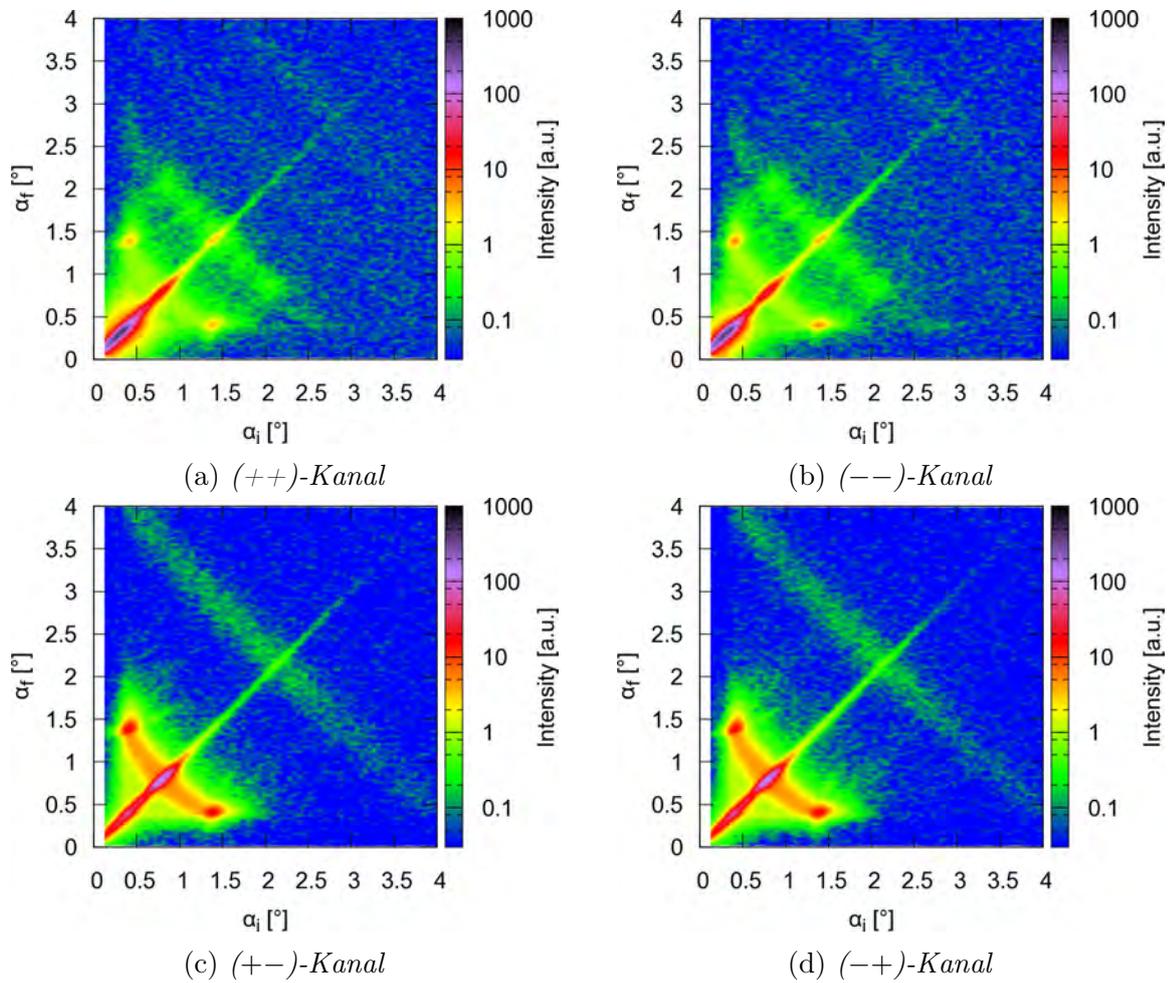
0°-Probe bei 1 mT

Abbildung B.2: Intensitätskarten der Messung der strukturierten Probe (0°-Probe) im Führungsfeld (1 mT).

30°-Probe bei 1 mT

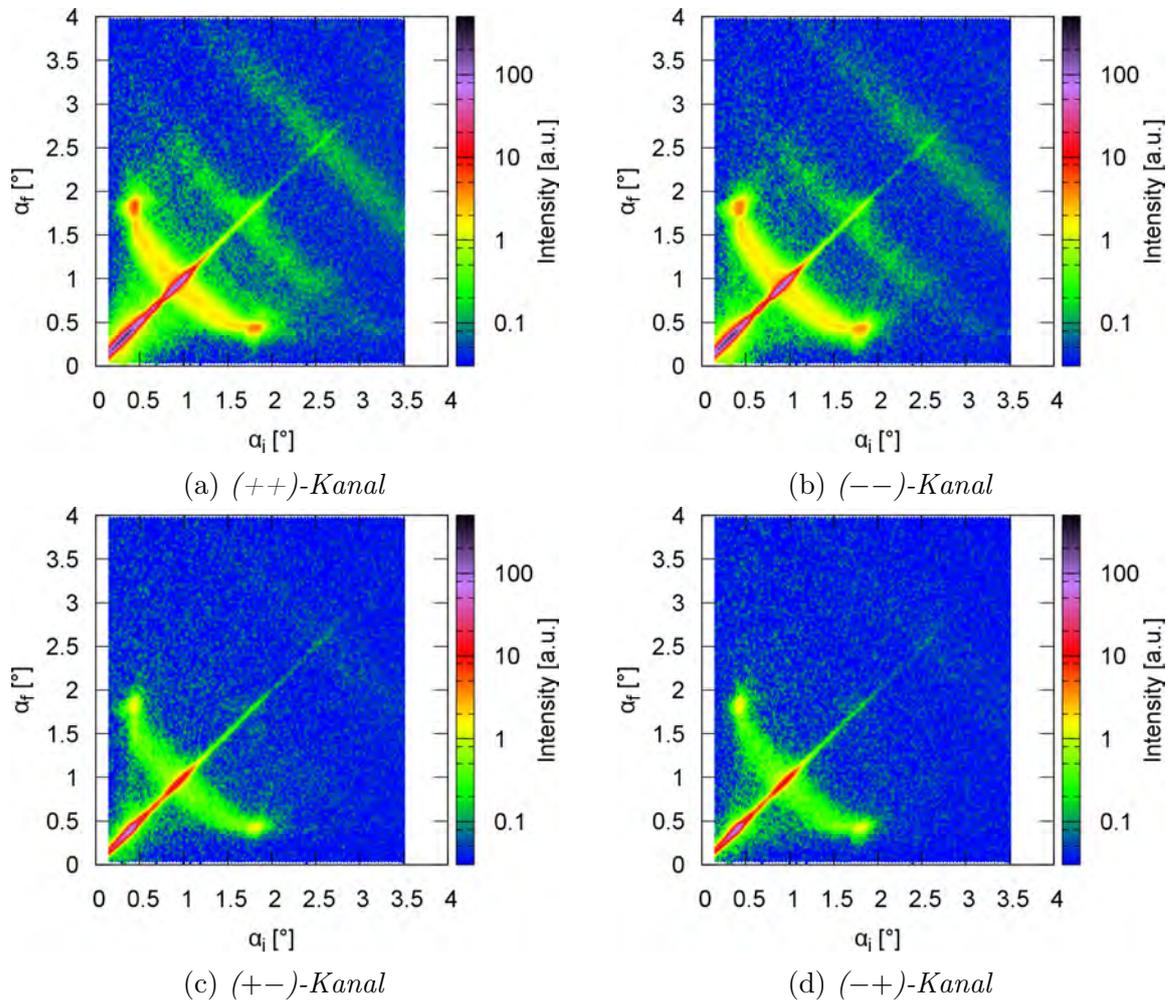


Abbildung B.3: Intensitätskarten der Messung der strukturierten Probe (30°-Probe) bei 1 mT.

Anhang C

Parameter der Datenanpassung

Streulängendichten

	Nb' [$10^{-6} \cdot \text{\AA}^{-2}$]	Nb'' [$10^{-6} \cdot \text{\AA}^{-2}$]	Np [$10^{-6} \cdot \text{\AA}^{-2}$]
Eisen	8.09	0.00055	5.12
Chrom	2.99	0.000685	0.0
Silber	3.5	0.00977	0.0

Tabelle C.1: *Streulängendichten der verwendeten Materialien.*

Referenzprobe

	Schichtdicke[\AA]	Rauhigkeit[\AA]
Eisen	84.17	4.25
Chrom	8.74	8.74

Tabelle C.2: *Schichtdicken und Rauigkeiten der Referenzprobe*

Magnetfeld bei Messung	500 mT	16 mT	1 mT
Magnetisierung M_g [$^\circ$]	90	72	74
Magnetisierung M_{ug} [$^\circ$]	90	179	217

Tabelle C.3: *Magnetisierungsrichtungen der ungeraden und geraden Schichten aller Messungen der Referenzprobe*

0°-Probe

	Schichtdicke [Å]	Rauhigkeit [Å]
Eisen	98,27	21.54
Chrom	9.83	21.46

Tabelle C.4: *Schichtdicken und Rauigkeiten der 0°-Probe*

Magnetfeld bei Messung	500 mT	16 mT	1 mT
Magnetisierung M_g [°]	90	355	345
Magnetisierung M_{ug} [°]	90	163	165

Tabelle C.5: *Magnetisierungsrichtungen der ungeraden und geraden Schichten aller Messungen der 0°-Probe***30°-Probe**

	Schichtdicke [Å]	Rauhigkeit [Å]
Eisen	86.36	21.28
Chrom	9.55	17.82

Tabelle C.6: *Schichtdicken und Rauigkeiten der 30°-Probe*

Magnetfeld bei Messung	500 mT	300 mT	161 mT	80 mT	1 mT
Magnetisierung M_g [°]	90	91	162	209	223
Magnetisierung M_{ug} [°]	90	71	60	60	60

Tabelle C.7: *Magnetisierungsrichtungen der ungeraden und geraden Schichten aller Messungen der 30°-Probe*