

Magnetische Ordnungsphänomene in Er|Tb Schichtsystemen

von

Esther Herta Lieselotte Pfuhl

Diplomarbeit in Physik

vorgelegt der

Fakultät für Mathematik, Informatik und Naturwissenschaften
der RWTH Aachen

im Februar 2010

angefertigt im

Forschungszentrum Jülich
Institut für Festkörperforschung

bei

Prof. Dr. Thomas Brückel

Dr. Jörg Voigt

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

Aachen, den 15.01.2010

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|----------|--|-----------|
| 1 | Theoretische Grundlagen | 3 |
| 1.1 | Magnetismus | 3 |
| 1.1.1 | 4f-Magnetismus der Seltenen Erden | 3 |
| 1.1.2 | Magnetismus in dünnen Schichten | 6 |
| 1.2 | Streumethoden | 9 |
| 1.2.1 | Neutronenstreuung | 10 |
| 1.2.2 | Streuung unter streifendem Einfall | 12 |
| 1.2.3 | Streuung mit polarisierten Neutronen | 18 |
| 2 | Experimentelle Methoden | 20 |
| 2.1 | Magnetometrie (MPMS) | 20 |
| 2.2 | Neutronenreflektometrie (TREFF) | 23 |
| 3 | Ergebnisse und Diskussion | 26 |
| 3.1 | MPMS | 26 |
| 3.1.1 | Die Proben | 26 |
| 3.1.2 | Temperaturabhängige Magnetisierungsmessungen | 26 |
| 3.1.3 | Magnetfeldabhängige Magnetisierungsmessungen | 38 |
| 3.2 | TREFF | 45 |
| 3.2.1 | [Er ₂₁ Tb ₅] Probe | 47 |
| 3.2.2 | [Er ₂₁ Tb ₁₀] Probe | 52 |
| 4 | Zusammenfassung und Fazit | 60 |

Einleitung

Das Gebiet der magnetischen Dünnschichtsysteme ist bis heute von großem wissenschaftlichen Interesse. Das wohl bekannteste Beispiel ist der Riesenmagnetowiderstand (GMR) in einer Fe-Cr-Fe Schicht [3][2], der wichtige technische Anwendungen gefunden hat. Die Relevanz dieser Entdeckung spiegelt sich durch die Verleihung des Nobelpreises an Albert Fert und Peter Grünberg im Jahr 2007 wider. In engem Zusammenhang damit steht das Phänomen der Zwischenschichtkopplung, welches fast zeitgleich in Übergangsmetallschichtsystemen und Seltenen-Erd-Schichtsystemen gefunden wurde. Neben der antiferromagnetischen Kopplung ferromagnetischer Schichten in einem Gd|Y-System [17], wurde auch früh die Kopplung von helixförmigen magnetischen Strukturen über nicht-magnetische Schichten in Dy|Y [21] entdeckt. Dabei bleibt die Phasenbeziehung über die nicht-magnetische Schicht erhalten. Diese Kopplung wird auf die Ruderman-Kittel-Kasuya-Yoshida (RKKY) Wechselwirkung zurückgeführt [27]. Aufgrund dieser werden Leitungsbandelektronen in der nicht-magnetischen Schicht polarisiert, wodurch die Phaseninformation durch das Schichtsystem propagiert.

Die Austauschkopplung ist aber nicht der einzige Faktor, der die magnetischen Eigenschaften in Seltenen-Erd-Schichtsystemen bestimmt. So hat z.B. in einem System aus zwei magnetischen Elementen die Anisotropie einen großen Einfluss auf das magnetische Verhalten. Bei den in dieser Arbeit behandelten Er|Tb-Schichtsystemen liegt z. B. die magnetisch leichte Achse des Erbiums in c-Richtung des hexagonalen Gitters, die des Terbioms senkrecht dazu. Auch die magnetoelastische Energie spielt eine wichtige Rolle für den Magnetismus in solch einem System. Dieser Beitrag wird in epitaktischen Systemen erheblich durch die Gitterfehlanelastizität beeinflusst.

Die konkurrierenden Wechselwirkungen spiegeln sich im komplexen Phasendiagramm des Er|Tb-Systems wider. In früheren Untersuchungen beobachteten Voigt et al. [26]:

1. Eine ferromagnetische Ordnung in Terbiumschichten, die über die Erbiumschicht gekoppelt ist.
2. Eine kurzreichweitige modulierte magnetische Ordnung, welche auf einzelne Erbiumschichten begrenzt ist, wenn die Terbiumschichtdicke 5 Atomlagen übersteigt.

3. Eine langreichweitige Ordnung der modulierten magnetischen Struktur für den Fall, dass die Terbiumschichtdicke 5 Atomlagen beträgt.
4. Antiferromagnetisch gekoppelte ferromagnetische Schichten, die nur bei tiefen Temperaturen auftreten.

Hierbei koexistieren die Strukturen aus 3. und 4.

Diese Arbeit beschreibt die Untersuchung der makroskopischen magnetischen Eigenschaften an drei verschiedenen Er|Tb-Schichtsystemen mittels SQUID-Magnetometrie und beschäftigt sich mit der mesoskopischen magnetischen Struktur, gemessen durch Streuung von polarisierten Neutronen unter streifendem Einfall.

Im ersten Kapitel wird der Magnetismus der Seltenen Erden und insbesondere die magnetischen Strukturen von einkristallinem Erbium und Terbium beschrieben. Die zugrunde liegenden Wechselwirkungen werden durch Einflüsse durch das Schichtwachstum stark beeinflusst. Außerdem wird in diesem Kapitel auf die Theorie der Streuung von polarisierten Neutronen eingegangen. Eine Beschreibung der verwendeten Messinstrumente zur Magnetometrie und zur Neutronenreflektometrie wird in Kapitel 2 gegeben. Die Messergebnisse der makroskopischen und mesoskopischen Untersuchungen werden in Kapitel 3 vorgestellt und interpretiert. Kapitel 4 gibt eine Zusammenfassung über die Ergebnisse. Außerdem wird ein Ausblick gegeben, welche weiteren Messungen zum Verständnis der magnetischen Ordnungen in Er|Tb-Schichtsystemen beitragen können.

1 Theoretische Grundlagen

1.1 Magnetismus

1.1.1 4f-Magnetismus der Seltenen Erden

Die Theorie des Magnetismus in Materie und insbesondere der Seltenen-Erden wird in einschlägigen Werken behandelt [4], [10], [13]. Im Folgenden wird ein Überblick über die verschiedenen Wechselwirkungen, die in den Seltenen Erden vorherrschen, gegeben.

In Seltenen Erden tragen bis auf einen kleinen Anteil der $5d$ -Elektronen hauptsächlich die $4f$ -Elektronen das magnetische Moment. Die Valenzelektronen der $5d$ - und der $6s$ -Schale bilden die Leitungsbänder. Die $4f$ -Zustände sind im Vergleich zu den $3d$ -Elektronen der Übergangsmetalle nah am Atomrumpf lokalisiert, was zur Folge hat, dass Ähnlichkeiten zum Magnetismus freier Atome bestehen. Es gelten somit die drei Hund'schen Regeln. Nach der ersten Regel ist S maximal, da somit die höchste Anzahl von antisymmetrischen Ortswellenfunktionen der Elektronen erreicht wird. Das hat zur Folge, dass die Elektronen möglichst fern von einander sind, was die Coulomb-Energie erniedrigt. Eine ähnliche Argumentation führt zur zweiten Regel, nach welcher auch L maximal ist, solange es nicht der ersten Regel widerspricht. Ist eine Schale weniger als halb gefüllt, so ist $J = |L - S|$, ist die Schale mehr als halb gefüllt, so ist $J = L + S$ (dritte Hund'sche Regel). Es kann eine Abschätzung für das paramagnetische Moment pro Atom gemacht werden:

$$\mu = g\sqrt{J(J+1)}\mu_B \quad (1.1)$$

mit dem Landé-Faktor:

$$g = \frac{3}{2} + \frac{S(S+1) - L(L+1)}{2J(J+1)} \quad (1.2)$$

Für die in dieser Arbeit betrachteten Elemente ergibt sich:

$$\text{Tb}(4f^8) : \quad S = 3, \quad L = 3, \quad J = S + L = 6 \quad \implies \mu = 9,72 \mu_B \quad (1.3)$$

$$\text{Er}(4f^{11}) : \quad S = \frac{3}{2}, \quad L = 6, \quad J = S + L = \frac{15}{2} \quad \implies \mu = 9,58 \mu_B \quad (1.4)$$

Durch die starke Lokalisierung der $4f$ -Elektronen am Atomrumpf überlappen deren Wellenfunktionen im Kristall kaum. Die Kopplung der magnetischen Momente kann somit nicht direkt geschehen, sondern erfolgt über die RKKY¹-Wechselwirkung. Hierbei polarisieren die $4f$ -Momente die Leitungsbandelektro- nen. Diese Polarisation wechselwirkt ihrerseits mit einem anderen Moment im Abstand r . Diese indirekte, langreichweitige, isotrope Austauschwechselwirkung $J(q)$ ist abhängig vom Abstand der magnetischen Momente und hat eine oszillato- rische Form. Abhängig davon, bei welchem Wellenvektor q das Maximum von $J(q)$ auftritt, entstehen verschiedene magnetische Ordnungen [8]:

$q_{max} = 0$: ferromagnetische Ordnung

q_{max} auf Zonenrand : antiferromagnetische Ordnung

q_{max} zwischen 0 und Zonenrand : spiralförmige Ordnung

Die Kristallfeldanisotropie beschreibt die Aufspaltung der $4f$ -Zustände in dem elektrischen Feld, das durch die Ladung in der Umgebung hervorgerufen wird. Dadurch hängt sie natürlich von der lokalen Symmetrie ab. Die Veränderungen an den Grenzflächen in einem Schichtsystem werden daher auch einen deutlichen Einfluss auf die Kristallfeldanisotropie haben. Die Magnetostriktion stellt einen weiteren wichtigen Beitrag zur Gesamtenergie in Seltenen Erden dar. Sie beschreibt die Gitterverzerrungen in Folge der magnetischen Ordnung. Aufgrund der epitaktischen Spannung treten in Schichtsystemen zusätzliche elastische Energiebeiträge auf, die die magnetische Struktur beeinflussen.

Die Austauschwechselwirkung bevorzugt eine inkommensurable Anordnung, wenn $0 < q_{max} < \text{Zonenrand}$. Die Magnetostriktion bevorzugt kommensurable Strukturen.

In Terbium, welches eine hexagonale Struktur hat (mit $a, b = 3,60 \text{ \AA}$ und $c = 5,70 \text{ \AA}$), führt eine starke planare Anisotropie dazu, dass sich die magnetischen Momente lediglich innerhalb der Basisebene ausrichten (vergleiche Abbildung 1.1 (4) und (5)). Unterhalb der Néel-Temperatur $T_N \approx 230 \text{ K}$ hat Terbium, bedingt durch die RKKY-Wechselwirkung, eine Helix-Struktur (4). Das heißt, dass die Ausrichtung einer ferromagnetischen Atomlage zur benachbarten, im Abstand $\frac{c}{2}$, um einen Winkel ϕ gedreht ist.

¹Nach Ruderman, Kittel, Kasuya und Yosida.

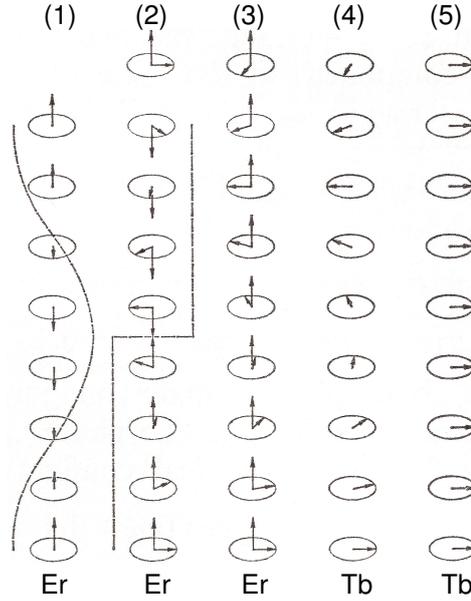


Abbildung 1.1: Magnetische Konfigurationen von Erbium und Terbium (aus [16]). Innerhalb einer Lage sind die Momente parallel ausgerichtet, zur nächsten Lage existieren verschiedene relative Anordnungen.

Für die l -te Lage ergibt sich hierbei der Erwartungswert des Gesamtdrehimpulses zu:

$$\langle J_{xl} \rangle = J_{ab} \cos(l\phi + \beta) \quad (1.5)$$

$$\langle J_{yl} \rangle = J_{ab} \sin(l\phi + \beta) \quad (1.6)$$

$$\langle J_{zl} \rangle = 0 \quad (1.7)$$

Der Drehwinkel ist durch $\phi = \frac{2\pi}{\tau} \cdot \frac{c}{2}$ mit der Periodenlänge τ verknüpft und variiert mit der Temperatur ungefähr zwischen 20° und 17° [8]. Bei der Curie-Temperatur $T_C \approx 220$ K findet ein diskontinuierlicher Übergang (oder Übergang 1. Ordnung, d.h. es gibt eine thermische Hysterese) zu ferromagnetischer Ordnung **(5)** statt. Dies ist eine Folge der unterschiedlichen Temperaturabhängigkeiten der konkurrierenden Wechselwirkungen. Bei $T > T_C$ überwiegt offensichtlich der Energiebeitrag der Austauschwechselwirkung. Je niedriger aber die Temperatur wird, umso größer wird der Anteil der Magnetostriktion. Das führt schließlich dazu, dass die Momente sich ferromagnetisch anordnen, wodurch die Magnetostriktion minimiert wird. Die leichte Achse der Magnetisierung zeigt in Richtung der a -Achse. Dass heißt, durch den Symmetriebruch beim Phasenübergang bilden sich sechs äquivalente Domänen. In Sättigung ist das gemessene magnetische Moment pro Terbiumatom $\mu = 9,34 \mu_B$ [16].

In Erbium, welches ebenfalls eine hexagonale Kristallstruktur hat (mit $a, b = 3,56 \text{ \AA}$ und $c = 5,59 \text{ \AA}$), ist die planare Anisotropie nicht so ausgeprägt wie in Terbium. Das zeigt sich darin, dass sich die magnetischen Momente nicht allein in der Basis-Ebene ausrichten. Unterhalb von $T_N \approx 84 \text{ K}$ ordnet die c -Achsen Komponente und ist sinusförmig moduliert (CAM) **(1)**. Für den Erwartungswert des Drehimpulses in diese Richtung gilt:

$$\langle J_{zI} \rangle = J_c \sin(l\phi + \beta) \quad (1.8)$$

Unterhalb von $T_N \approx 52 \text{ K}$ ordnet zusätzlich die Basis-Komponente helixförmig und hat dementsprechend die gleiche Form wie in den Gleichungen 1.5 und 1.6. Die Periode hat den gleichen Betrag, wie die der CAM. Das Auftreten von Reflexen höherer Ordnung zeigt, dass die Modulation der c -Achse nicht mehr als rein sinusförmig beschrieben werden kann. Vielmehr ändert sich die Periode so, dass eine antiferromagnetische Ordnung angestrebt wird **(2)**. Dies wird allerdings nicht ganz erreicht bevor bei $T = 18 \text{ K}$ die Konusphase eintritt (c -Komponente ferromagnetisch geordnet **(3)**). Die Struktur zwischen $18 \text{ K} < T < 52 \text{ K}$ kann näherungsweise als geneigte Helix (Tilted Helix, TH) beschrieben werden [16]. Die Temperaturabhängigkeit des Drehwinkels ϕ , und damit auch von τ , wurde unter anderem von Gibbs et al. [11] untersucht. Die Periodenlänge durchläuft eine Reihe von rationalen Werten bis sie schließlich bei 18 K einen Wert von $\tau = \frac{5}{21} \frac{2\pi}{c}$ annimmt. Zwischen diesen Werten, welche kommensurabel zur Gitterstruktur sind, werden zwischen $26 \lesssim K \lesssim 52$ inkommensurable Phasen durchlaufen.

Diese verschiedenen Phasen in Erbium zeigen, wie empfindlich das Zusammenspiel aus Austauschwechselwirkung, Anisotropie und Magnetostriktion ist. Dass die Anisotropie einen ähnlich hohen axialen und planaren Beitrag hat, zeigt sich durch die Sättigungsmagnetisierung, welche z.B. in c -Richtung bei $4,2 \text{ K}$ mit $\mu = 7,6 \mu_B$ [16] unterhalb des theoretischen Wertes bleibt, da die Momente auch eine Komponente innerhalb der Basisebene besitzen. Beide Komponenten zusammen ergeben den theoretisch erwarteten Wert.

1.1.2 Magnetismus in dünnen Schichten

Im Vergleich zu den in Kapitel 1.1.1 beschriebenen Einflüssen auf das magnetische Verhalten von Terbium und Erbium, existieren in dünnen Schichten zusätzliche Anisotropien. Durch die geringe Dimension wird der Einfluss von Oberflächen- und Formanisotropien größer als im Einkristall.

Die Oberflächenanisotropie ergibt sich aus der Symmetriebrechung an der Grenzfläche. Bildlich gesprochen, haben die Grenzflächenatome eine andere Umgebung als Atome aus dem Inneren der Schicht. Dies führt zu einer modifizierten Dipol-Wechselwirkung benachbarter Momente.

Eine raue Oberfläche besteht im Prinzip aus einer perfekt glatten Fläche und atomaren Stufen. Die Anzahl nächster Nachbarn ist im Vergleich zur ebenen Oberfläche weiter verringert. Die daraus folgende Energieänderung ist die Stufenanisotropie.

Die Formanisotropie entspricht der Energie der Streufelder der Magnetisierung. Um dies zu minimieren, richten sich die magnetischen Momente (ohne sonstige Einflüsse) in dünnen Schichten innerhalb der Schicht aus.

Die magnetoelastische Anisotropie ist abhängig von der Verzerrung ist sie abhängig von den elastischen Konstanten und Magnetostruktionskonstanten des Materials, welche abhängig von der Richtung im Kristall sind. Das Verfahren des Schichtwachstums führt im Allgemeinen zu epitaktischen Verzerrungen, was den Beitrag dieser Anisotropie verändert. So führt eine Dehnung der Basisgitterkonstanten zu einer Verringerung des Beitrags dieser Energie, sodass die Helix-Phase stabilisiert wird. Im umgekehrten Fall wird die ferromagnetische Ordnung bevorzugt. Da die Gitterkonstante von Erbium kleiner ist als die von Terbium, ist zu erwarten, dass die resultierende Kompression zur Stabilisierung der ferromagnetischen Phase führt.

Zwischenschichtkopplung

Mitte der 80er Jahre wurde in Fe|Cr|Fe- [12] und in Gd|Y-Schichtsystemen [17] eine Kopplung der magnetischen Schichten über die nicht-magnetischen Schichten hinweg entdeckt. Diese Zwischenschichtkopplung wurde im Folgenden in vielen Übergangsmetall-Systemen und Seltenen-Erd-Systemen nachgewiesen. Unter anderem gibt es auch eine Kopplung der helixförmigen Strukturen über nicht-magnetisches Yttrium hinweg, z. B. in Dy|Y [21]. Die Phasen der Helix in getrennten Dysprosiumsichten stehen dabei in einem festen Zusammenhang. Erklärt wird dieser Effekt durch die RKKY-Wechselwirkung. Sie führt dazu, dass die Leitungselektronen in Yttrium entsprechend polarisiert sind, und so die Information der Phase zwischen den Dysprosiumsichten vermittelt.

In jüngerer Zeit untersuchte Schichtsysteme bestehen aus zwei magnetischen Materialien, wie z.B. Ho|Er [23], Tb|Ho [5] und Er|Tb [29] [26]. In diesen Systemen spielen Anisotropien und unterschiedliche Bandstrukturen eine wesentliche Rolle. Auch die Dipol-Wechselwirkung muss beachtet werden. Im Ho|Er System wurde nachgewiesen, dass zwar die in der Ebene liegende helix-förmige Ordnung

der Holmiumschichten kohärent durch die Erbiumpschichten propagiert (wie bei Ho|Y), jedoch die c -Achsen Ordnung des Erbiums auf eine Schicht beschränkt ist. Dies kann damit erklärt werden, dass die Wellenfunktionen der Leitungselektronen widersprechende Grenzbedingungen haben. Sowohl in Tb|Ho wie auch in Er|Tb können ferromagnetische Terbiumpschichten AFM koppeln. Mittels resonanter magnetischer Röntgenstreuung [25] wurde in Er|Tb-Schichtsystemen eine über mehrere Doppellagen kohärente Übergitterbandstruktur nachgewiesen. Dies kann nicht allein durch die RKKY-Wechselwirkung beschrieben werden.

1.2 Streumethoden

Spätestens seit den berühmten Streuversuchen Rutherfords von α -Teilchen an Goldfolie ist die Untersuchung von Materie durch Streuung geprägt. Hierbei ist wichtig, dass die Wellenlänge der Sonde in der Größenordnung \AA ist um typische Kristallstrukturen auflösen zu können. Es sind verschiedene Sonden je nach Interessengebiet von Vorteil.

Ist man z.B. nur an der Oberflächenbeschaffenheit einer Probe interessiert, so kann Elektronenbeugung angewendet werden. Die Beschränkung der Sensitivität auf ~ 1 nm ergibt sich aus der relativ starken Coulomb-Wechselwirkung der Elektronen mit den Atomen des Festkörpers. Durch die leichte Zugänglichkeit der Elektronen wird deren Beugung vielfach eingesetzt zur in-situ Qualitätsanalyse beim Schichtwachstum.

Eine weitere Sonde, die gut in einem Labor zu realisieren ist, ist Röntgenstrahlung. Die Photonen wechselwirken hauptsächlich mit den Elektronen der Atomhülle und haben einen nicht so hohen Wirkungsquerschnitt mit Materie wie Elektronen. Die häufig genutzte Kupfer K_α -Linie besitzt eine Wellenlänge von 1.54\AA und ist somit gut geeignet zur Untersuchung von Kristallstrukturen.

Eine gut geeignete Sonde zur tiefenaufgelösten Untersuchung sind Neutronen. Deren Streuung wird zum einen dominiert von der Starken Wechselwirkung (Reichweite ~ 1 fm) mit dem Atomkern, zum anderen durch die Dipol-Wechselwirkung mit ungepaarten Elektronen der Atomhülle. Durch Letzteres kann zusätzlich zur Struktur auch das magnetische Moment gemessen werden. Da diese Wechselwirkungen kurzreichweitig bzw. schwach sind, ist die Eindringtiefe der Neutronen relativ hoch.

Im Folgenden soll keine Beschreibung der allgemeinen Streutheorie gegeben werden. Diese ist zum Beispiel in [6] zu finden. Vielmehr wird auf die Besonderheiten der Neutronenstreuung und im speziellen die Streuung unter streifendem Einfall eingegangen. Es sei kurz aus der Streutheorie erwähnt, dass der messbare differentielle Wirkungsquerschnitt das Betragsquadrat der Streuamplitude ist:

$$\frac{d\sigma(\theta, \phi)}{d\Omega} = |f_k(\theta, \phi)|^2 \quad (1.9)$$

Diese Beziehung zeigt, dass in einem Streuexperiment nicht die Phase gemessen werden kann. Diesen Verlust an Information nennt man das Phasenproblem und ist der Grund, weshalb nicht ohne Weiteres aus der Messung auf die Eigenschaften der Probe zurückzuschließen ist.

Die Streuamplitude ist gegeben durch die Fourier-Transformation des Streupotentials:

$$f_k^{Born}(\theta, \phi) = -\frac{1}{4\pi} \int e^{-i\mathbf{Q}\mathbf{r}'} U(\mathbf{r}') d^3r' \quad (1.10)$$

mit dem Streuvektor $\mathbf{Q} = \mathbf{r}' - \mathbf{r}$.

1.2.1 Neutronenstreuung

Es stellt sich nun die Frage, welche Form das Potential bei Neutronenstreuung hat. Für den nuklearen Anteil ist die starke Wechselwirkung verantwortlich, welche allerdings analytisch nicht gut verwendbar ist. Da aber die Wellenlänge der verwendeten Neutronen im Å Bereich und die Größe der Atomkerne, an denen sie gestreut werden, im fm Bereich liegen, kann man näherungsweise von punktförmigen Streuern (am Ort R_i) ausgehen, welche zu isotroper (s-Wellen) Streuung führen. Diese wird durch das Fermi-Pseudo-Potential beschrieben:

$$V_{nuk}(\mathbf{r}) = \frac{2\pi\hbar^2}{m} \sum_i b_i \delta(\mathbf{r} - \mathbf{R}_i) \quad (1.11)$$

Die Streulängen b_i der verschiedenen Atomsorten bzw. -isotope sind in der Regel, wie die Atomkerne, von der Größenordnung fm.

Der magnetische Anteil des Potentials beruht auf der Dipol-Dipol-Wechselwirkung zwischen dem Spin des Neutrons und dem magnetischen Feld $\mathbf{B} = \mathbf{B}_S + \mathbf{B}_L^2$, welches ungepaarte Elektronen durch ihre Spin- und Drehmomente erzeugen:

$$V_{mag} = -\boldsymbol{\mu}_n \cdot \mathbf{B} = -\gamma_n \mu_N \cdot \boldsymbol{\sigma} \cdot (\mathbf{B}_S + \mathbf{B}_L) \quad (1.12)$$

Der gyromagnetische Faktor γ_n des Neutrons hat den Wert $\gamma_n = -1,913$, μ_N ist das Kernmagneton und $\boldsymbol{\sigma}$ ist der Spinoperator, bestehend aus den drei Pauli-Matrizen. Die zufällig angeordneten Spins des Atomkerns werden hierbei vernachlässigt, da das daraus resultierende Magnetfeld nur schwach ist. In 1. Born'scher Näherung erhält man für einen Streuprozess, bei dem sich sowohl die Richtung \mathbf{k} als auch die Spinprojektion auf die z-Achse ändert [6]:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left(\frac{m_n}{2\pi\hbar^2} \right)^2 |\langle \mathbf{k}' \sigma'_z | V_m | \mathbf{k} \sigma_z \rangle|^2 \quad (1.13)$$

Durch Einsetzen des Potentials 1.12 erhält man schließlich:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = (\gamma_n r_0)^2 \left| -\frac{1}{2u_B} \langle \sigma'_z | \boldsymbol{\sigma} \cdot \mathbf{M}_\perp(\mathbf{Q}) | \sigma_z \rangle \right|^2 \quad (1.14)$$

² $\mathbf{B}_S = \nabla \times \left(\frac{-2\mu_B \cdot \mathbf{S} \times \mathbf{R}}{R^3} \right)$, $\mathbf{B}_L = -\frac{e}{c} \frac{\mathbf{v}_e \times \mathbf{R}}{R^3}$

Der Vorfaktor hat einen Wert von $\gamma_n r_0 = 5.39$ fm. $M_{\perp}(\mathbf{Q})$ ist die Fourier-Komponente der Magnetisierung der Probe senkrecht zum Streuvektor \mathbf{Q} , welche gemessen werden kann. Die Neutronenstreuung gibt Einsicht in die mikroskopische Magnetisierung, was mit anderen Methoden, wie etwa einer SQUID Messung, nicht möglich ist. Die Stärke der magnetischen Streuung ist mit $1 \mu_B \hat{=} 2.696$ fm in der gleichen Größenordnung wie die nukleare.

Im Gegensatz zur nuklearen Streuung gibt es einen magnetischen Formfaktor f_m , welcher für reine Spinstreuung die Fourier-Transformierte der Spindichte ρ_s ist:

$$f_m(\mathbf{Q}) = \int_{Atom} \rho_s(\mathbf{r}) e^{i\mathbf{Q}\cdot\mathbf{r}} d^3r \quad (1.15)$$

Für den Fall, dass sowohl Spin- als auch Bahnmoment vorliegen, kann man den Formfaktor wie folgt schreiben:

$$f_m(Q) = \langle j_0(Q) \rangle + C_2 \langle j_2(Q) \rangle \quad (1.16)$$

Dabei sind $\langle j_r(Q) \rangle$ die sphärischen Transformationen der Radialdichteverteilung $R(r)$ mit den sphärischen Besselfunktionen $j_l(Qr)$:

$$\langle j_r(Q) \rangle = 4\pi \int_0^{\infty} j_l(Qr) R^2(r) r^2 dr \quad (1.17)$$

Hierbei wird davon ausgegangen, dass Spin- und Bahnmoment zu einem Gesamtmoment \mathbf{J} koppeln. In dieser Dipol-Näherung ergibt sich der differentielle Wirkungsquerschnitt zu:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = (\gamma_n r_0)^2 \left| \frac{g_j}{2} f_m(Q) \sum_i J_{i\perp} e^{i\mathbf{Q}\cdot\mathbf{R}_i} \right|^2 \quad (1.18)$$

Die Parameter, die in dem Formfaktor stecken, sind bekannt und in Tabellen aufgelistet [9], [19].

1.2.2 Streuung unter streifendem Einfall

Kontinuumsbeschreibung

Um Dünnschichtproben, wie sie im Rahmen dieser Arbeit verwendet wurden, auf ihre meso- bzw. makroskopischen Eigenschaften, wie Schichtrauigkeiten und -dicken oder Korrelationslängen im Nano- bis Mikrometerbereich, zu untersuchen, eignet sich die Streuung unter streifendem Einfall. Der Wellenvektorübertrag $|Q| = \frac{4\pi}{\lambda}(\sin \alpha_i + \sin \alpha_f)$ ist hierbei so klein (für $\alpha_i + \alpha_f = 10^\circ$ und $\lambda = 4,73 \text{ \AA}$ ergibt sich beispielsweise $0 < Q < 0,46 \text{ \AA}^{-1}$), dass die atomare Struktur nicht aufgelöst werden kann, sondern Modulationen auf größeren Längenskalen gemessen werden. Die Probe wird als Kontinuum gesehen. Dieses Phänomen wird schematisch durch Abbildung 1.2 verdeutlicht [14].

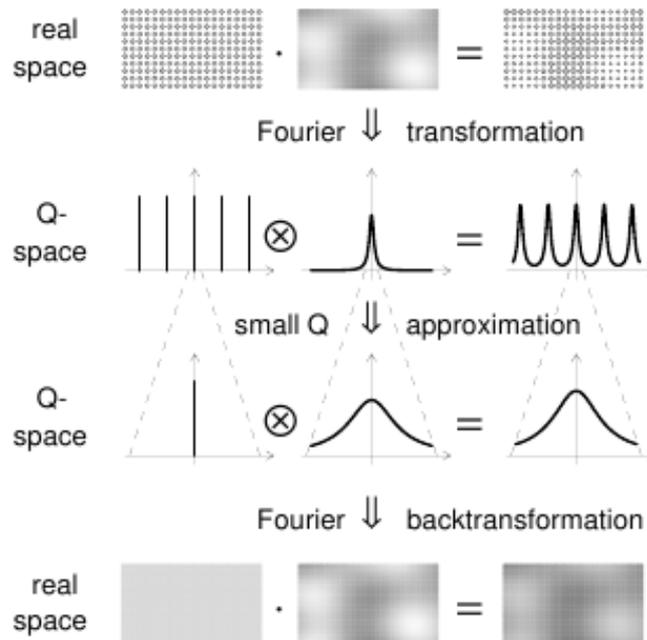


Abbildung 1.2: Schema einer Messung unter streifendem Einfall. Die vierte Zeile zeigt, dass ohne die genaue Kenntnis der atomaren Struktur mesoskopische Modulationen gemessen werden können (aus [14]).

Die erste Zeile zeigt ein atomares Gitter, welches einer Dichtemodulation unterliegt. Mathematisch ausgedrückt ist dies das Produkt aus einem periodischen Gitterpotential $V_{Gitter}(\mathbf{r})$ und der Modulation $V_{Mod}(\mathbf{r})$. Wie in Gleichungen 1.9 und 1.10 gezeigt, ist das Betragsquadrat aus der Fourier-Transformation des Produkts der Potentiale zu berechnen. Das Faltungstheorem besagt, dass die Fourier-Transformation eines Produktes die Faltung der Fourier-Transformationen der

einzelnen Faktoren ist. Dies ist in Zeile 2 in Abbildung 1.2 verbildlicht. Da Q , wie bereits erwähnt, klein ist, ist auch nur ein kleiner Bereich der Fourier-Transformationen sichtbar (siehe Spalte 3 in Abbildung 1.2). Dies hat zur Folge, dass nach der Rücktransformation in den realen Raum nicht die atomare Struktur, sondern die mesoskopischen Informationen das Streuverhalten der Probe bestimmen (Spalte 4 in Abbildung 1.2).

Für die Auswertung der Messdaten wird ein Modell für die mesoskopische Ordnung erstellt und dessen Fourier-Transformation mit den Daten verglichen.

Das gesamte Streubild, was man unter streifendem Einfall erhält, ist in zwei Teile aufgeteilt. Zum einen gibt es den spekulären Anteil, welcher dadurch ausgezeichnet ist, dass Einfalls- und Ausfallswinkel gleich sind ($\alpha_i = \alpha_f$), zum anderen den diffusen oder nicht-spekulären Bereich, bei dem $\alpha_i \neq \alpha_f$ gilt.

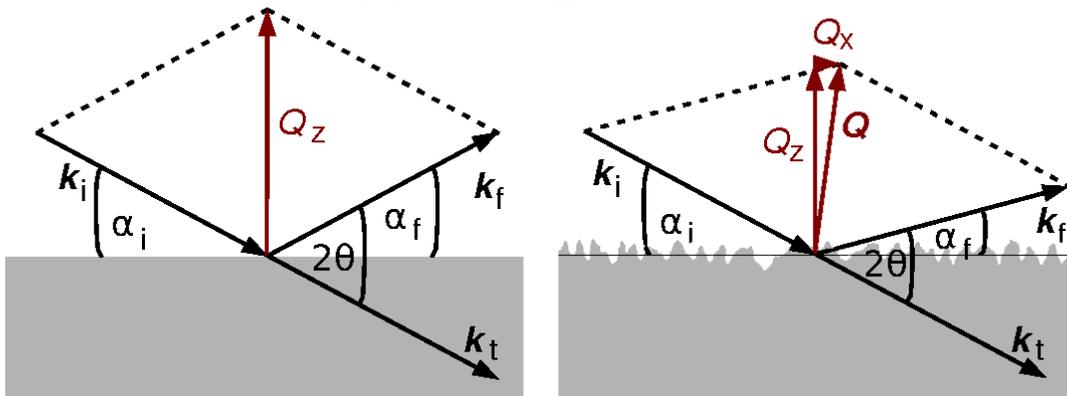


Abbildung 1.3: Skizzen der bei der Streuung relevanten Vektoren und Winkel. *Links*: Spekuläre Streuung ($\alpha_i = \alpha_f$), bei welcher Q nur eine z-Komponente hat. *Rechts*: Diffuse Streuung ($\alpha_i \neq \alpha_f$), bei welcher Q zusätzlich eine x-Komponente hat. Sie wird z.B. durch Oberflächenrauigkeit erzeugt.

Spekuläre Reflektivität

Bei spekulärer Streuung hat, wie in Abbildung 1.3 links zu sehen, der Streuvektor Q nur eine Komponente in z-Richtung. Das heißt, die Reflektivität enthält eine gemittelte Information über die Struktur innerhalb der Ebene und Informationen über Veränderungen des Streupotentials senkrecht zu dieser. Dies ist auch aus folgender Gleichung ersichtlich, welche sich aus der 1. Born'schen Näherung ergibt [14]:

$$I(Q_z) \sim \frac{1}{Q_z^4} \left| \int \frac{dV(z)}{dz} e^{-iQ_z z} dz \right|^2 \quad (1.19)$$

Zusätzlich zur genannten Abhängigkeit vom Streupotential ist die Intensität proportional zu $\frac{1}{Q_z^4}$. Wenn man von einer glatten Oberfläche ausgeht und Gleichung 1.11³ in 1.19 einsetzt, bleibt $I(Q_z) \sim \frac{1}{Q_z^4}$ erhalten. Für den realen Fall einer rauen Oberfläche ist dies nicht der Fall. Unter der Annahme, dass die Abweichungen von der mittleren Position Gauß-verteilt sind, ergibt sich folgendes Modell:

$$V(z) = \frac{V}{2} - \frac{V}{2} \operatorname{erf} \left(\frac{z}{\sqrt{2}\sigma} \right) \quad (1.20)$$

mit der Fehlerfunktion $\operatorname{erf}(z) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^z e^{-t^2} dt$ und der rms⁴-Rauhigkeit σ . Letztere gibt die mittlere Abweichung des Abstandes der Oberfläche zum Mittelwert an (vgl. Abbildung 1.3 rechts). Mit Gleichung 1.19 zeigt sich, dass die Intensität, im Vergleich zur idealen Oberfläche, durch einen weiteren Faktor, ähnlich dem Debye-Waller-Faktor, gedämpft wird:

$$I(Q_z) \sim \frac{1}{Q_z^4} e^{-Q_z^2 \sigma^2} \quad (1.21)$$

Ein weiteres Charakteristikum der Reflektivität ist die Auswirkung der Schichtdicke d in einem Schichtsystem. Wieder ausgehend von Gleichung 1.19, mit beispielsweise dem Potential

$$V(z) = \begin{cases} 0 & d < z \\ V_1 = \frac{2\pi\hbar^2}{m_n} b_1 \rho_1 & 0 < z \leq d \\ V_2 = \frac{2\pi\hbar^2}{m_n} b_2 \rho_2 & z \leq 0 \end{cases} \quad (1.22)$$

ergibt sich für die Intensität eine Oszillation:

$$I(Q_z) \sim \frac{1}{Q_z^4} \left((b_2 \rho_2 - b_1 \rho_1)^2 + (b_1 \rho_1)^2 + 2(b_2 \rho_2 - b_1 \rho_1)(b_1 \rho_1) \cos(Q_z d) \right) \quad (1.23)$$

Der Abstand zwischen den Maxima ist abhängig von der Schichtdicke d :

$$\Delta Q_z = \frac{2\pi}{d} \quad (1.24)$$

Es lassen sich aus der Reflektivität sowohl die Rauhigkeiten als auch die Schichtdicken eines Systems bestimmen. Allerdings gibt es bei einem System mit vielen Schichten auch dementsprechend viele Parameter, so dass eine Anpassung an die Messdaten immer uneindeutiger wird.

³Wegen der Kontinuumsbeschreibung mit der Abwandlung, dass die δ -Funktionen der Atompositionen ersetzt werden durch eine Teilchendichte ρ . Außerdem führt die perfekte Oberfläche zu einer Stufenfunktion im Potential.

⁴root-mean-square

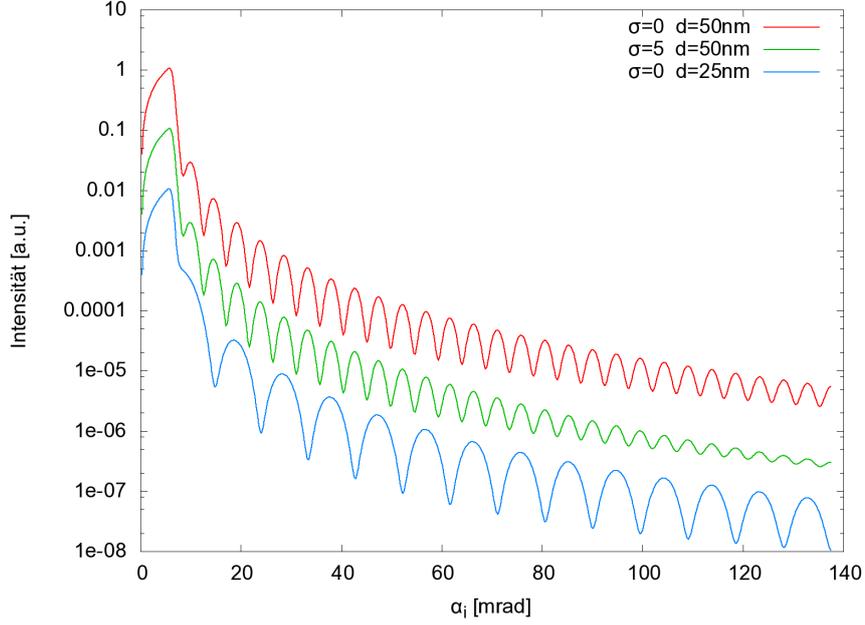


Abbildung 1.4: Beispiel einer Reflektivitätskurve mit variierender Rauigkeit und Schichtdicke.

Der typische Verlauf einer Reflektivitätskurve (siehe Abbildung 1.4) wird mit der Bornnäherung recht gut beschrieben. Was mit der gemachten Näherung nicht zu erklären ist, ist das Totalreflexionsplateau bei kleinen Winkeln. Die oben beschriebene Kontinuumsbeschreibung führt dazu, dass der Neutronenstrahl ganze Schichten „sieht“ und man wie in der Optik einen Brechungsindex $n_t = \frac{k_t}{k}$ einführen kann, welcher genähert wird zu:

$$n_t = 1 - \frac{\lambda^2}{2\pi} \sum_j b_j \rho_j = 1 - \delta_t + i\beta_t \quad (1.25)$$

Dabei ist k_t der Wellenvektor der transmittierten Welle, δ_t der Real-, β_t der Imaginärteil der Streulänge. Letzteres gibt die Absorption der Neutronen innerhalb des Materials an. Der Brechungsindex ist für die meisten Materialien kleiner als eins, sodass es einen kritischen Winkel α_{krit} gibt, unterhalb dessen die Neutronen vollständig reflektiert werden (abgesehen von dem Anteil, der absorbiert wird). Der kritische Winkel ist näherungsweise:

$$\alpha_{krit} \approx \sqrt{2\delta_t} = \sqrt{\frac{\lambda^2}{\pi} \sum_j b_j \rho_j} \quad (1.26)$$

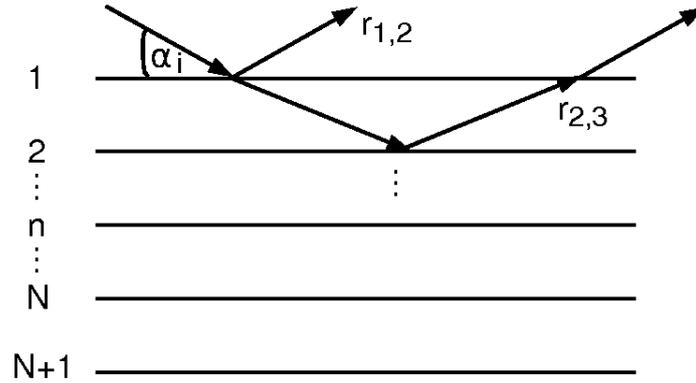


Abbildung 1.5: Reflexion an einem Mehrschichtsystem. Aufsummieren führt zur Rekursionsformel des Parrat-Formalismus.

Die aus der Optik bekannten Fresnel'schen Formeln gelten auch hier:

$$r_f = \frac{k_z - k_{t,z}}{k_z + k_{t,z}} \quad (1.27)$$

$$t_f = \frac{2k_z}{k_z + k_{t,z}} \quad (1.28)$$

Hierbei sind $k_z = k \sin \alpha_i$ und $k_{t,z} = k_t \sin \alpha_t = k \sqrt{n_t^2 - \cos^2 \alpha_i}$ die z-Komponenten des einfallenden bzw. transmittierten Wellenvektors.

Betrachtet man nun ein System aus N Schichten, wie in Abbildung 1.5, so ergibt sich Transmission und Reflexion an $N + 1$ Grenzflächen. Nach Parratt [18] ergibt sich eine Rekursionsformel für das Verhältnis $X_n = \frac{R_n}{T_n}$ der n-ten Schicht:

$$X_n = \frac{r_{n,n+1} + X_{n+1} e^{2ik_{z,n+1}z_n}}{1 + r_{n,n+1} X_{n+1} e^{2ik_{z,n+1}z_n}} e^{-2ik_{z,n}z_n} \quad (1.29)$$

Nimmt man ein unendlich dickes Substrat an, so ergibt sich $R_{N+1} = 0$, und die restlichen R_n können rekursiv berechnet werden.

Diffuse Streuung

Die diffuse Streuung wird allgemein durch Unordnung verursacht. Der Streuvektor hat eine Komponente $Q_x \neq 0$ (s. Abbildung 1.3). Es ist zu beachten, dass die diffuse Streuung auch bei $\alpha_i = \alpha_f$ vorhanden ist. Also liegt dort die Summe aus spekulärer und diffuser Streuung vor. Hierzu tragen die Oberflächenrauigkeit und laterale, also in der Ebene liegende, Strukturen bei. Sind diese allerdings von

einer Schicht zur nächsten korreliert, so zentriert sich die Streuintensität beim entsprechenden spekulären Reflex. Diese nicht-spekuläre Intensität $I_{diff}(Q_x, Q_z)$ einer Monolage auf einem Substrat hat eine ähnliche Form wie Gleichung 1.23. Allerdings gibt es bei der diffusen Streuung zusätzlich einen Strukturfaktor, der die Struktur innerhalb der Ebene beschreibt [14]:

$$S_{jk}(Q_x) = \int (e^{q_z^2 C_{jk}(x)} - 1) e^{-iq_x x} dx \quad (1.30)$$

Der Strukturfaktor beinhaltet die Korrelationsfunktionen $C_{jk}(x)$, welche angeben, in wie weit die Struktur einer Oberfläche der Schicht i die der nächsten Schicht j beeinflusst. Die mittlere Halbwertsbreite Δq eines Peaks bei einem festen q_z in q_x -Richtung steht in Zusammenhang mit der lateralen Korrelationslänge ξ_x :

$$\xi_x = \frac{2 \cdot \pi}{\Delta q} \quad (1.31)$$

Das entsprechende gilt auch für die Korrelationslänge ξ_z in Wachstumsrichtung. Die Auflösung sowohl in x- als auch in z-Richtung wird durch die Winkelunschärfe $\Delta\alpha_i$ bestimmt. Die Wellenlängenunschärfe ist hierbei im relevanten Bereich um 1-2 Größenordnungen kleiner. In Abbildung 1.6 ist die Geometrie zur Bestimmung der Winkelunschärfe skizziert. Die entscheidenden Faktoren sind hierbei der erste Spalt im Aufbau und der „Spalt“, der sich aus der Projektion der Probe ergibt, sodass die Auflösung abhängig von α_i ist. Wie aus der Skizze ersichtlich ist, ergibt sich für die Projektion der Probe:

$$s_2 = \sin \alpha_i \cdot l_{Probe} \quad (1.32)$$

Die Länge l_{Probe} der verwendeten Proben beträgt 10 mm. Für die Winkelunschärfe $\Delta\alpha_i$ folgt:

$$\tan\left(\frac{\Delta\alpha_i}{2}\right) = \frac{s_1}{a} = \frac{s_2}{b} \quad (1.33)$$

Die Gesamtstrecke $L = a + b$ ist bekannt, sodass gilt:

$$\Delta\alpha_i = 2 \cdot \arctan\left(\frac{\frac{s_1+s_2}{2}}{L}\right) \quad (1.34)$$

Diese Winkelunschärfe wird auf die Unschärfe auf $q_x = \frac{2 \cdot \pi}{\lambda} (\cos \alpha_f - \cos \alpha_i)$ bzw. $q_z = \frac{2 \cdot \pi}{\lambda} (\sin \alpha_f + \sin \alpha_i)$ fortgeplant. Die maximal auflösbaren Korrelationslängen ergeben sich dann aus [15]:

$$\xi_{x,z} \approx \frac{2 \cdot \pi}{\Delta q_{x,z}} \quad (1.35)$$

Die genauen Zahlenwerte werden im Kapitel 3.2 gegeben.

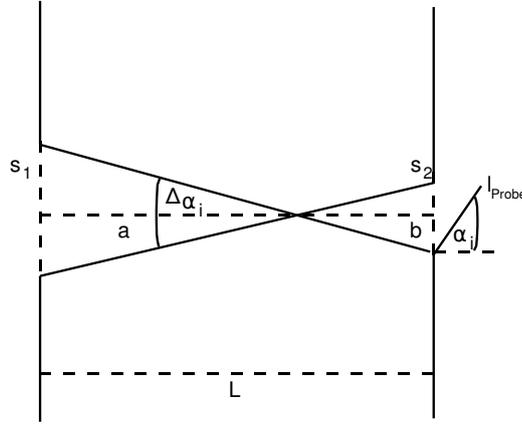


Abbildung 1.6: Skizze zur Bestimmung der Winkelunschärfe, aus der sich die Auflösungs Grenze in x- und z-Richtung ergibt.

1.2.3 Streuung mit polarisierten Neutronen

Wie bereits in Kapitel 1.2.1 erwähnt, kann man mit Hilfe von Neutronenstreuung die Magnetisierung einer Probe bestimmen. Um dabei auch auf den Vektorcharakter eingehen zu können, wird Polarisationsanalyse verwendet. Dafür wird der Neutronenstrahl entweder mit Spin „up“ (+) oder Spin „down“ (-) polarisiert. Bei der mathematischen Behandlung muss dementsprechend die Wellenfunktion Ψ durch einen Spinor ersetzt werden:

$$\Psi \longrightarrow \begin{pmatrix} \Psi_+(\mathbf{r}) \\ \Psi_-(\mathbf{r}) \end{pmatrix} \quad (1.36)$$

Hierbei ist Ψ_+ die Wahrscheinlichkeitsamplitude einer parallelen und Ψ_- einer antiparallelen Spinorientierung zum Führungsfeld H . Eingesetzt in die Schrödingergleichung erhält man ein gekoppeltes Differenzialgleichungssystem [7]:

$$\Psi_+''(z) + \left(k_{0z}^2 - 4\pi b\rho + \frac{2m_n\gamma_n\mu_N}{\hbar^2} B_{\parallel} \right) \Psi_+(z) + \frac{2m_n\gamma_n\mu_N}{\hbar^2} B_{\perp} \Psi_-(z) = 0 \quad (1.37)$$

$$\Psi_-''(z) + \left(k_{0z}^2 - 4\pi b\rho - \frac{2m_n\gamma_n\mu_N}{\hbar^2} B_{\parallel} \right) \Psi_-(z) + \frac{2m_n\gamma_n\mu_N}{\hbar^2} B_{\perp} \Psi_+(z) = 0 \quad (1.38)$$

Die magnetischen Induktionen B_{\parallel} und B_{\perp} liegen in der Probenebene und sind parallel bzw. senkrecht zum Führungsfeld und somit zur Spinrichtung. Die beiden Gleichungen 1.37 und 1.38 zeigen, dass es einen Anteil der Wellenfunktion gibt, bei dem der Spin seine Orientierung behält (Non-Spin-Flip, NSF), und einen, bei

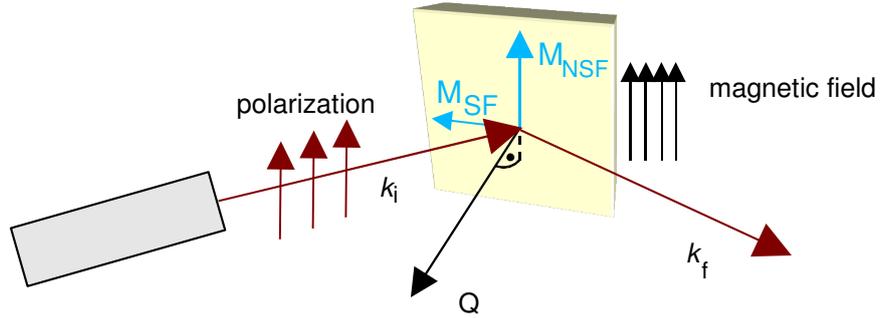


Abbildung 1.7: Schema der Reflektometrie mit polarisierten Neutronen. Nur Magnetisierung innerhalb der Probenebene führt zu Streuung. Die Komponente entlang des angelegten Feldes führt zum NSF-Signal, senkrecht dazu zum SF-Signal.

dem sie umgedreht wird (Spin-Flip, SF). Der NSF-Beitrag ergibt sich jeweils aus dem zweiten Term der Gleichungen und wird offensichtlich durch die Komponente der Induktion parallel zum Feld verursacht. Dieser führt zu den zwei Kanälen Spin „up-up“ ($++$) und Spin „down-down“ ($--$). Die senkrechte Komponente ergibt, wie der jeweilige dritte Term zeigt, den SF-Beitrag, welcher aus Spin „up-down“ ($+-$) und Spin „down-up“ ($-+$) Signalen besteht. Dieser Sachverhalt wird in Abbildung 1.7 verdeutlicht.

Aus den unterschiedlichen Vorzeichen in den jeweiligen Termen in der Klammer vor B_{\parallel} ergibt sich außerdem, dass sich der Kontrast zwischen nuklearer und magnetischer Streulänge im ($++$)- und im ($--$)-Kanal unterscheidet:

$$b^{(++)} = b_N + b_M \quad (1.39)$$

$$b^{(--) } = b_N - b_M \quad (1.40)$$

2 Experimentelle Methoden

2.1 Magnetometrie (MPMS)

Für die Magnetisierungsmessungen wurde ein „Magnetic Property Measurement System“ von Quantum Design benutzt. Die Magnetisierung M wird gemessen, indem die Probe durch mehrere Aufnahmespulen hin und her bewegt wird (**R**eciprocating **S**ample **O**ption). Dabei wird nach den Maxwell'schen Gleichungen eine Spannung U induziert:

$$U_{ind} = -\frac{d\Phi}{dt} \quad (2.1)$$

Die Spannung ist proportional zur zeitlichen Änderung des magnetischen Flusses Φ . Um die Auflösung des Geräts stark zu erhöhen, wird ein **S**uperconducting **Q**uantum **I**nterference **D**evice eingesetzt. Dieser besteht aus einem supraleitenden Ring, welcher nach der BCS¹-Theorie von Elektronen-Paaren, den Cooper-Paaren, durchflossen wird. Aus quantenmechanischen Gründen ergibt sich, dass der magnetische Fluss durch den Ring ein ganzzahliges Vielfaches des Quants $\Phi_0 = \frac{h}{2e} = 2,07 \cdot 10^{-15} \text{ Tm}^2$ sein muss. Der Ring ist an zwei Stellen durch nicht-supraleitende Barrieren, den Josephson-Kontakten, getrennt. Die Barrieren sind so dünn, dass sie von den Cooper-Paaren durchtunnelt werden können. Wird ein Strom am Ring angelegt, fällt eine Spannung an den Kontakten ab. Wird nun durch die Bewegung der Probe eine Änderung des Magnetfeldes erzeugt, so wird ein zusätzlicher Strom im Ring induziert, sodass insgesamt wieder das nächste Vielfache des Flussquants durch den Ring fließt. Die daraus resultierende Fluss-Spannungs-Kennlinie hat somit eine periodische Form. Der Abstand zwischen zwei Maxima ist genau Φ_0 .

In der Praxis wird der SQUID als Nulldetektor benutzt. Dabei wird über einen Strom durch eine Spule ein Gegenkopplungsfeld angelegt. Dieser zusätzliche Fluss wird so nachgeregelt, dass wieder genau ein Vielfaches des Flussquants erreicht wird, was von einem Lock-in-Verstärker detektiert wird. Durch die Proportionalität des eingestellten Stroms zum magnetischen Fluss wird mit dieser Methode eine Auflösung erreicht, die höher ist als Φ_0 [30].

¹Nach Bardeen, Cooper und Schrieffer

Das MPMS ist mit einem supraleitenden Magneten und einer Helium-Kühlung ausgestattet. Der schematische Aufbau ist in Abbildung 2.1 gezeigt.

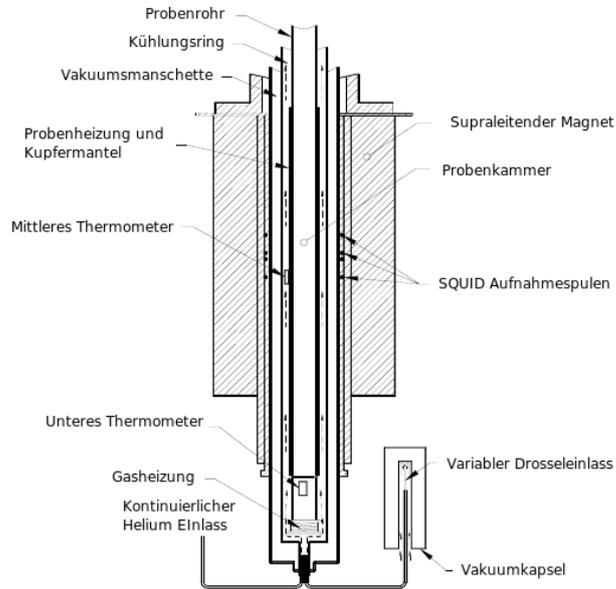


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung des MPMS (aus [1]).

Da die Größe der Probenkammer begrenzt ist, wurde von den ca. 1 cm^2 großen Proben eine kleine Ecke herausgeschnitten. Die Stückchen wurden dann jeweils hochkant in eine Kapsel mit Watte eingebracht, um die Magnetisierung in der Ebene zu messen.

Da der diamagnetische Beitrag des Probenhalters und des Substrats nicht vernachlässigbar ist, muss dieser korrigiert werden. Dafür wurde jeweils eine magnetfeldabhängige Magnetisierungsmessung gemacht. Dabei wurde das Magnetfeld zwischen -6.5 T und 6.5 T variiert. Außerdem wurden diese Hysteresen bei Raumtemperatur (300 K) durchgeführt, da die Proben dann in der paramagnetischen Phase vorliegen. Dadurch ist gewährleistet, dass die Magnetisierung hauptsächlich durch das diamagnetische Moment bestimmt ist. Da dieses linear vom Feld abhängt, wird eine Gerade an die Daten angepasst. Bedingt durch einen paramagnetischen Anteil von tangenshyperbolischer Form ist um $x = 0$ ein Sprung vorhanden (siehe Abbildung 2.2). Daraus ergibt sich folgende Form für die Geradenanpassung für $|B| > 0$:

$$f(x) = a \cdot x + \text{sgn}(x) \cdot b \quad (2.2)$$

Da die Proben zwischen verschiedenen Messreihen in eine neue Kapsel mit Watte eingebaut wurden, wurde die Hysteresemessung mehrfach gemacht. In Abbildung 2.3 ist repräsentativ jeweils eine Messung pro Probe mit der dazugehörigen Anpassung gezeigt. Die Fehler ergeben sich aus der Anpassung mit dem Levenberg-Marquardt-Algorithmus unter Einbeziehung der Messfehler der Magnetisierung.

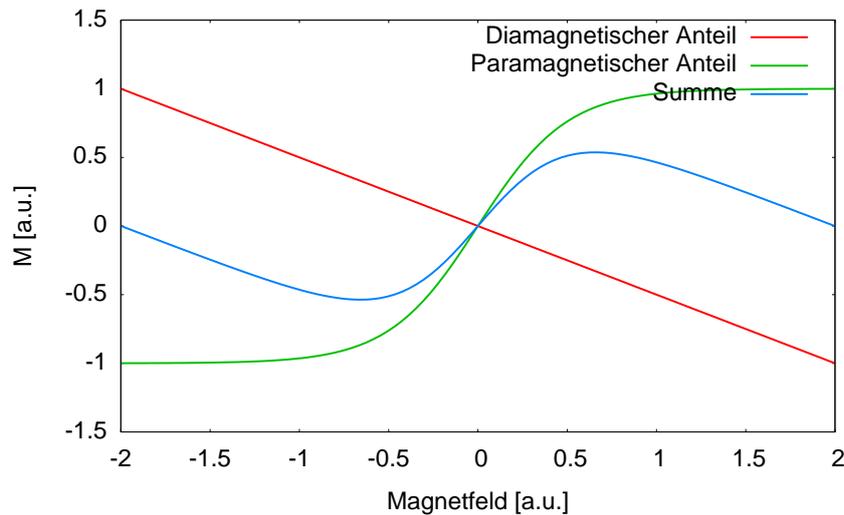


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung der Feldabhängigkeit von dia- und paramagnetischem Moment. In der Summe ergibt sich ein Sprung um $x = 0$.

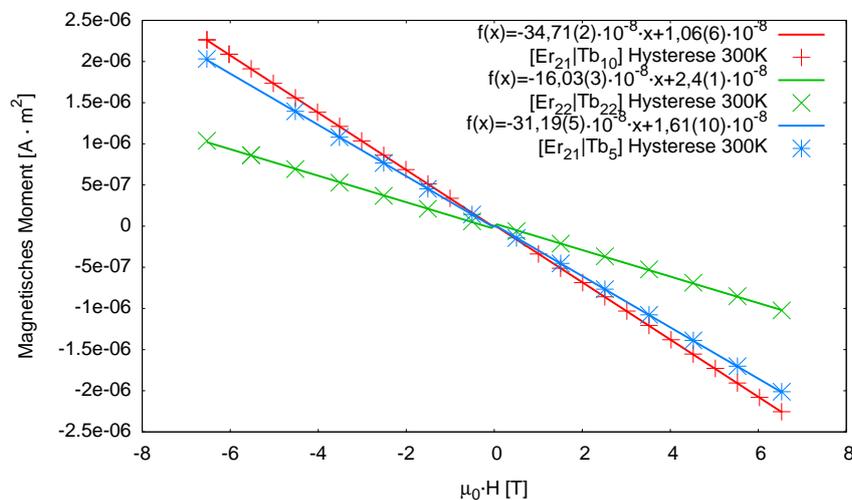


Abbildung 2.3: Hysteresen bei 300 K. Die Steigung entspricht der jeweiligen diamagnetischen Suszeptibilität der Probe und des Probenhalters.

2.2 Neutronenreflektometrie (TREFF)

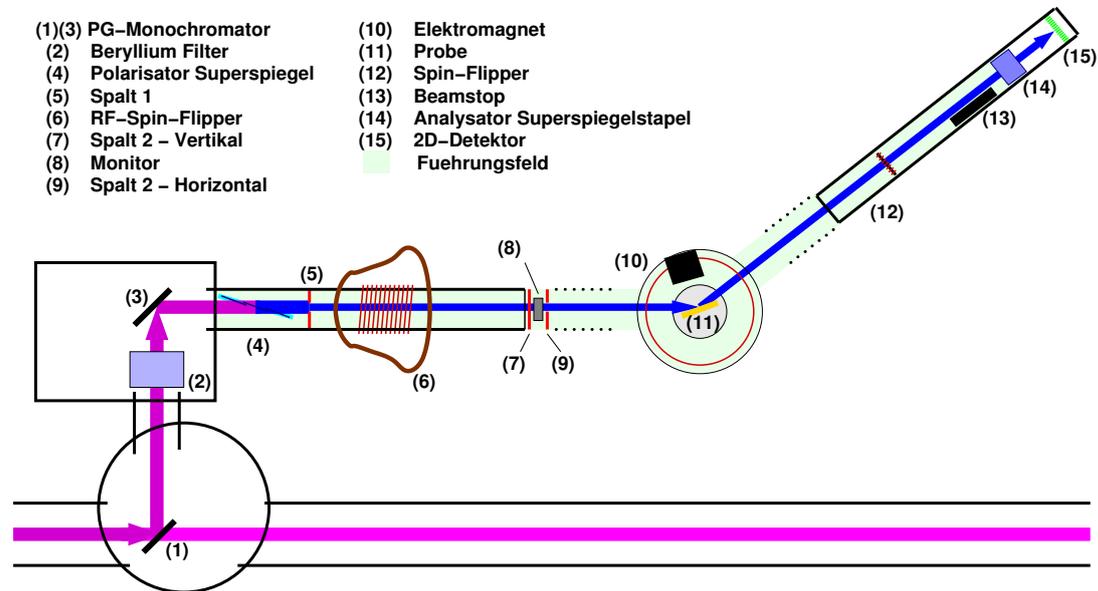


Abbildung 2.4: Schematischer Versuchsaufbau des TREFF's.

Die Messungen zur Neutronenreflektometrie wurden am TREFF (Test-Reflektometer, ehemals HADAS am FRJ-2 in Jülich [20]) am Forschungsreaktor München II (FRM II) durchgeführt.

Um eine bestimmte Wellenlänge aus dem polychromatischen Neutronenstrahl herauszufiltern, wird der Strahl im Versuchsaufbau vom TREFF (siehe Abbildung 2.4) als erstes durch einen Monochromator-Kristall aus pyrolytischem Graphit (1) geführt. Hierbei wird unter einem bestimmten Winkel (hier $\theta \approx 45^\circ$) die Bragg-Bedingung

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.3)$$

für die Wellenlänge $\lambda = 4,73 \text{ \AA}$ erfüllt. Wie Gleichung 2.3 zeigt, sind noch die Ordnungen $\lambda_n = \frac{\lambda_1}{n}$ vorhanden. Diese werden mittels eines Beryllium-Filters (2) unterdrückt, welcher eine Gitterkonstante d besitzt, die gerade so klein ist, dass $2d < \lambda$ ist und somit die Bragg-Gleichung nicht erfüllt werden kann. Für alle anderen Ordnungen wird diese aber erfüllt, und sie werden aus dem Strahl heraus gestreut. Der Filter besteht aus polykristallinem Beryllium, um alle Winkelbedingungen nach 2.3 zu erfüllen. Nach einem weiteren Monochromator (3) beträgt die Wellenlängenunschärfe $\frac{\Delta\lambda}{\lambda} \approx 0,6\%$.

Die Größe des Strahls wird durch die verschiedenen Spalte **(5)**, **(7)** und **(9)** eingestellt. Allerdings kann man den Strahl nicht beliebig klein fokussieren, da ansonsten zu viel Intensität verloren ginge, was das Messen innerhalb einer angemessenen Zeit unmöglich machen würde. Beim Experiment muss also stets ein Kompromiss zwischen Fokussierung und Intensität gefunden werden.

Das TREFF arbeitet mit der in Kapitel 1.2.3 beschriebenen Polarisationsanalyse. Dazu wird der Neutronenstrahl mittels eines Polarisators **(4)** senkrecht zur Zeichenebene von Abbildung 2.4 polarisiert. Der Polarisator besteht aus Superspiegeln, welche aus abwechselnd magnetischen und nicht-magnetischen Schichten bestehen. Das Material für die magnetischen Schichten ist so gewählt, dass die Gesamtstrelänge für Neutronen mit Spin (+) groß ist (somit auch der kritische Winkel für Totalreflektion). Die Strelänge der nicht-magnetischen Schichten ist so eingestellt, dass der Kontrast zwischen diesen Schichten und den magnetischen Schichten für die Spin (-)-Neutronen verschwindet. Zusätzlich ist ein Gradient der Schichtdicken vorhanden, was zu einer Verbreiterung des Bragg-Peaks bis hin zum Totalreflektionsplateau führt. Dadurch wird der Winkelbereich, in dem die (+)-Neutronen reflektiert werden, erhöht. Der Polarisator am TREFF arbeitet in Transmission. Somit ist der Neutronenstrahl (-) polarisiert.

Um alle vier Kanäle messen zu können ist zum einen neben dem Polarisator auch ein Analysator **(14)** eingebaut, welcher ebenfalls aus Superspiegeln besteht, der allerdings in Reflektion arbeitet, und somit die (+) Neutronen durchlässt. Eine Besonderheit ist hierbei, dass die Superspiegel horizontal angeordnet sind (siehe Abbildung 2.5), sodass die Auflösung von q_z und q_x nicht verändert wird. Die Spinorientierung der Neutronen kann durch zwei Spin-Flipper **(6)** **(12)** umgeklappt werden. Der erste ist ein Radiofrequenz-Gradientenfeld-Spin-Flipper. Hierbei wird eine adiabatische Feldvariation, erzeugt durch Spulen und Platten, durchlaufen, bei der die Spinkomponente parallel zum Feld diesem folgt. Hierbei wird genau die Frequenz eingestellt, die der Energiedifferenz zwischen den beiden Spinorientierungen entspricht. Der zweite Spin-Flipper besteht aus zwei Spulen. Die eine kompensiert äußere Felder, die andere erzeugt ein Magnetfeld senkrecht zur Spinpolarisierung. Dies führt zu einer Präzessionsbewegung. Die Stärke des Magnetfelds ist genau so eingestellt, dass sich der Spin während des Wegs hindurch insgesamt genau um π dreht. Um während der gesamten Strecke des Experiments die Polarisierung aufrecht zu erhalten, wird ein sogenanntes Führungsfeld von der Größe einiger Gauß parallel zur Polarisationsachse angelegt.

Da der Neutronenfluss zeitlich nicht konstant ist, wird dieser mittels eines Monitors **(8)** aufgenommen. Somit können die Daten bei der Analyse normiert werden. Der Szintillator-Detektor **(15)** des TREFF's ist zweidimensional und detektiert über Glasfaserkabel orts aufgelöst die Neutronen. Dadurch kann man gleichzeitig die spekuläre und die diffuse Streuung messen. Damit bei kleinen Einfallswinkeln

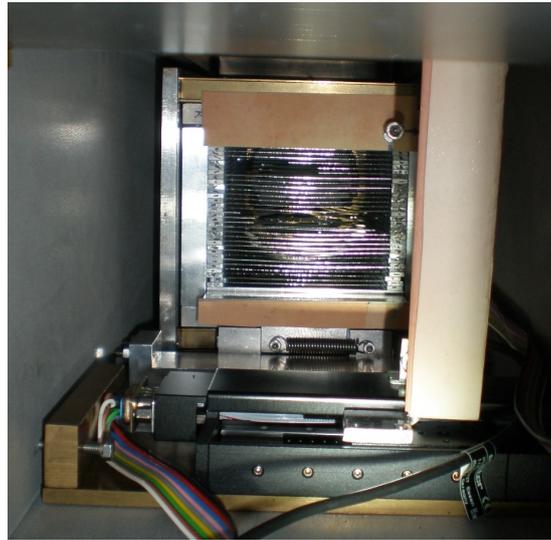


Abbildung 2.5: Foto des Analysators (mitte) und des Beamstops (rechts).

nicht der direkte Strahl mit detektiert wird, ist ein beweglicher Beamstop (**13**) eingebaut. Dieser besteht aus einem Polymer mit stark absorbierendem ${}^6\text{Li}$ (siehe Abbildung 2.5).

Um die Probe bei unterschiedlichen Temperaturen messen zu können, wird diese in einen Helium-Durchfluss-Kryostaten eingebaut. Außerdem kann ein Magnetfeld parallel zur Spinorientierung angelegt werden. Zur groben Justage der Probe wird ein Laser genutzt, der so positioniert ist, dass die Probe gut ausgerichtet ist, wenn der Laserstrahl exakt zurückreflektiert wird. Mit dieser Methode kann allerdings die Raumrichtung (hier y-Richtung) entlang des Laserstrahls nicht justiert werden. Hierfür werden Neutronen benutzt. Sowohl Einfallswinkel² wie auch Detektorwinkel werden auf 0° gestellt. Variiert man die y-Position, so bringt man die Probe in den Strahl und die Intensität nimmt ab. Die Probe ist in y-Richtung richtig positioniert, wenn die Intensität auf die Hälfte gesunken ist.

Zur Feinjustierung des Detektorwinkels wird das Totalreflektionsplateau der Neutronen eingesetzt. Es wird ein Einfallswinkel unterhalb von θ_{krit} eingestellt und der Detektor gescannt. Der Wert des Detektorwinkels beim Maximum der Intensität wird entsprechend dem Doppelten des Einfallswinkels rekali­briert.

²Der Detektorwinkel entspricht der Summe aus Einfallswinkel- und Ausfallswinkel.

3 Ergebnisse und Diskussion

3.1 MPMS

3.1.1 Die Proben

Die Proben, die für diese Arbeit zur Verfügung standen, wurden im Rahmen der Arbeiten von Voigt [24] und [25] hergestellt und untersucht. Die strukturelle Hochwertigkeit dieser Proben wurde dabei nachgewiesen. Ein kurzer Überblick über die bisherigen Ergebnisse zu magnetischen Ordnungen ist in der Einleitung gegeben. Die Proben sind:

- $[\text{Er}_{22}|\text{Tb}_{22}]_{80}$
- $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_{10}]_{61}$
- $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_5]_{150}$

Dabei geben die Indizes die jeweilige Anzahl Atomlagen bzw. die Anzahl Doppellagen an.

3.1.2 Temperaturabhängige Magnetisierungsmessungen

Bei den temperaturabhängigen Magnetisierungsmessungen wurde der Bereich $10 \text{ K} < T < 250 \text{ K}$ genutzt. Die untere Grenze ergibt sich daraus, dass die Niob-Pufferschicht bei ca. $9,5 \text{ K}$ supraleitend wird. Oberhalb von 250 K sind sämtliche Proben in dem für diese Arbeit uninteressanten paramagnetischen Bereich.

Da die magnetische Ordnung von der thermischen und magnetischen Vorgeschichte abhängt, wird darauf geachtet, dass diese bei den unterschiedlichen Messungen gleich sind. Deshalb werden die Proben nach einem Messzyklus jeweils in den paramagnetischen Bereich erwärmt und erst dann ein anderes Feld angelegt. Danach wird die Magnetisierung während des Abkühlens gemessen und im Anschluss während des Aufheizens. Es muss allerdings beachtet werden, dass die Proben in einer zufälligen Orientierung gemessen wurden. Das heißt, dass sie nicht unbedingt mit einer leichten magnetischen Achse entlang des Feldes ausgerichtet waren.

Um die Werte der Magnetisierung der drei Proben vergleichen zu können, werden die meisten Magnetisierungsmessungen auf die Anzahl Terbium- und Erbiumatome normiert und in Einheiten von μ_B umgerechnet. Dazu werden die Proben gewogen, und durch Dichte und Dicke des Substrats die Fläche bestimmt. Die Gesamtanzahl der Atome ergibt sich mittels der Fläche der jeweiligen Einheitszelle des epitaktisch gespannten Terbiums bzw. Erbiums und der Anzahl Atomlagen in der Probe. Insgesamt wird der Fehler auf die Atomanzahl mit 4 % abgeschätzt.

Zur visuellen Unterstützung sind in den Abbildungen der temperaturabhängigen Magnetisierungsmessungen die Übergangstemperaturen von einkristallinem Terbium und Erbium eingezeichnet.

[Er₂₂|Tb₂₂] Probe

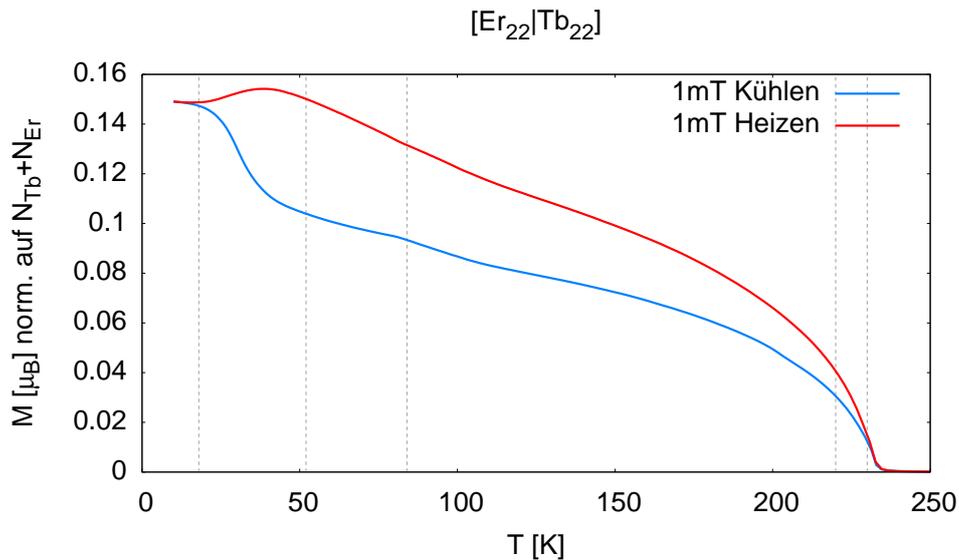


Abbildung 3.1: Temperaturzyklus der Magnetisierung der [Er₂₂|Tb₂₂] Probe bei 1 mT. Die blaue Kurve repräsentiert die Messung während des Abkühlens, die rote während des Heizens.

Abbildung 3.1 zeigt den Kühl-Heiz-Zyklus der [Er₂₂|Tb₂₂] Probe bei einem angelegten Feld von 1 mT. Oberhalb von $T_C \approx 230$ K ist die Probe paramagnetisch. Unterhalb dieser Ordnungstemperatur, die der Temperatur des Übergangs zur Helixphase von einkristallinem Terbium entspricht (vgl. Kapitel 1.1.1), steigt die Magnetisierung stark an und erinnert an den Verlauf der Brillouinfunktion (siehe z. B. [4]). Bei $T \approx 105$ K und 80 K ist jeweils eine kleine Steigungsänderung erkennbar.

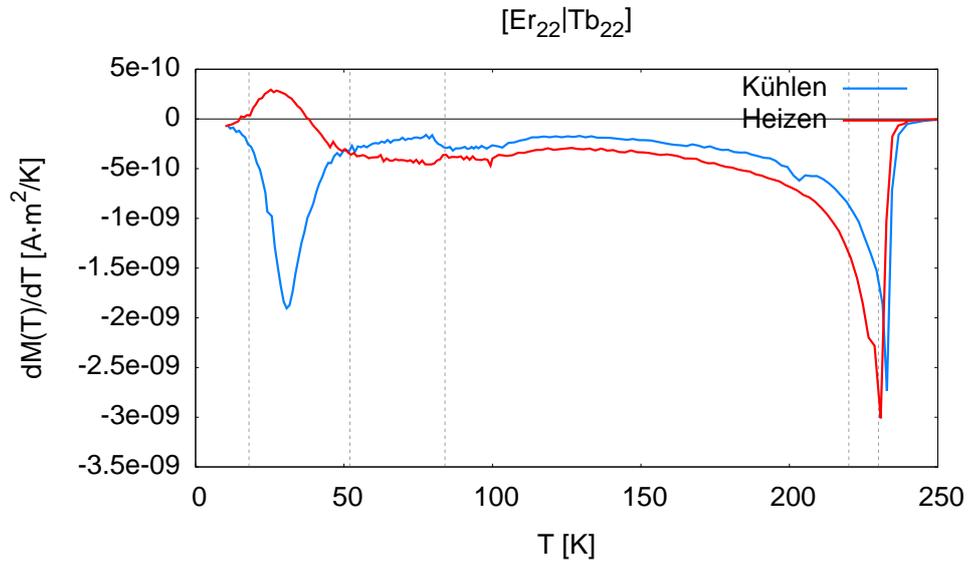


Abbildung 3.2: Ableitung der Magnetisierung der $[\text{Er}_{22}|\text{Tb}_{22}]$ Probe.

Um dies besser sichtbar zu machen, wurde die Ableitung gebildet (Abbildung 3.2). Bei ungefähr 40 K steigt die Magnetisierung wieder stark an. Während des anschließenden Heizens erfährt die Magnetisierung zunächst eine weitere Erhöhung. Ab 40 K fällt sie dann bis zur Ordnungstemperatur T_C ab.

Bei einem höheren Magnetfeld von 5 mT ist der Verlauf der Magnetisierung ähnlich. Die Erhöhung ist allerdings schon ab 80 K deutlich vorhanden. Beim Heizvorgang gibt es, im Gegensatz zur 1 mT Messung, keine weitere Erhöhung der Magnetisierung. Besser erkennbar ist hier jedoch eine kleine Steigungsänderung bei 80 K. Bei höheren Feldern ändert sich dieser prinzipielle Verlauf nicht. Allerdings wird die Temperaturhysterese immer kleiner, wie in Abbildung 3.3 gezeigt.

Mittels der oben genannten Brillouinfunktion wird der Temperaturbereich ab $T = 150$ K angepasst. In Abbildung 3.4 ist exemplarisch eine solche Anpassung gezeigt. Es ergibt sich hieraus eine Besetzungszahl N von Atomen, deren Moment ausgerichtet ist. In Tabelle 3.1 ist dieser Wert, abhängig vom angelegten Feld, aufgelistet. Der Fehler ergibt sich hauptsächlich durch die Unsicherheit auf die Atomanzahl.

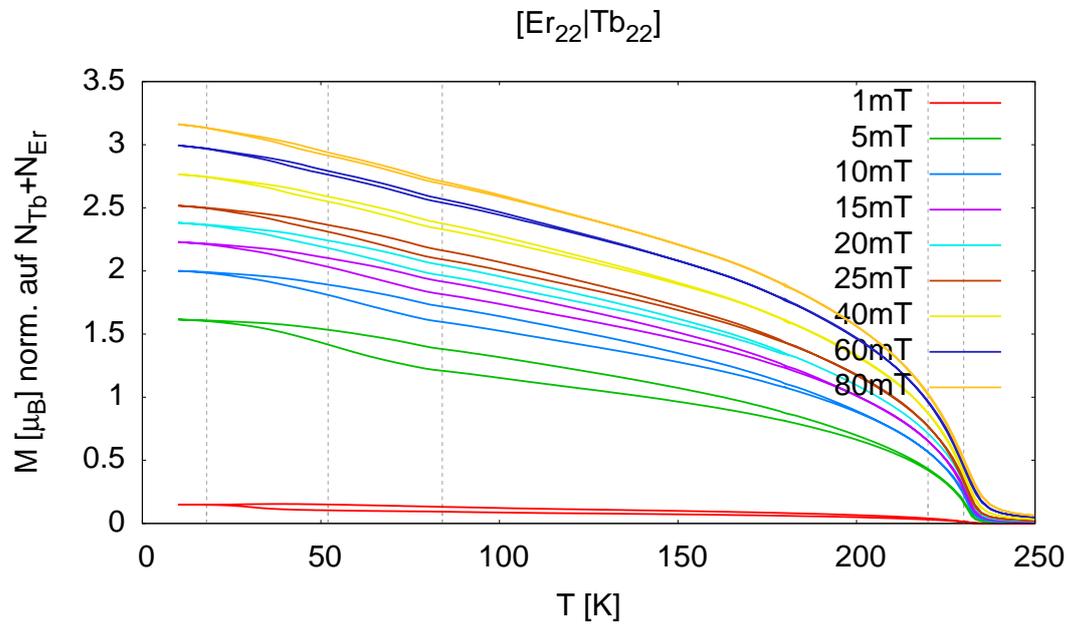


Abbildung 3.3: Temperaturzyklus der Magnetisierung der [Er₂₂Tb₂₂] Probe bei unterschiedlichen Feldern.

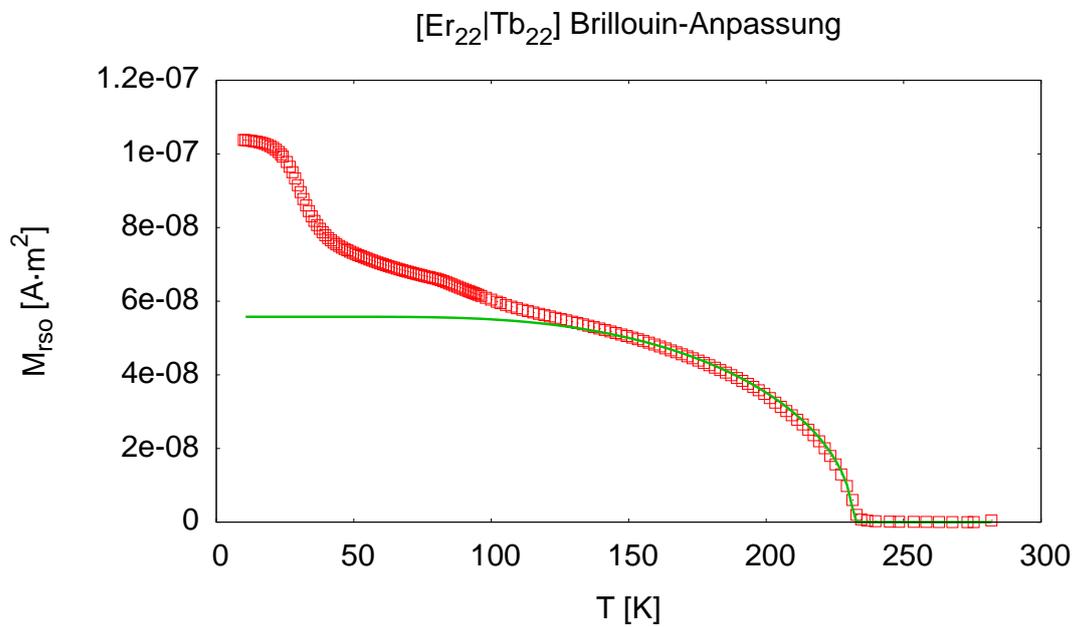


Abbildung 3.4: Exemplarische Anpassung der Brillouinfunktion eines Ferromagneten.

Dieses Verhalten, dass die Besetzungszahl, und somit die erreichbare Magnetisierung, mit dem angelegten Feld zu nimmt, entspricht dem in Abbildung 3.3 gezeigten Verlauf. Es ist außerdem festzustellen, dass die Besetzungszahl bei nur 1 mT um zwei Größenordnungen kleiner ist als bei den höheren Feldern. Bei letzteren ist der Wert der Besetzungszahl von der Größenordnung der Anzahl der Terbiumatome in der Probe ($4,19 \cdot 10^{16}$), aber stets kleiner, da die Sättigung bei 80 mT noch nicht erreicht ist.

Mittels der Werte aus der Anpassung kann außerdem die Ordnungstemperatur quantitativ bestimmt werden [4]:

$$T_C = 233(6) \text{ K} \quad (3.1)$$

| $\mu_0 \cdot H$ | $N[10^{16}]$ |
|-----------------|--------------|
| 1 mT | 0,083(2) |
| 5 mT | 1,10(3) |
| 10 mT | 1,46(4) |
| 15 mT | 1,66(4) |
| 25 mT | 1,93(5) |
| 40 mT | 2,16(4) |
| 60 mT | 2,36(5) |
| 80 mT | 2,50(5) |

Tabelle 3.1: Werte der Besetzungszahl N , die aus Anpassungen der Brillouinfunktion resultieren.

[Er₂₁|Tb₁₀] Probe

Das Magnetisierungsverhalten der [Er₂₁|Tb₁₀] Probe unterscheidet sich von dem der [Er₂₂|Tb₂₂] Probe augenscheinlich dadurch, dass Heiz- und Kühlkurve sich schneiden. Bei einem niedrigen angelegten Magnetfeld von 1 mT (siehe Abbildung 3.5) ist zunächst ein Anstieg der Magnetisierung ähnlich zur anderen Probe vorhanden. Allerdings ist $T_C \approx 225 \text{ K}$ niedriger. Der oben beschriebene Anstieg bei 80 K liegt auch hier vor, ist aber viel deutlicher. Nach Erreichen des Maximums bei ungefähr 65 K fällt die Magnetisierung allerdings ab. Dies steht im Gegensatz zum Verhalten der [Er₂₂|Tb₂₂] Probe.

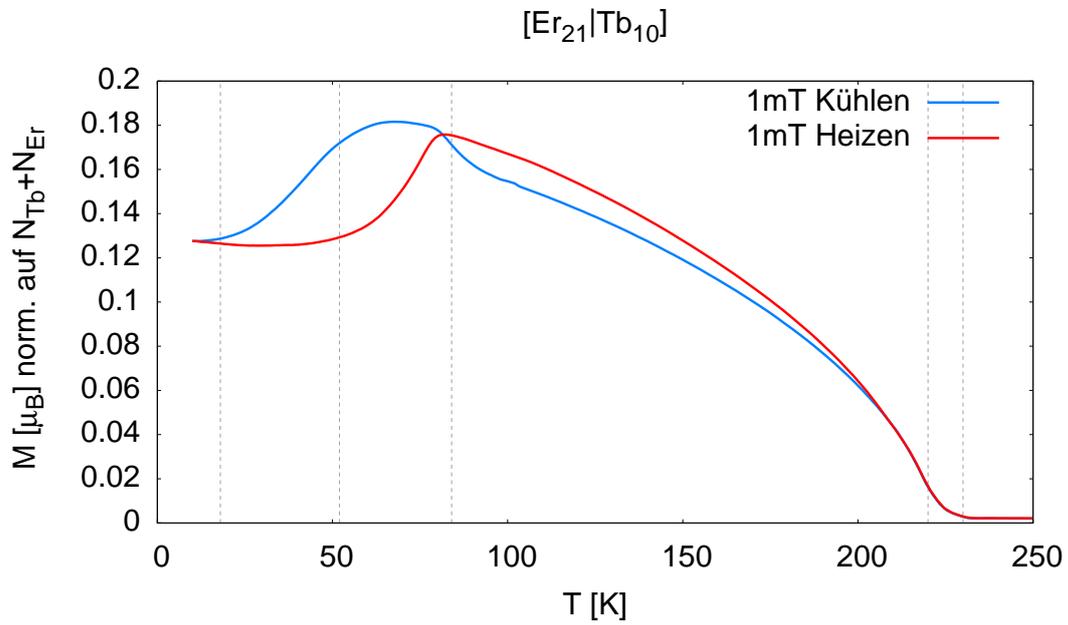


Abbildung 3.5: Temperaturzyklus der Magnetisierung der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_{10}]$ Probe bei 1 mT. Die blaue Kurve repräsentiert die Messung während des Abkühlens, die rote während des Heizens.

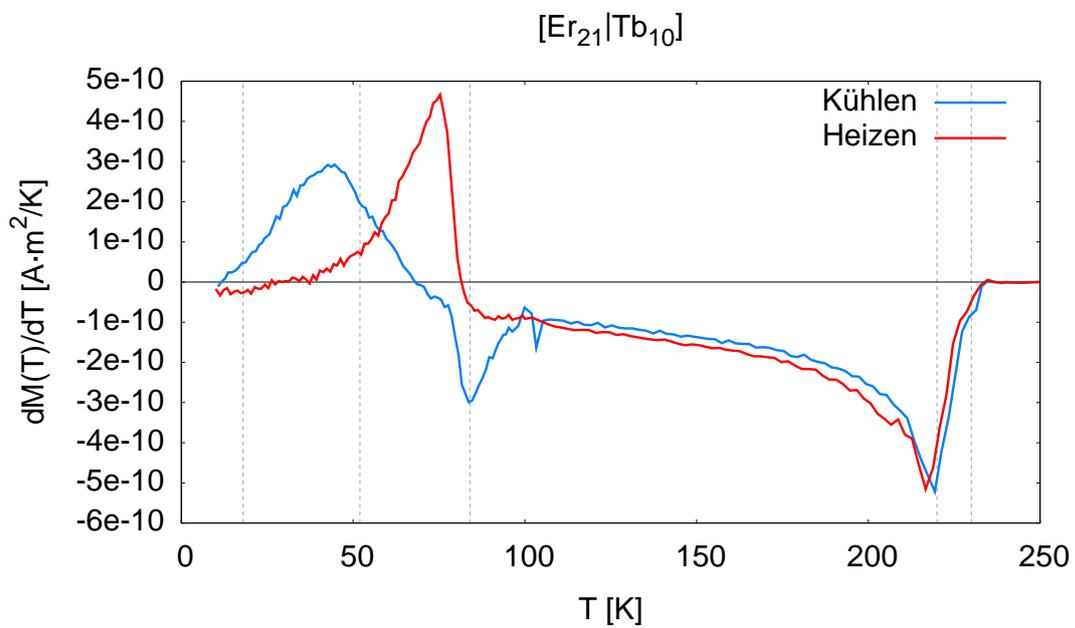


Abbildung 3.6: Ableitung der Magnetisierung der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_{10}]$ Probe.

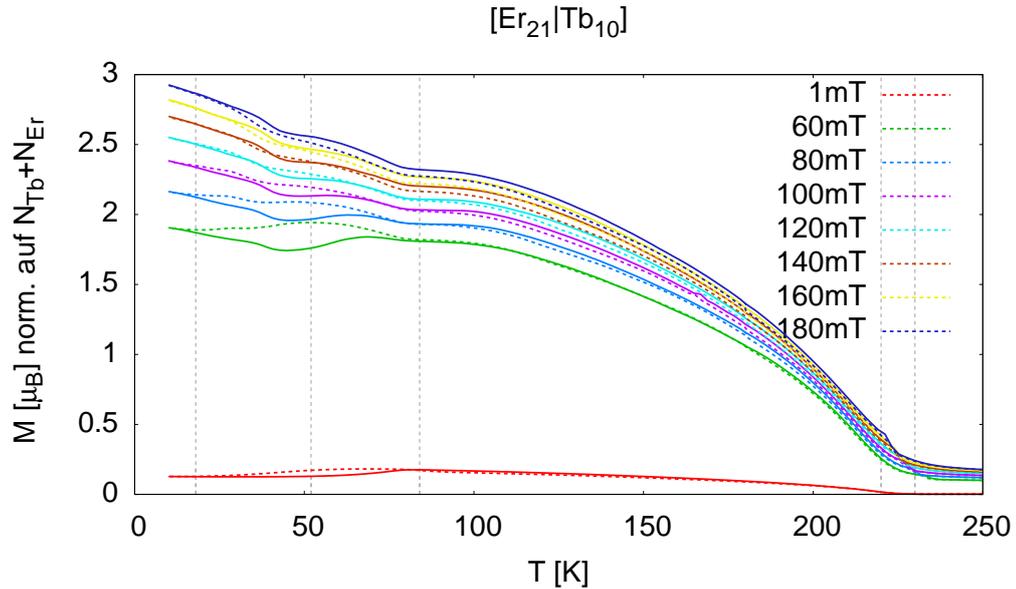


Abbildung 3.7: Temperaturzyklus der Magnetisierung der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_{10}]$ Probe bei unterschiedlichen Feldern. Die gestrichelte Linie entspricht dem Kühl-Zyklus, die durchgezogene dem Heiz-Zyklus

Beim anschließenden Heizen erfährt die Magnetisierung erst bei über 50 K einen Anstieg. Der Wert des Maximums bei 80 K, dort schneiden sich in diesem Falle die beiden Kurven, ist dabei fast so hoch wie während des Kühlens. Bis T_C fällt die Magnetisierung ab und bleibt dabei stets, wie bei der $[\text{Er}_{22}|\text{Tb}_{22}]$ Probe, oberhalb der Werte während des Kühlens. In Abbildung 3.6 ist zur Verdeutlichung der Lage der Extrema die Ableitung dieser Messung gezeigt. Auffallend ist hierbei, dass sich die Magnetisierung während des Heizens am stärksten ändert, wenn sie beim Abkühlen maximal ist, und umgekehrt.

Bei 60 mT (siehe Abbildung 3.7) erfährt die Magnetisierung während des Kühlens bei $80 \text{ K} < T < 100 \text{ K}$ kaum eine Änderung. Erst danach kommt der Anstieg, dessen Maximum zu 50 K verschoben ist. Bei ungefähr $T = 30 \text{ K}$ ist eine Schulter zu erkennen. Beim Heizen erfährt die Magnetisierung, im Gegensatz zur 1 mT-Messung, zu Beginn eine Erniedrigung. Diese wird bei der gleichen Temperatur steiler, bei der im Kühl-Zyklus die Schulter vorliegt. Das anschließende Maximum der Magnetisierung ist zu 70 K verschoben.

Bei höheren angelegten Feldern ändert sich dieser prinzipielle Verlauf kaum, außer dass die Minima und Maxima weniger ausgeprägt sind. Ab 160 mT schließlich ist die Heizkurve immer oberhalb der Kühlkurve (siehe Abbildung 3.7). Außerdem ist keine Absenkung der Magnetisierung während des Kühlens mehr vorhanden.

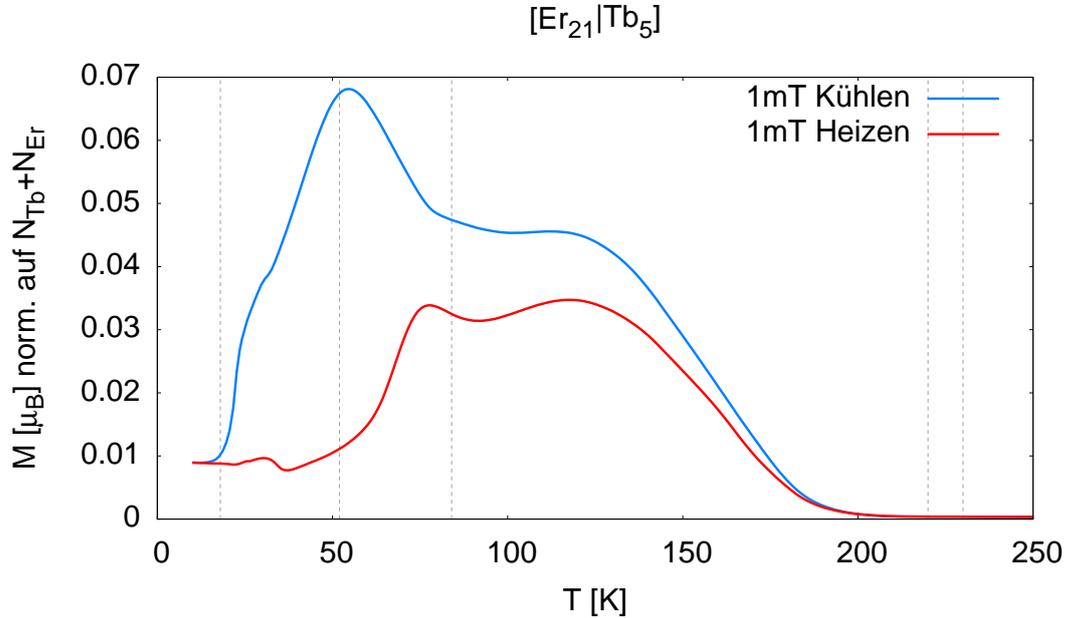
[Er₂₁|Tb₅] Probe

Abbildung 3.8: Temperaturzyklus der Magnetisierung der $[Er_{21}|Tb_5]$ Probe bei 1 mT. Die blaue Kurve repräsentiert die Messung während des Abkühlens, die rote während des Heizens.

Wie in Abbildung 3.8 zu sehen, ist im Vergleich zu den beiden anderen Proben die Ordnungstemperatur weiter nach unten verschoben ($T_C \approx 185$ K). Der erste Anstieg der Magnetisierung reicht bis 120 K. Eine weitere große Erhöhung folgt bei 80 K. Das Maximum liegt bei etwas über 50 K. Bei 30 K ist wie bei der $[Er_{21}|Tb_10]$ Probe eine kleine Schulter zu erkennen. Während des Heizens liegt bei dieser Temperatur ein Maximum der Magnetisierung vor. Es folgt ein weiterer Anstieg zwischen $40 \text{ K} < T < 80 \text{ K}$. Nachdem die Magnetisierung bis 90 K noch einmal abnimmt, nimmt sie danach bis 120 K zu, ab wo der Verlauf dann wieder dem des Kühl-Zyklus ähnelt. Es fällt auf, dass die Magnetisierung beim Abkühlen immer größer als beim Aufheizen ist. In Abbildung 3.9 ist die Ableitung der Magnetisierungsmessung gezeigt. Auch diese macht deutlich, wieviele verschiedene Ordnungen in dieser Probe durchlaufen werden.

Bei höherem Feld, siehe Abbildung 3.10, liegt ab $T = 120$ K eindeutig eine Abnahme der Magnetisierung vor. Der restliche Verlauf bleibt qualitativ gleich. Vorallem die Schulter während des Kühlens wird ein ausgeprägtes Maximum und bei 50 K liegt ein Minimum während des Heizens vor. Bei 300 mT ist die Magnetisierung beim Heizen noch nicht überall größer als beim Kühlen, wie es bei den anderen Proben der Fall ist. Allerdings ist das Minimum bei 50 K nicht mehr vorhanden.

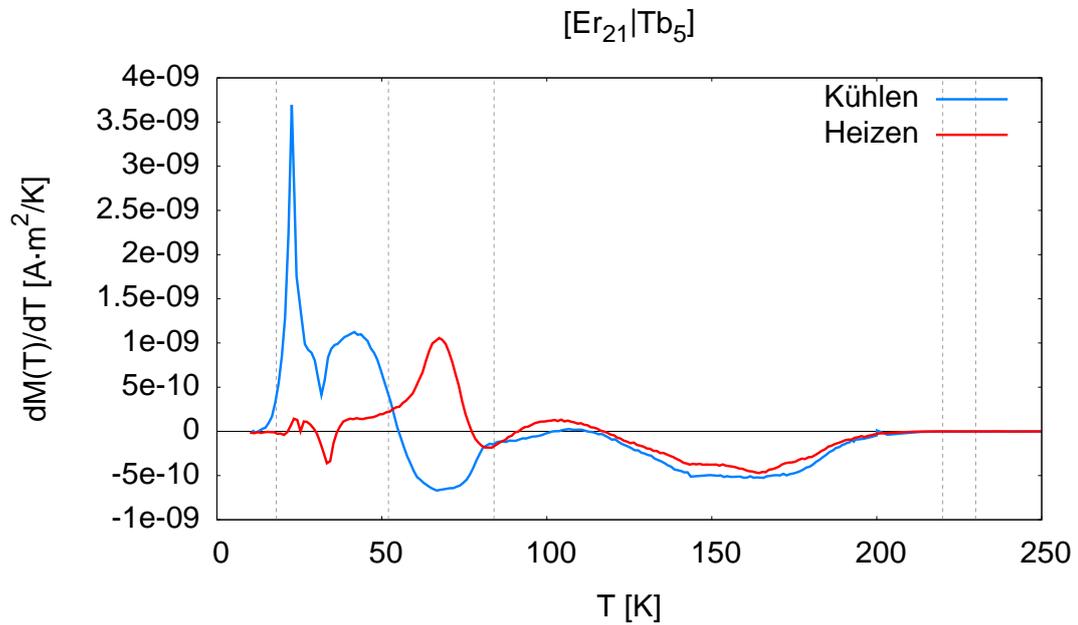


Abbildung 3.9: Ableitung der Magnetisierung der $[Er_{21}Tb_5]$ Probe.

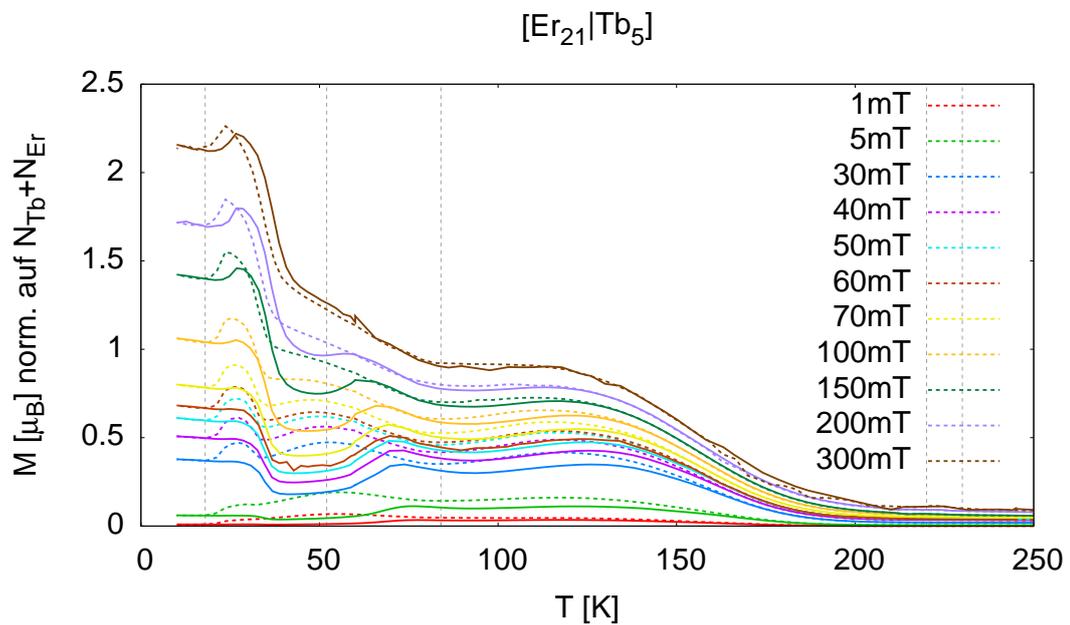


Abbildung 3.10: Temperaturzyklus der Magnetisierung der $[Er_{21}Tb_5]$ Probe bei unterschiedlichen Feldern. Die gestrichelte Linie entspricht dem Kühl-Zyklus, die durchgezogene dem Heiz-Zyklus. Die sprunghaften, kleinen Abweichungen in der 300 mT Kurve kommen durch einen Fehler des MPMS zustande.

Zusammenfassung und Vergleich

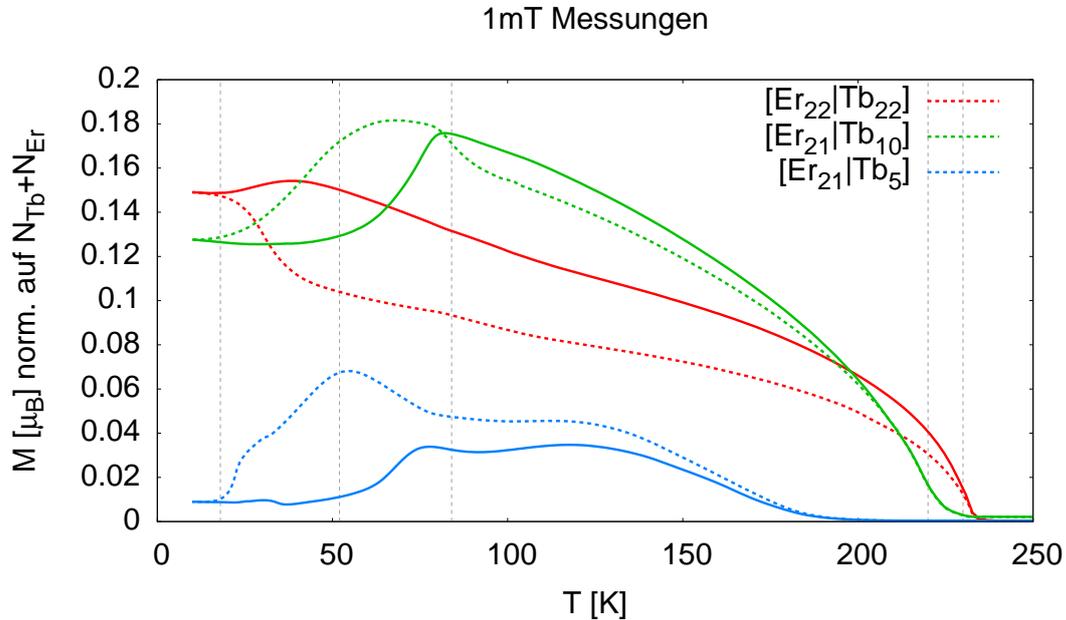


Abbildung 3.11: Vergleich der 1 mT Messungen der drei Proben. Die gestrichelte Linie entspricht dem Kühl-Zyklus, die durchgezogene dem Heiz-Zyklus. Je geringer der Terbiumanteil ist, umso geringer ist die Ordnungstemperatur und umso komplizierter der Verlauf der Magnetisierungskurve.

In Abbildung 3.11 ist der direkte Vergleich der drei Proben bei 1 mT dargestellt. Die deutliche Absenkung des Werts der Ordnungstemperatur entsprechend der Abnahme der Anzahl Terbiumatomlagen deutet auf eine veränderte Umgebung des Terbiums hin. So könnte eine grenzflächennahe Diffusion zwischen den Erbium- und Terbiumatomen vorallem bei der Probe mit nur fünf Terbiumatomlagen zu einem legierungsähnlichem Verhalten führen. Nach Koehler [16] nimmt die Ordnungstemperatur in einer Legierung mit abnehmendem Terbiumanteil ab. Außerdem ist auffällig, dass je geringer der Terbiumanteil ist umso weniger kritisch ist das Verhalten bei diesem Ordnungsübergang.

Ein weiterer hervorstechender Unterschied zwischen den Kurven ist die relative Lage der jeweiligen Kühl- und Heizkurven. Beim höchsten Terbiumanteil liegt die Heizkurve oberhalb der Kühlkurve. Beim kleinsten Anteil ist es genau umgekehrt, und bei der dazwischen liegenden Probe kreuzen sich die beiden Kurven. Bei letzterer liegt die Heizkurve ab 160 mT oberhalb. Bei der $[Er_{21}|Tb_5]$ Probe ist dies bei dem höchsten gemessenen Feld von 300 mT noch nicht der Fall.

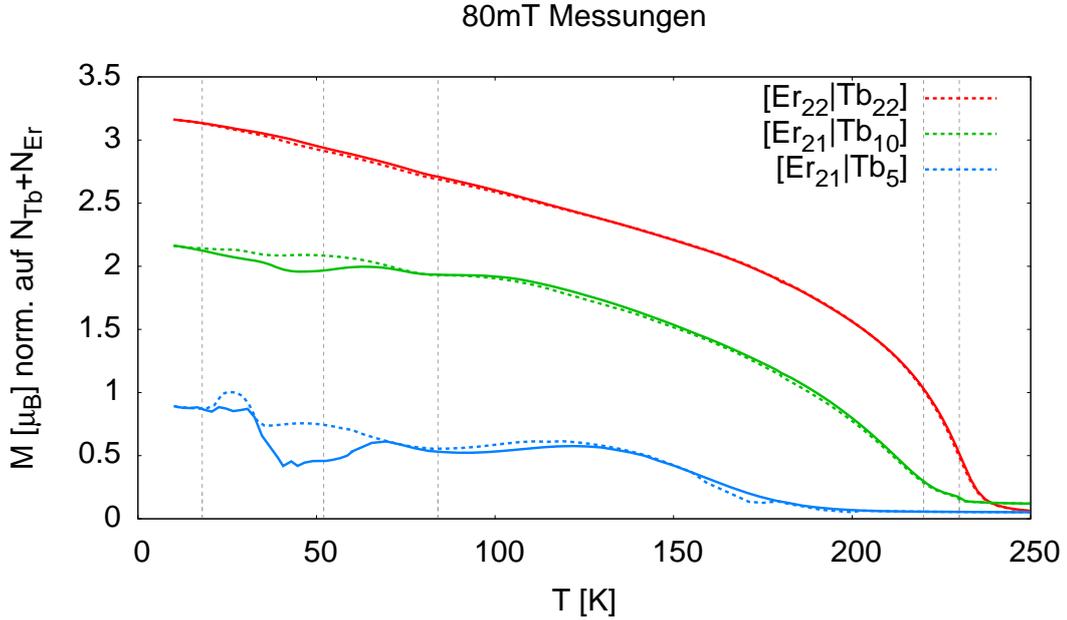


Abbildung 3.12: Vergleich der 80 mT Messungen der drei Proben.

Die erste signifikante Temperatur, bei der in allen drei Proben eine Änderung im Verlauf vorliegt, ist $T = 80$ K. Dort steigt die Magnetisierung an. Diese Temperatur ist vergleichbar mit der Néel-Temperatur $T_N = 84$ K des Erbiums, bei der die c-Achsenkomponente der Momente ordnet.

Außer bei der Probe mit dem höchsten Terbiumanteil erfährt die Magnetisierung ab ca. 50 K eine Erniedrigung. Dies könnte zum Beispiel ein Indiz dafür sein, dass eine antiferromagnetische Kopplung in der Probe vorhanden ist, oder dass die magnetischen Momente fluktuieren. Die Temperatur entspricht derjenigen, von der an im einkristallinen Erbium zusätzlich die Basiskomponente der Momente helixartig ordnet.

Die Erhöhung bei 40 K bei der $[Er_{22}|Tb_{22}]$ Probe kommt bei den beiden anderen Proben erst bei höheren Feldern als 1 mT vor.

Im Heiz-Zyklus wird deutlich, dass bei der $[Er_{21}|Tb_5]$ Probe zwischen $80 \text{ K} < T < 120 \text{ K}$ eine Absenkung der Magnetisierung vorliegt. Yamazaki et al. [28] berichten ebenfalls über ein Absenken der Magnetisierung in diesem Temperaturbereich in einer $Er_{9_{nm}}|Tb_{1_{nm}}$ Probe. Sie führen dies auf eine Rotation der Terbiummomente in Richtung der c-Achse, hervorgerufen durch das Kristallfeld des Erbiums, zurück.

In allen drei Proben nimmt die Magnetisierung beim Heizen ab ca. 30 K ab. Bei der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_{10}]$ Probe ist dies allerdings erst bei höheren Feldern als 1 mT der Fall. Nur bei der terbiumreichsten Probe ist im Anschluss keine Erhöhung mehr vorhanden.

In Abbildung 3.11 ist zu sehen, dass die Magnetisierung der terbiumreichsten Probe bei 10 K zwar am höchsten ist, aber fast im kompletten sonstigen Temperaturbereich unterhalb der der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_{10}]$ Probe liegt. Dies ist bei 80 mT nicht mehr der Fall (siehe Abbildung 3.12).

3.1.3 Magnetfeldabhängige Magnetisierungsmessungen

[Er₂₂|Tb₂₂] Probe

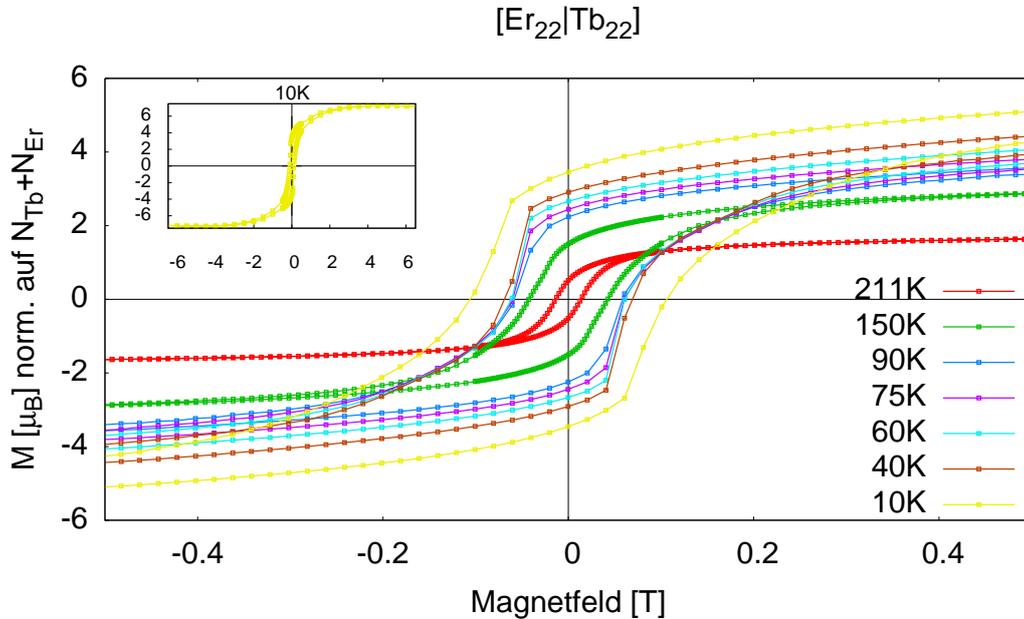


Abbildung 3.13: Hysterese der [Er₂₂|Tb₂₂] Probe bei unterschiedlichen Temperaturen inklusive der diamagnetischen Korrektur. Im großen Bild ist der sprunghafte Verlauf der Magnetisierung bei 50 mT zu erkennen. Im Einschub ist die Messung bei 10 K über den gesamten Messbereich gezeigt.

Die terbiumreichste Probe zeigt ein typisches Hystereseverhalten. Mit steigender Temperatur nehmen Sättigungsmagnetisierung, Koerzitivfeldstärke und Remanenz ab (siehe Abbildung 3.13). Die Hysterese bei 211 K und 150 K wurden bis 1 T gemessen, die restlichen bis 6, 5 T. Die Kurven haben nach Erreichen der Sättigung noch eine kleine Reststeigung. Dies wird durch den paramagnetischen Anteil verursacht. Um diesen zu korrigieren, wurde eine Gerade bei $0,6 \text{ T} < \mu_0 \cdot H < 1 \text{ T}$ bzw. $4 \text{ T} < \mu_0 \cdot H < 6,5 \text{ T}$ angepasst und die Steigung von den Daten abgezogen. Die resultierende horizontale Gerade in der Hysteresekurve entspricht der Sättigungsmagnetisierung. Allerdings hängt die Steigung der Gerade sehr davon ab, ab welchem Wert für $\mu_0 \cdot H$ sie angepasst wird. Dadurch wird der Fehler auf die Sättigungsmagnetisierung abgeschätzt durch $\sigma_{SM} = 0,2 \mu_B \cdot N_{Tb}$.

Die Abbildungen 3.15 und 3.16 zeigen den Temperaturverlauf der Koerzitivfeldstärke $\mu_0 \cdot H_K$ und der Remanenz M_R . Da kein Messpunkt genau bei $\mu_0 \cdot H = 0 \text{ T}$ liegt, wurde der gewichtete Mittelwert der zwei benachbarten Messpunkte ermittelt. Die Fehler der Remanenzen ergeben sich hierbei durch Fehlerfortpflanzung aus der Fehlerausgabe des MPMS auf $\mu_0 \cdot H$.

Die Hysteresen unterhalb $T = 90$ K in Abbildung 3.13 besitzen eine auffällige Eigenschaft. Von der Sättigung aus kommend liegt zunächst ein kontinuierlicher Abfall der Magnetisierung vor. Bei ca. $\mu_0 \cdot H = 50$ mT erfolgt ein Sprung. Danach ist die weitere Absenkung von M wieder kontinuierlich. Dies wird wohl dadurch verursacht, dass bei Sättigung die magnetischen Momente in eine schwere Achse gezogen werden. Während der Absenkung des Feldes richten sich die Momente zuerst domänenweise entlang der leichten Achsen aus bevor sie schließlich dem Feld folgend umklappen. Anschließend werden die Momente wieder in eine schwere Richtung gezwungen. Die Hysteresen zeigen somit den Einfluss der magnetischen Anisotropie auf die Magnetisierung.

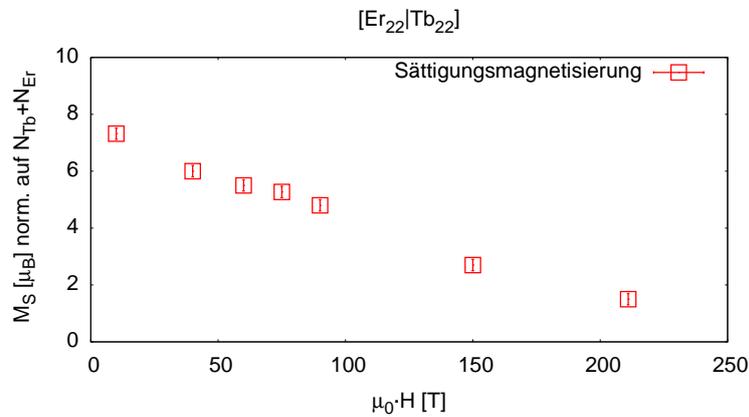


Abbildung 3.14: Temperaturverlauf der Sättigungsmagnetisierung der $[Er_{22}|Tb_{22}]$ Probe.

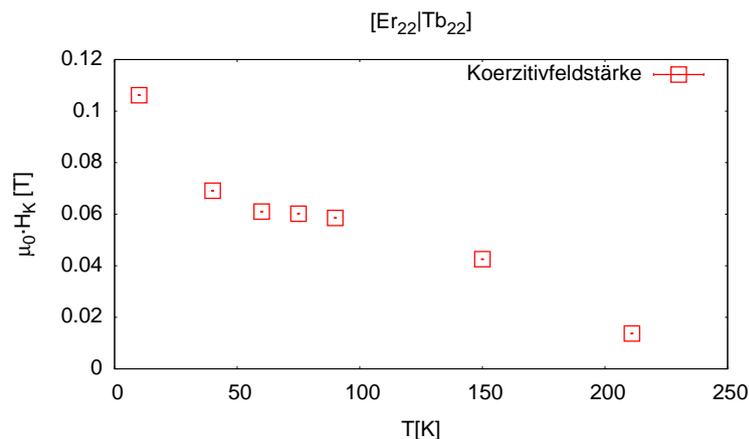


Abbildung 3.15: Temperaturverlauf der Koerzitivfeldstärke der $[Er_{22}|Tb_{22}]$ Probe.

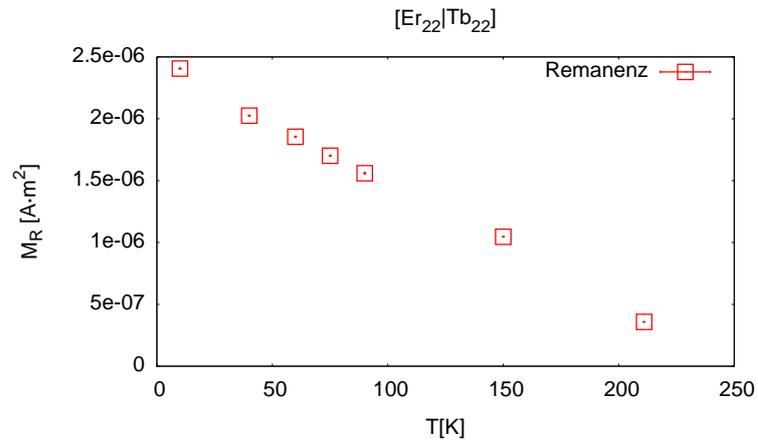


Abbildung 3.16: Temperaturverlauf der Remanenz der $[\text{Er}_{22}\text{Tb}_{22}]$ Probe.

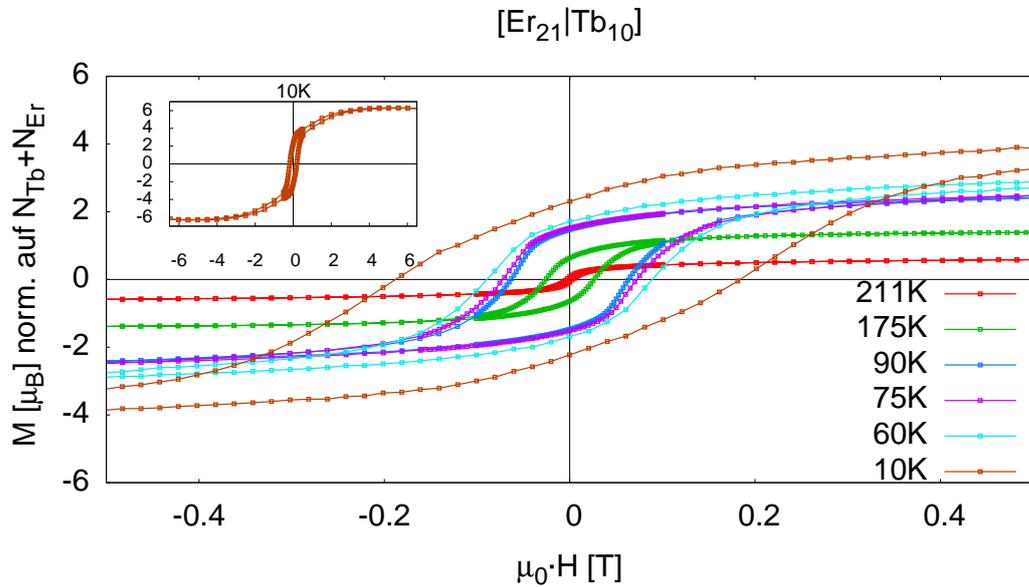
[Er₂₁|Tb₁₀] Probe

Abbildung 3.17: Hysteresen der [Er₂₁|Tb₁₀] Probe bei unterschiedlichen Temperaturen inklusive der diamagnetischen Korrektur. Im Einschub ist die Messung bei 10 K über den gesamten Messbereich gezeigt.

Bei der [Er₂₁|Tb₁₀] Probe zeigen die Hysteresen kein solch ausgeprägtes Verhalten, wie die der [Er₂₂|Tb₂₂] Probe. In dem Bereich um 50 mT, wo bei der [Er₂₂|Tb₂₂] Probe der Sprung vorliegt, ist die Magnetisierung dieser Probe zumindest bei 90 K und 75 K ebenfalls etwas sprunghaft (Abbildung 3.17). Dies könnte durch die bereits erwähnte zufällige Orientierung der leichten magnetischen Achse erklärbar sein. Bei 10 K ist allerdings die Änderung der Magnetisierung mit dem Feld viel gleichmäßiger und im Vergleich zur terbiumreichsten Probe flacher und breiter. Außerdem sind die ermittelten Koerzitivfeldstärken etwas höher als bei der vorherigen Probe. Dies deutet auf ein weniger ferromagnetisch geprägtes Verhalten hin.

Bei 75 K wurde nicht bis zur Sättigung gemessen. Daher ist vorallem der Wert für M_S zu niedrig.

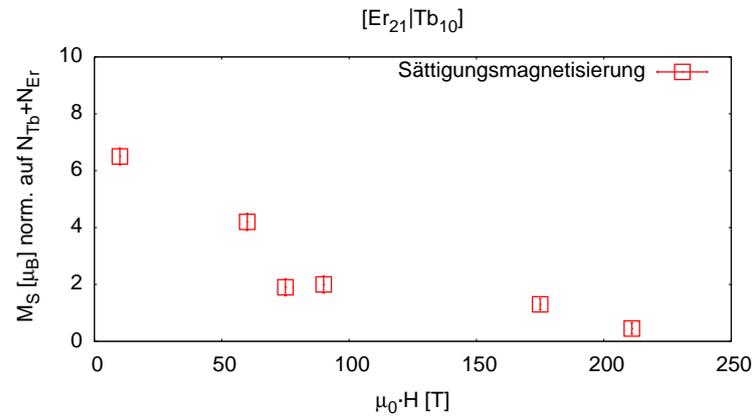


Abbildung 3.18: Temperaturverlauf der Sättigungsmagnetisierung der $[Er_{21}|Tb_{10}]$ Probe.

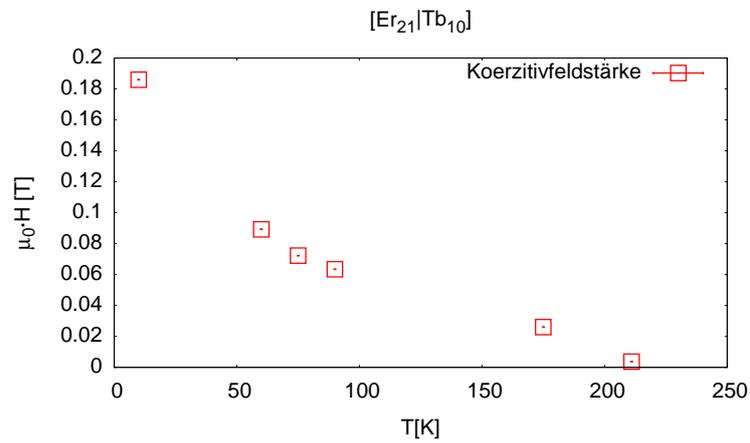


Abbildung 3.19: Temperaturverlauf der Koerzitivfeldstärke der $[Er_{21}|Tb_{10}]$ Probe.

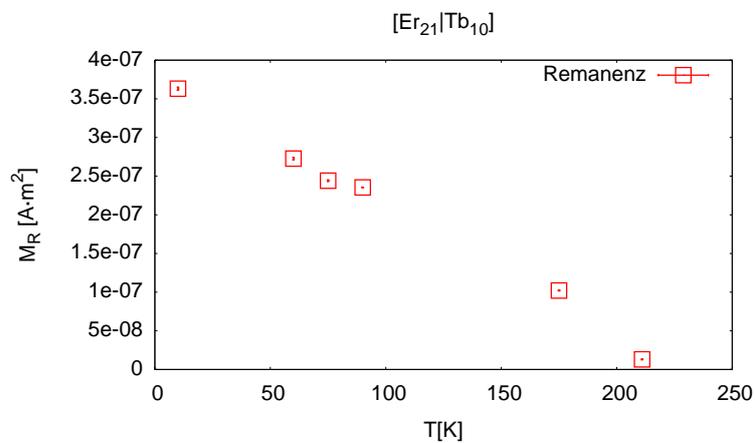


Abbildung 3.20: Temperaturverlauf der Remanenz der $[Er_{21}|Tb_{10}]$ Probe.

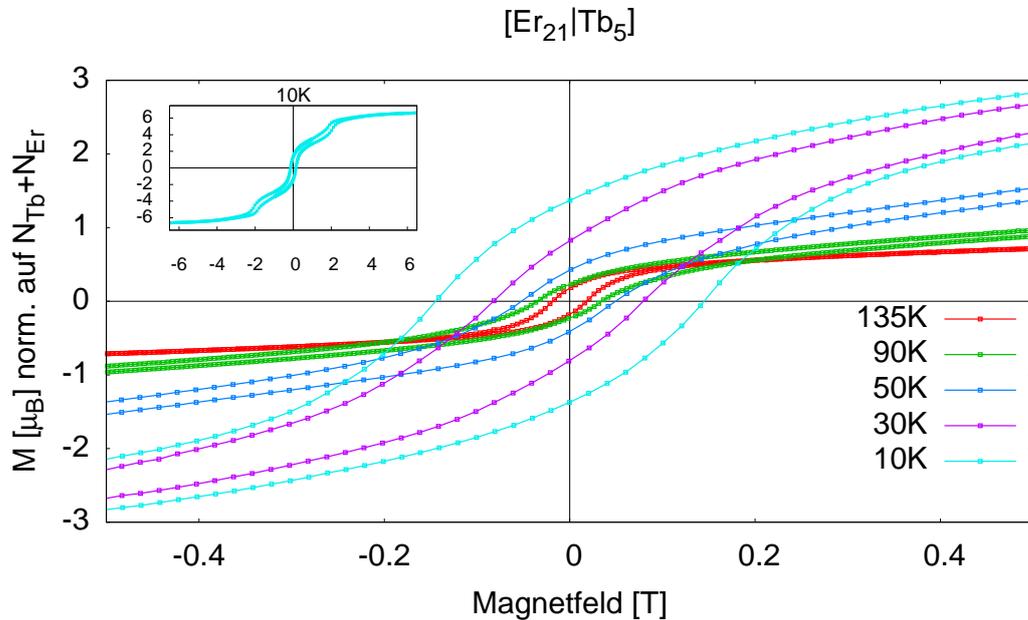
[Er₂₁|Tb₅] Probe

Abbildung 3.21: Hysteresen der [Er₂₁|Tb₅] Probe bei unterschiedlichen Temperaturen inklusive der diamagnetischen Korrektur. Im Einschub ist die Messung bei 10 K über den gesamten Messbereich gezeigt. Es liegt eine Mehrfachhysterese vor.

Bei dieser Probe weisen vor allem die Hysteresen bei Temperaturen oberhalb von 30 K zwischen $4 \text{ T} < \mu_0 \cdot H < 6,5 \text{ T}$ eine große Steigung auf. Dies lässt darauf schließen, dass das ferromagnetische Verhalten durch das Terbium nicht so ausgeprägt ist. Stattdessen weist dieses asymptotische Verhalten darauf hin, dass die helix-förmige Ordnung der Erbienschichten sich nur langsam mit dem Feld ausrichtet. Durch diesen Beitrag zur Magnetisierung ist es nicht sinnvoll eine Bestimmung der Sättigungsmagnetisierung wie bei den beiden anderen Proben durchzuführen.

Die Hysterese der [Er₂₁|Tb₅] Probe bei 10 K unterscheidet sich deutlich von allen anderen, denn es ist eine Mehrfachhysterese (siehe Abbildung 3.21). Zwischen $-6,5 \text{ T} < \mu_0 \cdot H < 6,5 \text{ T}$ wechselt die Steigung der Kurve dreimal zwischen flach und steil. Dies erinnert an die Hysteresekurve von 90°-gekoppelten Schichtsystemen (vgl. [12]).

Die Remanenz der beiden anderen Proben hat näherungsweise einen linearen Temperaturverlauf. Bei der Probe mit dem geringsten Terbiumenteil ist dies nicht gegeben, wie in Abbildung 3.23 zu sehen. Der Anstieg zu niedrigeren Temperaturen hin wird deutlich steiler.

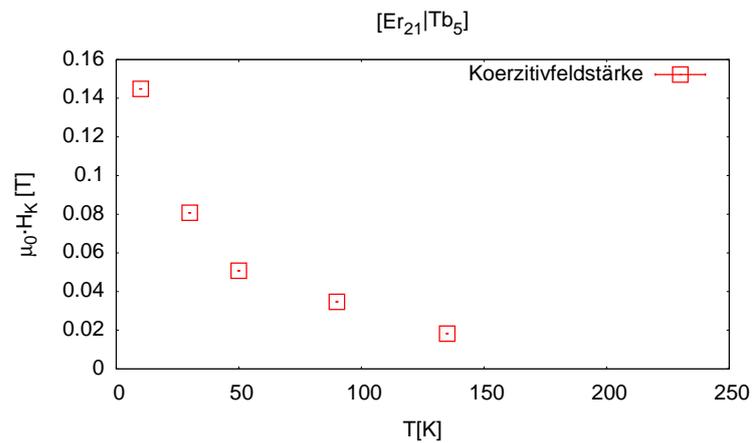


Abbildung 3.22: Temperaturverlauf der Koerzitivfeldstärke der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_5]$ Probe.

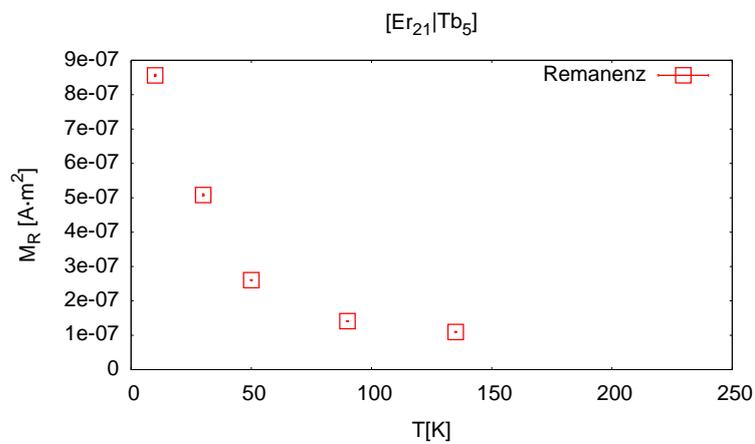


Abbildung 3.23: Temperaturverlauf der Remanenz der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_5]$ Probe.

3.2 TREFF

Um etwas über die mikroskopischen magnetischen Eigenschaften herauszufinden, wurden die Proben mittels Reflektometrie mit polarisierten Neutronen gemessen. Aus zeitlichen Gründen wurde die $[\text{Er}_{22}|\text{Tb}_{22}]$ Probe nicht gemessen. Frühere Diffraktion von Neutronen und Photonen [26] hat gezeigt, dass sowohl FM Ordnung wie auch inkommensurable Strukturen in Er|Tb Schichtsystemen koexistieren. Aufgrund des Auflösungsbereichs bei der Weitwinkelstreuung können die lateralen Korrelationslängen der verschiedenen Strukturen nicht ermittelt werden. Die nicht-spekuläre Streuung unter streifendem Einfall kann diese Längen dagegen auflösen. In dem gemessenen Bereich von $0.075^\circ < \alpha_i < 8^\circ$ ergibt sich nach Kapitel 1.2.2 für die laterale Winkelunschärfe $4,61 \cdot 10^{-6} < \Delta q_z [\frac{1}{\text{Å}}] < 6,03 \cdot 10^{-4}$. Das heißt, dass Korrelationslängen kleiner als $136 \mu\text{m}$ bzw. $1 \mu\text{m}$ aufgelöst werden können. In Wachstumsrichtung ergibt sich $3,52 \cdot 10^{-3} < \Delta q_z [\frac{1}{\text{Å}}] < 4,29 \cdot 10^{-3}$. Dies entspricht ungefähr 25 bzw. 20 Doppellagen.

Um die Korrelationslängen zu bestimmen, werden die entsprechenden Querschnitte aus den Streudaten extrahiert und eine Anpassung mit einer Lorentzkurve gemacht. Dies wird gemacht, da im Realraum der Abfall exponentiell ist und die Lorentzkurve die entsprechende Fouriertransformierte ist. Nach Gleichung 1.31 lässt sich mit dessen Halbwertsbreite die Korrelationslänge ermitteln. Für die Querschnitte entlang q_x wird über die Breite in q_z des nicht-spekulären Streifens integriert und jeweils 15 dieser Datenpunkte zusammen gefasst. Da, wie in Kapitel 1.2.2 erwähnt, bei $\alpha_i = \alpha_f$ sowohl spekuläre als auch nicht-spekuläre Streuung vorliegt, muss man, um die wahre Reflektivität zu erhalten, die nicht-spekuläre Intensität abziehen. Dazu wird ein Streifen, dessen Breite dem spekulären Pfad¹ entspricht und direkt daneben liegt, von diesem abgezogen (Abbildung 3.24 links).

Wie in Kapitel 2.2 schon angedeutet, wurden die Proben so eingebaut, dass die Polarisationsrichtung der Neutronen wie auch das angelegte Feld innerhalb der Probenebene liegen. Entsprechend Kapitel 1.2.3 folgt aus dieser Streugeometrie, dass Komponenten der Magnetisierung parallel zum Feld zum NSF-Signal beitragen, senkrecht dazu zum SF-Signal. In den beiden NSF-Kanälen ist außerdem der Beitrag der nuklearen Streuung vorhanden. Bedingt durch die nuklearen Streulängendichten von Terbium und Erbium, welche fast gleich sind ($Nb_{\text{Tb}} = 2,33 \cdot 10^{-6} \text{ Å}$ und $Nb_{\text{Er}} = 2,57 \cdot 10^{-6} \text{ Å}$) [22], ist der nukleare Kontrast zwischen den jeweiligen Schichten gering. Daraus folgt, dass auch in den NSF Kanälen fast nur Streuung durch die Magnetisierung der Probe sichtbar ist. In Abbildung 3.24 rechts ist eine Messung ohne äußeres Feld bei 210 K gezeigt. Wie zu sehen ist, tritt keine nennenswerte nukleare Streuung auf. Außerdem hat dies zur Folge, dass kaum ein Unterschied zwischen $(++)$ - und $(--)$ - bzw. $(+-)$ - und $(-+)$ -Kanälen vor-

¹Die Breite ist eine Folge der lateralen Auflösung.

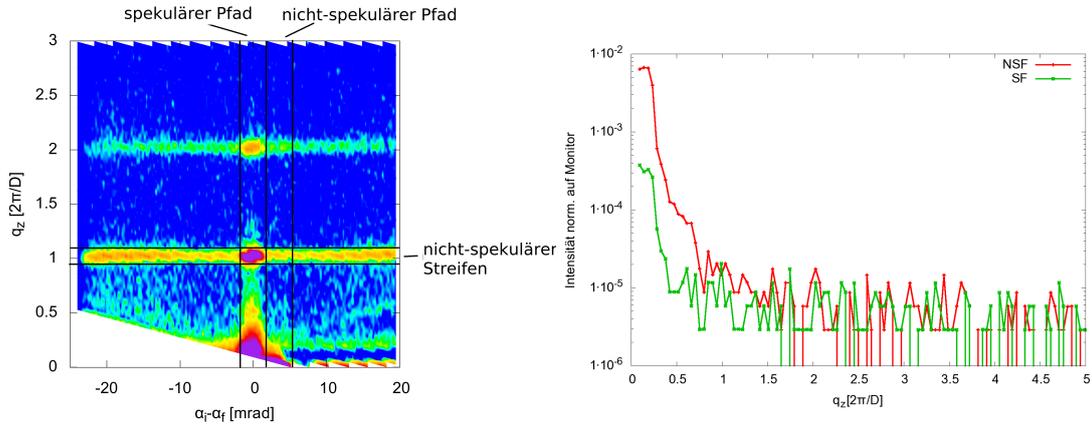


Abbildung 3.24: Links: Die Linien verdeutlichen zum einen, über welche Breite über den nicht-spekulären Streifen integriert wird, um die laterale Korrelationslänge bestimmen, zum anderen wie die wahre Reflektivität erhalten wird. Rechts: Reflektivität der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_{10}]$ Probe ohne äußeres Feld bei 210 K. Es ist keine nennenswerte nukleare Streuung vorhanden.

handen ist, sodass jeweils deren Mittel in den Abbildungen gezeigt wird. Wie in Kapitel 2.2 beschrieben, wurden die Intensitäten auf den Monitor normiert. Dadurch, dass sowohl die Flipper als auch der Polarisator/Analyseur nicht perfekt sind, werden NSF Neutronen im SF Kanal nachgewiesen und umgekehrt.

Die Abbildungen der Streuintensitäten werden zum einen in Einheiten von $\alpha_i - \alpha_f$ dargestellt, was proportional zu q_q ist, sodass Informationen über die lateralen Korrelationslängen entlang der x-Achse gegeben werden. Zum anderen ist die y-Achse in q_z in der Einheit $\frac{2\pi}{D}$, mit der Doppelschichtdicke D , aufgetragen, was Informationen über die Korrelationen entlang der Wachstumsrichtung der Proben beinhaltet. Die Wahl dieser Einheit führt dazu, dass jene Reflexe, die mit der Übergitterstruktur zusammenhängen, bei ganzen oder halben Zahlen in q_z liegen.

Für beide Proben, die am TREFF gemessen wurden, wurden die Magnetisierungsmessungen als Grundlage zur Auswahl des anzulegenden Magnetfeldes und der Temperaturpunkte genommen. Die Temperaturen kennzeichnen markante Punkte in der Temperaturhysterese der Magnetisierung. Außerdem wurde das Feld ermittelt, bei dem die Differenz zwischen Kühl- und Heizkurve am größten ist. Die Rampe, mit der die jeweiligen Temperaturen angefahren wurden, betrug $2,5 \frac{\text{K}}{\text{min}}$. Um sicher zugehen, dass der Punkt nicht überschritten wird, wurde jeweils zuerst ca. 10 K höher bzw. niedriger (je nach Zyklus) eingestellt und ein paar Minuten gewartet. Nach Erreichen der gewünschten Temperatur wurde weitere 10 min gewartet, damit diese sich stabilisieren konnte und die Probe im thermischen Gleichgewicht war.

3.2.1 [Er₂₁|Tb₅] Probe

Die [Er₂₁|Tb₅] Probe wurde, entsprechend der maximalen Temperaturhysterese, bei 70 mT gemessen. Folgende signifikante Temperaturpunkte wurden gewählt bei denen sowohl im Kühl- als auch im Heiz-Zyklus gemessen wurde: 150 K liegt mitten in der Anfangssteigung der Magnetisierung, 73,5 K ist der Punkt, an dem sich Kühl- und Heizkurve berühren, 45 K entspricht einem Maximum während des Kühlens und einem Minimum während des Heizens, bei 25 K liegt in beiden Zyklen ein Maximum vor und 10 K als tiefste erreichbare Temperatur (vgl. Abbildung 3.8).

Es sind drei unterschiedliche Reflexarten in den Neutronenstreudaten (Abbildung 3.25) zu sehen, wobei sich sowohl Kühl- und Heiz-Zyklus, wie auch NSF und SF Kanal gegenübergestellt sind:

1. Reflexe bei ganzzahligen Vielfachen von q_z in der Doppelschichteinheit $\frac{2\pi}{D}$ im spekulären und nicht-spekulären Bereich. Abgesehen von den Ineffizienzen der Flipper und des Polarisators und Analysators, sind diese Reflexe nur in den NSF Kanälen vorhanden und zeigen wahre spekuläre Reflektivität. Dies impliziert eine langreichweitige Ordnung ferromagnetischer Terbiumschichten mit Ausrichtung entlang des angelegten Feldes, wie von den SQUID-Daten zu erwarten ist. Dabei ergibt sich aus der Winkelauflösung, dass sich die Korrelation über mindestens 24 Doppellagen erstreckt. Die Reflexe sind über den gesamten gemessenen Temperaturbereich vorhanden, wobei die Intensität mit der Temperatur variiert. Vor allem bei 10 K und 25 K im Heiz-Zyklus ist die Intensität deutlich geringer.
2. Reflexe bei halbzahligen Vielfachen von q_z . Dies bedeutet eine Verdopplung der magnetischen Einheitszelle des Übergitters, was auf AFM Kopplung von FM geordneten Terbiumschichten hindeutet. Sie treten ab 25 K während des Kühlens auf und bleiben bis 45 K während des Heizens erhalten. Sie weisen weder im NSF noch im SF Kanal wahre spekuläre Reflektivität auf und in diesem Temperaturbereich sind auch die ganzzahligen Peaks noch vorhanden. Dies lässt den Schluss zu, dass nur Teilbereiche AFM gekoppelt sind. Die Reflexe haben in den beiden Kanälen eine vergleichbare Intensität, was darauf schließen lässt, dass die Richtung der Magnetisierung gleich große Komponenten entlang des Feldes wie senkrecht dazu hat. Die Breite der nicht-spekulären Intensität in Wachstumsrichtung führt mit Gleichung 1.31 zu einer Korrelationslänge ξ_z antiferromagnetisch gekoppelter Domänen von 6-9 Doppellagen. Anpassungen mit einer Lorentzkurve in q_x -Richtung bei $q_z = \frac{5}{2} \frac{2\pi}{D}$ (siehe Abbildung 3.26 links) ergeben laterale Korrelationslängen ξ_x von ca. 500 – 600 nm, wobei der Fehler durch die Anpassung auf 10 % abgeschätzt wird. Die einzelnen Werte sind in Tabelle 3.2 angegeben. Ob die Unterschiede zwischen NSF- und SF-Kanal signifikant

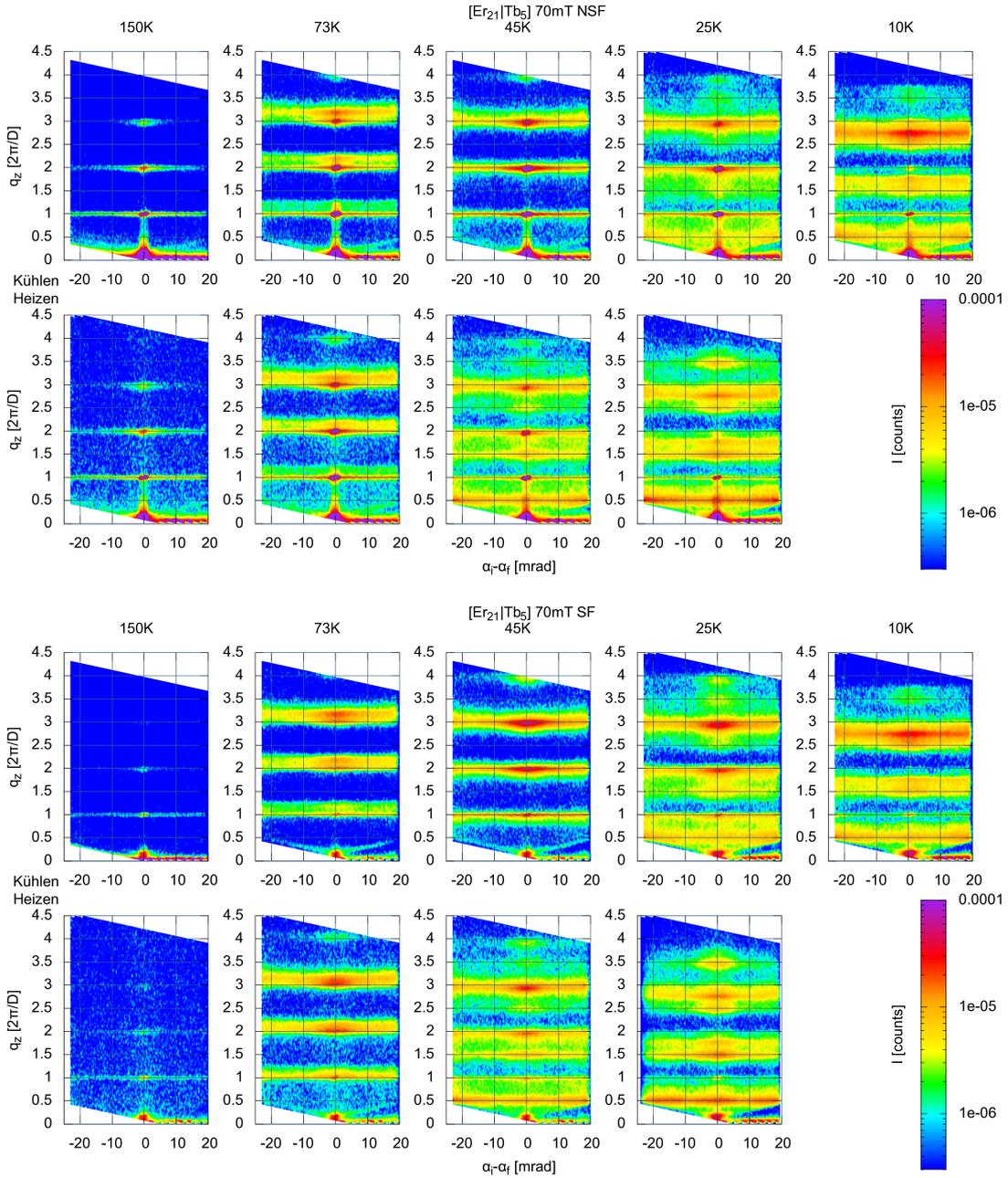


Abbildung 3.25: NSF Streuintensitäten der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_5]$ Probe bei 70 mT und unterschiedlichen Temperaturen, wobei in der oberen Reihe der Kühl-Zyklus abgebildet ist und in der unteren der Heiz-Zyklus. Die Intensitäten sind als Funktion von $\alpha_i - \alpha_f$ und q_z , letzteres in der Übergittereinheit $\frac{2\pi}{D}$, angegeben.

sind, ist auf Grund der Fehler fraglich. Dennoch ergeben die Anpassungen stets eine kleinere Korrelationslänge im SF Kanal. Ebenso scheint ξ_x mit abnehmender Temperatur zuzunehmen und umgekehrt, was durchaus dem zu erwartenden Verhalten entspricht, da auch die Intensität der Reflexe und somit der Grad der Ordnung sich ebenso verhält.

3. Reflexe bei Werten von q_z , welche bei hohen Temperaturen inkommensurabel zur Gitterstruktur sind. Dies wird anscheinend durch eine helixartige magnetische Modulation verursacht, sodass Reflexe bei $q_z = \tau^{n\pm} = (\frac{\Phi}{2\pi} \pm n) \frac{2\pi}{D}$ auftreten. Hierbei ist Φ der totale Drehwinkel der Helix über eine Doppellage. Dass eine helixförmige Ordnung vorliegt und diese Reflexe hervorruft, ist auch deshalb naheliegend, da in NSF und SF Kanal eine vergleichbare Intensität auftritt. Denn bei einer Helix hat die Projektion der Magnetisierung entlang des Feldes und senkrecht dazu denselben Wert. Die signifikante Eigenschaft dieser Reflexe ist, dass die Position des Zentrums sich mit der Temperatur ändert, sowie sich auch in einkristallinem Erbium der Propagationsvektor der magnetischen Struktur ändert. Die Werte der Position sind in Tabelle 3.3 zusammengefasst. Da die Reflexe sich mit dem ganzzahligen Reflex bei $q_z = 3 \frac{2\pi}{D}$ überschneiden, wurde zunächst die Position des Peaks bei $q_z = 1 \frac{2\pi}{D}$ bestimmt. Daraus wurde die genaue Position des ganzzahligen Peaks bei $q_z = 3 \frac{2\pi}{D}$ ermittelt, sodass zwei entsprechende Lorentzkurven, eine für den inkommensurablen und eine für den ganzzahligen Reflex, angepasst werden. Aus dessen Variation, je nach freigegebenem Parameter, wird der Fehler abgeschätzt. Die laterale Korrelationslänge ξ_x liegt zwischen ca. 600 nm bei hoher Temperatur und 700 nm bei niedriger Temperatur (siehe Abbildung 3.26 rechts). Bei den Temperaturen, wo die Reflexe bei ca. $q_z = 3 \frac{2\pi}{D}$ liegen und sich mit dem ganzzahligen überlagern, ist eine Bestimmung der Korrelationslängen nicht möglich. Da auch bei dieser Reflexart kein signifikanter Unterschied zwischen den Kanälen vorliegt, ist in Tabelle 3.3 nur ξ_{SF} angegeben. Die Korrelationslänge ξ_z erstreckt sich über 6-10 Doppellagen, und befindet sich somit in der gleichen Größenordnung wie die der AFM Ordnung. Diese Langreichweite zeigt, dass die Phase über die Terbiumschicht hinweg konstant ist.

Außer diesen 3 Reflexarten ist zusätzlich diffuse Streuung vorhanden, welche anscheinend durch magnetische Fluktuationen verursacht wird. Die Intensität ist besonders in dem Temperaturbereich hoch, in dem die AFM Ordnung vorliegt. Ansonsten nimmt sie mit steigender Temperatur ab. Diese diffuse Streuung ist ein Zeichen für die konkurrierenden Wechselwirkungen in dem Schichtsystem.

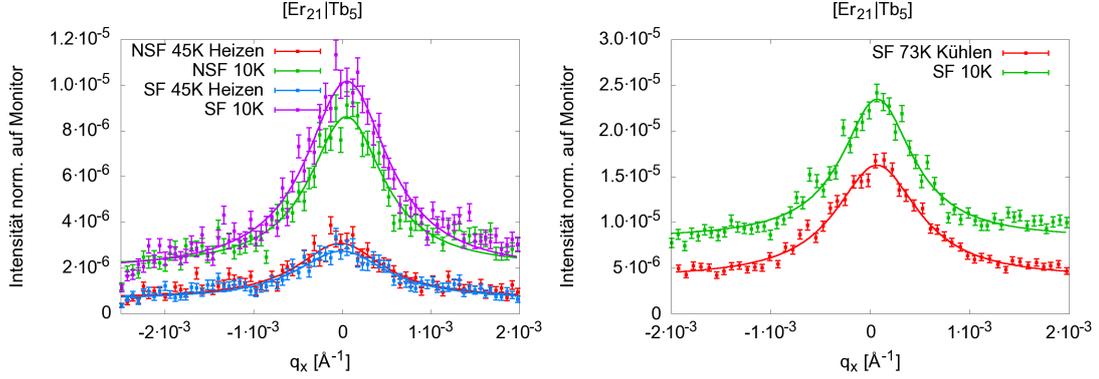


Abbildung 3.26: Links: Bei $q_z = \frac{5}{2} \frac{2\pi}{D}$ integrierte Intensität entlang q_x der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_5]$ Probe bei 70 mT. Rechts: Bei $q_z = \tau^0$ integrierte Intensität entlang q_x . Die Linien zeigen die jeweilige Anpassung mit einer Lorentzkurve, mit deren Halbwertsbreite die laterale Korrelationslänge bestimmt wird.

| Temperatur | ξ_{NSF} [nm] | ξ_{SF} [nm] |
|-------------|------------------|-----------------|
| 25 K Kühlen | 590(59) | 480(48) |
| 10 K | 620(62) | 560(56) |
| 25 K Heizen | 600(60) | 520(52) |
| 45 K Heizen | 520(52) | 500(50) |

Tabelle 3.2: Laterale Korrelationslängen der AFM Ordnung der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_5]$ Probe bei 70 mT bestimmt durch Lorentzanpassung der integrierten Intensität bei $q_z = \frac{5}{2} \frac{2\pi}{D}$.

| Temperatur | ξ_{SF} [nm] | $q_z^{\text{inkomm.}} [\frac{2\pi}{D}]$ | Halbzahliger Peak |
|-------------|-----------------|---|-------------------|
| 73 K Kühlen | 620(52) | 3, 173(8) | nein |
| 45 K Kühlen | | 3, 01(1) | nein |
| 25 K Kühlen | | 2, 92(1) | ja |
| 10 K | 730(73) | 2, 723(8) | ja |
| 25 K Heizen | 730(73) | 2, 767(8) | ja |
| 45 K Heizen | | 2, 91(2) | ja |
| 73 K Heizen | 620(62) | 3, 156(8) | nein |

Tabelle 3.3: Laterale Korrelationslängen und Positionen des Peaks der modulierten Ordnung der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_5]$ Probe bei 70 mT bei den unterschiedlichen Temperaturen. Die vierte Spalte gibt an, ob halbzahlige Peaks vorhanden sind, welche auf AFM Ordnung hinweisen.

Zusammenfassung

In der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_5]$ Probe liegt eine Koexistenz einer ferromagnetischen Ordnung von Terbiumschichten und einer langreichweitigen magnetisch modulierten Ordnung vor. Dabei sind die ferromagnetischen Lagen bei niedrigen Temperaturen AFM gekoppelt. Die rein FM Ordnung ist langreichweitig, was durch Peaks in der wahren Reflektivität zum Ausdruck kommt. Die AFM Ordnung zeigt dagegen Domänengrößen von 400–600 nm, sowohl lateral als auch in Wachstumsrichtung. Letzteres entspricht 6-9 Doppellagen. Aus den Intensitätsverhältnissen von NSF- und SF-Kanal ergibt sich, dass bei der FM Ordnung die Magnetisierung bevorzugt entlang des Feldes ausgerichtet ist, sodass kein Signal im SF Kanal erzeugt wird. Sind die Schichten hingegen AFM gekoppelt, liegt in beiden Kanälen keine wahre Reflektivität vor, sodass es scheinbar keine Vorzugsrichtung der Domänen gibt. Auch der Vergleich mit der Hysterese bei 10 K (Abbildung 3.21), welche der einer 90° -Kopplung ähnelt, legt den Schluss nahe, dass die AFM Ordnung nicht nur eine Komponente entlang des Feldes hat. Die geringe Intensität der ganzzahligen Reflexe ist dadurch erklärbar, dass die Momente der AFM gekoppelten Domänen ein wenig in Richtung des anliegenden Feldes gezogen werden, sodass eine kleine Nettomagnetisierung übrig bleibt.

Im Kühl-Zyklus liegt bei 45 K noch keine AFM Kopplung vor. Beim Heizen hingegen ist dies der Fall. Diese starke thermische Hysterese zeigt sich ebenfalls in der makroskopischen Magnetisierung (vgl. Kapitel 3.1.2), welche während des Heizens deutlich niedriger ist, als während des Kühlens. Ein Vergleich der Intensitäten bei 10 K und 25 K Heizen zeigt, dass die Domänen der AFM gekoppelten Schichten auf Kosten derer der modulierten Ordnung anwachsen.

Die Reichweite der modulierten Ordnung ist von der gleichen Größe, wie die der AFM Ordnung. Dies steht im Gegensatz zu Messungen von Proben mit einer dickeren Terbiumschicht. Bei diesen ist die Kohärenz dieser Struktur auf eine Erbiumschicht begrenzt [26].

Die thermische Hysterese der makroskopischen Magnetisierung oberhalb von 73 K scheint durch größere magnetische Fluktuationen im Heiz-Zyklus verursacht zu werden, da die etwas höhere diffuse Streuung der einzige signifikante Unterschied zwischen Kühlen und Heizen ist. Außerdem ist der qualitative Verlauf der Magnetisierung in diesem Temperaturbereich gleich, sodass dort anscheinend dieselbe Ordnung vorliegt.

3.2.2 [Er₂₁|Tb₁₀] Probe

Die [Er₂₁|Tb₁₀] Probe wurde zum einen bei einem kleinen Feld von 2 mT gemessen, was in etwa dem Führungsfeld entspricht. Zum anderen bei 20 mT, was dem Maximum der Differenz von Kühl- und Heiz-Zyklus entspricht, und bei dem maximal möglichen Feld von 338 mT. Folgende Temperaturen wurden gemessen: 150 K ist inmitten der ersten Steigung, 81,5 K ist der Schnittpunkt der beiden Kurven, 67 K ist das Maximum der Kühlkurve, 45 K liegt mitten in dem letzten Abfall im Kühl-Zyklus und 10 K, der Umkehrpunkt (vgl. Abbildung 3.5).

2 mT Messung

In der Abbildung 3.27 sind die Streuintensitätskarten des NSF Kanals abgebildet, wobei sich die Messungen aus Kühl- und Heiz-Zyklus zum Vergleich gegenübergestellt sind. Die Bilder des SF Kanals werden hier nicht gezeigt, da die Intensität der Reflektivität lediglich durch die Ineffizienzen der Spinflipper und des Polarisators und Analysators zustande kommt.

Es sind drei unterschiedliche Reflexe zu erkennen:

1. Reflexe bei ganzzahligen Vielfachen von q_z sowohl im spekulären als auch im nicht-spekulären Bereich. Dies entspricht also einer Periode von einer Doppelschicht, was auf eine langreichweitige FM Ordnung der Terbiumschichten schließen lässt, welche durch die SQUID Messungen zu erwarten ist. Diese Reflexe treten bei allen gemessenen Temperaturen auf. Die Korrelationslänge in Wachstumsrichtung ist wie bei der anderen Probe durch die Winkelauflösung bestimmt und erstreckt sich über mindestens 20 Doppellagen. Bei 10 K und 45 K im Heiz-Zyklus ist die Intensität des Reflexes so stark verringert, dass dieser in der Reflektivität sichtbar ist, aber der nicht-spekuläre Streifen im Untergrund verschwindet.
2. Reflexe bei halbzahligen Vielfachen von q_z . Die Halbierung der Periode in q_z bedeutet eine Verdopplung der Dicke D der magnetischen Einheitszelle des Übergitters, was auf eine AFM Ordnung von ferromagnetischen Terbiumlagen entlang des angelegten Feldes schließen lässt. Sie treten erst bei 10 K auf und verschwinden oberhalb von 45 K während des Heizens. Wie in Abbildung 3.28 zu erkennen, sind die halbzahligen Peaks breiter, als die ganzzahligen. Die Korrelationslänge von AFM gekoppelten Domänen entlang der Wachstumsrichtung ist somit kleiner als bei der reinen FM Ordnung und beträgt nur ca. 5 Doppellagen. Im Querschnitt entlang q_x ist kein wirklicher Abfall zu erkennen (siehe Abbildung 3.29). Somit scheint die laterale Korrelationslänge kleiner als 300 nm zu sein.

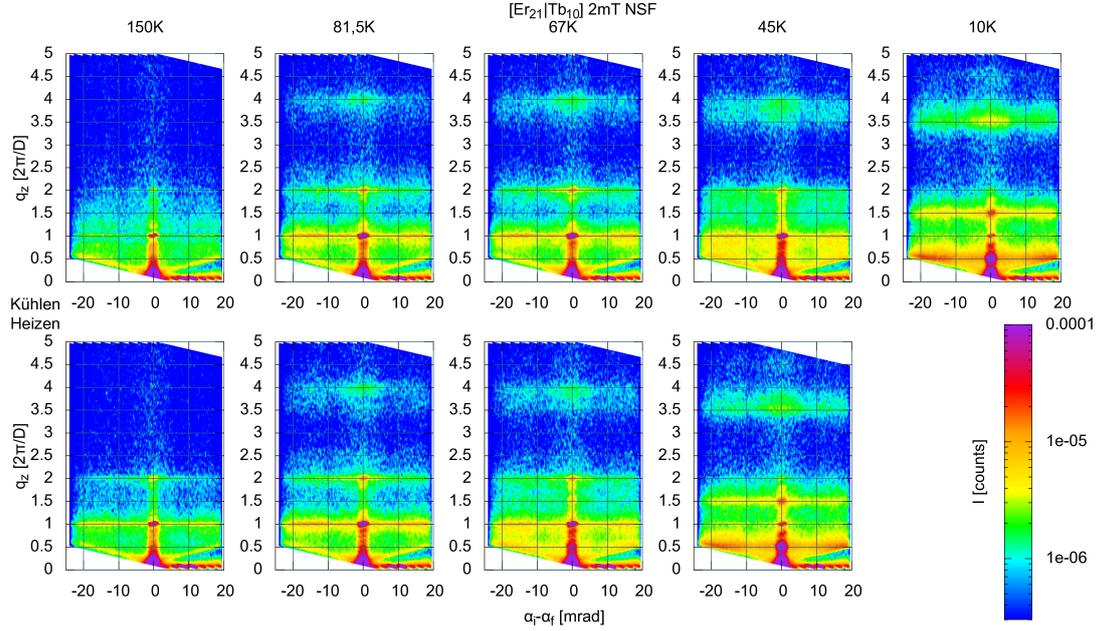


Abbildung 3.27: NSF Streuintensitäten der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_{10}]$ Probe bei 2 mT und unterschiedlichen Temperaturen, wobei in der oberen Reihe der Kühl-Zyklus abgebildet ist und in der unteren der Heiz-Zyklus. Die Intensitäten sind als Funktion von $\alpha_i - \alpha_f$ und q_z , letzteres in der Übergittereinheit $\frac{2\pi}{D}$, angegeben.

3. Breite nicht-spekuläre Streuung bei $3.5 < q_z[\frac{2\pi}{D}] < 4$ bei allen Temperaturen außer 150 K. Dies könnte durch eine helix-ähnliche Ordnung verursacht werden (vgl. [26]). Wie bei der anderen Probe ist diese Intensität in den beiden Kanälen von der gleichen Größenordnung (siehe Abbildung 3.28 rechts), was die Vermutung über den Ursprung bestärkt. Diese Ordnung ist sowohl lateral als auch entlang der Wachstumsrichtung kurzreichweitig. So erstreckt sie sich lediglich über 1-2 Doppellagen. Die Bestimmung der lateralen Korrelationslänge ist auf Grund der niedrigen Statistik sehr ungenau und liegt bei 10 K im Bereich 500 nm. Auffallend ist auch bei dieser Probe, dass sich das Zentrum der maximalen Intensität mit der Temperatur verschiebt. Zwischen 81,5 K und 10 K wandert es von $q_z = 4 \frac{2\pi}{D}$ nach $q_z \approx 3,5 \frac{2\pi}{D}$. Auch bei 45 K während des Heizens ist das Zentrum bei dem halbzahligen Wert.

Neben diesen drei Reflexenarten ist bei $q_z < 1,5 \frac{2\pi}{D}$ diffuse Streuung zu erkennen, welche bei 45 K und 10 K bis $q_z = 2 \frac{2\pi}{D}$ zu reichen scheint. Dies könnte durch magnetische Fluktuationen hervorgerufen werden. Allerdings gab es bei dieser Messung Schwierigkeiten mit den Diskriminatoren, sodass ein zu großer Untergrund gemessen wurde. Somit ist nicht sicher, wieviel Intensität tatsächlich von Fluktuationen herrühren könnte.

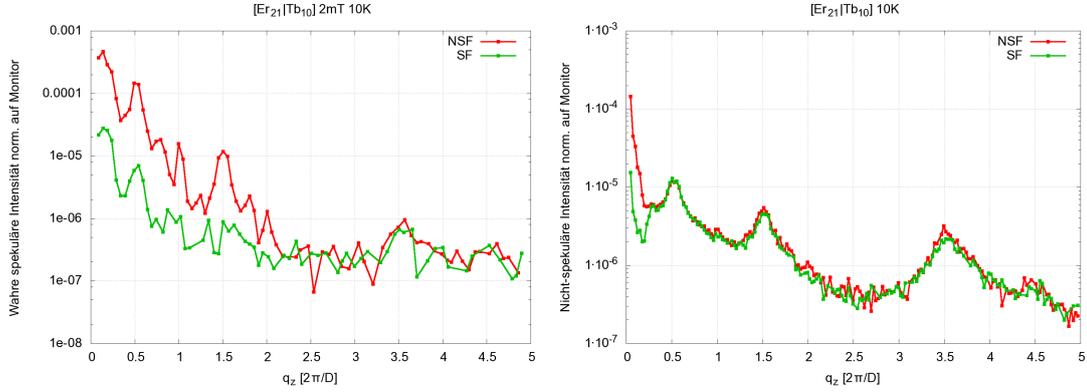


Abbildung 3.28: Links: Wahre Reflektivität der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_{10}]$ Probe bei 2 mT. Die Peaks im SF Kanal werden durch Ineffizienzen verursacht. Rechts: Nicht-spekuläre Streuung bei $q_x = 4 \cdot 10^{-5} \frac{1}{\text{\AA}}$. Die Intensität ist in beiden Kanälen gleich.

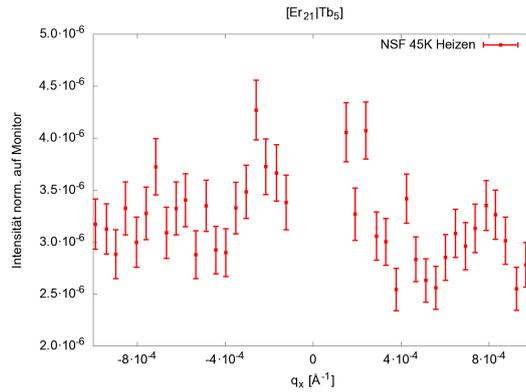


Abbildung 3.29: Bei $q_z = \frac{3}{2} \frac{2\pi}{D}$ integrierte Intensität entlang q_x der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_{10}]$ Probe bei 2 mT. Zur besseren Sichtbarkeit wurde die Reflektivität herausgeschnitten.

Wie oben erwähnt ist die Intensität von ganzzahligen Reflexen bei 10 K und 45 K im Heiz-Zyklus verringert. Stattdessen sind Reflexe bei $q_z = \frac{1}{2} \frac{2\pi}{D}$ und $q_z = \frac{3}{2} \frac{2\pi}{D}$ vorhanden. Dass die Intensität der nicht-spekulären Streuung in beiden Kanälen gleich groß ist (Abbildung 3.28 rechts), spricht dafür, dass die AFM Domänen entlang der 6 leichten Achsen orientiert sind. Die geringe Intensität des ganzzahligen Reflexes ist wie bei der anderen Probe dadurch erklärbar, dass das kleine äußere Feld günstig liegende Domänen in dessen Richtung ziehen kann, wodurch sich eine geringe Nettomagnetisierung ergibt.

20 mT Messung

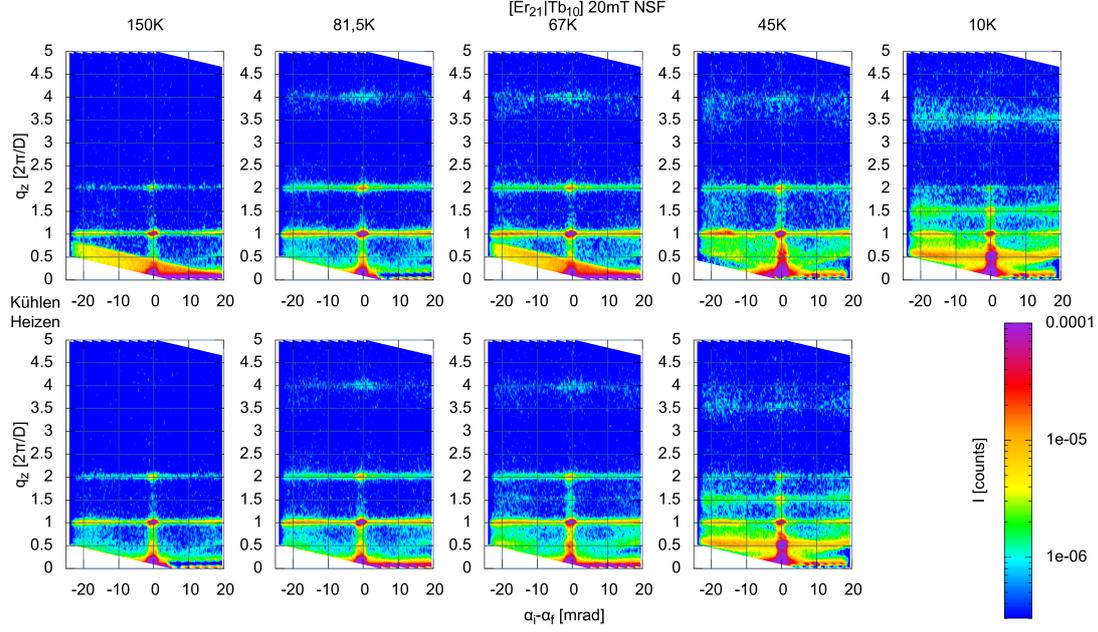


Abbildung 3.30: NSF Streuintensitäten der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_{10}]$ Probe bei 20 mT und unterschiedlichen Temperaturen, wobei in der oberen Reihe der Kühl-Zyklus abgebildet ist und in der unteren der Heiz-Zyklus. Die Intensitäten sind als Funktion von $\alpha_i - \alpha_f$ und q_z , letzteres in der Übergittereinheit $\frac{2\pi}{D}$, angegeben.

Auch bei dieser Messung ist die Reflektivität nur in dem NSF Kanal. In Abbildung 3.30 ist bei 150 K und 67 K während des Kühlens bei kleinen Werten von q_z eine erhöhte schrägverlaufende Intensität zu sehen. Diese wurde durch ein Feststecken des Beamstops verursacht. Bei 45 K und 10 K wurde der Anfangsbereich noch einmal gemessen, wobei allerdings der Untergrund durch einen defekten Berillium-Filter etwas größer war, was ebenfalls in der Abbildung 3.30 erkennbar ist.

Die drei Arten der Reflexe, wie oben beschrieben, liegen auch bei der 20 mT Messung vor. Die ferromagnetische Ordnung der Terbiumschichten erstreckt sich ebenfalls über mindestens 20 Doppellagen.

Die AFM Ordnung der Terbiumschichten liegt bei denselben Temperaturen wie bei der 2 mT Messung vor. Die Korrelationslänge ist mit 5-6 Doppellagen von der gleichen Größenordnung. In Abbildung 3.31 ist der Querschnitt entlang q_x bei $q_z = \frac{3}{2} \frac{2\pi}{D}$ gezeigt. Wie bei der vorherigen Messung ist auch hier kein reiner Abfall zu sehen. Hierbei ist zu beachten, dass bei dieser einen Messung zusätzlich ein Streifen versetzt zum spekulären Pfad gemessen wurde, sodass in negativer

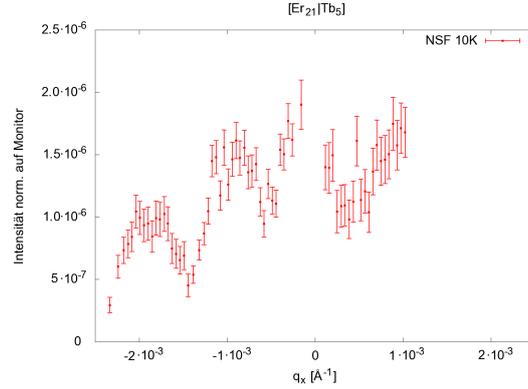


Abbildung 3.31: Bei $q_z = \frac{3}{2} \frac{2\pi}{D}$ integrierte Intensität entlang q_x der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_{10}]$ Probe bei 20 mT. Zur besseren Sichtbarkeit wurde die Reflektivität herausgeschnitten. Der Bereich im negativen q_x ist größer, da dort ein zweiter Streifen vermessen wurde.

q_x -Richtung ein größerer Bereich vorliegt. Die Intensität weist im Gegensatz zu einem Abfall, was einer statistischen Verteilung von Domänen entsprechen würde, eine Struktur auf. So liegt bei $q_x \approx 1 \cdot 10^{-3} \frac{1}{\text{Å}}$ und $q_x \approx 2 \cdot 10^{-3} \frac{1}{\text{Å}}$ ein Maximum vor.

Die breite nicht-spekuläre Intensität bei $3.5 < q_z [\frac{2\pi}{D}] < 4$ ist im Vergleich zur 2 mT viel geringer. Aufgrund dessen ist eine Bestimmung der Korrelationslängen nicht möglich. Dennoch ist auch bei dieser Messung zu erkennen, dass das Zentrum mit der Temperatur wandert. Wieder liegt es bei den beiden Temperaturen, wo die AFM Kopplung vorhanden ist (10 K und 45 K Heizen), bei $q_z \approx 3,5 \frac{2\pi}{D}$ und ansonsten bei $q_z = 4 \frac{2\pi}{D}$.

338 mT Messung

Bei der Messung mit dem höchsten angelegten Feld von 338 mT sind prinzipiell dieselbe Reflexe vorhanden, wie bei den anderen Messungen (siehe Abbildung 3.32). Der gravierende Unterschied ist, dass die halbzahligen Reflexe, welche eine AFM Ordnung implizieren, einzig im SF-Kanal auftreten. Die ganzzahligen Reflexe sind hier ebenfalls nur durch die Ineffizienzen im SF-Kanal sichtbar. Die Korrelationslänge der AFM Ordnung unterscheidet sich mit 6-7 Doppellagen nicht signifikant von den anderen Messungen.

Auch der breite Reflex bei $3.5 < q_z [\frac{2\pi}{D}] < 4$ verhält sich in den beiden Kanälen unterschiedlich. Im SF-Kanal ist er bei $q_z = 4 \frac{2\pi}{D}$ wiederum nur durch die Ineffizienzen sichtbar. Die Intensität des Reflexes ist im NSF-Kanal bei 10 K und 45 K im Heiz-Zyklus, also dem Temperaturbereich in dem die AFM Ordnung vorliegt, stark reduziert. Im SF-Kanal hingegen liegt der Reflex bei $q_z \approx 3,5 \frac{2\pi}{D}$ vor.

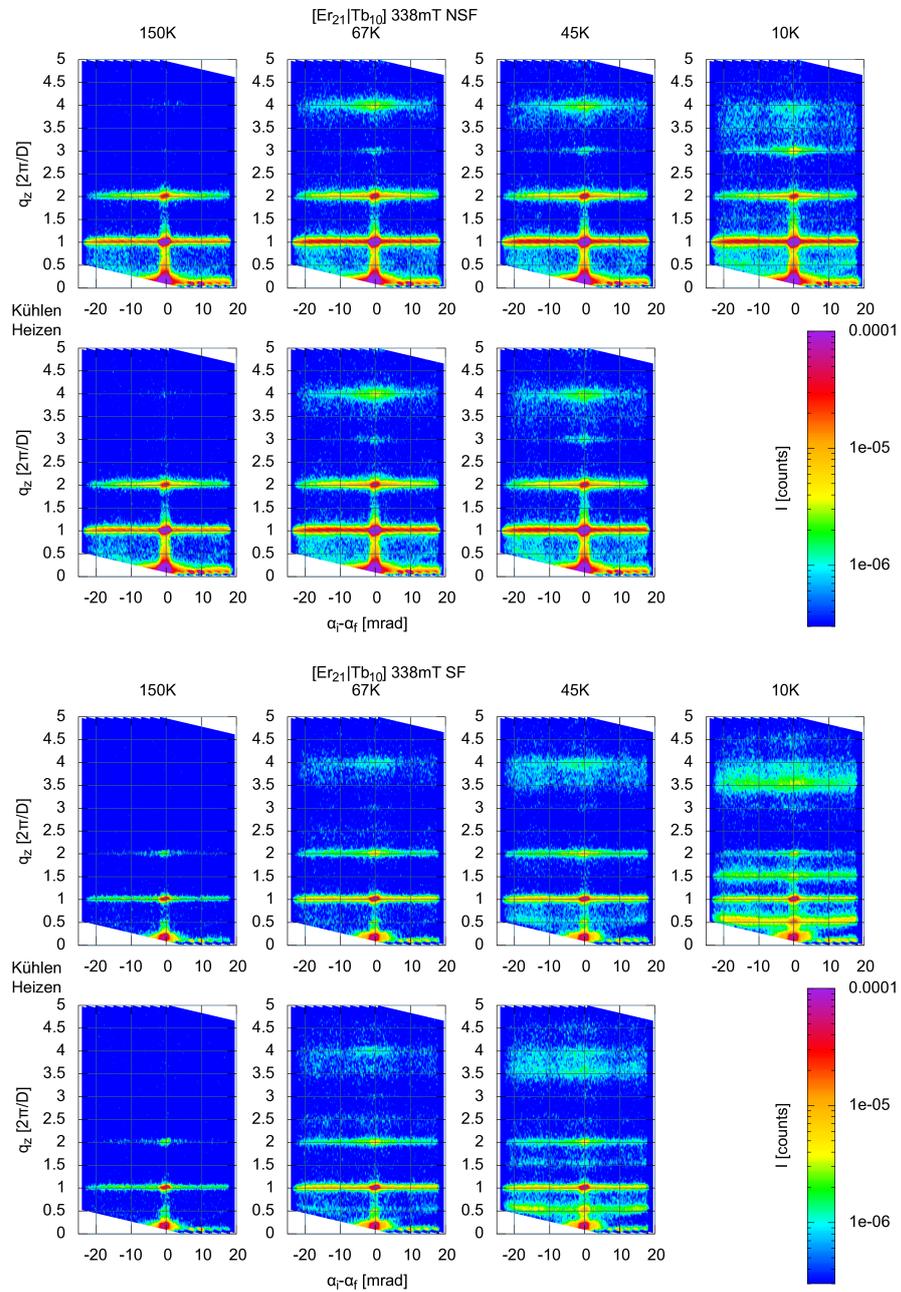


Abbildung 3.32: NSF (oberes Bild) und SF (unteres Bild) Streuintensitäten der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_{10}]$ Probe bei 338 mT und unterschiedlichen Temperaturen, wobei in der jeweiligen oberen Reihe der Kühl-Zyklus abgebildet ist und in der unteren der Heiz-Zyklus. Die Intensitäten sind als Funktion von $\alpha_i - \alpha_f$ und q_z , letzteres in der Übergittereinheit $\frac{2\pi}{D}$, angegeben.

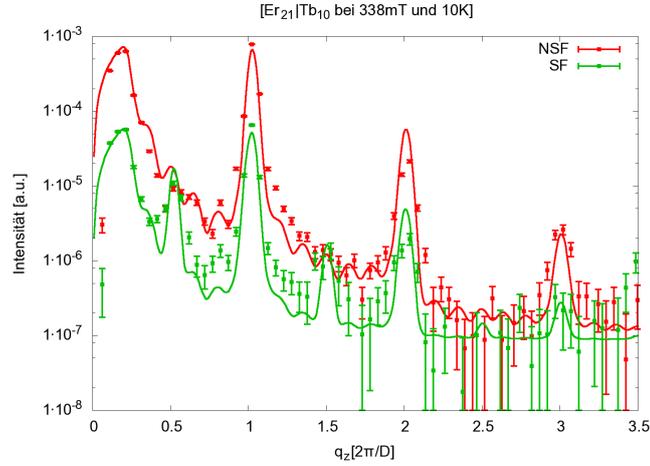


Abbildung 3.33: Simulation (durchgezogene Linie) der Reflektivität der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_{10}]$ Probe bei 338 mT und 10 K.

Die Korrelationslänge ist hierbei mit ungefähr 5 Doppellagen größer, als bei den Messungen mit kleinerem Feld.

Wie bei den anderen Messungen liegt auch hier diffuse Streuung vor, welche mit abnehmender Temperatur etwas zunimmt. Allerdings ist sie viel geringer als bei den anderen Messungen. Die Fluktuationen sind bei dem hohen Feld also kleiner. Da bei dieser Messung als einziges keine Probleme mit Beamstop, Diskriminatoren oder Berillium-Filter auftraten, wurde hier versucht, die Reflektivität anzupassen. Dazu wurde ein Programm von Emmanuel Kentzinger benutzt, welches die Reflektivität mittels des in Kapitel 1.2.2 beschriebenen Parratt-Formalismus berechnet. Durch die hohe Anzahl der Parameter ist eine Anpassung der Daten nicht möglich. Für die Simulation, die in Abbildung 3.33 gezeigt ist, wurde angenommen, dass die Terbiumschichten ein effektives Moment von ungefähr $7,3 \mu_B$ tragen und die Erbschichten ca. $1,8 \mu_B$. Dies entspricht dem Wert der makroskopischen Magnetisierung, welche mit dem MPMS gemessen wurde. Außerdem haben die Terbiumschichten abwechselnd einen Winkel von $+3^\circ$ bzw. -3° zur Feldrichtung. Das Simulationsprogramm beachtet nicht, dass die Korrelationslänge der AFM Ordnung kleiner als die der FM Ordnung ist. Daher sind vor allem die Peaks bei den halbzahligen Werten von q_z zu schmal.

Zusammenfassung

Bei allen drei gemessenen Feldern liegt in der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_{10}]$ Probe die langreichweitige FM Ordnung entlang des Feldes. Bei 2 mT und 20 mT liegen die AFM gekoppelten Domänen ebenfalls in Feldrichtung. Dies steht im Gegensatz zur $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_5]$ Probe, bei welcher keine wahre Reflektivität vorliegt. Somit liegt dort lateral gemittelt keine Vorzugsrichtung vor. Bei der 338 mT Messung hingegen ist noch ein anderes Verhalten zu erkennen. Die AFM Kopplung wird einzig durch eine Komponente senkrecht zum Feld erzeugt, da die halbzahligen Reflexe nur im SF Kanal auftreten. Durch die Simulation der Reflektivität ergibt sich, dass die Domänen mit dem Feld ausgerichtet sind, und die AFM Kopplung durch eine kleine Verkipfung zur Feldrichtung realisiert wird.

Für die Bestimmung der lateralen Korrelationslängen ist bei dieser Probe die Statistik leider etwas zu schlecht. Durch den Zeitmangel wurde die Priorität darauf gelegt, jeweils den kompletten Bereich bis 8° für den qualitativen Temperaturverlauf aller 3 Reflexarten zu messen. Bei der 20 mT Messung liegt jedoch eindeutig kein reiner Abfall der Intensität vor. Dies kann man auch in Abbildung 3.30 erkennen, wo der nicht-spekulären Streifen nach außen hin z.B. von grün nach gelb wechselt. Es könnte ein Indiz dafür sein, dass die Domänen soweit korreliert sind, dass eine laterale Struktur, und somit Selbstordnung, vorhanden ist. Ob dies auch bei den anderen Messungen der Fall ist, ist aufgrund der Statistik nicht eindeutig zu beantworten.

Im Gegensatz zur $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_5]$ Probe, bei der der Propagationsvektor der inkomensurablen Struktur mit der Temperatur variiert, ähnlich dem einkristallinen Erbium, nimmt er bei den gemessenen Temperaturen bei dieser Probe nur 2 unterschiedliche Werte an. Dabei liegt der Reflex bei den Temperaturen, wo auch die AFM Kopplung vorliegt, bei $q_z \approx 3, 5 \frac{2\pi}{D}$ und sonst bei $q_z = 4 \frac{2\pi}{D}$.

Der Abfall der makroskopischen Magnetisierung bei kleinem angelegtem Feld (siehe Abbildung 3.5) unterhalb von $T \approx 65$ K wird nach den Neutronendaten nicht durch eine AFM Ordnung verursacht, sondern wahrscheinlich durch erhöhte magnetische Fluktuationen. Dafür spricht, dass die diffuse Streuung unterhalb von 67 K größer wird. Die thermische Hysterese der Magnetisierung hingegen könnte durch die AFM Ordnung verursacht werden. In dem Temperaturbereich, wo sie laut Neutronendaten vorliegt, ist auch die makroskopische Magnetisierung kleiner. Bei hohem angelegtem Feld ist die Magnetisierung während des Heizens jedoch größer als beim Kühlen. Da hierbei allerdings die AFM Ordnung nur eine Komponente senkrecht zum Feld hat und die Intensität der ganzzahligen Reflexe im NSF Kanal im Gegensatz zu den Messungen bei kleinem Feld nicht abnimmt, ist dies kein Widerspruch.

4 Zusammenfassung und Fazit

In dieser Arbeit wurde die magnetische Ordnung dreier unterschiedlicher Er/Tb-Schichtsysteme untersucht. Dazu wurden sie zum einen mittels temperatur- und magnetfeldabhängiger SQUID-Messungen makroskopisch charakterisiert. Zum anderen gab bei zwei Proben die diffuse Streuung polarisierter Neutronen unter streifendem Einfall Einblicke in die Domänenstruktur.

Die temperaturabhängigen Magnetisierungsmessungen spiegeln den großen Unterschied im magnetischen Verhalten der drei Proben wider. Das erste auffällige Merkmal ist die Reduzierung der Ordnungstemperatur zwischen para- und ferromagnetischer Phase mit abnehmendem Terbiumanteil. Außerdem wird das Verhalten beim Übergang weniger kritisch. Dies verdeutlicht die veränderte Umgebung des Terbiums. Neben dem unterschiedlichen qualitativen Verlauf der Magnetisierung der drei Proben, differiert auch die Lage der Kühlkurve relativ zur Heizkurve. Während mit kleinem angelegten Feld bei der Probe mit dem größten Terbiumanteil die Magnetisierung beim Kühlen stets kleiner als beim Heizen ist, verhält es sich bei der Probe mit dem kleinsten Terbiumanteil genau umgekehrt. Die dritte Probe weist ein Verhalten dazwischen auf. Die große Temperaturhysterese zeigt, wie sehr die magnetische Ordnung von der thermischen Vorgeschichte der Proben abhängt.

Bei einem größeren angelegten Feld von 80 mT unterscheidet sich die Magnetisierungskurve der $[\text{Er}_{22}|\text{Tb}_{22}]$ Probe kaum noch von der eines Ferromagneten. Dies steht ganz im Gegensatz zur $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_5]$ Probe, deren Magnetisierung auch bei 300 mT noch ein komplizierten Verlauf aufweist. Da die Probe mit dem meisten Erbium auch die meisten Ordnungsübergänge aufweist, ist davon auszugehen, dass die magnetischen Phasen des einkristallinen Erbiums sich hierin widerspiegeln. So fällt die Magnetisierung während des Kühlens unterhalb von ca. 50 K ab. Dies fällt zusammen mit der Übergangstemperatur zur helixförmigen Ordnung der Basisebenenkomponente des Erbiums. Es ist daher zu vermuten, dass diese Ordnung zu magnetischen Fluktuationen führt, welche den Abfall der Magnetisierung bewirken. Erst ein Feld größer als 100 mT ist in der Lage diese Fluktuationen zu unterdrücken. Das Vorhandensein dieser Fluktuationen zeigt sich außerdem durch das Auftreten der diffusen Streuung bei den Neutronenstreuungsmessungen mit kleinen Feldern.

Die meisten magnetfeldabhängigen Messungen zeigen ein unauffälliges Verhalten. Bei allen drei Proben nehmen Sättigungsmagnetisierung, Remanenz und Koerzitivfeldstärke mit abnehmender Temperatur zu. Dies ist ein Zeichen für die größer werdende Ordnung in den Schichtsystemen. Dass bei der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_5]$ Probe die Magnetisierung zur Sättigung hin ein sehr asymptotischen Verhalten aufweist, kann darauf zurückgeführt werden, dass sich die Momente der helixförmigen Ordnung nur langsam mit dem Feld ausrichten. Dagegen ist der Verlauf bei der terbiumreichsten Probe um die Koerzitivfeldstärke herum eher sprunghaft, ähnlich wie bei einem Ferromagneten. Die interessanteste Hysterese ist die der erbiumreichsten Probe bei 10 K. Sie weist sechs Steigungswechsel auf. Dieser Verlauf gleicht dem einer 90° -Kopplung.

Inwiefern hierbei die c -Achsenkomponente der Erbiummomente einen Einfluss hat, kann anhand der in dieser Arbeit gemachten Messungen nicht beurteilt werden. Dazu müssten weitere durchgeführt werden, bei denen diese Komponente sowohl temperatur- wie auch magnetfeldabhängig bestimmt wird. Es wäre außerdem interessant Messungen vorzunehmen, bei denen das Feld senkrecht zur gemessenen Magnetisierung angelegt ist.

Die Neutronenstreudaten der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_{10}]$ Probe und der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_5]$ Probe verdeutlichen die Koexistenz verschiedener magnetischer Ordnungen. Zum einen liegt eine langreichweitige FM Ordnung der Terbiumschichten in beiden Proben vor, so wie es von den Magnetisierungsmessungen zu erwarten ist. In Wachstumsrichtung ergibt sich auflösungsbedingt, dass die Ordnung über mehr als 20 Doppellagen kohärent ist. Bei tiefen Temperaturen werden die Terbiumschichten AFM gekoppelt. Die Korrelationslänge ξ_z ist mit ungefähr 5-7 Doppellagen wesentlich geringer als bei der FM Ordnung. Bei der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_5]$ Probe wurde die laterale Korrelationslänge zu $\xi_x = 500 - 600$ nm bestimmt. Bei der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_{10}]$ Probe ist kein Abfall der Intensität entlang q_x zu erkennen. Bei der 20 mT Messung sind sogar zwei Peaks vorhanden. Dies ist ein Indiz dafür, dass eine lateral korrelierte Struktur vorliegt. Ob dieses Verhalten auch bei den anderen angelegten Magnetfeldern vorliegt, kann aufgrund der Statistik nicht beantwortet werden. Somit ist es von großem Interesse, weitere Messungen durchzuführen, bei denen zusätzlich ein größerer Bereich in q_x -Richtung erfasst wird, um zu erfahren, ob tatsächlich eine Selbstordnung der Domänen vorliegt.

Außer bei der Messung mit dem höchsten Feld, haben die AFM Domänen sowohl eine Komponente entlang des Feldes, wie auch senkrecht dazu. Es ist naheliegend, dass die Domänen sich entlang der magnetisch leichten Achsen ausrichten. Dass hierbei auch eine geringe Intensität der ganzzahligen Reflexe vorhanden ist, ist darauf zurückzuführen, dass das äußere Feld die Momente ein wenig in seine Richtung zieht, wodurch eine kleine Nettomagnetisierung entsteht. Bei der 338 mT Messung hingegen ist das Feld so groß, dass lediglich die Komponente

senkrecht zu diesem AFM gekoppelt ist. Die Anpassung der Reflektivität ergab eine Verkipfung um 3° zum angelegten Feld.

Ab 81 K liegt bei beiden Proben zusätzlich eine modulierte Ordnung vor. Diese besitzt einen Propagationsvektor, der prinzipiell inkommensurabel zur Übergitterstruktur ist. Der Vektor variiert, ähnlich wie beim Erbium, mit der Temperatur. Bei der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_5]$ Probe sind ξ_x und ξ_z von der gleichen Größenordnung wie bei der AFM Ordnung. Bei der $[\text{Er}_{21}|\text{Tb}_{10}]$ Probe ist auffällig, dass der entsprechende Reflex der Modulation, bei Temperaturen wo die FM Ordnung vorliegt, bei einem ganzzahligen Wert von $q_z[\frac{2\pi}{D}]$ liegt. Dagegen liegt er dort, wo die AFM Kopplung auftritt, bei einem halbzahligen Wert von q_z . Anhand dessen ist zu vermuten, dass die AFM Kopplung in engem Zusammenhang mit der modulierten Ordnung und dessen Gesamtdrehwinkel steht. In reinem Erbium hat der Propagationsvektor einen Wert von $\frac{5}{21} \frac{2\pi}{c}$ [11]. Dies entspricht einem Gesamtdrehwinkel von 5π über 21 Atomlagen, was einer AFM Kopplung benachbarter Terbiumlagen entgegen käme. Um ein tieferes Verständnis hierüber zu erlangen, sollte die genaue Temperaturabhängigkeit des Propagationsvektors gemessen werden. Zur Vervollständigung sollte außerdem die $[\text{Er}_{22}|\text{Tb}_{22}]$ Probe mittels polarisierter Neutronen unter streifendem Einfall gemessen werden.

Abschließend bleibt festzuhalten, dass das Er|Tb-Schichtsystem sehr komplex ist. Die Konkurrenz zwischen unterschiedlichen Anisotropien, Austauschwechselwirkung und Zeemanenergie führt zu neuartigen magnetischen Ordnungen. Es bedarf weiterer Bemühungen, um die komplizierten Phasendiagramme des Systems zu verstehen.

Literaturverzeichnis

- [1] *Magnetic Property Measurement System-Continuous Low-Temperature Control Option-User's Manual.*
- [2] BAIBICH, M. N., J. M. BROTO, A. FERT, F. NGUYEN VAN DAU, F. PETROFF, P. EITENNE, G. CREUZET, A. FRIEDERICH und J. CHAZELAS: *Giant Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices.* Phys. Rev. Lett., 61:2472–2475, 1988.
- [3] BINASCH, G., P. GRÜNBERG, F. SAUERBACH und W. ZINN: *Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer exchange.* Phys. Rev. B, 39:4828–4830, 1989.
- [4] BLUNDELL, S.: *Magnetism in Condensed Matter.* Oxford University Press, NY, 2006.
- [5] BRYN-JACOBSEN, C., R. A. COWLEY, D. F. MCMORROW, J. P. GOFF, R. C. C. WARD und M. R. WELLS: *Coherent magnetic structures in terbium/holmium superlattices.* Phys. Rev. B, 55:14360–14369, 1997.
- [6] BRÜCKEL, TH.: *Neutron Scattering-Laboratory Course-Lectures.* (Hrsg.) Th. Brückel, G. Heger, D. Richter, R. Zorn, Schriften des Forschungszentrums Jülich, 2008.
- [7] BRÜCKEL, TH. und E. KENTZINGER: *Magnetische Schichtsysteme, Kapitel B3.* Schriften des Forschungszentrums Jülich, Reihe Materie und Material Band 2, 1999.
- [8] COOPER, B. R.: *Magnetic Properties of Rare Earth Metals.* (Hrsg.) Elliot, R. J., Plenum Press, NY, 1972.
- [9] DIANOUX, A. und G. LANDERS (Hrsg.): *Neutron Data Booklet.* Institut Laue-Langevin, 2002.
- [10] ELLIOT, R. (Hrsg.): *Magnetic Properties of Rare Earth Metals.* Plenum Press, NY, 1972.
- [11] GIBBS, D., J. BOHR, J. D. AXE, D. E. MONCTON und K. L. D'AMICO: *Magnetic structure of erbium.* Physical Review B, 34(11):8182–8185, 1986.

-
- [12] GRÜNBERG, P.: *Magnetische Schichtsysteme, Kapitel B9*. Schriften des Forschungszentrums Jülich, Reihe Materie und Material Band 2, 1999.
- [13] JENSEN, J. und A. R. MACKINTOSH: *Rare Earth Magnetism*. Oxford University Press, NY, 1991.
- [14] KENTZINGER, E.: *Neutron Scattering-Laboratory Course-Lectures*. (Hrsg.) Th. Brückel, G. Heger, D. Richter, R. Zorn, Schriften des Forschungszentrums Jülich, 2008.
- [15] KENTZINGER, E., U. RÜCKER, B. TOPERVERG, F. OTT und T. BRÜCKEL: *Depth-resolved investigation of the lateral magnetic correlations in a gradient nanocrystalline multilayer*. Phys. Rev. B, 77:104435, 2008.
- [16] KOEHLER, W.: *Magnetic Properties of Rare Earth Metals*. (Hrsg.) Elliot, R. J., Plenum Press, NY, 1972.
- [17] MAJKRZAK, C. F., J. W. CABLE, J. KWO, M. HONG, D. B. MCWHAN, Y. YAFET, J. V. WASZCZAK und C. VETTIER: *Observation of a Magnetic Antiphase Domain Structure with Long-Range Order in a Synthetic Gd-Y Superlattice*. Phys. Rev. Lett., 56:2700–2703, 1986.
- [18] PARRATT, L. G.: *Surface Studies of Solids by total Reflection of X-Rays*. Physical Review, 95:359–369, 1954.
- [19] PRICE, E. (Hrsg.): *International Tables for Crystallography, Volume C*. International Union of Crystallography, 2004.
- [20] RÜCKER, U., B. ALEFELD, W. BERGS, E. KENTZINGER und T. BRÜCKEL: *The new polarized neutron reflectometer in Jülich*. Physica B, 276-278:95–97, 2000.
- [21] SALAMON, M. B., S. SINHA, J. J. RHYNE, J. E. CUNNINGHAM, R. W. ERWIN, J. BORCHERS und C. P. FLYNN: *Long-Range Incommensurate Magnetic Order in a Dy-Y Multilayer*. Phys. Rev. Lett., 56:259–262, 1986.
- [22] SEARS, V. F.: *Neutron scattering lengths and cross sections*. Neutron News, 3(3), 1992.
- [23] SIMPSON, J. A., D. F. MCMORROW, R. A. COWLEY, D. A. JEHAN, R. C. C. WARD, M. R. WELLS und K. N. CLAUSEN: *Competing Anisotropies in Holmium-Erbium Superlattices*. Phys. Rev. Lett., 73:1162–1165, 1994.
- [24] VOIGT, J.: *Elementspezifische Magnetisierungsdichteverteilung in Seltenen-Erd-Übergittern*. Diplomarbeit, RWTH Aachen, 2000.

-
- [25] VOIGT, J.: *Magnetische Strukturen in [Er/Tb]-Schichtsystemen*. Doktorarbeit, RWTH Aachen, 2003.
- [26] VOIGT, J., E. KENTZINGER, U. RÜCKER, W. SCHWEIKA, D. WERMEILLE, W. SCHMIDT und T. BRÜCKEL: *Structural and magnetic properties of [Er/Tb] multilayers*. Eur. Phys. J. B, 49:441–451, 2006.
- [27] YAFET, Y., J. KWO, M. HONG, C. F. MAJKRZAK und T. O'BRIEN: *Interlayer exchange in magnetic superlattices*. J. Appl. Phys., 63:3453–3457, 1988.
- [28] YAMAZAKI, H., Y. TANAKA und K. KATSUMATA: *Competing magnetic anisotropies in Er/Tb multilayers*. JMMM, S. 1207–1208, 1998.
- [29] YAMAZAKI, H., Y. TANAKA, M. MATSUDA, K. KATSUMATA und M. REEHUIS: *Magnetic Structures of an Er/Tb Superlattice Studied by Neutron Diffraction*. phys. stat. sol. (b), 228:741–750, 2001.
- [30] ZORN, R.: *Magnetische Schichtsysteme, Kapitel A6*. Schriften des Forschungszentrums Jülich, Reihe Materie und Material Band 2, 1999.

Danksagung

Mein größter Dank geht an Herrn Prof. Dr. Thomas Brückel, der mir diese Diplomarbeit am Institut für Festkörperforschung ermöglicht hat. Ohne seine Unterstützung hätte ich die Arbeit in dieser Form nicht anfertigen können.

Ganz herzlich möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr. Uwe Klemradt dafür bedanken, dass er die Zweitkorrektur übernommen hat.

Bei Dr. Jörg Voigt möchte ich mich für die Betreuung bei dieser Arbeit bedanken. Seine fachliche Anleitung hat maßgeblich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Danke an die Drei vom TREFF: Dr. Stefan Mattauch, Dr. Denis Korolkov und DI Harald Schneider, ohne deren tatkräftige Hilfe die Messzeiten nicht möglich gewesen wären.

Danke an Berthold Schmitz, der stets ein offenes Ohr für technische Probleme hatte.

Danke an Dr. Ulrich Rücker, Dr. Emmanuel Kentzinger, Artur Glavic, Joost de Groot und Daniel Schumacher für die vielen fachlichen Diskussionen. Ein besonderer Dank geht dabei an Emmanuel und Artur für die Bereitstellung der Auswertungsprogramme.

Paul Zakalek und Erik Rosén danke ich für die Teeversorgung.

Ein Dank geht an das gesamte Institut für Streumethoden für die angenehme Arbeitsatmosphäre.

Ein besonderer Dank gilt Mathias Meyer, meinem Fels in der Brandung.

Last but not least möchte ich meiner Familie für die Geduld und Unterstützung jeglicher Art danken.