

Gedehnte epitaktische Fe-Co-X-Schichten ($X = \text{B, C, N}$) mit erhöhter magnetischer Anisotropie

Dissertation

Zur Erlangung des akademischen Grades

Doktoringenieur

(Dr.-Ing.)

vorgelegt

der Fakultät Maschinenwesen

der Technischen Universität Dresden

von

Albrecht Ludwig Reichel

geboren am 13. Juni 1985 in Dresden

Tag der Einreichung: 13.10.2015

Tag der Verteidigung: 13.01.2016

1. Gutachter: Prof. Dr. Ludwig Schultz, Technische Universität Dresden

2. Gutachter: Prof. Dr. Andreas Hütten, Universität Bielefeld

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Grundlagen	3
2.1	Das Legierungssystem Eisen-Kobalt: Phasenbildung und magnetische Eigenschaften	3
2.2	Magnetische Anisotropie als Voraussetzung für Permanentmagnete	5
2.3	Einstellung hartmagnetischer Eigenschaften in Fe-Co durch Dehnung	9
2.4	Wachstum und Dehnung epitaktischer Schichten	11
2.4.1	Kohärentes Schichtwachstum am Beispiel des Bain-Pfades	12
2.4.2	Gitterrelaxation in gedehnten Schichten	14
2.4.3	Konzepte zur Stabilisierung der Dehnung im Kristallgitter	17
3	Experimentelle Methoden	21
3.1	Schichtherstellung	21
3.1.1	Gepulste Laserabscheidung	21
3.1.2	Kombinatorische magnetfeldunterstützte Kathodenzerstäubung	23
3.2	Strukturanalyse	24
3.2.1	Röntgendiffraktometrie	24
3.2.2	Reflexion und Beugung hoch-energetischer Elektronen	26
3.2.3	Transmissions-Elektronen-Mikroskopie	28
3.3	Charakterisierung der Schichtzusammensetzung	29
3.3.1	Energiedispersive Röntgenspektroskopie	29
3.3.2	Elektronenspektroskopie	29
3.4	Morphologie der Schichtoberflächen	32
3.5	Magnetische Charakterisierung	32
3.5.1	Magnetische Rasterkraftmikroskopie	33
3.5.2	Vibrationsprobenmagnetometrie	33
3.5.3	Anomaler Hall-Effekt	34
3.5.4	Zirkularer magnetischer Röntgendiffraktometrie	35
3.5.5	Ferromagnetische Resonanz	36

4	Induzierung von Dehnung über eine Pufferschicht	37
4.1	Geeignete Pufferschichten zur Induzierung einer Gitterdehnung	37
4.2	Relaxation induzierter Dehnung in binären Fe-Co-Schichten	44
4.2.1	In-situ-Beobachtung der Gitterrelaxation	44
4.2.2	Eigenschaften relaxierter Fe-Co-Schichten	48
5	Fe-Co-X-Schichten mit spontaner Dehnung	53
5.1	Spontane Dehnung des Fe-Co-Gitters nach Zulegierung von Kohlenstoff . .	53
5.1.1	Gitterrelaxation in Fe ₄₀ Co ₆₀ -Schichten mit 2 at% C während der Schichtabscheidung	54
5.1.2	Strukturelle und magnetische Eigenschaften spontan gedehnter Fe-Co-C-Schichten	59
5.1.3	Einfluss des Pufferschichtgitterparameters auf die magnetischen Ei- genschaften der Fe-Co-C-Schichten	72
5.1.4	Zusammenfassung und Einordnung spontan gedehnter Fe-Co-C- Schichten	76
5.2	Konzepte zur Erhöhung der spontanen Dehnung	78
5.2.1	Weitere ternäre Legierungen Fe-Co-X mit spontaner Dehnung . . .	78
5.2.2	Erhöhung des Borgehalts	82
5.2.3	Einfluss des Fe/Co-Verhältnisses in Schichten mit 4 at% B	93
5.2.4	Quaternäre epitaktische Fe-Co-X-Y-Schichten	94
6	Fe-Co-X/Au-Cu-Vielschichtsysteme	99
6.1	Minimale Lagendicken für epitaktisches Wachstum	100
6.2	Spannungsabbau in den Vielschichtsystemen	105
6.3	Magnetische Eigenschaften der verspannten Vielschichtsysteme	108
7	Zusammenfassung und Ausblick	115
	Literaturverzeichnis	I
	Anhang	XV
	Eigene Veröffentlichungen	XXI
	Eigene Patentanmeldung	XXIII
	Danksagung	XXV
	Erklärung	XXVII

1 Einleitung

Das Ende des fossilen Zeitalters rückt näher [1–3]. Ressourcenverknappung [4, 5] und die immer offener zu Tage tretenden Folgen für Umwelt und Klima [6, 7] machen einen Umstieg auf saubere Technologien notwendig und stellen die Wissenschaft vor bedeutende Fragen. Eine wesentliche Aufgabenstellung ist dabei die vielseitige und effiziente Nutzung und Umwandlung elektrischer Energie. Das Umweltbundesamt prognostiziert [3], dass ihre Bedeutung in den kommenden Jahrzehnten deutlich steigen wird. Insbesondere für den Verkehrssektor und mobile Anwendungen im Allgemeinen wird deutlich mehr Strom benötigt. Neben der Gewinnung elektrischer Energie aus kinetischer Energie, wie sie schon heute in jedem Generator eines konventionellen Kraftwerks erfolgt, ist besonders eine effektive und flexible Rückumwandlung elektrischer Energie in Bewegungsenergie gefordert. Ein Beispiel für die letztgenannte Umwandlung sind elektrische Antriebe (Elektromotoren), die die in vielen Bereichen noch vorherrschenden Verbrennungsmotoren des fossilen Zeitalters weitgehend verdrängen werden [3, 8].

Für Energiewandler wie Elektromotoren und Generatoren werden zur Bereitstellung der genutzten Magnetfelder Dauermagnete benötigt. In Generatoren kann so auf eine zusätzliche Stromzufuhr verzichtet werden. Neben einer hohen Magnetisierung erfordern Permanentmagnete eine große magnetische Anisotropie. Seltenerdlegierungen wie $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ oder $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ kombinieren beide Eigenschaften und sind heute der 'Goldstandard' unter den hartmagnetischen Werkstoffen [9]. In den letzten Jahren haben sich für die benötigten Seltenelemente jedoch Grenzen in der Verfügbarkeit angedeutet [10, 11]. Die resultierenden enormen Preisinstabilitäten treiben das Interesse an alternativen Materialien, die vergleichbare magnetische Eigenschaften bei ausreichender Verfügbarkeit bereitstellen können. Die Legierung Eisen-Kobalt (Fe-Co) gilt dabei als vielversprechender Kandidat. Einerseits besitzt Fe-Co ein sehr hohes intrinsisches magnetisches Moment und kommt daher prinzipiell für jede Art von magnetischer Anwendung in Frage [12–14]. Andererseits wird für tetragonal gedehnte Fe-Co-Kristallgitter eine sehr hohe magnetokristalline Anisotropie, vergleichbar mit der der Seltenerdlegierungen, vorhergesagt [15–17].

Da Fe-Co im kubischen Gleichgewichtszustand eine verschwindend kleine magnetische Kristallanisotropie aufweist [18] und deshalb vor allem als weichmagnetischer Werkstoff bekannt ist, ist die genannte Dehnung zur Realisierung dauermagnetischer Eigenschaften essentiell. Der am weitesten verbreitete Ansatz zur Dehnung des Fe-Co-Gitters ist dessen

epitaktische Abscheidung als dünne Schicht auf Pufferschichten aus Pd [19], Rh [20–22] oder Ir [23, 24]. Kohärentes Aufwachsen mit einer Übernahme der Gitterparameter des Puffermaterials in der Schichtebene vorausgesetzt, werden in den Fe-Co-Schichten abhängig von der jeweiligen Pufferschicht diskrete Dehnungen induziert. Ein wesentlicher Nachteil dieses Ansatzes ist jedoch die Relaxation der induzierten Dehnung, die innerhalb weniger abgeschiedener Monolagen erfolgt [25]. Die hohe magnetische Anisotropie ist deshalb an die Grenzflächen gekoppelt und auf dünnste Schichten begrenzt.

Diese Arbeit untersucht zunächst die Grenzen des Konzeptes der induzierten Dehnung (Kapitel 4). Pufferschichten aus $\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$ -Legierungen wurden entwickelt [26], um nicht nur diskrete tetragonale Verzerrungen einzustellen, sondern den für das kohärente Wachstum von Fe-Co relevanten lateralen Gitterparameter $a_{\text{Au-Cu}}$ kontinuierlich zu variieren. Zielstellung der vorliegenden Dissertation war es insbesondere, in Schichten auf Basis von Fe-Co ein alternatives Konzept zur Stabilisierung der Dehnung und der hohen magnetokristallinen Anisotropie zu untersuchen. Theoretische Berechnungen sagen für ternäre Fe-Co-X-Legierungen, in denen oktaedrische Zwischengitterplätze von kleinen Atomen (X) wie C oder B besetzt sind, eine spontane uniaxiale Dehnung voraus [27, 28]. Diesem Ansatz folgend wird in dieser Arbeit geprüft, in wieweit eine tetragonale Symmetrie des Gitters bis zu deutlich höheren Schichtdicken als in Schichten mit induzierter Dehnung erhalten werden kann. Kapitel 5 konzentriert sich auf die spontan gedehnten Schichten und diskutiert Möglichkeiten der weiteren Steigerung der magnetokristallinen Anisotropie sowie deren Grenzen. Abschließend werden Fe-Co-B/Au-Cu-Vielschichtsysteme vorgestellt (Kapitel 6), die mit dem Ziel untersucht wurden, den hohen Beitrag der Grenzflächen zur magnetischen Anisotropie für Schichten mit einer größeren Gesamtdicke zu nutzen. Außerdem ermöglicht dieser Ansatz eine genauere Beschreibung und Eingrenzung der Ursachen für die hohen Grenzflächenbeiträge.

Im folgenden Kapitel werden zunächst die werkstoffwissenschaftlichen Grundlagen einzelner Teilaspekte der Arbeit vorgestellt und die nachfolgenden Untersuchungen weiter motiviert. Im anschließenden Kapitel 3 werden die genutzten experimentellen Verfahren zur Präparation der Legierungsschichten sowie die angewandten Methoden zur strukturellen, chemischen und magnetischen Charakterisierung vorgestellt.

2 Grundlagen

2.1 Das Legierungssystem Eisen-Kobalt: Phasenbildung und magnetische Eigenschaften

Im thermischen Gleichgewicht liegt die Legierung Fe-Co bei Raumtemperatur über einen weiten Zusammensetzungsbereich als ungeordnete oder geordnete Phase mit kubischer Gittersymmetrie vor. Lediglich unterhalb eines Fe-Gehalts von 23 at% tritt zunächst ein Phasengemisch mit hexagonal dichtest gepacktem (hdp) α -Co auf, bevor Letzteres bei weniger als 12 at% Fe einphasig vorliegt. Das Phasendiagramm [29] in Abb. 2.1 veranschaulicht die Stabilitätsgrenzen. Im Temperaturbereich unterhalb des Stabilitätsbereichs des kubisch flächenzentrierten (kfz) Austenits ist bei einem Fe-Gehalt von über 30 at% zunächst die α -Phase mit kubisch raumzentrierter (krz) Gitterstruktur stabil. Werden durch hohe Abkühlraten Diffusionsprozesse verhindert, liegt die ungeordnete krz-Phase auch bei Raumtemperatur vor. Soweit nicht anders aufgeführt, bezieht sich der Term Fe-Co im Rahmen dieser Arbeit immer auf diesen Einphasenbereich mit krz-Struktur als (meta-)stabilen Gleichgewichtszustand. Unterhalb von 733 °C [30] kann bei ausreichender thermischer Aktivierung ungeordnetes α -Fe-Co durch Diffusion zu α' -Fe-Co, das auch als B2-Phase bezeichnet wird, ordnen. Die Einheitszelle eines solchen chemisch geordneten Gitters mit CsCl-Struktur ähnelt der einer krz-Struktur. Sie ist ebenfalls kubisch, jedoch werden die raumzentrierten und die Eckpositionen von chemisch unterschiedlichen Atomen, Fe bzw. Co, besetzt. Der Einfluss der kristallographischen Ordnung auf die Gitterparameter des Fe-Co ist sehr gering [31–33].

Fe-Co ruft insbesondere aufgrund seines hohen intrinsischen magnetischen Moments ein besonderes wissenschaftliches Interesse hervor. Das Maximum der Slater-Pauling-Kurve, in der das atomare magnetische Moment für die Übergangsmetalle in Abhängigkeit der Summe ihrer 4s- und 3d-Elektronen aufgetragen ist (Abb. 2.2), befindet sich bei einem Legierungsanteil um 30 at% Co [12–14]. Bis zu einem Co-Gehalt von 75 at% liegt eine Sättigungsmagnetisierung $\mu_0 M_S$ von über 2 T vor [12, 13]. Diese in Volumenproben unübertroffene Eigenschaft begründet die Attraktivität der Legierung für magnetische Werkstoffe [34, 35]. Eine hohe Magnetisierung erlaubt die starke Konzentration des magnetischen Flusses und ermöglicht somit die Übertragung von hohen Kräften und Momen-

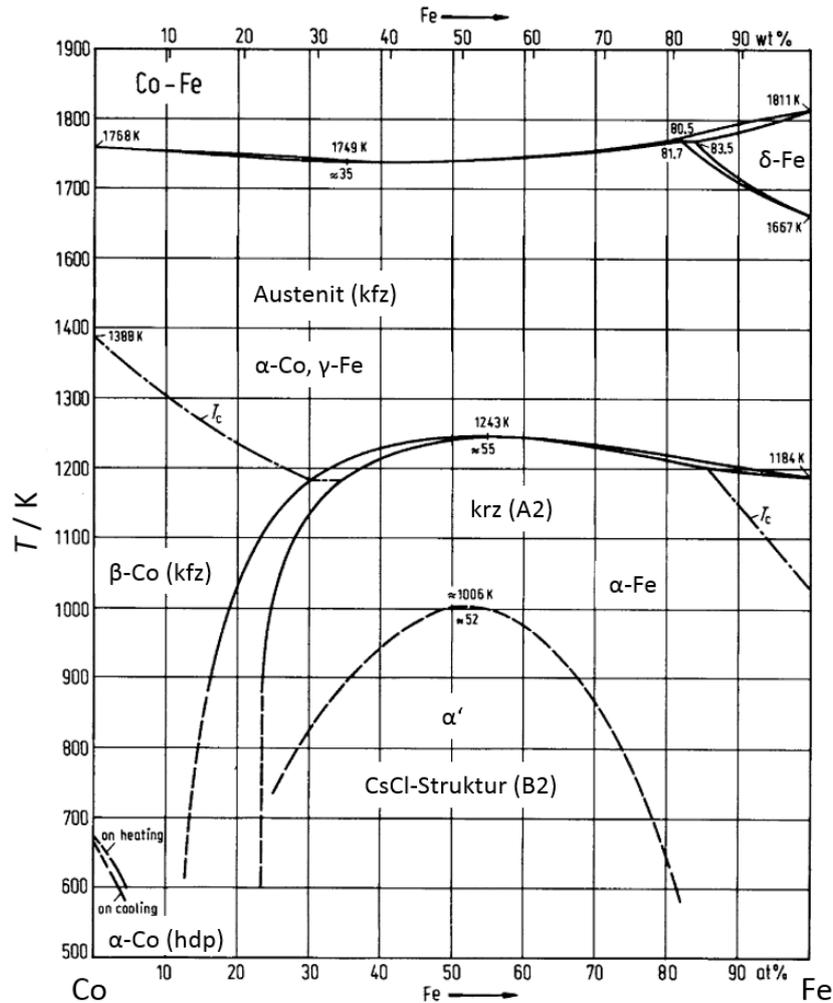


Abb. 2.1 – Gleichgewichtsphasendiagramm für das binäre Legierungssystem Fe-Co (nach Ref. [29]).

ten. Fe-Co-Legierungen können beispielsweise als Magnetkerne für Elektromotoren oder als Transformatorenbleche eingesetzt werden. Ein Nulldurchgang der magnetokristallinen Anisotropie bei etwa 40 at% Co [36] ist eine günstige Voraussetzung für die genannten Anwendungen als weichmagnetische Legierung. In silizium- oder borhaltigen metallischen Gläsern auf Fe-Co-Basis kann bei verschwindender magnetokristalliner Anisotropie zusätzlich eine vergleichsweise geringe Magnetostriktion eingestellt werden [34, 37], wie sie für dynamische Anwendungen erforderlich ist. Ein Beispiel für eine Anwendung im Hochfrequenzbereich sind Schreib-Lese-Köpfe für Festplatten, für deren Kern nanokristalline Fe-Co-B-Si-Legierungen mit sehr hoher Suszeptibilität in Frage kommen [34, 38].

Trotz der herausragenden magnetischen Eigenschaften in Bezug auf die Sättigungsmagnetisierung finden Fe-Co-Legierungen bisher keine Berücksichtigung als hartmagnetische Werkstoffe. Die Ursache ist die geringe magnetische Kristallanisotropie von Fe-Co, auf die im folgenden Abschnitt eingegangen wird. Eine Ausnahme sind Alnico- und Fe-Cr-Co-Permanentmagnete, deren verhältnismäßig hohes maximales Energieprodukt auf der

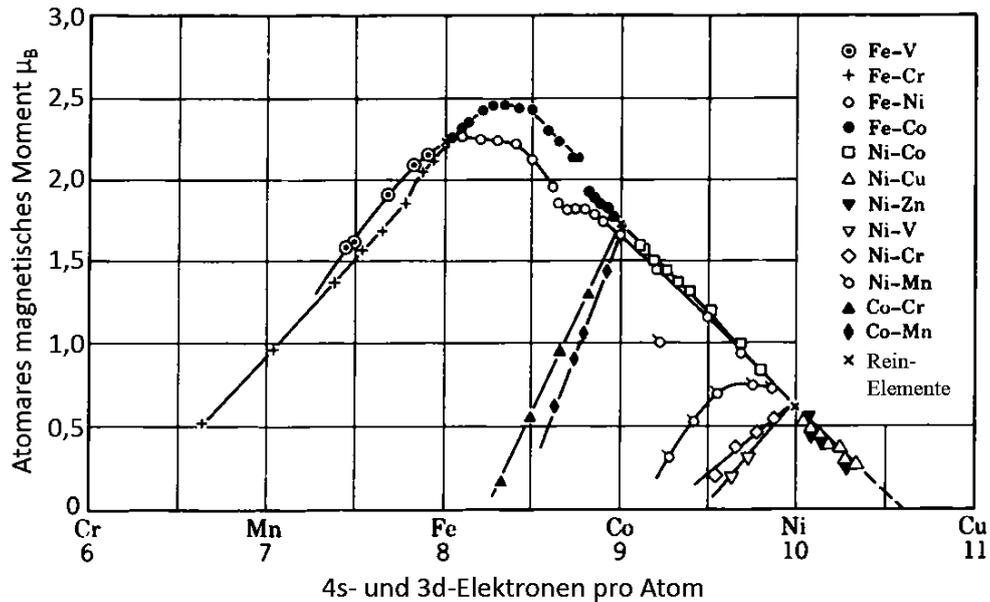


Abb. 2.2 – Atomares magnetisches Moment der Übergangsmetalle und ihrer Legierungen in Abhängigkeit der Summe ihrer 4s- und 3d-Elektronen (Slater-Pauling-Kurve) (nach [39]).

Formanisotropie von in einer Matrix eingebetteten nadelförmigen Ausscheidungen beruht und nicht auf deren magnetokristalliner Anisotropie [34, 40].

2.2 Magnetische Anisotropie als Voraussetzung für Permanentmagnete

Die Energie, die erforderlich ist, um die Magnetisierung M_S mit einem äußeren Magnetfeld aus der magnetisch leichten in die schwere Richtung zu drehen, wird als Anisotropieenergie bezeichnet. Sie ist somit ein Maß für die Stabilität des Magnetisierungsvektors. Permanentmagnete erfordern einen hohen Widerstand gegen Ummagnetisierung und somit eine möglichst hohe magnetische Anisotropie.

In einer realen kristallinen Probe überlagern sich verschiedene Anisotropieterme und können mathematisch addiert werden. Für diese Arbeit sind insbesondere die magnetokristalline Anisotropie und die Formanisotropie relevant.

Die Kristallanisotropie eines homogen magnetisierten Kristalls mit tetragonaler Symmetrie und einer durch ein äußeres Magnetfeld H in die Winkel ϑ und ϕ gedrehten Magnetisierung M liefert folgenden Beitrag zur freien Energiedichte F :

$$F_{\text{Kristall}} = -K_U \cos^2 \vartheta - \frac{1}{2} K_{41} \cos^4 \vartheta - \frac{1}{8} K_{4\parallel} (3 + \cos 4\phi) \sin^4 \vartheta \quad [41]. \quad (2.1)$$

Dabei ist ϑ der Winkel zwischen M und der [001]-Richtung und ϕ der Winkel zwischen

dem in die (001)-Ebene projizierten M -Vektor und der [110]-Richtung. Abbildung 2.3 veranschaulicht die beschriebene Geometrie für eine tetragonale Symmetrie.

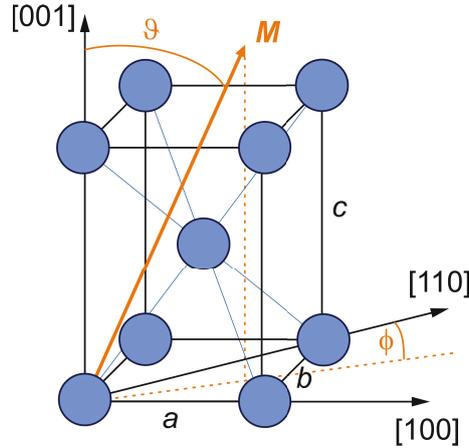


Abb. 2.3 – Einheitszelle der tetragonal raumzentrierten (trz) Kristallstruktur ($a = b$) mit der Magnetisierung M . Der azimutale (ϕ) und der polare (ϑ) Winkel der Magnetisierung sowie wichtige kristallographische Richtungen sind eingezeichnet.

K_U wird als magnetokristalline Anisotropiekonstante bezeichnet. Erfolgt die Definition des Winkels ϑ wie in Abb. 2.3 beschrieben und ist K_U positiv, ist die [001]-Richtung die magnetisch leichte Achse. Für die in dieser Arbeit diskutierten tetragonalen Kristalle ($c \neq a = b$) ist der Beitrag des quadratischen (uniaxialen) Terms $K_U \cos^2 \vartheta$ um etwa zwei Größenordnungen höher als die weiteren Beiträge vierter (oder höherer) Ordnung.

Magnetokristalline Anisotropie entsteht durch die Spin-Bahn-Kopplung im Kristall und gibt somit die Stärke der Bindung des Spinnmoments an eine Orientierung des Gitters an. In 3d-Elementen mit kubischer Symmetrie ist das Bahnmoment *gequencht*. Die Spin-Bahn-Kopplung ist somit in der Regel schwach und kann als Störung verstanden werden. Ihre Beiträge werden als Potenzen der Richtungskosinusse beschrieben, wobei der jeweils größte Beitrag von der kleinsten Potenz kommt, die kompatibel zur Gittersymmetrie ist. Gemäß der Störungstheorie geht die Spin-Bahn-Kopplung ξ ($\xi < 1$) demnach für kubische Kristalle mit der vierten Potenz in die magnetische Anisotropie ein ($K \sim \xi^4$), während sie für uniaxiale Symmetrien oder an durch Grenzflächen bestimmten ultradünnen Schichten quadratisch eingeht ($K \sim \xi^2$) [42]. Für eine kubische Symmetrie, wie sie z. B. für binäres Fe-Co im Gleichgewichtszustand vorliegt, ist die magnetokristalline Anisotropie deshalb sehr gering bzw. unterdrückt. Auf der anderen Seite kann bereits in einem Kristall mit leichter tetragonaler Verzerrung aufgrund der Spin-Bahn-Kopplung eine sehr viel größere magnetokristalline Anisotropie vorliegen [42]. Auch die, im Vergleich mit anderen Legierungen, hohe Magnetostriktion von Fe-Co [36, 43] lässt bereits eine hohe Abhängigkeit der intrinsischen magnetischen Eigenschaften von einer Gitterdehnung, also inverser Magnetostriktion, erwarten. Burkert et al. haben unter Nutzung der Dichte-Funktional-Theorie

(DFT) vorhergesagt, dass sich für Fe-Co-Kristalle mit einer bestimmten tetragonalen Dehnung eine sehr starke Spin-Bahn-Kopplung und somit auch eine hohe magnetokristalline Anisotropie ($K_U > 1 \text{ MJ/m}^3$) ergibt [15].

Die Anisotropiekonstanten $K_{4\perp}$ und $K_{4\parallel}$ in Gleichung 2.1 beschreiben Beiträge vierter Ordnung zur freien Energiedichte und werden zunächst vernachlässigt. In kubischen Kristallen ($K_4 = K_{4\perp} = K_{4\parallel}$, $K_U = 0$) beschreiben sie die Kristallanisotropie. Für kubisches $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ beträgt K_4 lediglich $-5,6 \cdot 10^3 \text{ J/m}^3$ [18]. Die magnetisch leichten Achsen von (001)-orientierten Fe-Co-Schichten in der Schichtebene (a - b -Ebene) sind aufgrund des negativen Vorzeichens von K_4 die $\langle 110 \rangle$ -Richtungen.

In dünnen Schichten ist neben der kristallinen Anisotropie die Formanisotropie K_S von hoher Bedeutung für das Magnetisierungsverhalten. Sie beschreibt den Einfluss der durch die Probengeometrie bedingten Streufelder auf die Lage der leichten Richtung der Magnetisierung. Ihr Beitrag

$$F_{\text{Form}} = K_S \cos^2 \vartheta = \frac{1}{2} \mu_0 (N_c - N_a) M_S^2 \cos^2 \vartheta \quad (2.2)$$

zur freien Energie ergibt sich aus den Abmessungen der kristallinen Probe, die in den Entmagnetisierungsfaktoren N berücksichtigt werden, und der Größe der spontanen Magnetisierung M_S . Für eine dünne und kontinuierliche $\text{Fe}_{40}\text{-Co}_{60}$ -Schicht mit $N_a = 0$ und $N_c = 1$ beträgt sie $1,75 \text{ MJ/m}^3$ ($\mu_0 M_S = 2,1 \text{ T}$ [13]). Die Schichtebene ($\vartheta = 90^\circ$) bildet die magnetisch leichte Ebene der Formanisotropie. Die kristallographische Orientierung der Schicht hat darauf keinen Einfluss. Da K_S mit M_S^2 skaliert, ist die Herausforderung, eine magnetisch leichte Achse senkrecht zur Schichtoberfläche einzustellen, für Legierungen mit hohem M_S wie Fe-Co besonders hoch.

Die Überlagerung von kristalliner Anisotropie und Formanisotropie wird mathematisch als Addition ihrer Terme beschrieben und führt für die freie Energiedichte zu

$$F = \frac{1}{2} \mu_0 (N_c - N_a) M^2 \cos^2 \vartheta - K_U \cos^2 \vartheta - \frac{1}{2} K_{4\perp} \cos^4 \vartheta - \frac{1}{2} K_{4\parallel} \frac{1}{4} (3 + \cos 4\phi) \sin^4 \vartheta \quad (2.3)$$

Demnach ergibt sich in dünnen (001)-orientierten Schichten mit tetragonaler Gittersymmetrie eine Konkurrenz zwischen der Formanisotropie, die die Magnetisierung in die Schichtebene (a - b -Ebene) dreht, und der magnetokristallinen Anisotropie, deren Achse leichter Magnetisierung senkrecht dazu liegt. Da der Beitrag der Formanisotropie für kontinuierliche Fe-Co-Schichten mit vergleichbarer Zusammensetzung konstant ist, weisen unterschiedliche Magnetisierungsverhalten auf Abweichungen der magnetokristallinen Anisotropie hin.

Im Spezialfall dünner magnetischer Schichten reichen die vorangegangenen Betrachtungen zur Einordnung der verschiedenen Anisotropieterme nicht aus. Da die Symme-

trie an Kristalloberflächen lokal verringert ist, haben Atome an den Grenzflächen einen zusätzlichen Einfluss auf die magnetische Anisotropie [42]. Für Dünnschichten müssen deshalb Anisotropiebeiträge, die von den Grenzflächen herrühren, einbezogen werden. Grenzflächenanisotropie tritt üblicherweise als uniaxiale Anisotropie mit leichter oder schwerer Richtung senkrecht zur Schichtoberfläche auf. Messungen der magnetischen Eigenschaften sind jedoch nicht auf die Grenzflächen beschränkt, sondern erfassen immer ein bestimmtes Volumen, das grenzflächenfernere Bereiche einschließt. Die Unterscheidung von magnetokristalliner Volumen- und Grenzflächenanisotropie K'_U bzw. K_{GF} ist deshalb nur eingeschränkt möglich, da experimentell lediglich eine integrale Anisotropiekonstante K_U zugänglich ist:

$$K_U = K'_U + K_{GF}/d \quad (2.4)$$

Der Beitrag von K_{GF} ist jedoch von der Schichtdicke d ($d > 0$) abhängig und verschwindet in Messungen von Schichten mit ausreichend großer Dicke. K_{GF} stellt hier die Summe der von der unteren und der oberen Schichtgrenzfläche herrührenden Grenzflächenanisotropien dar, die nicht identisch sein müssen.

Bei einer hohen Anisotropieenergie liegt ein großer Energieunterschied ΔF zwischen den Richtungen leichter und schwerer Magnetisierung vor. Eine Ummagnetisierung eines solchen Einkristalls erfährt somit einen hohen Widerstand bzw. erfordert ein hohes magnetisches Gegenfeld H_C (Koerzitivfeld). Die theoretische Obergrenze ist dabei das Anisotropiefeld [39, 44]

$$H_A = \frac{2K_U}{\mu_0 M_S} \quad . \quad (2.5)$$

Eine hohe magnetokristalline Anisotropiekonstante K_U ist deshalb die erste intrinsische Voraussetzung für gute permanent- oder dauermagnetische Eigenschaften. In einem realen polykristallinen Dauermagneten ist die Höhe des Koerzitivfeldes jedoch zu einem bedeutenden Teil extrinsisch bestimmt: Gefüge, Geometrie und Qualität der Textur bedingen, dass die maximal erreichbaren Werte für H_C den Wert von H_A deutlich unterschreiten [39]. Da der Schwerpunkt dieser Arbeit auf der Optimierung von H_A liegt, soll hier auf eine genauere Erklärung der verschiedenen Einflüsse verzichtet werden.

Ein Kriterium für die Qualität eines realen Dauermagnetwerkstoffes ist das Energieprodukt BH_{\max} , das die maximal gespeicherte Energie quantifiziert. Unter der Voraussetzung eines ausreichend großen Koerzitivfeldes ($\mu_0 H_C > \frac{1}{2} \mu_0 M_S$) ergibt sich das maximal mögliche Energieprodukt zu

$$BH_{\text{th,max}} = \frac{1}{4} \mu_0 M_S^2 \quad . \quad (2.6)$$

Neben einer hohen magnetischen Anisotropie ist somit eine hohe Sättigungsmagnetisierung $\mu_0 M_S$ die zweite intrinsische Voraussetzung für einen guten Permanentmagneten. Die Legierung Fe-Co ist, zumindest diese zweite Voraussetzung betreffend, vielversprechend.

Allein die magnetische Sättigung einbeziehend [13] ergibt sich nach Gl. 2.6 für $\text{Fe}_{70}\text{Co}_{30}$ ein maximales theoretisches Energieprodukt von 1080 kJ/m^3 . Dieser Wert übertrifft den der derzeit gängigen $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ -Dauermagnete [45] ($BH_{\text{th,max}} = 512 \text{ kJ/m}^3$) deutlich. Da Fe-Co jedoch die erstgenannte intrinsische Voraussetzung, eine hohe magnetokristalline Anisotropie, noch nicht erfüllt, sind Berechnungen seines Energieprodukts lediglich „Gedankenspiele“, können aber das enorme theoretische Potential der Legierung aufzeigen.

Die Einstellung einer hohen intrinsischen magnetischen Anisotropie ist im Hinblick auf Fe-Co als etwaiges dauermagnetisches Material somit essentiell. Dünne kontinuierliche Fe-Co-Schichten bilden dabei ein geeignetes Modellsystem, um verschiedene intrinsische Einflüsse auf K_U zu untersuchen. Die reduzierte Geometrie ermöglicht eine einfache Handhabung des Einflusses der Formanisotropie. Gefügebedingt sind jedoch keine hohen Koerzitivfelder in den glatten epitaktischen Schichten zu erwarten. Die direkte Optimierung der extrinsischen Eigenschaften H_C und BH_{max} ist nicht das Ziel der vorliegenden Arbeit.

2.3 Einstellung hartmagnetischer Eigenschaften in Fe-Co durch Dehnung

In den vorangegangenen Abschnitten ist deutlich geworden, dass die Legierung Fe-Co nur mit einer ausreichend starken magnetischen Anisotropie eine Alternative zu den seltenerdhaltigen Permanentmagnetlegierungen sein kann. Die vorliegende Arbeit konzentriert sich deshalb auf das Einstellen einer magnetokristallinen Anisotropie in Fe-Co. Der alternative Ansatz, analog zu den sogenannten Alnico-Legierungen [34], formanisotrope Verbundwerkstoffe auf Fe-Co-Basis zu entwickeln, besitzt die Einschränkung einer maximalen Grenze der erreichbaren Anisotropieenergie, nämlich die in Abschnitt 2.2 genannte Energie der Formanisotropie. Dennoch wird dieser Ansatz von anderen Gruppen verfolgt [46, 47].

Wie in Abschnitt 2.2 beschrieben, ist für die Einstellung einer magnetokristallinen Anisotropie in Fe-Co die Reduzierung der (kubischen) Kristallsymmetrie erforderlich. Burkert et al. [15] betrachteten im Modell tetragonale Fe-Co-Kristallgitter und berechneten mittels virtueller Kristallapproximation (VCA) im Rahmen der DFT für verschiedene c/a -Verhältnisse der Gitterparameter die magnetokristalline Anisotropie. Dabei ist c die Kristallachse senkrecht zur quadratischen Grundfläche mit den Kantenlängen a (vgl. Abb. 2.3). Laut den Berechnungen kreuzen sich bei $c/a = 1,22$ die Energien zweier d-Orbitale wie in Abb. 2.4(a) veranschaulicht. Liegt die Fermi-Energie in diesem Energiebereich, so dass die Energiedifferenz zwischen unbesetzten und besetzten Zuständen sehr gering wird, sollte eine sehr hohe magnetokristalline Anisotropie vorliegen. Gemäß der Störungstheorie ist die magnetokristalline Anisotropie indirekt proportional zu dieser Energiedifferenz [42, 48].

Nach den genannten DFT-Berechnungen [15] besitzt die Fermienergie bei einem Co-Gehalt um 50% den erforderlichen Wert (Abb. 2.4(a)). Eine Fe₄₀Co₆₀-Legierung sollte bei entsprechender tetragonaler Verzerrung eine magnetokristalline Anisotropie der Größenordnung 10 MJ/m³ aufweisen und, wie in Abb. 2.4(b) gezeigt, die Eigenschaften bestehender seltenerd- oder platinhaltiger Legierungen erreichen oder sogar übertreffen [15].

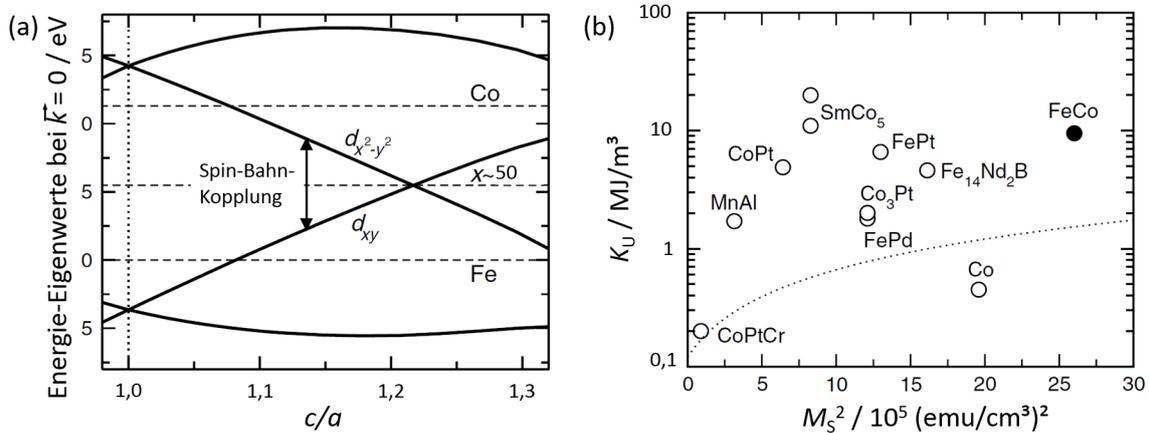


Abb. 2.4 – (a) Energie-Eigenwerte der d-Orbitale für tetragonales Fe-Co in Abhängigkeit der Tetragonalität c/a (nach [15]). Die Fermi-Energien für reines Fe und Co sowie Fe_xCo_{100-x} mit $x = 50$ sind als waagerechte unterbrochene Linien gekennzeichnet. (b) Einordnung der uniaxialen Anisotropiekonstante K_U und der Sättigungsmagnetisierung M_S des gedehnten Fe-Co im Vergleich zu anderen hartmagnetischen Legierungen (ebenfalls nach [15]). Die gepunktete Linie kennzeichnet ein Stabilitätskriterium für magnetische Speicherlegierungen.

Das beschriebene tetragonale Fe-Co-Gitter kann auch als entlang ihrer c -Achse uniaxial gedehnte kubische Einheitszellen verstanden werden. Einachsige Spannungszustände mit einer Belastung parallel zur c -Achse sind praktisch schwer realisierbar. Im ebenen Spannungszustand, wie er z. B. über epitaktisches Schichtwachstum hervorgerufen wird, wirken stattdessen zwei senkrecht zueinander liegende Spannungen in der a/b -Ebene, die eine Dehnung oder Kontraktion der spannungslosen c -Achse bedingen. Burkert et al. betrachteten c/a -Verhältnisse über 1 [15], also biaxiale Druckspannungen in der Ebene. Für reines Fe und Co werden Querkontraktionszahlen ν von 0,29 bzw. 0,31 angegeben [49], womit sich für Fe-Co-Legierungen eine Volumenzunahme bei Druckspannungen in der Ebene ergibt. Zur Vereinfachung wird jedoch beim Ansatz gedehnter Fe-Co-Legierungen meist von Volumenbeibehaltung ($\nu = 0,5$) ausgegangen.

Weitere Gruppen haben die genannten Vorhersagen für gedehntes Fe-Co durch ihre Berechnungen bestätigt und ausgeweitet. Neise et al. [16] erhielten ebenfalls für Fe₄₀Co₆₀ mit c/a -Verhältnissen zwischen 1,20 und 1,25 die höchsten magnetokristallinen Anisotropien. Diese Autoren kamen jedoch zu dem Ergebnis, dass chemisch geordnetes (B2-)Fe-Co gegenüber ungeordnetem bei gleicher Dehnung eine um den Faktor 1,5 bis 3 erhöhte magnetokristalline Anisotropie zeigen sollte. Auch Turek et al. [17] ermittelten eine qualitativ

ähnliche Abhängigkeit von der chemischen Ordnung. Dennoch sollte auch in ungeordnetem Fe-Co die dehnungsbedingte magnetokristalline Anisotropie die Formanisotropie übersteigen und somit dauermagnetische Eigenschaften mit einer von der Magnetgeometrie unabhängigen leichten Magnetisierungsachse ermöglichen.

Als zusätzlicher Effekt tetragonaler Verzerrung wird von Jakobsson et al. eine kontinuierliche Abnahme der Curie-Temperatur T_C mit steigendem c/a -Verhältnis vorausgesagt [50]. Im Bereich der angestrebten Gitterverzerrung wäre T_C mit etwa 1200 K für die meisten Anwendungen immer noch ausreichend hoch.

Für die praktische Umsetzung einer Dehnung von Fe-Co-Kristallen mit einheitlicher Orientierung bietet sich die Untersuchung epitaktischer Dünnschichten an. Verglichen mit Volumen-Einkristallen ist ihre Herstellung, auf die in Abschnitt 3.1 eingegangen wird, einfach. Außerdem ist das Einstellen von ebenen Spannungszuständen über die Grenzflächen, wie im folgenden Abschnitt gezeigt wird, möglich.

2.4 Wachstum und Dehnung epitaktischer Schichten

Epitaktische Schichten verfügen über eine bestimmte Orientierungsbeziehung zu ihrem einkristallinen Substratmaterial. Eine Beschreibung der Orientierungsbeziehung erfolgt über die Angabe der zur Oberfläche parallelen Ebenen des Substrats (HKL) und des Schichtmaterials (hkl) sowie zweier paralleler kristallographischer Richtungen von Substrat $[UVW]$ und Schicht $[uvw]$ in der Schichtebene:

$$\text{Substrat } (HKL)[UVW] \parallel \text{Schichtmaterial } (hkl)[uvw].$$

Epitaxie ist somit ein Spezialfall eines texturierten Wachstums. Sie ist nicht auf eine Schicht-Substrat-Grenzfläche beschränkt, sondern kann auch zwischen zwei einkristallähnlichen Schichten auftreten, und so über mehrere Schichten oder Lagen übertragen werden. Die unter der Fe-Co-Schicht befindliche Schicht wird im Rahmen dieser Arbeit als Pufferschicht bezeichnet. In einem weiteren Spezialfall werden von der epitaktisch aufwachsenden Schicht die Gitterparameter in der (hkl)-Ebene vom Substrat- bzw. dem Pufferschichtmaterial übernommen. Beim sogenannten kohärenten Schichtwachstum kann sich demnach nur der Gitterparameter in der spannungsfreien senkrechten Richtung vom Gitterparameter des Substrats unterscheiden.

2.4.1 Kohärentes Schichtwachstum am Beispiel des Bain-Pfades

Kohärentes Schichtwachstum ermöglicht eine gezielte Beeinflussung des Kristallgitters des Schichtmaterials über die Wahl der Pufferschicht. In der Schichtebene erzeugte Spannungen bedingen eine Dehnung eines krz-Kristallgitters senkrecht zur Schichtebene, wenn diese Richtung spannungslos ist [51]. Für die Umsetzung der theoretischen Betrachtungen von tetragonal gedehntem Fe-Co mit $c/a > 1$ (siehe Abschnitt 2.3) werden Pufferschichten mit $a_{\text{Puffer}} < a_{\text{Fe-Co}}$ benötigt. Werden für die Fe-Co-Einheitszelle Volumenbeibehaltung und vollständige Gitterkohärenz vorausgesetzt, sowie das Gitter der Pufferschicht nicht beeinflusst, ergibt sich das c/a -Verhältnis des entlang der c -Achse tetragonal gedehnten Fe-Co zu

$$c/a = \frac{a_{\text{Fe-Co}}^3}{a_{\text{Puffer}}^3} \quad . \quad (2.7)$$

Bei a_{Puffer} und $a_{\text{Fe-Co}}$ handelt es sich um die Gitterparameter im spannungslosen Gleichgewichtszustand. Über die Wahl des Gitterparameters der Pufferschicht a_{Puffer} lässt sich also theoretisch eine tetragonale Dehnung einstellen. Für Fe₇₀Pd₃₀-Schichten wurde dies bereits erfolgreich demonstriert [52, 53]. In 50 nm dicken, also volumenähnlichen Schichten konnten c/a -Verhältnisse zwischen 1,09 und 1,39 eingestellt werden [52]. Das Volumen der Fe₇₀Pd₃₀-Einheitszellen blieb dabei konstant.

Die strukturellen Zusammenhänge zwischen einem kubisch flächenzentrierten (kfz), einem tetragonal raumzentrierten (trz) und einem kubisch raumzentrierten (krz) Gitter wurden schon 1924 am Beispiel von Martensitstahl durch Bain beschrieben [54]. Demnach kann eine trz-Einheitszelle durch eine Rotation um 45° in ein kfz-Gitter einbeschrieben werden (Abb. 2.5(a)). Eine kfz-Gitterzelle lässt sich somit auch als tetragonal gedehnte krz-Einheitszelle mit einem c/a -Verhältnis von $\sqrt{2} = 1,41$ auffassen. Der (110)-Netzebenenabstand des kfz-Gitters ist dann der Gitterparameter a_{Puffer} dieser trz-Zelle. Im Rahmen des so genannten *Bain-Pfades* kann somit eine kontinuierliche Transformation von krz ($c/a = 1,0$) über trz ($\sqrt{2} > c/a > 1,0$) zu kfz ($c/a = \sqrt{2}$) beschrieben werden. In Volumenproben verläuft diese Transformation von kfz in krz jedoch diskontinuierlich als Umwandlung erster Art. Das für dünne epitaktische Schichten angepasste Konzept, Kristallgitter durch kohärentes Wachstum kontinuierlich zu dehnen, wird als *epitaktischer Bain-Pfad* bezeichnet [51]. Im Gegensatz zu Volumenproben wurde in dünnen Schichten ein kontinuierlicher Übergang zwischen kfz und krz beobachtet [55].

Um in Schichten aus Fe₄₀Co₆₀, für das unter Gleichgewichtsbedingungen ein Gitterparameter $a_{\text{Fe-Co}} = 0,2850$ nm angegeben wird [29], eine kohärente Gitterverzerrung entlang des Bain-Pfades zu ermöglichen, kommen zunächst die in Tab. 2.1 angegebenen Elemente als Pufferschichten in Betracht.

Gemäß Tabelle 2.1 wird bei kohärentem Wachstum von Fe-Co auf (001)-orientierten Rh-Pufferschichten eine tetragonale Gitterdehnung mit $c/a = 1,19$ erwartet. Dieser Wert

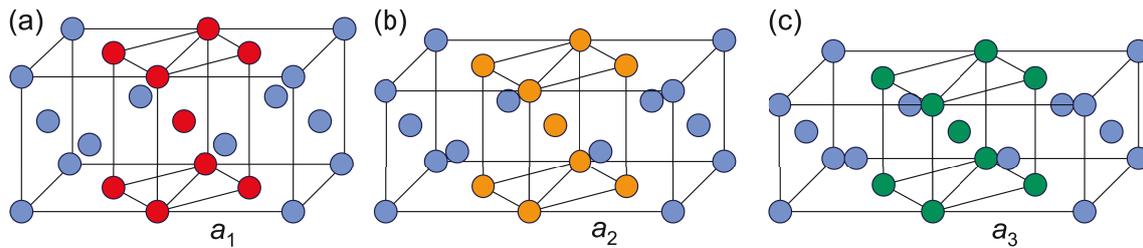


Abb. 2.5 – Schematische Darstellung des Bain-Pfades, ausgehend von (a) einer in ein kfz-Gitter einbeschriebenen trz-Einheitszelle über (b) eine trz-Zelle mit $c/a = 1,2$ zu (c) einer krz-Einheitszelle. Der Grad der Verzerrung wird durch die Gitterparameter in der Ebene $a_1 < a_2 < a_3$ vorgegeben. a_i sind hier kfz-Gitterparameter. Es wird deutlich, dass die kristallographische Indizierung eindeutig vorgenommen sein muss, da das trz- bzw. krz-Gitter um 45° zum kfz-Gitter gedreht ist.

Tab. 2.1 – Verschiedene für das kohärente Wachstum von Fe-Co geeignete Pufferschichtmaterialien, relevante Netzebenenabstände [30] und für kohärentes Wachstum erwartete c/a -Verhältnisse von Fe-Co mit $a_{\text{krz}} = 0,285 \text{ nm}$

Puffermaterial	betrachtete Richtung	Netzebenenabstand a_{Puffer}	c/a
Cr	[100]	2,88 Å	0,96
Au	[110]	2,88 Å	0,96
Pt	[110]	2,77 Å	1,08
Pd	[110]	2,75 Å	1,11
Ir	[110]	2,71 Å	1,16
Rh	[110]	2,69 Å	1,19
Cu	[110]	2,56 Å	1,39

ist dem c/a -Bereich, für den die höchste magnetokristalline Anisotropie vorausgesagt wurde, sehr nah. Tatsächlich zeigten $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schichten auf $\text{Rh}(001)$ bis zu einer Dicke von 2,1 nm eine Achse leichter Magnetisierung senkrecht zur Schichtebene [20]. Die Summe aus der durch die tetragonale Dehnung induzierten magnetokristallinen Anisotropie und etwaiger Grenzflächenanisotropie übersteigt also die Formanisotropie. An diesen Schichten wurde eine starke Abhängigkeit der Co-Bahnmomente von der Zusammensetzung der $\text{Fe}_x\text{Co}_{100-x}$ -Schichten beobachtet [21]. Damit wird auch die Abhängigkeit der magnetokristallinen Anisotropie vom Co-Gehalt erklärt, die, wie theoretisch vorausgesagt [15, 16], bei 60 at% Co einen Maximalwert annimmt.

Kohärent gedehnte Fe-Co-Schichten wurden bereits ebenfalls auf (001)-orientiertem Pd [19] und Ir [23, 24] abgeschieden. Laut Tabelle 2.1 wird auch hier bei kohärentem Schichtwachstum eine beträchtliche Dehnung erwartet. Die c/a -Verhältnisse dieser Schichten wurden als 1,13 bzw. 1,18 angegeben. Die starke Abhängigkeit der Achse der leichten Magnetisierung von der Temperatur bei den Schichten auf Pd lässt sich mit der Konkurrenz zwischen der fast gleichgroßen Formanisotropie und der magnetokristallinen Aniso-

tropie begründen. Oberhalb von etwa 100 K überwiegt die Formanisotropie der Schichten. Die starke Konkurrenz der Anisotropieterme bewirkt auch eine starke Abhängigkeit der magnetischen Vorzugsrichtung von der Schichtzusammensetzung: Nur Legierungen nahe 50 at% Fe zeigen eine senkrechte leichte Achse [19]. Dieses Ergebnis weicht von den theoretischen Berechnungen ab, die für 40 at% Fe die höchste dehnungsinduzierte Anisotropie voraussagen [15–17]. Für die stärker verzerrten Fe-Co-Schichten auf Rh wurde eine deutlich geringere Temperaturabhängigkeit beobachtet [24]. Mithilfe einer Rh-Pufferschicht, die mit wenigen Monolagen Pd beschichtet war, wobei diese den Gitterparameter von Rh annahmen, konnte ausgeschlossen werden, dass die beschriebenen Einflüsse auf das magnetische Verhalten von den Unterschieden in der Elektronenstruktur zwischen Pd und Rh herrühren. Bei Deposition auf diesem Pd/Rh-Puffer zeigten die Fe-Co-Schichten die gleichen magnetischen Eigenschaften wie auf reinem Rh [24].

Die genannten Ergebnisse betreffen Fe-Co-Schichten, die bei Raumtemperatur ohne anschließende Wärmebehandlung abgeschieden wurden, und belegen, dass eine senkrechte magnetische Anisotropie mit ausreichender Größe auch ohne das von Turek et al. [17] nach Berechnungen geforderte Einstellen chemischer Ordnung in Fe-Co erreicht werden kann.

Neue theoretische Berechnungen gehen über die bisher vorgestellten Arbeiten hinaus, die nur eine gedehnte Elementarzelle betrachteten, und berücksichtigen die Geometrie dünner Schichten. Kim und Hong [56] implementierten dünne Schichten, die in der Ebene den Gleichgewichtsgitterparameter von Fe-Co besitzen, und optimierten ihre senkrechte Gitterdehnung. Für Schichtdicken von maximal 16 Monolagen, d. h. 2,3 nm, wurde dabei eine tetragonale Verzerrung senkrecht zur Schichtebene beobachtet. Die resultierende uniaxiale Anisotropie übertrifft laut ihren Ergebnissen die Formanisotropie bis zu einer Dicke von 15 Monolagen bzw. 2,1 nm und sollte eine magnetisch leichte Achse in dieser Richtung hervorrufen [56]. Dieses theoretische Ergebnis bestätigt zwar die genannten experimentellen Arbeiten qualitativ, doch identifizierten Kim und Hong einen beträchtlichen Anteil an Grenzflächenanisotropie, der den der dehnungsbedingten magnetokristallinen Anisotropie übersteigt.

2.4.2 Gitterrelaxation in gedehnten Schichten

Die Verzerrung bzw. Dehnung eines im thermischen Gleichgewicht befindlichen Kristalls erfolgt durch mechanische Arbeit und erhöht dessen elastische Energie. Im gedehnten Nichtgleichgewichtszustand von Fe-Co stellt dieser erhöhte Energieinhalt eine Triebkraft zur Relaxation in den Gleichgewichtszustand mit krz-Symmetrie dar.

In der theoretischen Arbeit von Neise et al. [16] wurde zusätzlich zu der magnetischen Anisotropie die elastische Energie von Fe-Co-Legierungen in unterschiedlichen Dehnungszuständen berechnet. Ihren Ergebnissen zufolge ist sie für kubisch raumzentriertes Fe-Co bis zu einem Co-Gehalt von 72 at% minimal, steigt aber bei einer Stauchung der a -

Achse stark an. Für $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ mit $c/a = 1,25$ ergibt sich eine Dehnungsenergie von etwa 60 meV/Atom . Im Vergleich mit dem bereits angesprochenen $\text{Fe}_{70}\text{Pd}_{30}$ ist die elastische Energie mindestens eine Größenordnung höher. Für Letzteres beträgt die zur Dehnung entlang des Bain-Pfades erforderliche elastische Energie nicht mehr als 6 meV/Atom [52]. Die Triebkräfte für eine Entspannung bzw. Relaxation einer einseitig durch ein Puffermaterial gedehnten Schicht sind in Fe-Co somit deutlich höher.

Entscheidend für die Relaxation von durch ein Substrat- oder ein Pufferschichtgitter kohärent gedehnten Schichten ist die Größe des Gittermisfits f , der relativen Abweichung der Gitterparameter in der Schichtebene [57, 58],

$$f = \frac{a_{\text{Puffer}} - a_{\text{Schicht}}}{a_{\text{Schicht}}} \quad . \quad (2.8)$$

In der Näherung der linearen Elastizitätstheorie bestimmt dieser direkt den elastischen Energiegehalt der aufwachsenden Schicht. Der Abbau der Dehnungsenergie erfolgt über den Einbau von Versetzungen. Da die elastische Energie einer gedehnten Schicht mit der Schichtdicke ansteigt, für den Versetzungseinbau jedoch nur einmalig zusätzlich Energie aufgebracht werden muss, existiert eine kritische Schichtdicke h_c , ab der die Relaxation thermodynamisch günstig ist [59, 60]. Laut Matthews und Blakeslee ist h_c dabei von der Länge des Burgersvektors der Stufenversetzung b , also dem Misfit, sowie der Querkontraktionszahl, also einer elastischen Eigenschaft des Schichtmaterials, abhängig und erfüllt die implizite Gleichung

$$h_c = \frac{b}{8\pi f(1+\nu)} \cdot \left(\ln \frac{h_c}{b} + 1 \right) \quad [59]. \quad (2.9)$$

Matthews und Blakeslee bemerkten bereits deutliche Abweichungen zwischen den so vorhergesagten und den experimentell beobachteten kritischen Schichtdicken [59, 60] und gaben Unterschiede zwischen atomar glatten (idealen) und realen Oberflächen mit lokalen Spannungsspitzen als mögliche Ursache an. Für eine (001)-orientierte Fe-Co-Schicht ($b = 2,85 \text{ \AA}$) auf einer Ir-Pufferschicht ($f = -0,049$) ergibt sich für Fe-Co eine kritische Dicke, ab der theoretisch Versetzungen auftreten sollten, von $0,7 \text{ \AA}$, was nur etwa einer halben Monolage entspricht. Der recht große Misfit sollte demnach eine Relaxation der kompletten Fe-Co-Schicht zur Folge haben. Experimentell wurde eine Relaxation von Gitterspannungen bei derart kleinen Schichtdicken bereits von Sander et al. [61] an auf W(110) abgeschiedenem Fe nachgewiesen.

Das Wachstum kohärenter Eisenschichten auf einer AuCu_3 -Pufferschicht mit anschließender Relaxation der tetragonalen Verzerrung wurde bereits ausführlich von Roldan Cuenya et al. untersucht [55]. In den ersten abgeschiedenen Monolagen übernimmt Fe wie erwartet den Gitterparameter der Pufferschicht parallel zur Schichtebene. Während des Wachstums der Fe-Schicht beobachteten die Autoren einen kontinuierlichen Übergang von einer trz- in eine krz-Struktur entlang des Bain-Pfades, was nicht auf einen Pha-

senübergang erster Ordnung schließen lässt. Der Abbau der Dehnung findet während des Aufwachsens sowohl in der Schichtebene als auch senkrecht dazu statt. Nach etwa 2 nm gewachsener Schicht nimmt Fe die Gitterparameter seines krz-Gleichgewichtszustandes an. Im Gegensatz zu diesen Untersuchungen beobachteten Lin et al. [62] das gleichzeitige Auftreten von zwei unterschiedlich verzerrten Phasen während des Wachstums der Fe-Schicht. Die Relaxation des tetragonalen Gitters wurde von beiden Autorengruppen als Ursache des Übergangs von einer senkrechten in eine ebene Magnetisierung, der Spinreorientierung, identifiziert, die im gleichen Schichtdickenbereich stattfindet [55, 62, 63].

Fe-Co-Legierungen mit bis zu 77 at% Co sind reinem Fe kristallographisch sehr ähnlich. Im spannungslosen Gleichgewichtszustand nehmen beide die krz-Struktur an, lediglich der Gitterparameter sinkt mit Co-Zugabe leicht [33]. Für tetragonal gedehnte Schichten werden deshalb vergleichbare Vorgänge erwartet. Die Schichtdicke, bis zu der Fe-Co eine dehnungs- oder grenzflächeninduzierte senkrechte magnetisch leichte Achse aufweist, liegt mit maximal 15 Monolagen (2,1 nm) in dem Dickenbereich, für den auch an reinem Fe strukturelle Änderungen aufgrund von Gitterrelaxation beobachtet wurden [55, 62, 63]. Die genannten starken Triebkräfte zur Relaxation in die kubische Symmetrie erklären somit die Beobachtungen, dass dickere Schichten eine durch die Formanisotropie bedingte leichte Magnetisierungsrichtung aufzeigen. Yildiz et al. beobachteten, dass die Schichtdicke, bei der die Relaxation von Fe-Co-Schichten einsetzt, nahezu unabhängig vom genutzten Pufferschichtmaterial ist [24]. Da das beschriebene Konzept der kritischen Schichtdicke für den Versetzungseinbau dafür keine Erklärung gibt, die beobachtete kritische Dicke jedoch deutlich über dem nach Gl. 2.9 erwarteten Wert liegt, könnten die Kinetik des Schichtwachstums oder die Dehnungsenergie reduzierende Einflüsse an den realen Oberflächen als mögliche Ursachen in Frage kommen.

Um die Diskussion der Relaxation der tetragonalen Dehnung in Fe-Co abzuschließen, soll noch kurz auf die Thermodynamik des Versetzungseinbaus eingegangen werden. Obwohl der Einbau von Versetzungen, wie er während der Gitterrelaxation erfolgt, mit sinkender thermischer Anregung kinetisch erschwert wird, ist eine Verringerung der Abscheidetemperatur nicht sinnvoll. In den bereits erwähnten Fe-Schichten konnte durch Absenken der Temperatur von 300 auf 160 K das Einsetzen des Dehnungsabbaus lediglich um zwei Monolagen (0,3 nm) verzögert werden [63, 64]. Ein bedeutenderer Vorteil, der sich bei minimaler thermischer Anregung der Atome während der Abscheidung ergibt, ist die Reduzierung der Diffusion zwischen den Schichten. Ein Vermischen der Fe-Co- mit den Pufferschichten hätte nicht nur ein Absinken der magnetischen Sättigung zur Folge, sondern reduziert auch die magnetokristalline Anisotropie, wie es bereits in Fe-Co/Pt-Multilagen beobachtet wurde [65]. Deshalb wurde in dieser Arbeit auf die Abscheidung auf geheizten Substraten, die für die B2-Ordnungseinstellung in Fe-Co notwendig wäre, weitgehend verzichtet und deren Einfluss auf die magnetische Anisotropie nicht weiter untersucht.

2.4.3 Konzepte zur Stabilisierung der Dehnung im Kristallgitter

Da die theoretischen Berechnungen [15–17] der hohen magnetokristallinen Anisotropie von tetragonal gedehntem Fe-Co an sehr dünnen Schichten experimentell bestätigt werden konnten [19–24], ist das Interesse an gedehntem Fe-Co mit (anwendungs-)relevanten Abmessungen sehr groß. Dem Ansatz der Abscheidung epitaktischer Schichten folgend konzentriert sich die vorliegende Arbeit dabei auf die Vergrößerung der Schichtdicke. Schichten bieten im Vergleich mit Massivproben neben der leichten Einstellung einer Vorzugsrichtung (Epitaxie) den Vorteil, dass sie mechanisch um Größenordnungen höhere Spannungen aufnehmen können, ohne dass es zur Rissbildung kommt [66]. Im folgenden Absatz werden zwei Ansätze zur Erhöhung des Volumens von tetragonal verzerrtem Fe-Co vorgestellt.

Spontan gedehnte Schichten

Für die Relaxation tetragonal gedehnter Fe-Co-Gitter ist der Energieunterschied zur kubischen (relaxierten) Symmetrie entscheidend. Unter der vereinfachten Annahme, dass die rücktreibende Kraft linear mit dem Misfit ansteigt, sollte sich die elastische Energie reduzieren lassen, wenn der Gleichgewichtszustand keine kubische ($c/a = 1$), sondern eine tetragonale Symmetrie ($c/a > 1$), die näher am Zielwert liegt, besäße. Abbildung 2.6 veranschaulicht das Konzept spontan gedehnter Schichten und die Verschiebung des Energieminimums ausgehend von der kubischen Symmetrie (schwarze Kurve). Eine Möglichkeit, solche energetischen Änderungen zu erzielen, besteht darin, kleine Atome auf Zwischengitterplätze zuzulegieren, wie bereits in der unteren in Abb. 2.6 eingefügten Grafik angedeutet ist.

Das beschriebene Konzept tetragonal gedehnter krz-Eisenlegierungen ist seit langer Zeit bekannt, da es bereits essentiell für das Verständnis martensitischer Stähle war [54]. Durch röntgenographische Untersuchungen an kohlenstoffhaltigem Stahl konnte nachgewiesen werden, dass die tetragonale Gitterdehnung des Martensits auf C-Atome, die sich auf den Oktaederlücken zwischen den Fe-Atomen befinden, zurückzuführen ist [67, 68]. Die sechs in einer krz-Einheitszelle auftretenden Oktaederlücken sind in Abb. 2.7 eingezeichnet. Die Farbwahl der Positionen kennzeichnet die Achse, die sie besetzen. Die Besetzung einer solchen Lücke durch ein kleines Atom wie C bewirkt eine Verschiebung der Atome an den Spitzen der Oktaeder, also eine uniaxiale Gitterdehnung parallel zu der besetzten Achse [69].

Kurdumoff und Kaminsky [70, 71] stellten in ihren Untersuchungen an Stahl fest, dass die tetragonale Gitterdehnung linear mit dem Kohlenstoffgehalt x gemäß

$$c/a = 1 + \gamma x \quad (2.10)$$

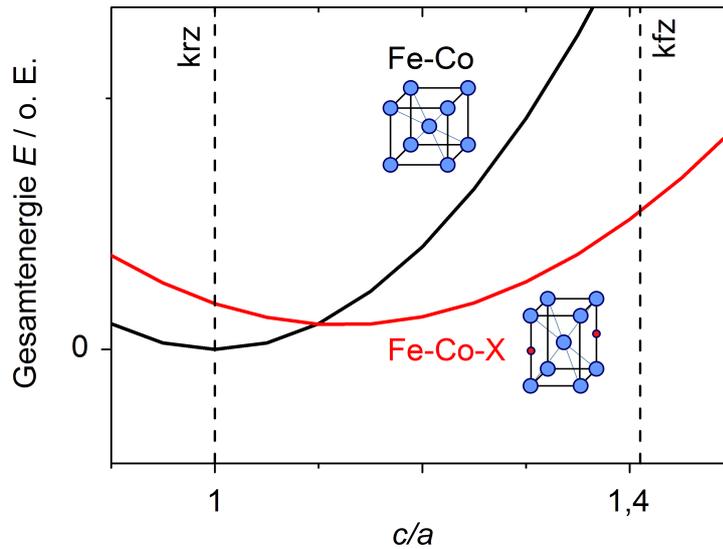


Abb. 2.6 – Schematische Verschiebung des Energieminimums von der kubischen (Fe-Co, $c/a = 1$, schwarz) zur tetragonalen Symmetrie (Fe-Co-X, $c/a > 1$, rot). Die zugehörigen Einheitszellen befinden sich neben den Kurven. Das Fe-Co-X-Gitter verfügt über eine spontane tetragonale Dehnung, die durch die kleinen X-Atome (rot) auf den Oktaederlücken des trz-Gitters hervorgerufen wird. Fe- und Co-Atome sind blau dargestellt.

ansteigt, wobei die Konstante γ von den Autoren angegeben wurde [72]. Die tetragonal verzerrte Fe-C-Gitterstruktur sowie die genannte empirische Formel für deren Dehnung konnte inzwischen auch im Rahmen der DFT bestätigt werden [73]. Zudem wurde gezeigt, dass das Konzept auf tetragonale Fe-Co-C-Gitter übertragbar ist. Diese Betrachtungen weiterführend erfolgten Berechnungen der magnetokristallinen Anisotropie für die gedehnten Strukturen durch Delczeg-Czirjak et al. [27]. Eine Modellierung des Fe-C-Gitters in einer *Generalised Gradient Approximation* (GGA) [74] ergab, dass eine Anordnung des Kohlenstoffs auf Oktaederlücken entlang einer kristallographischen Richtung (vgl. Abb. 2.7) die energetisch vorteilhafteste Anordnung ist [75]. Sinclair et al. [76] erhielten in ihren Berechnungen für Fe-C-Legierungen ebenfalls Energieminima, wenn zwei C-Atome benachbarte Oktaederlücken entlang einer Achse besetzen. Aus diesen Ergebnissen ergibt sich die Möglichkeit, einen orientierten Kristall entlang einer Vorzugsrichtung uniaxial zu dehnen. Dies berücksichtigend wurden in den genannten Berechnungen Modellstrukturen betrachtet, in denen sich alle C-Atome in entlang der c -Achse befindlichen Oktaederlücken (rote Kreise in Abb. 2.7) zwischen Fe und Co befinden. Jedoch befinden sich zwischen 15 und 20% der C-Atome in Stahl in anderen Zwischengitterplätzen [72, 77], wie zum Beispiel in Tetraederlücken. Diese Anordnung der C-Atome hätte einen Dehnungsbeitrag in alle drei Raumrichtungen zur Folge und somit keinen Beitrag zur magnetokristallinen Anisotropie.

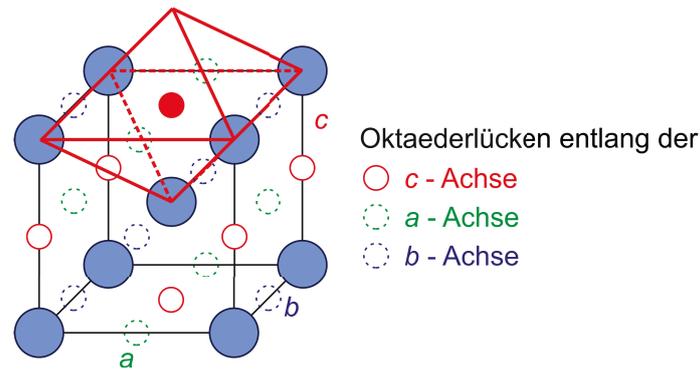


Abb. 2.7 – Positionen der Oktaederlücken in einer krz-Einheitszelle. Eine Besetzung der entlang der c -Achse befindlichen Lücken (rot) bewirkt eine Dehnung in diese Richtung. Für eine solche Lücke (gefüllter Kreis) ist beispielhaft das Oktaeder eingezeichnet. Die Besetzung der anderen Oktaederlücken hätte eine Dehnung entlang der a - (grün) bzw. b -Achse (blau) zur Folge.

Delczeg-Czirjak et al. [27] bestätigten in ihren Berechnungen ein Absinken des elastischen Moduls von trz -verzerrtem Fe-Co-C bei Zunahme des Co-Anteils, wie es bereits für binäres Fe-Co beschrieben wurde [16, 78], und somit ein Abflachen der Gesamtenergie der Legierung, wie in Abb. 2.6 skizziert. Für das Energieminimum wird eine Verschiebung zu höheren c/a -Verhältnissen erwartet. Das Optimum in Bezug auf die magnetokristalline Anisotropie dieser Legierungen ergibt sich um eine Zusammensetzung von $Fe_{40}Co_{60}$ mit 6 at% C und wird mit $K_U = 0,75 \text{ MJ/m}^3$ angegeben [27]. Von einem wesentlichen Einfluss des Kohlenstoffs auf die Curie-Temperatur wird nicht ausgegangen [79]. Lediglich für die in unmittelbarer Nähe zu den C-Atomen befindlichen Fe- und Co-Atome wird ein deutliches Absinken des magnetischen Moments um bis zu 30% vorausgesagt [27, 80].

Diese neuen theoretischen Betrachtungen liefern eine schlüssige Erklärung, warum Kobaltstähle bereits vor fast einem Jahrhundert Anwendung als Dauermagnete besaßen [81]. So genannte *Honda*- oder *KS*-Stähle enthielten neben bis zu 40 at% Co auch Zusätze von Wolfram und Chrom im einstelligen %-Bereich. Kobalt bewirkt in Stahl neben der Erhöhung der Sättigungsmagnetisierung eine bevorzugte Einstellung eines martensitischen Gefüges mit Anteilen komplexer Karbide [82]. Die zu dieser Zeit, weit vor der Entdeckung der Seltenerdlegierungen, guten hartmagnetischen Eigenschaften wurden mit der hohen Magnetostraktion von Fe-Co begründet. Das maximale Energieprodukt wurde mit 8 kJ/m^3 angegeben [34, 82]. Der wesentliche Unterschied der untersuchten Stähle [67, 82–84] zu den in dieser Arbeit betrachteten Legierungen liegt in ihrem polykristallinen Gefüge und den dadurch vorwiegend extrinsisch bestimmten Kennwerten. Die Motivation zur Untersuchung quasi-einkristalliner dünner Schichten liegt in den verbesserten Möglichkeiten zur Trennung von intrinsischen und extrinsischen Einflüssen in Abhängigkeit der Legierungszusammensetzung sowie einer besseren Kontrolle der strukturellen Eigenschaften jenseits des thermodynamischen Gleichgewichts.

Vielschichtsysteme

Eine zweite Möglichkeit, die Auswirkungen der Relaxation des Fe-Co-Gitters zu reduzieren, ist die Verringerung seiner Schichtdicke. Durch eine wiederholte Abscheidung des Pufferschichtmaterials auf die Fe-Co-Schicht kann im Idealfall eine Multilagenstruktur erzeugt werden, in der sich gedehnte Fe-Co-Lagen mit Dehnung induzierenden epitaktischen Zwischenlagen abwechseln. Dieser Ansatz ermöglicht eine effektive Erhöhung der Gesamtschichtdicke und somit ein absolut erhöhtes magnetisches Moment, wenn die komplette Schichtarchitektur betrachtet wird.

Das Konzept solcher Vielschichtsysteme wurde bereits für Fe-Co-Lagen mit Pt-Zwischenlagen untersucht [85–88]. Die Gesamtdicke der Schichtpakete war 40 nm bei wechselnden Lagendicken zwischen 3 und 10 Monolagen für sowohl Fe-Co als auch für Pt. Warnicke et al. konnten so c/a -Verhältnisse zwischen 1,18 und 1,31 in $\text{Fe}_{36}\text{Co}_{64}$ einstellen [87]. Auffallend ist, dass diese Werte über der laut Tab. 2.1 erwarteten tetragonalen Verzerrung für kohärente Dehnung liegen. Als Ursachen kommen dafür die Stabilisierung von kfz-ähnlichem Fe-Co oder eine Interdiffusionslage, in der sich eine kfz Fe-Co-Pt-Legierung ausbildet, in Frage [86]. Neben der dehnungsabhängigen magnetokristallinen Anisotropie tritt in den Vielschichtsystemen ein beträchtlicher Anteil Grenzflächenanisotropie auf, die in diesem System ebenfalls eine senkrechte Orientierung der Magnetisierung bedingt. Die magnetische Anisotropie war in einem Vielschichtsystem mit der Fe-Co-Lagendicke von drei Monolagen (0,4 nm) am höchsten und zeigte eine Anisotropiekonstante K_{U} von $2,3 \text{ MJ/m}^3$ [87]. Auch epitaktische Vielschichtsysteme mit Rh-Zwischenlagen zeigten bei fünffacher Abwechslung einer 0,8 nm dicken $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Lage mit einer 1,0 nm dicken Rh-Zwischenlage, wie schon Einzelschichten auf (001)-orientiertem Rh, eine leichte Magnetisierung senkrecht zur Oberfläche [23].

3 Experimentelle Methoden

3.1 Schichtherstellung

Die Abscheidung der Schichten erfolgte im Rahmen dieser Arbeit überwiegend mit gepulster Laserabscheidung. Bei Versuchsreihen zur Präparation von geeigneten Pufferschichten fand auch magnetfeldunterstützte Kathodenzerstäubung Anwendung.

3.1.1 Gepulste Laserabscheidung

Bei gepulster Laserabscheidung (engl. *Pulsed Laser Deposition, PLD*) wird das Ausgangsmaterial (engl. *target*) durch den intensiven Energieeintrag kurzer Laserpulse verdampft, ionisiert und auf einem gegenseitig positionierten Substrat als Schicht abgeschieden. Eine schematische Darstellung der verwendeten Ultrahochvakuumkammer gibt Abb. 3.1.

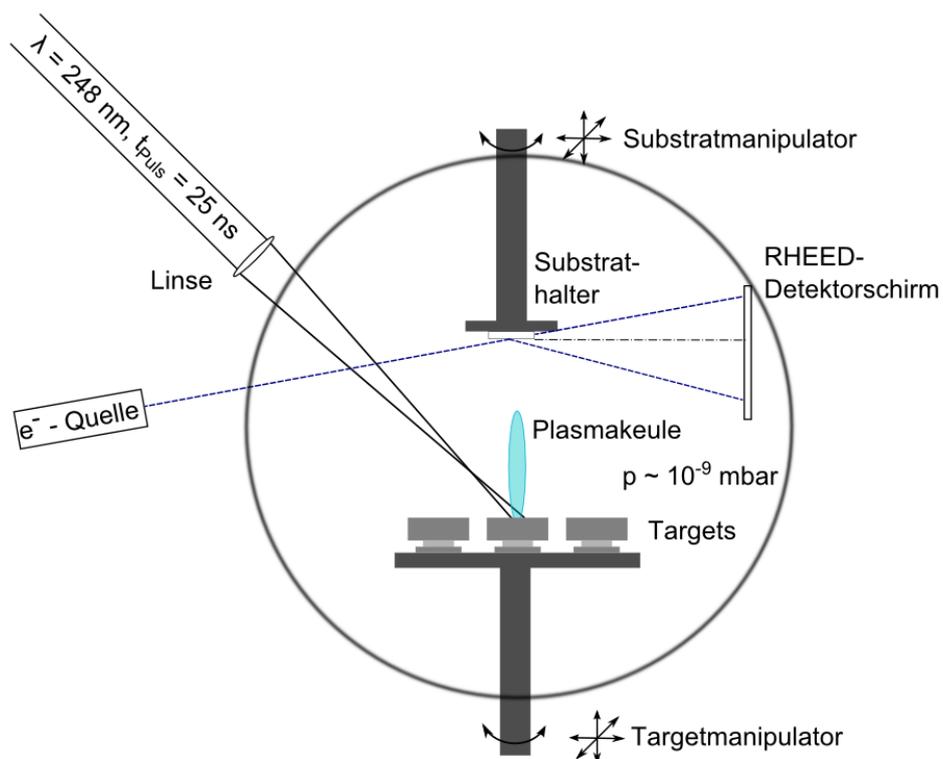


Abb. 3.1 – Gepulste Laserabscheidung mit RHEED-Aufbau (siehe Abschnitt 3.2.2), schematische Darstellung.

Der für die Probenpräparation genutzte KrF-Excimer-Laser der Firma Coherent emittiert Pulse einer Wellenlänge von 248 nm mit 25 ns Pulsdauer. Die Laserpulsenergie auf den Targets betrug in den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Abscheidungen 80 mJ. Der hohe Energieeintrag im vom Laser ausgeleuchteten Bereich von ca. 3 J/cm² kann nicht über Wärmeleitung ausgeglichen werden, sondern bewirkt ein Verdampfen des Targetmaterials. Die verdampften Atome absorbieren weitere Energie der Laserstrahlung und werden dadurch zu einem großen Teil ionisiert [89]. Das entstandene Plasma breitet sich mit sehr hoher Geschwindigkeit überwiegend senkrecht zur Targetoberfläche aus. Die kinetische Energie der Ionen kann über 100 eV betragen [90] und liegt somit um Größenordnungen über der Energie der bei anderen Methoden der physikalischen Gasphasenabscheidung abgetragenen (Neutral-)Teilchen. Aufgrund der hohen Energie kommt es zu einem teilweisen Wiederabtrag der aufwachsenden Schicht durch Stoßprozesse. Dies wird in der vor jeder Deposition mit einem Schwingquarz durchgeführten Ratenmessung berücksichtigt. Der Druck während der Laserabscheidung lag um $5 \cdot 10^{-9}$ mbar. Die für diese Arbeit genutzten Elementtargets besaßen eine Reinheit von 99,99%. Die verwendeten Legierungstargets (FeB und Fe₈₀C₂₀) wurden von Sven Donath im IFW Dresden hergestellt.

Aus der hohen Energie der sich abscheidenden Teilchen ergibt sich ein wesentlicher Vorteil der PLD, da so Legierungen und Strukturen präpariert werden können, die sich fern vom thermischen Gleichgewicht befinden [91, 92]. Durch die starke Durchmischung und die gleichzeitig sehr hohe effektive Abkühlgeschwindigkeit [90] der abgeschiedenen Spezies konnten beispielsweise homogene Fe-Ag-Legierungen präpariert werden [93], obwohl diese Elemente im thermischen Gleichgewicht keinen Mischkristall bilden. Ein weiterer Vorteil ist die einfache Herstellung von Legierungsschichten bei Verwendung mehrerer Element- und/oder vorlegierter Targets. Durch pulsweises Wechseln zwischen den Targets im Laserspot kann die gewünschte Stöchiometrie bei gleichzeitig hoher Schichthomogenität eingestellt werden. Außerdem ermöglicht die an der PLD-Kammer befindliche Anordnung zur Beugungsmessung hochenergetischer Elektronen (RHEED, siehe Abschnitt 3.2.2) eine *In-situ*-Charakterisierung der abgeschiedenen Schichten.

Ein Nachteil der PLD kann die Entstehung und Abscheidung von Tröpfchen (engl. *droplets*) des Targetmaterials sein, für die verschiedene Ursachen diskutiert werden [94]. Häufig ist eine Überhitzung des Materials unterhalb der Targetoberfläche aufgrund der Kühlung der Oberfläche durch die Verdampfungswärme verantwortlich. Regelmäßiges Polieren der verwendeten Targets sowie eine leichte laterale Positionskorrektur des Substrats nach Fähler et al. [95] führt zu einer Reduktion der Tröpfchenbildung.

3.1.2 Kombinatorische magnetfeldunterstützte Kathodenzerstäubung

Magnetfeldunterstützte Kathodenzerstäubung wurde für die Herstellung eines legierten Pufferschichtsystems mit kontinuierlichem Zusammensetzungsgradienten genutzt.

Bei dieser Methode wird zwischen dem genutzten Target (Kathode) und einem dazugehörigen Anodenring ein starkes elektrisches Feld aufgebaut, das eine Ionisierung des in der Kammer befindlichen Sputtergases bewirkt. In dem so entstehenden Plasma erfolgt ein Abtrag des Targetmaterials durch Stoßprozesse mit den auf die Oberfläche treffenden Gasionen. Die geladenen Teilchen erfahren durch auf der Unterseite des Targets befindliche Permanentmagnete Lorentzkräfte, die sie in spiralförmige Bahnen über dem Target zwingen und die Ionisation des Sputtergases weiter erhöhen. Aus dem Target herausgelöste Teilchen, die eine maximale kinetische Energie von etwa 10 eV [96] besitzen, scheiden auf einem gegenüberliegenden Substrat ab. Da ihre Energie etwa eine Größenordnung geringer als die der Ionen bei der PLD ist, arbeitet diese Abscheidemethode näher am thermischen Gleichgewicht.

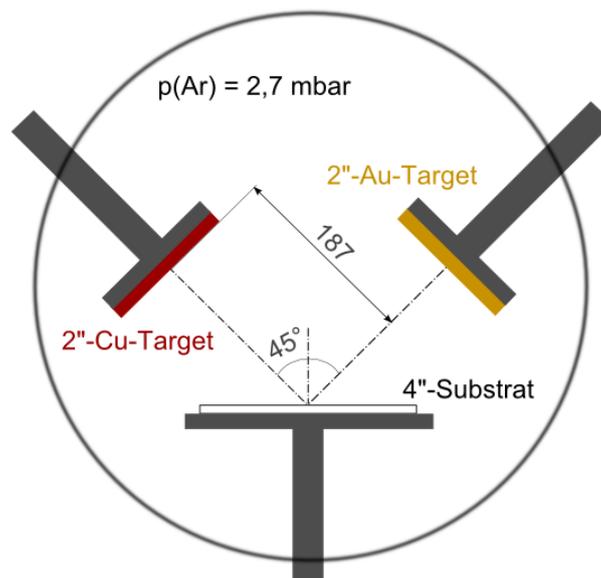


Abb. 3.2 – Schematischer Aufbau der Abscheidekammer für kombinatorische Kathodenzerstäubung an der Ruhr-Universität Bochum.

Bei der hier angewandten kombinatorischen Kathodenzerstäubung [97] wurden Substrate mit großer lateraler Ausdehnung eingesetzt, um bei gleichzeitiger Abscheidung von verschiedenen Targets Zusammensetzungsgradienten in der Substratebene zu erzeugen. Abbildung 3.2 veranschaulicht die Geometrie der Abscheidekammer, deren Basisdruck $9 \cdot 10^{-8}$ mbar beträgt. Als Substrate wurden Si(100)-Wafer mit einem Durchmesser von vier Zoll gewählt. Die genutzten Elementtargets besaßen einen Durchmesser von zwei Zoll und eine Reinheit von 99,99%. Als Sputtergas wurde 6N-Ar mit einem Druck von 2,7 mbar

eingesetzt. Die Proben wurden von Dr. Sven Hamann und Alexander Siegel hergestellt und entstanden während eines Forschungsaufenthalts an der Ruhr-Universität Bochum in der Arbeitsgruppe von Prof. Alfred Ludwig.

Vor der jeweiligen Abscheidung erfolgte eine Strukturierung des Si-Wafers um diskrete Einzelproben zu erhalten. Dafür wurde ein säurebeständiger Positiv-Polymerlack (Micro-Chemicals AZ 1518) aufgebracht. Anschließend wurden pro Wafer mit Hilfe einer Maske 301 Quadrate mit jeweils $(3 \times 3) \text{ mm}^2$ Größe belichtet. An den belichteten Stellen kann der Photolack aufgelöst werden und es entstehen Probenquadrate. Vor dem Einschleusen des Wafers in die Vakuumkammer erfolgte ein dreiminütiges Ätzen des Wafers mit 9%-iger Flusssäure, um das natürliche Oxid an der Oberfläche des Si zu entfernen. Wie bei der PLD wurden vor der Deposition für jedes einzelne Target Ratenmessungen mit einem Schwingquarz durchgeführt. Nach der Schichtabscheidung wurde der Polymerlack mit den darauf befindlichen Schichten im Ultraschallbad abgelöst, so dass lediglich die 301 Probenquadrate auf dem Substrat verblieben.

3.2 Strukturanalyse

Für die strukturelle Charakterisierung der Dünnschichten wurden im Rahmen dieser Arbeit unterschiedliche Methoden genutzt, die sowohl eine *In-situ*-Analyse der ersten Atomlagen noch während der Abscheidung als auch eine Ermittlung der Kristallstruktur und Schichtarchitektur dickerer Schichten *ex situ* erlauben. Die verwendeten Methoden werden in diesem Abschnitt vorgestellt.

3.2.1 Röntgendiffraktometrie

Die standardmäßige Charakterisierung der Schichtstruktur erfolgte mittels Röntgenbeugung (engl. *X-ray diffraction*, *XRD*). In einer solchen Messung wird jeweils ein Ausschnitt des reziproken Gitters, das sich aus dem realen Kristallgitter der Schicht(en) ergibt, vermessen. An reziproken Gitterpunkten kann mit Röntgenstrahlung eine konstruktive Beugungsinterferenz, die sich in einer messbaren Beugungsintensität äußert, auftreten. Welche Reflexe durch eine Messung detektiert werden, hängt von der Wahl der Röntgenwellenlänge λ und der Winkellage von Strahlungsquelle und -detektor ab.

In der Bragg-Brentano-Geometrie werden der Einfallswinkel der Röntgenstrahlung θ , der als der Winkel zwischen Röntgenquelle und Probenoberfläche definiert ist, und der zugehörige Detektorwinkel 2θ in kleinen Schritten abgerastert. Da die Lage der Probe während einer Messung unverändert ist, werden nur Beugungsinterferenzen bzw. reziproke Gitterpunkte von Netzebenen, die parallel zur Oberfläche liegen, detektiert.

Mit der Bragg-Gleichung

$$\lambda = 2d_{\text{hkl}} \sin \theta_{\text{hkl}} \quad (3.1)$$

kann der Netzebenenabstand d_{hkl} aus dem Winkel θ_{hkl} , unter dem ein Intensitätsmaximum auftritt, ermittelt werden. Für kubische Kristalle mit dem Gitterparameter a gilt

$$a = d_{\text{hkl}} \cdot \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad , \quad (3.2)$$

wobei h , k und l die Millerschen Indizes der betrachteten Netzebene sind. In $(00l)$ -orientierten Schichten mit tetragonaler Symmetrie gilt für den Gitterparameter c

$$c = d_{00l} \cdot l \quad . \quad (3.3)$$

Eine Ausdehnung der reziproken Gitterpunkte bedingt eine Verbreiterung der Beugungsreflexe und kann (neben weiteren Ursachen) auf eine begrenzte Dicke der Schicht, eine zunehmende Granularität in lateraler Richtung, eine erhöhte Mosaizität oder den Einbau von Versetzungen zur Gitteranpassung zurückgeführt werden [66]. Aus der Halbwertsbreite h_w eines unter dem Winkel θ registrierten $(00l)$ -Reflexes lässt sich mithilfe der *Scherrer*-Formel der Durchmesser der kohärent streuenden Bereiche und somit ein Maß für die Korngröße L abschätzen [98]

$$L = \frac{0,886}{h_w \cdot \cos \theta} \quad . \quad (3.4)$$

Eine Möglichkeit, Netzebenen zu detektieren, die nicht parallel zur Oberfläche liegen, bietet die Vier-Kreis-Geometrie oder Euler-Wiegegeometrie [66]. Zusätzlich zur schon beschriebenen Proben- und Detektorrotation um θ bzw. 2θ wird die Probe um eine zu ihrer Oberfläche senkrechte Achse rotiert (Drehwinkel φ) und um eine zu ihrer Oberfläche parallele Achse verkippt (Kippwinkel ψ). Bei konstanten θ - 2θ -Winkeln kann so zum Beispiel überprüft werden, in welche Raumrichtung bestimmte Netzebenen orientiert sind. In sogenannten Polfiguren wird die Intensitätsverteilung als Polarkoordinatendarstellung in Abhängigkeit der beiden Rotationswinkel dargestellt. Diese Texturmessungen ermöglichen eine Angabe der Orientierungsbeziehungen der einzelnen Schichten zueinander sowie den direkten Nachweis von Gitterdehnungen.

Die bisher vorgestellten Diffraktometriemethoden erlauben Aussagen über die Abstände und die Lage der in kristallinen Schichten auftretenden Netzebenen unter der Voraussetzung einer ausreichenden Kohärenzlänge L . Eine Überprüfung der Schichtdicken ist mit diesen Messverfahren nicht möglich. Bei bestimmten Schichtarchitekturen ist eine solche Überprüfung jedoch notwendig, da die der Abscheidung vorangestellte Ratenmessung (vgl. Abschnitt 3.1.1) teilweise nur eine eingeschränkte Aussagekraft besitzt. Insbesondere

trifft das für Vielschichtsysteme zu, bei denen die Rate verfälschende Effekte wie ein teilweiser Wiederabtrag der Schichten an den Grenzflächen und Grenzflächendurchmischung besonders relevant sind. Eine alternative Möglichkeit zur Bestimmung von Schichtdicken ist die Röntgenreflektometrie, bei der zwar analog zu Gl. 3.1 konstruktive Interferenzen detektiert werden [99], jedoch ein streifender Einfall der Röntgenstrahlung mit 2θ bis etwa 5° genutzt wird. Eine Änderung der Elektronendichte in senkrechter Richtung zur Oberfläche, d. h. ein Materialkontrast, wie er an jeder Schicht mit oberer und unterer Begrenzung zweimal auftritt, bewirkt eine Streuung der Strahlung vergleichbar mit der an einem schmalen Spalt. Da der Phasenunterschied der reflektierten Röntgenstrahlen jeweils ganzzahlige Vielfache m der Schichtdicke annimmt, ergibt sich eine Modulation der detektierten Intensität. Aus den Abständen der einzelnen Intensitätsmaxima θ_m für verschiedene m kann somit die reale Schichtdicke d bestimmt werden.

$$\sqrt{\theta_m^2 - \theta_C^2} = \frac{\lambda}{2d} \cdot m \quad [99] \quad (3.5)$$

Dabei ist θ_C der Detektorwinkel bis zu welchem Totalreflexion auftritt. Bei komplizierteren Schichtarchitekturen empfiehlt sich ein Abgleich der gemessenen Reflektometriekurven mit einer simulierten Kurve, die Dickschwankungen und Rauheiten berücksichtigt. Im Rahmen dieser Arbeit wurde dafür das Programm *X'Pert Reflectivity* von PANalytical genutzt.

Für die Messung der θ - 2θ -Diffraktogramme wurde ein Bruker D8 Advance Diffraktometer mit $\text{CoK}\alpha$ -Strahlung genutzt. Die Texturmessungen in Vier-Kreis-Geometrie wurden an einem X'Pert-Goniometer ausgeführt. Die Messungen der Reflektometrie erfolgten an einem PANalytical X'Pert Pro PW 3040/60. Die beiden letztgenannten Diffraktometer nutzen $\text{CuK}\alpha$ -Strahlung.

3.2.2 Reflexion und Beugung hoch-energetischer Elektronen

Bei den beschriebenen Röntgenbeugungsexperimenten handelt es sich um integrale Messmethoden, da ihre Eindringtiefe die hier untersuchten Schichtdicken von maximal 100 nm übersteigt. Aussagen über strukturelle Unterschiede in Abhängigkeit von der Schichtdicke sind praktisch nicht möglich. Die Reflexverbreiterung bei sinkender Schichtdicke verhindert zudem eine Analyse von Schichten mit Dicken unterhalb von 5 nm. In dieser Arbeit wurde deshalb zusätzlich die oberflächensensitive Methode der hochenergetischen Elektronenbeugung (engl. *Reflection High Energy Electron Diffraction, RHEED*) verwendet. Die RHEED-Beugungsbilder wurden während der Schichtabscheidung (*in situ*) aufgenommen. Da der Aufnahmetrigger von der Abscheidesoftware gesteuert wird, kann jede Aufnahme einer Schichtdicke zugeordnet werden.

Während einer RHEED-Messung werden hochenergetische Elektronen detektiert, die unter kleinem Winkel auf die Probenoberfläche auftreffen und an Netzebenen gebeugt werden. Ist die Schichtoberfläche nicht ideal glatt, kommt es zur Durchstrahlung von kristallinen Bereichen. Oberflächenunebenheiten, wie zum Beispiel Wachstumsinseln, stellen im reziproken Raum kleine Kugeln mit endlicher lateraler Ausdehnung dar. Ihre Schnittflächen mit der Ewaldkugel, die von einer CCD-Kamera aufgenommen werden, bilden somit ein Abbild der Gittersymmetrie ähnlich wie bei der Beugung im Transmissionselektronenmikroskop. Eine schematische Darstellung eines solchen Beugungsbildes ist in Abb. 3.3(a) gezeigt.

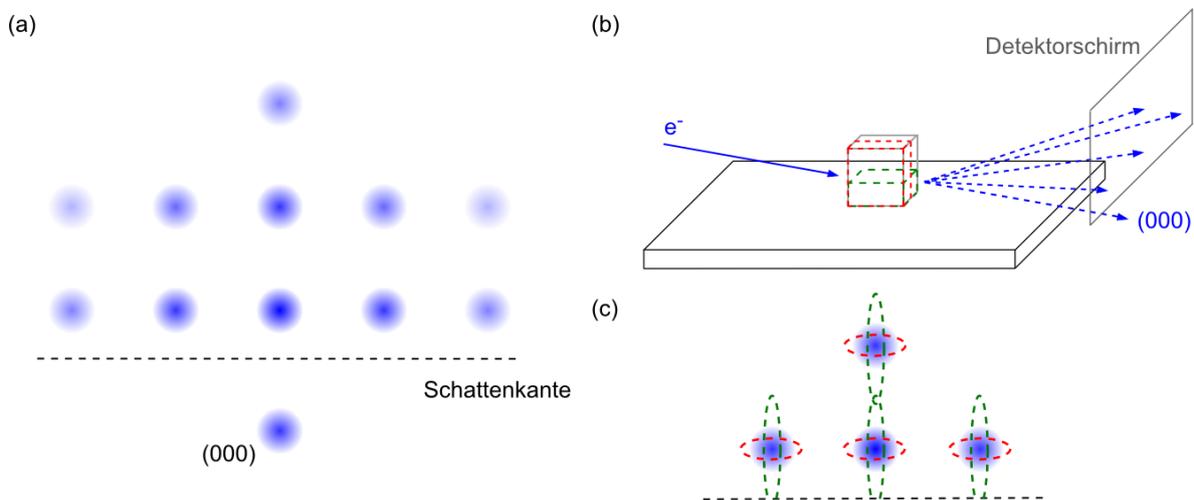


Abb. 3.3 – (a) Schematische Darstellung eines RHEED-Beugungsbildes in Transmission. Die Einflüsse der in (b) skizzierten abnehmenden Schichtrauheit (grün) und der lateralen Größenabnahme der Oberflächenobjekte (rot) auf das Beugungsbild sind in (c) gezeigt. Der Primärstrahl ist mit (000) indiziert. Verglichen mit der hier verwendeten Anordnung an der PLD-Kammer (Abb. 3.1) sind die Darstellungen um 180° gedreht.

Die inversen Abstände der Reflexe in lateraler Richtung skalieren mit dem Gitterparameter in der Schichtebene. Senkrecht zur Schattenkante aufgenommene Reflexe geben ein reziprokes Maß für die Abstände der Netzebenen senkrecht zur Oberfläche. Bei abnehmender Rauheit, also einer abnehmenden Höhe der Oberflächenobjekte bei gleicher oder steigender lateraler Ausdehnung, entarten die Kugeln im reziproken Raum ellipsoidisch und führen zur Bildung eines Streifen-Beugungsbildes. Die Auswirkung von Änderungen der Morphologie der Oberflächenobjekte (Abb. 3.3(b)) auf das Beugungsbild ist schematisch in Abb. 3.3(c) dargestellt.

In Abbildung 3.1 ist die RHEED-Anordnung in der PLD-Kammer skizziert. Die Beschleunigungsspannung der Elektronen U_e betrug 30 kV, ihre kinetische Energie somit

30 keV. Für die quantitative Analyse des Beugungsbildes werden die Elektronen als relativistische De-Broglie-Welle mit

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0eU_e \cdot \left(1 + \frac{eU_e}{2m_0c^2}\right)}} \quad (3.6)$$

bzw.

$$\lambda[\text{nm}] = \frac{1,226}{\sqrt{(U_e[\text{V}] \cdot (1 + 0,9788 \cdot 10^{-6} \cdot U_e[\text{V}]})}} \quad (3.7)$$

betrachtet [100]. Mit Hilfe der Bragg'schen Gleichung (Gl. 3.1) lassen sich die Gitterparameter aus den Reflexabständen berechnen. Zur Bestimmung der Reflexlagen wurde eine automatisierte Analysesoftware verwendet, die an die Reflexe Pseudo-Voigt-Peakfunktionen anpasst.

3.2.3 Transmissions-Elektronen-Mikroskopie

Gegenüber den integralen Röntgenbeugungsmethoden bietet die Transmissions-Elektronen-Mikroskopie (TEM) die Möglichkeit, die Schichten *ex situ* lokal in Struktur und Gefüge zu charakterisieren. Die geringe Wellenlänge der mit bis zu 300 kV beschleunigten Elektronen erlaubt Messungen bis in den Bereich atomarer Auflösung. Dafür ist jedoch eine geeignete Probenpräparation erforderlich. Mit einem fokussierten Ga⁺-Ionenstrahl wurden für die TEM-Analysen an einem Helios NanoLab 600i Rasterelektronenmikroskop aus ausgewählten Proben etwa 50 nm dünne Lamellen geschnitten. Die Schnitte erfolgten in diesem Fall senkrecht zur Schichtoberfläche, so dass Querschnittsaufnahmen der Schichten möglich waren. Ein Nachdünnen der Lamellen erfolgte mit einer Ar⁺-Ionenmühle.

Eine weitere Fe-Co-Schicht wurde klassisch gedünnt um die Einflüsse der Präparation ausschließen zu können. Zunächst erfolgte dafür ein mechanisches Schleifen an einem Allied-Systems-Multiprep-Gerät in einem Isopropanol-Glycerin-Gemisch. Im Anschluss wurde die Lamelle an einer PIPS-II-Gatan-Anlage bei gleichzeitiger Stickstoffkühlung mit Ar⁺-Ionen unter einem Winkel von 10° schonend bestrahlt, in dem die Beschleunigungsspannung schrittweise von anfangs 3 kV auf 0,2 kV reduziert wurde.

Die TEM-Voruntersuchungen erfolgten gemeinsam mit Christine Damm an einem Tecnai T20 mit LaB₆-Glühemissionkathode ($U = 200$ kV). Hochauflösende TEM-Untersuchungen wurden mit Dr. Darius Pohl an einem Titan³ 80-300 mit C_s-Korrektor und Schottky-Feldemissionskathode ($U = 300$ kV) durchgeführt.

3.3 Charakterisierung der Schichtzusammensetzung

Zur Bestimmung und Verifizierung der Schichtzusammensetzung wurden verschiedene Methoden genutzt. In Anbetracht der unterschiedlichen zu detektierenden Elemente gibt es keine Standardmethode, die alle Atome mit hoher Genauigkeit detektiert.

3.3.1 Energiedispersive Röntgenspektroskopie

Die routinemäßige Untersuchung der Zusammensetzung der Schichten, insbesondere der Anteile schwererer Atome wie Fe und Co, erfolgte mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (engl. *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy, EDX*). Bei einer EDX-Analyse werden Rumpfelektronen des Probenmaterials durch Elektronen ausreichend hoher Energie angeregt. Im angeregten Zustand nehmen die Probenelektronen kurzzeitig Zustände höherer Energie ein. In einem sich anschließenden Relaxationsprozess wird das vakante Energieniveau durch Elektronen mit ursprünglich höherer Energie besetzt. Die Energiedifferenz der beiden Niveaus wird als Röntgenquant abgegeben, dessen elementspezifische Energie von einem EDX-Detektor erfasst wird.

Bei den EDX-Analysen im Rahmen dieser Arbeit wurde ein JEOL JSM6510-NX Rasterelektronenmikroskop mit einem EDX-Detektor von Bruker verwendet. Mit einer Analysesoftware wurde aus den aufgenommenen Spektren die jeweilige Schichtzusammensetzung berechnet. Bei Verwendung eines massiven Legierungsstandards der mit nasschemischen Methoden verifizierten Zusammensetzung $\text{Fe}_{43}\text{Co}_{57}$ als Referenz konnte dabei eine Genauigkeit von etwa 1 at% erzielt werden.

3.3.2 Elektronenspektroskopie

Fehlende Anregungsmöglichkeiten bei sehr leichten Atomen stellen eine Grenze der EDX dar. Gemäß der für die Elektronenübergänge geltenden Auswahlregeln sind die Elemente bis Beryllium ($Z = 4$) mittels EDX nicht nachweisbar. Praktisch sind die Anregungsenergien der in Frage kommenden Elektronen jedoch bei einer Reihe weiterer Elemente so gering, dass sie für eine EDX-Analyse nicht genutzt werden können. Bis zur Ordnungszahl $Z = 20$ (Kalzium) liegt die Anregungsenergie von Elektronen der K-Schale bei maximal 4 keV [101]. Die gegenseitige Überlagerung der Anregungen und die dominierende Selbstabsorption dieser niederenergetischen Strahlung im Probenmaterial [101] machen eine Quantifizierung unmöglich. Um die Konzentrationen der leichten Atome Bor ($Z = 5$), Kohlenstoff ($Z = 6$) und Stickstoff ($Z = 7$) zu ermitteln, wurden deshalb alternative Methoden angewendet, die auf Elektronenspektroskopie basieren.

Ausgewählte Proben wurden für diese Arbeit mittels Röntgenphotoelektronenspektroskopie (engl. *X-ray Photoelectron Spectroscopy, XPS*) und Auger-Elektronenspektrosko-

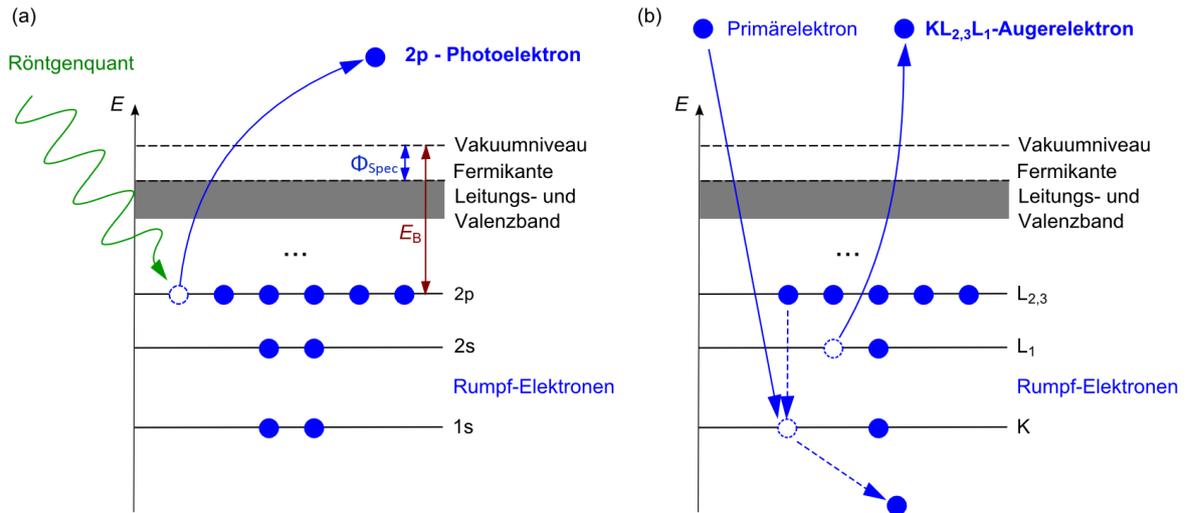


Abb. 3.4 – Schematische Darstellung der Vorgänge bei (a) der Photoelektronenspektroskopie (XPS) und (b) der Auger-Elektronenspektroskopie (AES)

pie (AES) untersucht, um die Elementgehalte von Bor bzw. Kohlenstoff möglichst genau zu bestimmen. Bei beiden Methoden werden aus der Probe emittierte Elektronen detektiert. Die zugrunde liegenden Vorgänge sind in Abb. 3.4 schematisch dargestellt.

Bei der XPS erfolgt die Anregung durch einen Röntgenstrahl. Die Photonenenergie $h\nu$ wird dabei direkt auf Probenelektronen übertragen und reicht aus, um deren Bindung zu lösen. Aus der gemessenen kinetischen Energie der aus der Probe ausgetretenen Elektronen kann bei Kenntnis der Spektrometerkonstante Φ_{Spec} die elementspezifische Bindungsenergie E_B des ursprünglichen Elektrons ermittelt werden:

$$E_B = h\nu - E_{\text{kin}} - \Phi_{\text{Spec}} \quad . \quad (3.8)$$

Die Tiefe, aus der die Photoelektronen wechselwirkungsfrei austreten können, liegt im Bereich weniger Atomlagen [102]. Für eine tiefenaufgelöste Messung von Schichtzusammensetzungen müssen deshalb Oberflächenatome abgetragen werden.

Die XPS-Analysen für diese Arbeit wurden von Dr. Steffen Oswald am IFW Dresden durchgeführt. Dabei kam ein PHI 5600 CI Spektrometer von Physical Instruments zum Einsatz. Die verwendete Röntgenquelle erzeugt monochromatische Al-K α -Strahlung mit $h\nu = 1486,7 \text{ eV}$. Ein hemisphärischer Analysator mit einer Schwellenenergie von 29 eV diente als Detektor.

Bei der AES kommt es im Gegensatz zur EDX oder XPS zu einem strahlungslosen Emissionsvorgang. Ein eingestrahktes Elektron erzeugt durch einen Stoßprozess kurzzeitig eine Elektronenleerstelle, die anschließend von einem anderen höherenergetischen Elektron eingenommen wird. Die Energiedifferenz wird hier jedoch nicht wie bei der EDX als Röntgenquant abgegeben, sondern auf ein weiteres Elektron übertragen. Dessen element-

und bindungstypische Energie wird detektiert. Die Informationstiefe bei der AES beträgt wie bei der XPS höchstens wenige Atomlagen [103].

Wie schon angedeutet, konkurriert im Elektronenstrahl die Emission von Auger-Elektronen mit der von Röntgenquanten. Bei leichten Atomen ($Z < 30$) übertrifft die Wahrscheinlichkeit der Elektronen- die der Röntgenemission [104]. Praktisch wird jedoch ein großer Teil der Auger-Elektronen, die tiefer in der Probe erzeugt werden, aufgrund von Absorption nicht detektiert. Röntgenquanten können wegen ihrer größeren freien Weglänge stattdessen auch detektiert werden, wenn sie deutlich tiefer in der Schicht entstanden sind.

Die für diese Arbeit durchgeführten AES-Messungen wurden von Martin Hoffmann, Steffi Kaschube und Dr. Steffen Oswald am IFW Dresden durchgeführt. Dabei wurde eine JAMP-9500F-Auger-Mikrosonde mit Feldemissionskathode genutzt.

Sowohl an dem für die XPS- als auch an dem für die AES-Messungen verwendeten Aufbau konnte mittels Abrastern mit Ar^+ -Ionen (*Sputtern*) eine Reinigung der Schichtoberfläche sowie ein Abtrag der Schichtoberfläche für tiefe aufgelöste Messungen durchgeführt werden.

Eine Herausforderung bei der hier erforderlichen Bestimmung des Kohlenstoffgehalts der Schichten ist dessen Anreicherung an Oberflächen. Kohlenstoffverbindungen treten sowohl an Luft als auch im evakuierten Mikroskop auf. Referenzmessungen an einer kohlenstofffreien Schicht zeigen, dass XPS- und AES-Messungen dadurch verfälscht werden können. Während bei der AES eine zeitabhängige Zunahme des C-Gehalts auf die Anreicherung im Elektronenstrahl zurückgeführt wird, kann der bei XPS beobachtete C-Anstieg mit der Oberflächendiffusion der C-Atome von der freien Oberfläche in den Sputtergraben begründet werden. Wenn eine zu kleine Fläche abgetragen wird, nimmt der mit XPS ermittelte C-Gehalt bei steigender Sputterzeit zu (Abb. 3.5(a)). Um eine Verfälschung der Ergebnisse zu vermeiden, wurde jeweils eine große Probenfläche von $(4 \times 4) \text{ mm}^2$ für die XPS-Analysen abgetragen. Der detektierte C-Gehalt ist dann, wie in Abb. 3.5(b) für eine Fe-Co-Probe mit 2 at% C gezeigt, unabhängig von der Sputterzeit. Unter Berücksichtigung der genannten Verfälschungen konnten mittels AES und XPS für ausgewählte Proben vergleichbare Ergebnisse erzielt werden. Bei der quantitativen Bestimmung des C-Gehalts floss dabei der Elementempfindlichkeitsfaktor des Kohlenstoffs ein, der zuvor in weiteren Referenzmessungen an einem Stück des $\text{Fe}_{80}\text{C}_{20}$ -Targets ermittelt wurde.

Die Ermittlung der Bor- und Stickstoff-Gehalte der Schichten ist im Vergleich zum Nachweis des Kohlenstoffs einfacher, da bei diesen Elementen weder während der Lagerung noch der Messung eine zeitabhängige Anreicherung an der Oberfläche stattfindet.

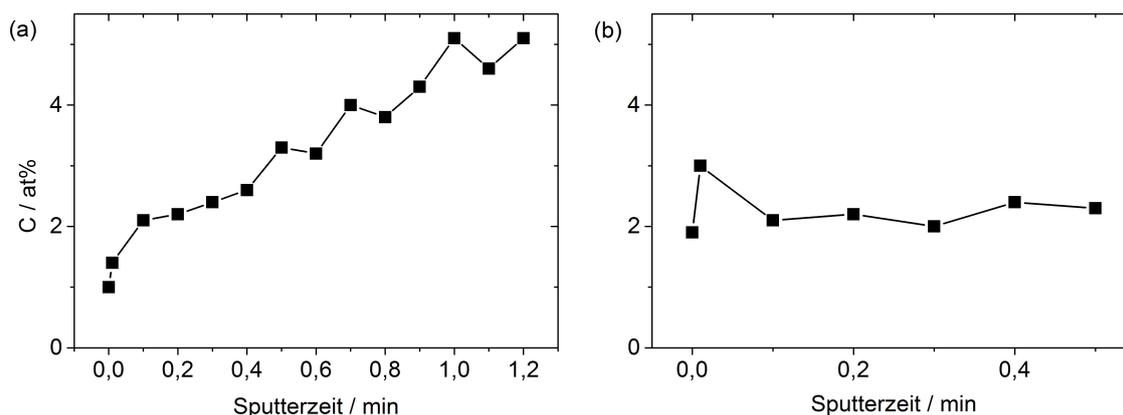


Abb. 3.5 – XPS-Messergebnisse für den C-Gehalt (a) einer kohlenstofffreien Referenzprobe, die in einem stationären Ar^+ -Ionenstrahl gesputtert wurde, und (b) einer Fe-Co-C-Schicht mit 2 at% C, bei der ein $(4 \times 4) \text{ mm}^2$ großes Feld rasternd abgetragen wurde.

3.4 Morphologie der Schichtoberflächen

Die Charakterisierung der Oberflächenmorphologie der Schichten erfolgte mittels Rasterkraftmikroskopie (engl. *Atomic Force Microscopy*, *AFM*). Bei dieser Methode werden Wechselwirkungen zwischen der Probenoberfläche und der Spitze eines hochfrequent schwingenden, die Fläche abrasternden Biegebalkens ausgewertet. Anziehende oder abstoßende Kräfte durch Oberflächenobjekte beeinflussen Phase und Amplitude von dessen Schwingung. Für die Messungen wurde ein Asylum Research Cypher AFM im intermittierenden Modus eingesetzt. Dabei wird durch einen Regelkreis der Abstand der Spitze von der Oberfläche während des Rasterns annähernd konstant gehalten. Eine typische Messung detektiert die Topografie eines einige Quadratmikrometer großen Ausschnittes. Die aufgenommenen Bilder wurden mit dem Programm WSxM 4.0 Beta 6.5 ausgewertet [105]. Ein geeignetes Maß für die Rauheit einer Schichtoberfläche ist der quadratische Mittelwert R_q des Höhensignals für einen dropletfreien Ausschnitt.

Die Oberflächenrauheit der hier betrachteten Schichten beträgt, soweit nicht anders angegeben, etwa 0,3 nm. Das entspricht rund zwei Atomlagen in Fe-Co und erklärt die beobachteten Transmissions-Beugungsreflexe während der RHEED-Messungen (vgl. Abschnitt 3.2.2).

3.5 Magnetische Charakterisierung

In diesem Abschnitt werden die Verfahren vorgestellt, die im Rahmen dieser Arbeit zur Messung lokaler und integraler magnetischer Eigenschaften eingesetzt wurden.

3.5.1 Magnetische Rasterkraftmikroskopie

Eine bildgebende Methode der magnetischen Charakterisierung, die auf dem beschriebenen Prinzip der Rasterkraftmikroskopie basiert, bietet die Magnetische Rasterkraftmikroskopie (engl. *Magnetic Force Microscopy, MFM*). Im Gegensatz zu den bei AFM genutzten Spitzen besitzt die Spitze des hier eingesetzten Biegebalkens eine ferromagnetische Beschichtung, die mit den langreichweitigen Streufeldern der zu untersuchenden Probe wechselwirkt. Das linienweise Abrastern der Probenoberfläche erfolgt bei der MFM in zwei Teilschritten. Zunächst wird die Topografie entlang einer Linie ermittelt, bevor in einem zweiten Schritt die Spitze mit konstantem Abstand über die Oberfläche fährt, um magnetostatische Kräfte zu detektieren (*Nap-Modus*). Da die Streufelder der magnetischen Domänen und nicht direkt deren Magnetisierung zum Messsignal beitragen, handelt es sich um eine indirekte Abbildungsmethode.

Die MFM-Untersuchungen wurden am selben Mikroskop durchgeführt wie die AFM-Messungen. Die genutzte Spitze war mit einer 40 nm dicken CoCr-Schicht beschichtet. Die Auswertung erfolgte analog zur AFM.

3.5.2 Vibrationsprobenmagnetometrie

Vibrationsprobenmagnetometrie (engl. *Vibrational Sample Magnetometry, VSM*) wurde für die Messung des magnetischen Moments der Proben in Abhängigkeit vom äußeren Magnetfeld genutzt. Während einer VSM-Messung führt die zu untersuchende Probe Schwingungen zwischen stationären Induktionsspulen aus. Je nach Betrag und Orientierung des Probenstreufeldes wird eine Spannung induziert, deren Wert direkt in ein magnetisches Moment überführt wird. Zur Bestimmung der Magnetisierung M der jeweiligen Probe aus dem detektierten Moment m muss das Probenvolumen V bekannt sein, das sich aus der Fläche des vermessenen Schichtstücks A und der Schichtdicke d ergibt.

$$M = \frac{m}{V} = \frac{m}{A \cdot d} \quad (3.9)$$

Die Messungen der Abscheideraten vor der jeweiligen Deposition sind ein guter Anhaltspunkt für die Schichtdicke. Diese Messungen wurden mit der tatsächlichen Schichtdicke von Fe-Co-Referenzschichten verglichen. Bei der Präparation einer solchen Probe wurde die Schicht an einer Stelle, an der zuvor die Haftung durch eine Folienstiftmarkierung reduziert wurde, im kurzen Acetonbad wieder abgelöst. Mit Rasterkraftmikroskopie kann an der verbliebenen Stufe die Höhe der tatsächlichen Schichtdicke ermittelt werden und anschließend die Abscheiderate entsprechend angepasst werden. Auch Röntgenreflektometrie (siehe Abschnitt 3.2.1) wurde zur Bestimmung der genauen Schichtdicke angewendet. Die Bestimmung der Fläche der Schichtstücke erfolgte mit der Bildvermessungssoftware

Image Access 12 an einem Allen CVM Lichtmikroskop. Aufgrund der zahlreichen Verfahren, die in die Berechnung der Magnetisierung M einfließen, kann diese nur mit einem systematischen Fehler von etwa 5% angegeben werden.

Das Messsignal beinhaltet jeweils alle dia-, para- und ferromagnetischen Anteile von Probenhalter, Substrat und der zusätzlichen Schichtarchitektur. Bei der Auswertung der Hysteresekurven der Schichten wurden die dia- und paramagnetischen Anteile, die sich durch eine lineare Abhängigkeit $m \sim H$ auszeichnen und bei hohen Feldern ermittelt wurden, subtrahiert. Um die Auswirkung der Richtung des äußeren Magnetfeldes auf das magnetische Moment der Proben zu ermitteln, wurden Probenhalter genutzt, die verschiedene Orientierungen der Probe erlauben. Somit konnten $m(H)$ -Hysteresekurven senkrecht zur Schichtebene und entlang unterschiedlicher Richtungen in der Schichtebene gemessen werden.

Die VSM-Messungen wurden in einem Quantum Design Physical Property Measurement System (PPMS) mit einem mit 40 Hz schwingenden VSM-Aufsatz bei 300 K ausgeführt.

3.5.3 Anomaler Hall-Effekt

Unterhalb einer Schichtdicke von etwa 5 nm wird das Signal-zu-Rausch-Verhältnis der VSM-Messungen bei den üblichen Probenflächen von ca. 10 mm² zu klein. Eine geeignete Methode zur Messung von $m(H)$ -Hysteresekurven sehr dünner Schichten basiert auf dem anomalen Hall-Effekt (AHE) [106], der die Ablenkung elektrischer Ladungsträger in magnetischen Feldern durch Lorentzkräfte ausnutzt. Während der Messung wird die so erzeugte Hallspannung U_H senkrecht zu einem in der Schichtebene fließenden Strom I in Abhängigkeit vom senkrecht zur Schichtoberfläche angelegten äußeren Magnetfeld H gemessen. Abbildung 3.6 gibt eine schematische Darstellung der Geometrie des Messprinzips. Der Hall-Widerstand R_H setzt sich aus dem Anteil des normalen Hall-Effekts R_N , der die Ablenkung der Ladungsträger aufgrund des äußeren Feldes beschreibt, und einem anomalen Anteil R_{AH} zusammen.

$$R_H = \frac{U_H}{I} = R_N + R_{AH} \quad (3.10)$$

Die Ladungsträger ablenkende Wirkung der Magnetisierung wird mit dem anomalen Hall-Effekt $R_{AH} \sim M$ beschrieben. Dieser umfasst einen intrinsischen Mechanismus, der die Auswirkung des itineranten Elektronenspins in Ferromagneten aufgrund der Spin-Bahn-Kopplung der Elektronen beschreibt, und zwei zusätzlichen Mechanismen, die von Störstellen abhängen [107]. Letztere werden als *Skew-Scattering* und *Side-Jump*-Prozesse bezeichnet. Da der anomale Hall-Effekt folglich von Probenzusammensetzung und Schichtdicke abhängt [108], kann mittels AHE-Messungen keine quantitative Bestimmung der

Magnetisierung erfolgen. Eine Bestimmung von Koerzitiv- und Sättigungsfeld ist jedoch einfach möglich.

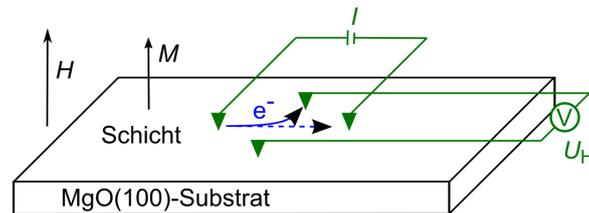


Abb. 3.6 – Schematische Darstellung des Messprinzips auf Grundlage des anomalen Hall-Effekts. Der Elektronenstrom (blau) wird im H - und M -Feld gemäß der Drei-Finger-Regel abgelenkt.

Die AHE-Messungen fanden wie die VSM-Messungen in einer PPMS-Kammer bei 300 K statt. Mit vier Gold-Presskontakten wurde der Probenstrom von 100 mA vorgegeben und die Hallspannung abgegriffen. Aufgrund der vorgegebenen Messgeometrie (vgl. Abb. 3.6) können nur Hysteresen in Abhängigkeit von einem senkrecht angelegten Magnetfeld aufgenommen werden, da ein parallel zur Schichtebene angelegtes Magnetfeld keine Hall-Spannung in der Schichtebene erzeugt. Dennoch sind AHE-Messungen die geeignetste Methode zur magnetischen Charakterisierung ultradünner Schichten, da das Signal-zu-Rausch-Verhältnis bei sinkender Schichtdicke, im Unterschied zu dem der VSM-Messungen, ansteigt.

3.5.4 Zirkularer magnetischer Röntgendichroismus

Auch spektroskopische Methoden eignen sich zur Charakterisierung ferromagnetischer Materialien. Die Methode des zirkularen magnetischen Röntgendichroismus (engl. *X-ray Magnetic Circular Dichroism*, XMCD) nutzt Unterschiede der Absorption von unterschiedlich polarisierter Röntgenstrahlung aus und erlaubt Rückschlüsse auf die Zustandsdichte der Elektronen mit unterschiedlichen magnetischen Momenten. Im Energiebereich der magnetischen Elektronenübergänge unterscheiden sich die Absorptionsspektren für Proben mit unterschiedlicher Magnetisierungsrichtung oder für unveränderte Proben, wenn mit links- oder rechts-zirkular polarisierter Röntgenstrahlung gemessene Spektren verglichen werden. Aus den detektierten Differenzspektren können durch Anwendung der sogenannten Summenregeln die Größe der magnetischen Spin- und der Bahnmomente ermittelt werden [109, 110]. Röntgenspektroskopische Methoden benötigen eine hohe Brillanz der Strahlung, wie sie von Elektronenspeicherringen bereitgestellt wird.

Die in dieser Arbeit aufgeführten Messungen wurden an der Strahllinie PM3 am Speicherring BESSY II des Helmholtz-Zentrums Berlin (HZB) von Dr. Ruslan Salikhov, Dr. Ulf Wiedwald (Universität Duisburg-Essen) und Dr. Radu Abrudan (HZB) durchgeführt und ausgewertet. Die genutzte Strahllinie zeichnet sich durch eine hohe Polarisierung aus.

tion des Röntgenstrahls und eine hohe Intensität an den hier detektierten Fe- und Co-L_{3,2}-Absorptionskanten aus. Aus dem Gesamtsignal der Photoelektronen (engl. *total electron yield*), die in der direkt an der Strahllinie aufgebauten ALICE-Vakuumkammer [111] detektiert wurden, erfolgte die Berechnung der Absorptionsspektren (engl. *X-ray Absorption Spectra, XAS*) für unterschiedlich zirkular polarisierte Röntgenstrahlung. Dabei wurde jeweils über acht Messungen gemittelt. Vor den Messungen wurden die Schichten durch ein in der Schichtebene entlang der [110]-Richtung des Fe-Co angelegtes externes Feld magnetisch gesättigt. Die Differenz der Absorptionsspektren für die unterschiedlichen Polarisierungsrichtungen der Strahlung ergibt das XMCD-Signal. Die hier angewendete Methode, die Photoelektronen ausnutzt, ist oberflächensensitiv und detektiert kein Signal, das aus einer Probentiefe größer als wenige Nanometer stammt. Um eine Oxidation der Probenoberfläche zu vermeiden, wurden Proben untersucht, die mit einer 2 nm dicken Al-Deckschicht bedeckt waren.

3.5.5 Ferromagnetische Resonanz

Eine weitere spektroskopische Methode, die sich für die Untersuchung magnetischer Dünnschichten eignet, ist die Messung ferromagnetischer Resonanz (FMR). Dabei wird ausgenutzt, dass die Magnetisierung einer Probe in einem sich schnell ändernden Magnetfeld um die Richtung des lokal wirkenden Magnetfeldes präzidiert [112]. In einer FMR-Messung werden die Resonanzbedingungen dieser Präzession ermittelt, in dem in einem äußeren Magnetfeld die Absorption elektromagnetischer Strahlung in Form von Mikrowellen gemessen wird. Das effektiv auf die magnetischen Momente der Elektronen in der Probe wirkende Magnetfeld ist von der Frequenz der eingestrahlten Mikrowellen abhängig und kann um mehrere 0,1 T vom äußeren Feld abweichen [41]. Für FMR-Messungen müssen die Richtungen des äußeren statischen Feldes und der magnetischen Feldkomponente der zu absorbierenden Strahlung senkrecht zueinander sein. Je nach ihrer Ausrichtung ergibt sich für eine magnetisch gesättigte Probe eine unterschiedliche Resonanzfrequenz. Aus der Kombination von Messungen, die entlang verschiedener kristallographischer Richtungen durchgeführt wurden, können die Anisotropiekonstanten K_U und K_4 bestimmt werden. Aufgrund der begrenzten Eindringtiefe der Mikrowellen und wegen abschirmender Wirbelströme in der Schichtebene liegt die Informationstiefe der FMR bei metallischen Schichten bei etwa 50 nm.

Die in dieser Arbeit diskutierten FMR-Messungen wurden von Dr. Ruslan Salikhov an der Universität Duisburg-Essen durchgeführt und ausgewertet. In dem genutzten Aufbau wurde die Absorption der im Resonator befindlichen Probe phasensensitiv in Abhängigkeit vom angelegten Feld bei jeweils konstanter Anregungsfrequenz detektiert. Die Nutzung eines Goniometerkopfes erlaubte winkelabhängige Messungen.

4 Induzierung von Dehnung über eine Pufferschicht

4.1 Geeignete Pufferschichten zur Induzierung einer Gitterdehnung

Für die Umsetzung des Konzeptes der kohärenten Gitterdehnung entlang des Bain-Pfades werden, wie in Abschnitt 2.4.1 verdeutlicht, geeignete Pufferschichten benötigt. Dabei ist der Gitterparameter des Puffermaterials in der Schichtebene a_{Puffer} der entscheidende Auswahlparameter. Kohärentes Schichtwachstum vorausgesetzt, sollten über ihn das in den Fe-Co-Schichten angestrebte c/a -Verhältnis eingestellt werden können. Dieser Abschnitt beschränkt sich zunächst auf die Eigenschaften der Pufferschichten. Die Auswertung und Diskussion der strukturellen und magnetischen Eigenschaften der Fe-Co(-X)-Schichten erfolgt überwiegend in den folgenden, darauf aufbauenden Abschnitten.

In Tabelle 2.1 (S. 13) wurden bereits geeignete Puffermaterialien und die sich bei vorausgesetzter Volumenkonstanz für kohärent aufwachsendes Fe-Co ergebenden c/a -Verhältnisse aufgelistet. Ein wesentlicher Nachteil solcher auf einem Element basierender Pufferschichten ist jedoch, dass sie jeweils nur einen diskreten Gitterparameter a_{Puffer} vorgeben. Die Zahl der so zugänglichen c/a -Verhältnisse ist deshalb stark begrenzt. Weitere Nachteile können sich beim Vergleich von auf verschiedenen Puffermaterialien gewachsenen Schichten ergeben, da weitere Eigenschaften wie Oberflächenspannung, Elektronendichte oder chemische Affinität das Schichtwachstum und die Schichteigenschaften beeinflussen können.

Eine geeignete Möglichkeit, den Gitterparameter kontinuierlich zu variieren, ist die Wahl eines legierten Pufferschichtmaterials. Dabei muss ein möglichst breiter Bereich substitutioneller Mischbarkeit gegeben sein, in dem sich die Atomabstände und somit die Gitterparameter gemäß der Stöchiometrie der beteiligten Elemente einstellen. $\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$ -Legierungen erfüllen diese Voraussetzungen. Die Gitterparameter der Elemente Au und Cu unterscheiden sich um mehr als 11 % (vgl. Tab. 2.1). Beide Elemente bilden einen lückenlosen Mischbarkeitsbereich [113], der lediglich von mehreren geordneten Phasen unterbrochen wird, die jedoch kinetisch unterdrückt werden können. Für Volumenproben existieren bereits Angaben zu kontinuierlich variierenden Gitterparametern für $\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$ [26, 30],

so dass sich eine nähere Untersuchung für dünne Pufferschichten anbietet. Die geeignete Wahl des Au-Gehalts x sollte auch in epitaktischen Pufferschichten eine gezielte Einstellung der Gitterparameter zwischen den Werten der Reinelemente ermöglichen.

Bei Raumtemperaturabscheidung wird in Au-Cu-Schichten der ungeordnete Mischkristall eingefroren. Die Ausbildung geordneter Phasen wie $L1_0$ und $L1_2$ und damit verbundene Unstetigkeiten in a werden so unterdrückt. Für kombinatorisch gesputterte Schichten, die ebenfalls im Rahmen dieser Arbeit untersucht wurden, konnte dies bereits gezeigt werden [26]. Im Folgenden werden diese Ergebnisse mit laserabgeschiedenen Au-Cu-Pufferschichten verglichen.

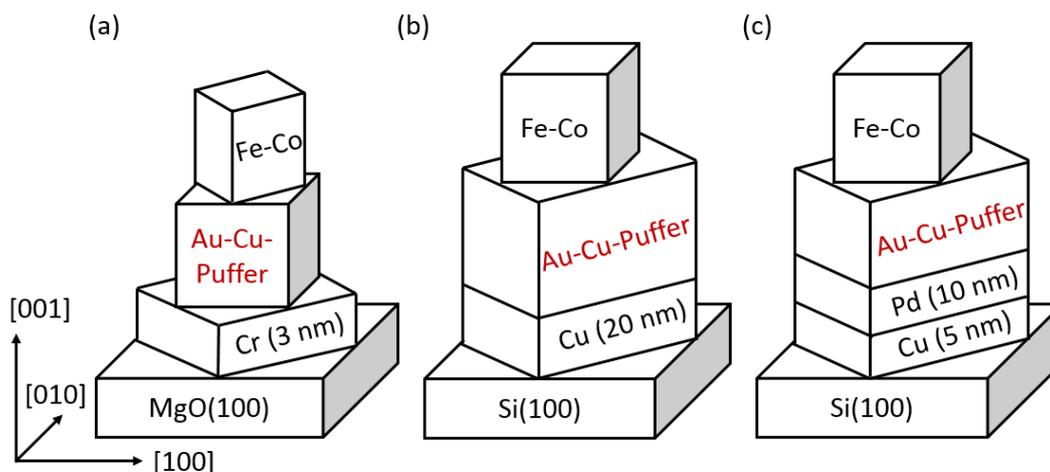


Abb. 4.1 – Schematische Darstellung der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Schichtarchitekturen. (a) und (b) zeigen laserabgeschiedene Schichtfolgen auf MgO(100)- bzw. Si(100)-Substraten. (c) gibt den Aufbau der kathodenzerstäubten Schichten auf Si(100)-Wafeln wieder. Das Koordinatensystem kennzeichnet die kristallographischen Richtungen der Substratgitter. Die Schichtgitter wachsen teilweise, wie angedeutet, um 45° in der Ebene rotiert auf.

In Abbildung 4.1 sind die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Schichtarchitekturen, die ein epitaktisches Wachstum der Fe-Co-Schichten ermöglichen, skizziert. Mittels PLD abgeschiedene Schichten wurden auf einkristallinen MgO(100)- (Abb. 4.1(a)) oder Si(100)-Substraten (Abb. 4.1(b)) hergestellt, während für die mittels kombinatorischer Kathodenzerstäubung abgeschiedenen Schichten, wie bereits beschrieben, (100)-orientierte Si-Wafer genutzt wurden (Abb. 4.1(c)). Je nach gewählter Abscheidemethode bzw. Substratmaterial wurden unterschiedliche Benetzungsschichten gewählt, um ein kontinuierliches und epitaktisches Wachstum der einzelnen Lagen zu ermöglichen. Bei den Abscheidungen auf MgO(100)-Substraten wurde eine 3 nm dicke Cr-Schicht abgeschieden, bevor die Au-Cu-Pufferschicht aufgebracht wurde. Bei den mit gepulster Laserabscheidung auf Si(100) abgeschiedenen Au-Cu-Pufferschichten wurde 20 nm Cu genutzt, während bei der Kathodenzerstäubung auf 5 nm Cu noch 10 nm Pd zum schrittweisen Absenken des Gittermisfits

zwischen Substrat und Pufferschicht folgten. Die Dicke der $\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$ -Pufferschichten betrug je nach Abscheidemethode zwischen 30 und 45 nm.

In Bragg-Brentano-Geometrie gemessene Röntgendiffraktogramme von laserabgeschiedenen Pufferschichten zeigen fast ausschließlich $(00l)$ indizierte Beugungsreflexe. In den in Abbildung 4.2(a) gezeigten Diffraktogrammausschnitten für $\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$ -Legierungsschichten auf $\text{MgO}(100)$ -Substraten ist eine kontinuierliche Verschiebung des $\text{Au-Cu}(002)$ -Reflexes in Abhängigkeit der gewählten Zusammensetzung erkennbar. Diese Verschiebung belegt die Anpassung des senkrecht zur Schichtoberfläche gerichteten Gitterparameters an den Legierungsgehalt. Mit steigendem Au-Gehalt wird dabei eine Reflexverschiebung zu kleineren 2θ -Winkeln beobachtet. Unter Annahme einer kubischen Symmetrie wurden die lateralen Gitterparameter direkt aus den Bragg-Brentano-Diffraktogrammen bestimmt. In der Auftragung über den Au-Gehalt (Abb. 4.2(b), schwarze Quadrate) zeigt sich eine kontinuierliche, näherungsweise lineare Abhängigkeit [114]. Diese Beobachtung deckt sich mit Ergebnissen von kombinatorisch kathodenzerstäubten Au-Cu -Schichten auf $\text{Si}(100)$ -Substraten, die ergänzend als blau gefüllte Kreise aufgetragen sind [26]. Die Auftragung in Abb. 4.2(b) verdeutlicht, dass durch Au-Cu -Pufferschichten tatsächlich der komplette Bereich der Gitterparameter zwischen den Reinelementen abgedeckt werden kann. Die diskreten Gitterparameter der ebenfalls für diese Arbeit genutzten Ir-Pufferschichten und des $\text{MgO}(100)$ -Substrates sind zum Vergleich gekennzeichnet.

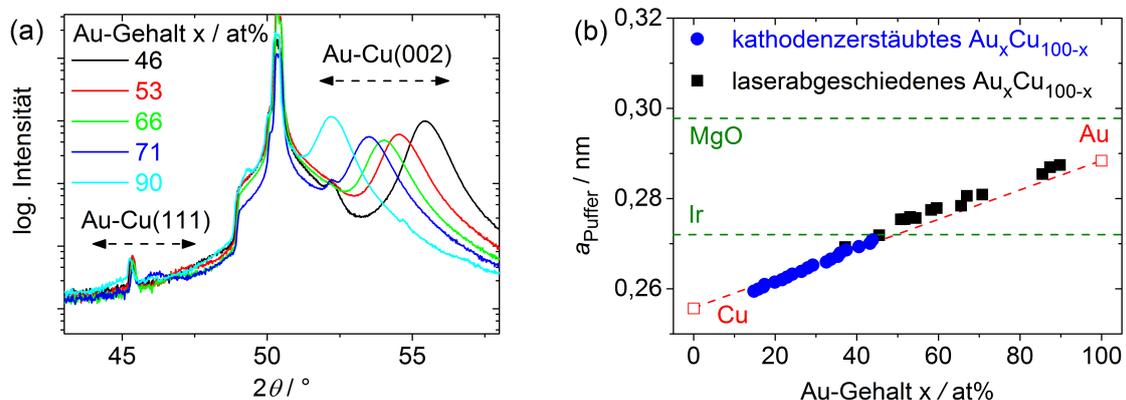


Abb. 4.2 – (a) Röntgendiffraktogrammausschnitte von laserabgeschiedenen $\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$ -Legierungsschichten auf $\text{MgO}(100)$ -Substraten. Die stärkste Intensität liefert der $\text{MgO}(002)$ -Reflex bei $2\theta = 50,28^\circ$. Die Lage des epitaktischen (002) - und des bei Fehlorientierung auftretenden (111) -Reflexes der Pufferschichten sind gekennzeichnet. (b) Lateraler Au-Cu -Gitterparameter a_{Puffer} , wie in Abschnitt 2.4.1 (S.12) definiert, in Abhängigkeit des Au-Gehalts x für kombinatorisch kathodenzerstäubte (Kreise) und laserabgeschiedene Schichten (Quadrate). Das erwartete lineare Verhalten nach dem Vegard'schen Gesetz ist rot eingezeichnet. Die diskreten Gitterparameter von Ir und $\text{MgO}(100)$ sind als horizontale Linien markiert.

Auf MgO(100)-Substraten laserabgeschiedene Au-Cu-Pufferschichten besitzen fast keine fehlorientierten Anteile. Den Schichten zuzuordnende (111)-Reflexe, die eine Fehlorientierung anzeigen würden, übertreffen nur leicht das Untergrundrauschen. Der in allen XRD-Messungen (Abb. 4.2(a)) sichtbare Reflex bei $45,3^\circ$, dessen Lage und Intensität bei allen Proben unverändert ist, geht auf eine Beugung zusätzlich zu Co K α - auftretender Co K β -Strahlung am MgO-Substrat zurück. Das Intensitätsverhältnis I_{002}/I_{111} setzt die detektierte Intensität des epitaktischen (002)-Reflexes zu dem bei Fehlorientierung auftretenden (111)-Reflex ins Verhältnis und kann als Maß für die Qualität der Textur genutzt werden. I_{002}/I_{111} liegt für die mit PLD abgeschiedenen Au-Cu-Schichten auf MgO(100) für alle untersuchten Zusammensetzungen über 140. An mit kombinatorischer Kathodenzerstäubung abgeschiedenen Schichten auf Si(100)-Wafers wird ein Intensitätsverhältnis zwischen 2 (für Au₂₉Cu₇₁) und 15 (für Au₁₅Cu₈₅) beobachtet [26]. Die zuletzt genannten Schichtarchitekturen besitzen dennoch einen hohen Grad an Textur, da das für unorientiertes polykristallines Au-Cu erwartete I_{002}/I_{111} -Verhältnis lediglich 0,47 beträgt [115].

Bei Anwendung gepulster Laserabscheidung können, wie schon angedeutet, verschiedene Substratmaterialien für die Herstellung epitaktischer Pufferschichten gewählt werden. Neben der schon beschriebenen Abscheidung auf MgO(100) kommen auch Si(100)-Substrate in Frage (Abb. 4.1(b)). Mit PLD erzeugte Cu-Ionen besitzen eine ausreichend hohe kinetische Energie um gleichzeitig das native Oberflächenoxid auf Silizium abzutragen und ein epitaktisches Wachstum der Cu-Benetzungsschicht zu ermöglichen. Der aufwändige Zwischenschritt des Ätzens des Si-Substrats mit Flußsäure entfällt. Wie bei den mit Kathodenzerstäubung hergestellten Schichten verbessert die Abscheidung der Cu-Schicht ein epitaktisches Aufwachsen der Au-Cu-Pufferschichten. Bei den so auf Cu/Si(100) mit PLD hergestellten Au-Cu-Schichten liegen die I_{002}/I_{111} -Intensitätsverhältnisse zwischen 20 und 50 und somit deutlich über denen der kathodenzerstäubten Schichten. Die höhere kinetische Energie der abgeschiedenen Ionen bei der gepulsten Laserabscheidung führt zu einem verbesserten Übertrag der Textur des Substrats auf die abgeschiedenen Schichten.

Polfigurmessungen (Abb. 4.3) der verschiedenen Au-Cu-Schichten ermöglichen genauere Aussagen über die vorliegende Textur. Für die Messungen wurden die Substratpole Si(111) und MgO(202) als absolute Referenzsysteme genutzt. Die Polfiguren der Proben auf Si(100)-Substraten wurden so ausgerichtet, dass die Si[100] und Si[010]-Kanten einen Winkel von 45° mit dem Bildrand bilden. Die [100]- und [010]-Kanten der MgO(100)-Substrate sind stets parallel zu den Bildkanten ausgerichtet. Unabhängig vom gewählten Substrat treten die intensitätsstärksten Pole bei $\varphi = n \cdot 45^\circ$ und um $\psi = 54,7^\circ$ auf. Sie belegen das in Abb. 4.1 skizzierte epitaktische Wachstum der Au-Cu-Pufferschichten mit den Orientierungsbeziehungen:

$$\begin{aligned} \text{Si (001)[100]} &\parallel \text{Au-Cu}_{\text{kfz}}(001)[110] \text{ bzw.} \\ \text{MgO (001)[100]} &\parallel \text{Au-Cu}_{\text{kfz}}(001)[100]. \end{aligned}$$

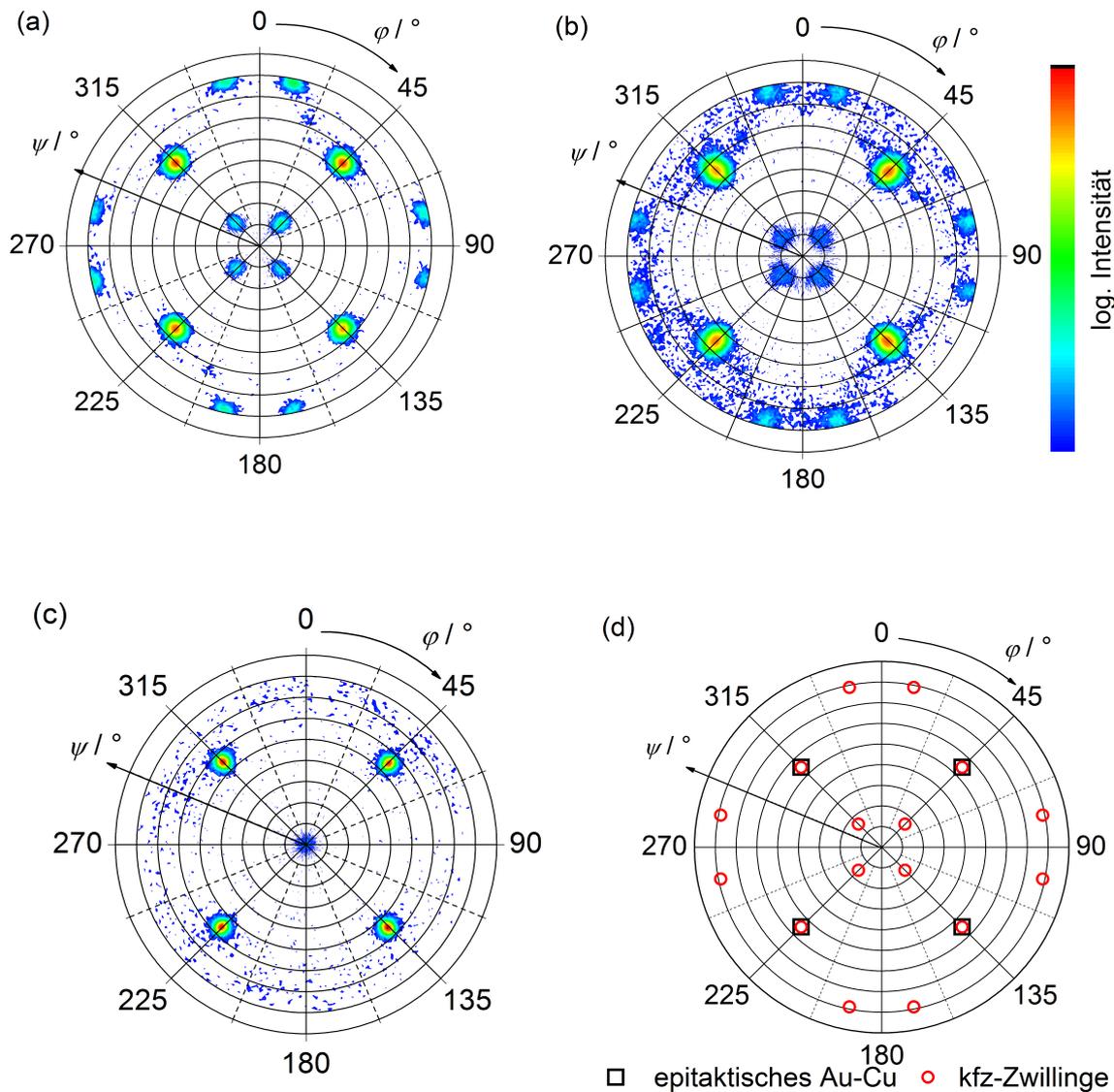


Abb. 4.3 – $\{111\}$ -Polfiguren (a) einer mit kombinatorischer Kathodenzerstäubung abgeschiedenen $\text{Au}_{50}\text{Cu}_{50}$ -Schicht auf $\text{Si}(100)$, (b) einer mit gepulster Laserabscheidung aufgetragenen $\text{Au}_{37}\text{Cu}_{63}$ -Schicht auf $\text{Si}(100)$ und (c) einer mit gepulster Laserabscheidung aufgetragenen $\text{Au}_{52}\text{Cu}_{48}$ -Schicht auf $\text{MgO}(100)$. Die Bildkanten sind in (a) und (b) entlang der $[110]$ und $[\bar{1}10]$ -Richtungen des Si-Substrats und in (b) entlang der $[100]$ und $[010]$ -Richtungen des MgO -Substrates ausgerichtet. (d) zeigt eine simulierte Polfigur mit der Lage der $\{111\}_{\text{kfz}} \langle 11\bar{2} \rangle_{\text{kfz}}$ -Wachstumswillinge $[116, 117]$.

Zusätzlich auftretende Pole stehen für fehlorientierte Anteile und werden sowohl für die kombinatorisch kathodenzerstäubten (Abb. 4.3(a)) als auch die laserabgeschiedenen Au-Cu-Schichten auf Si(100) (Abb. 4.3(b)) beobachtet. Diese nicht-epitaktischen Intensitätsmaxima können $\{111\}_{\text{kfz}} \langle 11\bar{2} \rangle_{\text{kfz}}$ kfz-Zwillingen zugeordnet werden. Ihre Reflexlage wurde durch Polfigursimulationen bestätigt (Abb. 4.3(d)) [116, 117]. Bei diesen Zwillingen handelt es sich um Wachstumswillige der ersten Generation, die durch hohe Spannungen während des Schichtwachstums in der epitaktischen Matrix entstehen können.

Die Verhältnisse der Intensitäten der epitaktischen $\{111\}$ -Pole zu den Intensitäten der Zwillinge sind ebenfalls ein Maß für die Qualität der Textur. $I_{111}/I_{\text{Zwilling}}$ beträgt 12 für kathodenzerstäubtes (Abb. 4.3(a)) und 17 für laserabgeschiedenes Au-Cu (Abb. 4.3(b)) auf Si(100). Laserabgeschiedene Au-Cu-Pufferschichten auf MgO(100) zeigen dagegen keine Verzwillingung (Abb. 4.3(c)) und somit einen besonders hohen Grad an Textur. Letztgenannte Schichten weisen in den $\{111\}$ -Polfiguren bei $\psi = 0$ eine hohe Intensität auf, die nicht auf einen fehltexturierten Anteil, sondern auf den (002)-Pol des MgO-Substrats zurückzuführen ist.

Sind bereits die Au-Cu-Pufferschichten verzwillingt, treten auch in darauf abgeschiedenen Fe-Co-Schichten Wachstumswillige auf. Dies wird in Abbildung 4.4(a) deutlich, die eine Fe-Co $\{101\}$ -Polfigur einer 30 nm dicken laserabgeschiedenen Fe₄₈Co₅₂-Schicht auf einer Au₃₇Cu₆₃-Pufferschicht auf Si(100) zeigt. Die dazugehörige $\{111\}$ -Polfigur der Au-Cu-Pufferschicht ist bereits in Abb. 4.3(b) abgebildet. Eine schon in Au-Cu vorhandene teilweise Fehltexturierung setzt sich in den Fe-Co-Schichten fort. Ein weiterer Hinweis dafür ist die detektierte Intensität bei $\psi = 0$ (Abb. 4.4(a)). Im Unterschied zum betrachteten Schichtsystem auf Si(100) zeigt die $\{101\}$ -Polfigur einer 20 nm dicken Fe-Co-Schicht, die auf einer Au₅₃Cu₄₇-Pufferschicht auf MgO(100) abgeschieden wurde (Abb. 4.4(b)), keine Reflexe, die auf eine Verzwillingung des Fe-Co schließen lassen. Die in diesem Fall bei $\psi = 0$ auftretende Beugungsintensität stammt nicht von den Fe-Co-Schichten, sondern erneut vom MgO(002)-Pol des Substrats. Die detaillierte Auswertung und Diskussion der weiteren Eigenschaften der Fe-Co-Schichten erfolgt, wie bereits erwähnt, in den folgenden Abschnitten.

Beim Vergleich der genauen Lage der epitaktischen $\{111\}$ -Pole der verschiedenen Au-Cu-Pufferschichten fällt auf, dass die der laserabgeschiedenen Schichten zu leicht höheren ψ -Winkeln als die für kfz-Kristalle erwarteten $54,7^\circ$ verschoben sind. Bei den kathodenzerstäubten Schichten wird diese Verschiebung nicht beobachtet. Die leichte tetragonale Verzerrung $\tan\psi/\sqrt{2}$ der laserabgeschiedenen Au-Cu-Schichten (Abb. 4.3(b)) hat mit etwa 2% die Größenordnung der für Laserabscheidung typischen, durch Zwischengitteratome und Spannungen bedingten Gitteraufweitung in Wachstumsrichtung. Diese wird in der Regel mit etwa 1% angegeben [91, 92]. Die unterschiedlichen Benetzungsschichten (Abb. 4.1) könnten ebenfalls einen Einfluss auf die tetragonale Verzerrung der Au-Cu-Puf-

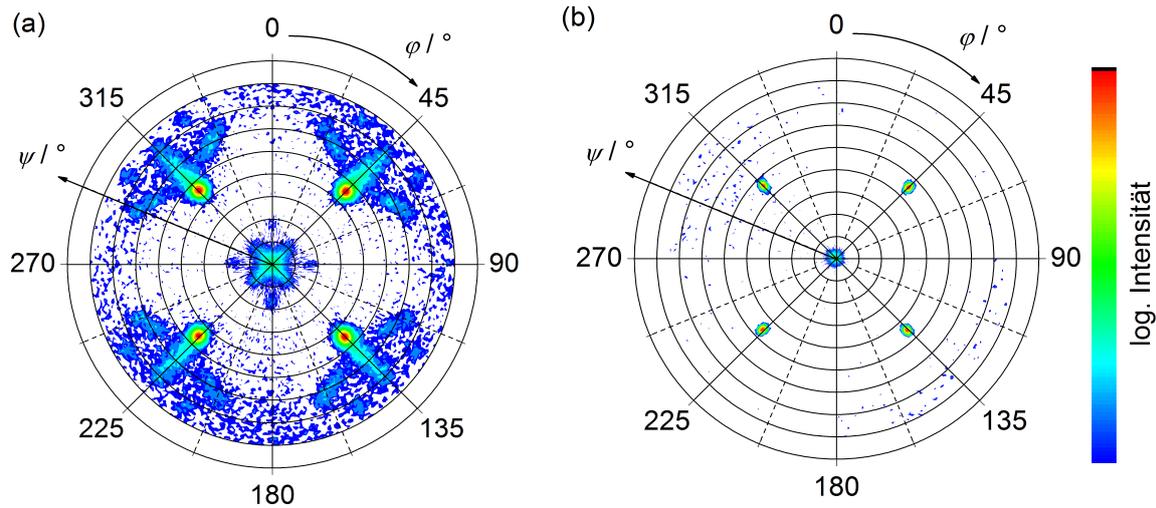


Abb. 4.4 – $\{101\}$ -Polfiguren von Fe-Co mit (a) $\text{Au}_{37}\text{Cu}_{63}$ -Pufferschicht auf Si(100) und (b) mit $\text{Au}_{53}\text{Cu}_{47}$ -Pufferschicht auf MgO(100). Alle Schichten wurden mit gepulster Laserabscheidung hergestellt. Die Bildkanten sind in (a) entlang der $[110]$ und $[\bar{1}10]$ -Richtungen des Si-Substrats und in (b) entlang der $[100]$ und $[010]$ -Richtungen des MgO-Substrates ausgerichtet.

ferschichten haben, der hier jedoch nicht ausführlicher untersucht wurde. Die senkrecht gerichtete Gitterverzerrung der Pufferschichten ist kein Nachteil, da lediglich ihr lateraler Gitterparameter für das Wachstum der auf ihnen folgenden Fe-Co-Schichten relevant ist.

Die beschriebene leichte Gitteraufweitung in Schichtwachstumsrichtung kann auch die Abweichung der aus den Röntgendiffraktogrammen bestimmten Gitterparameter zu größeren Werten, verglichen mit dem gemäß Vegard'schem Gesetz erwarteten linearen Verlauf zwischen den Reinelementen Au und Cu, erklären (Abb. 4.2(b)). Eine ähnliche Abweichung wurde jedoch auch für Volumenproben beschrieben [26, 30], in denen keine tetragonale Verzerrung beobachtet wurde.

Mit Rasterkraftmikroskopie (AFM) wurde die Rauheit der Au-Cu-Schichtoberflächen bestimmt. Die quadratische Rauheit R_q des detektierten Höhensignals der Au-Cu-Schichten auf MgO(100) beträgt lediglich 0,3 nm. Die Rauheit der auf Si(100) abgeschiedenen Pufferschichten betrug unabhängig von der Abscheidemethode bis zu 2 nm.

Tab. 4.1 – Vergleich der mit unterschiedlichen Abscheidemethoden hergestellten Au-Cu-Pufferschichten

Abscheidemethode	Substrat	I_{002}/I_{111} (Bragg-Brentano)	$I_{111}/I_{\text{Zwilling}}$ (Polfiguren)	Rauheit R_q (AFM)
Kathodenzerstäubung	Si(100)	2 bis 15	12	0,5 bis 1,1 nm
PLD	Si(100)	20 bis 50	17	0,7 bis 2 nm
PLD	MgO(100)	>100	>400	0,2 bis 0,3 nm

Tabelle 4.1 gibt eine zusammenfassende Übersicht über die entscheidenden Vergleichskriterien der verschiedenen untersuchten Au-Cu-Schichten. Aufgrund der bestmöglichen strukturellen Eigenschaften und der minimalen Oberflächenrauheit wurden die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Fe-Co(-X)-Schichten auf laserabgeschiedenen Au-Cu-Pufferschichten mit Cr-Benetzungsschicht auf MgO(100) abgeschieden. Diese Pufferschichten garantieren ein hohes Maß an Texturierung. Spannungsrelaxierende Mechanismen aufgrund von Verzwilligung der Schichten können ausgeschlossen werden.

4.2 Relaxation induzierter Dehnung in binären Fe-Co-Schichten

Während im vorangegangenen Abschnitt der Schwerpunkt auf geeigneten Pufferschichten für die Abscheidung von Fe-Co lag, sollen im Folgenden die Eigenschaften der Fe-Co-Schichten und die verantwortlichen Mechanismen untersucht werden.

4.2.1 In-situ-Beobachtung der Gitterrelaxation

Zur Untersuchung der strukturellen Eigenschaften von Fe-Co bieten sich Beugungsmessungen hochenergetischer Elektronen (RHEED, siehe Abschnitt 3.2.2) an, da damit die Vorgänge während des Schichtwachstums zugänglich sind. Eine direkte Kontrolle der epitaktischen Beziehung zum Substrat ist so leicht möglich. Während der Abscheidung einer Fe-Co- auf einer epitaktischen Pufferschicht bleibt das für epitaktisches Wachstum charakteristische RHEED-Beugungsbild erhalten. Dies trifft sowohl für die in Tab. 2.1 (S. 13) vorgestellten Element- als auch die Au-Cu-Legierungspufferschichten zu. Abbildung 4.5(a) zeigt ein RHEED-Beugungsbild einer epitaktisch gewachsenen $\text{Au}_{53}\text{Cu}_{47}$ -Pufferschicht, wie es vor der Beschichtung mit Fe-Co detektiert wird. Nach Abscheidung von 2,8 nm $\text{Fe}_{41}\text{Co}_{59}$ wurde das Bild in Abb. 4.5(b) aufgenommen. Die Markierung der Pufferschichtreflexe aus Abb. 4.5(a) als gelbe Kreise erleichtert einen Vergleich der Aufnahmen. Es fällt auf, dass während der Abscheidung der Fe-Co-Schicht eine Positionsänderung der Reflexe stattgefunden hat.

Die Indizierung der Reflexe mit einer von Dr. Sebastian Fähler programmierten Analysesoftware (Abb. 4.6) ermöglicht eine quantitative Auswertung der RHEED-Aufnahmen auf den in Abschnitt 3.2.2 beschriebenen Grundlagen. Aus den Abständen der parallel zur [110]-Richtung liegenden Reflexe erfolgt die Berechnung der lateralen Gitterparameter des Schichtmaterials. Die Abstände der senkrecht zur Schattenkante liegenden (00 l)-Reflexe dienen der Berechnung des Gitterparameters in Schichtwachstumsrichtung.

In Abbildung 4.7(a) sind die so ermittelten lateralen Gitterparameter a einer auf einer Ir-Pufferschicht abgeschiedenen $\text{Fe}_{46}\text{Co}_{54}$ -Schicht über die Schichtdicke aufgetragen.

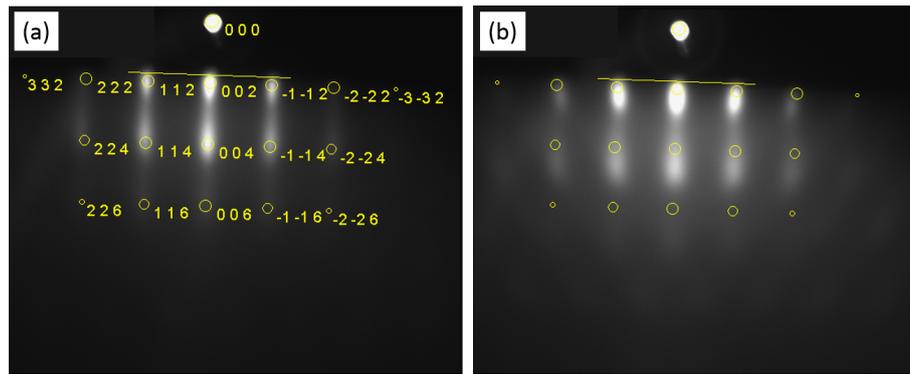


Abb. 4.5 – (a) RHEED-Aufnahme einer $\text{Au}_{53}\text{Cu}_{47}$ -Pufferschicht und (b) während der Abscheidung einer $\text{Fe}_{41}\text{Co}_{59}$ -Schicht, mit $d_{\text{Fe-Co}} = 2,8 \text{ nm}$, aufgenommenes RHEED-Bild. Die gelben Kreise markieren die indizierten Reflexpositionen der Pufferschicht in (a) und (b).

Bis zu einer Schichtdicke von knapp 2 nm entspricht der a -Wert der gewachsenen Schicht dem Wert des Puffers in dieser kristallographischen Richtung. Letzterer ist in Abb. 4.7(a) durch eine horizontale Linie markiert. Diese Beobachtung entspricht einem kohärenten Wachstum. Während der weiteren Abscheidung steigt a an und die Kohärenz von Puffer- und Fe-Co-Schichtgitter geht verloren. Die Ursache stellt die einsetzende Relaxation des gedehnten Fe-Co-Gitters dar, die unter der Bildung von Versetzungen abläuft. Trotz des hohen Gittermisfits von etwa 5 % übersteigt die beobachtete kritische Dicke für den Versetzungseinbau die theoretisch erwartete Dicke nach Matthews [59], ab der das Auftreten der gitterentspannenden Versetzungen energetisch vorteilhaft ist (siehe Abschnitt 2.4.2, S. 14), deutlich. Die hohe kinetische Energie der während der gepulsten Laserabscheidung abgeschiedenen Teilchen könnte den Versetzungseinbau verzögern. Mit einem Wert von etwa 14 Monolagen deckt sich die beobachtete kritische Dicke jedoch mit Messungen anderer Gruppen [19–21, 85], die in Fe-Co-Schichten mit einer maximalen Dicke von 15 Monolagen eine hohe magnetokristalline Anisotropie beobachteten und diese mit einer über eine Pufferschicht induzierten tetragonalen Dehnung begründeten.

Bei weiterer Erhöhung der Fe-Co-Schichtdicke steigt a kontinuierlich an, bis ein Grenzwert um 0,285 nm erreicht wird. Danach ändert sich der laterale Gitterparameter nicht weiter. Die Relaxation kann bei einer Schichtdicke von 3,8 nm als abgeschlossen angesehen werden. Der beobachtete Wert für a ist identisch mit dem von $\text{Fe}_{46}\text{Co}_{54}$ im thermodynamischen Gleichgewicht [29]. Der vollständige Abbau der elastischen Energie kann demnach als Ursache der Relaxation angesehen werden.

Abbildung 4.7(b) zeigt die aus den RHEED-Aufnahmen ermittelten c/a -Verhältnisse des $\text{Fe}_{46}\text{Co}_{54}$ -Gitters. Der Anfangswert liegt bei etwa 1,41 bzw. $\sqrt{2}$ wie er für ein kubisch flächenzentriertes Gitter erwartet wird, wenn es als tetragonal raumzentriertes Gitter beschrieben wird (vgl. Abschnitt 2.4.1, S. 12). Da die hier genutzte Ir-Pufferschicht

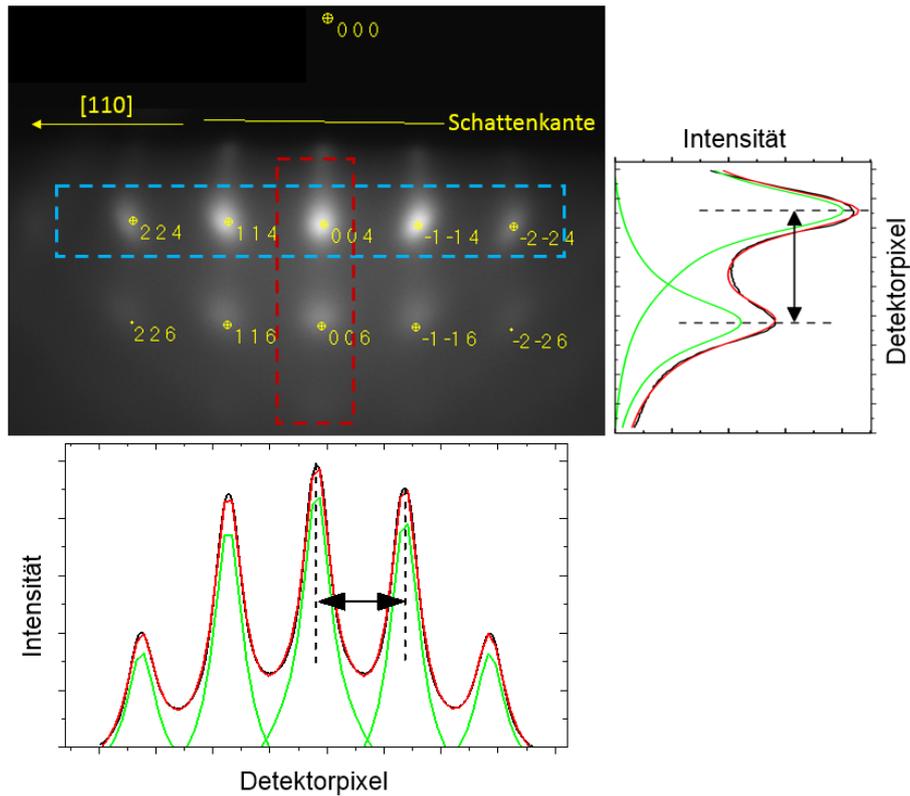


Abb. 4.6 – RHEED-Aufnahme einer 0,5 nm dicken Fe-Co-Schicht mit Indizierung der Reflexe. Für die markierten Bereiche wurde jeweils eine Aufsummierung der Intensitätsprofile in horizontaler (blau) und vertikaler (rot) Richtung vorgenommen sowie eine Anpassung der sich ergebenden Summenintensitäten.

am Beginn der Fe-Co-Abscheidung zur RHEED-Beugung beiträgt, kann dieses hohe c/a -Verhältnis zunächst ihr zugeordnet werden. Eine Relaxation der tetragonalen Dehnung setzt bei einer Fe-Co-Schichtdicke von 1,0 nm ein. Da die Oberflächenrauheit der Fe-Co-Schicht laut den AFM-Messungen mit maximal 0,3 nm deutlich unter diesem Wert liegt und die Eindringtiefe der gebeugten Elektronen nur maximal zwei Monolagen [118] beträgt, kann davon ausgegangen werden, dass die ersten etwa 7 Monolagen Fe-Co ebenfalls ein kfz-Gitter aufweisen. Es ist anzunehmen, dass sich Fe-Co in diesem Aspekt ähnlich wie reine Fe-Schichten verhält, für die bereits ein Aufwachsen mit kfz-Struktur in den ersten Monolagen beschrieben wurde [55]. Ab der kritischen Dicke von 1 nm nimmt das c/a -Verhältnis der Fe-Co-Schicht kontinuierlich ab. Auffällig dabei ist, dass die Relaxation in Richtung der c -Achse eher einsetzt als die in lateraler Richtung (Abb. 4.7(a)). Die Gitterkohärenz verzögert somit eine Entspannung der Kompression in a -Richtung im Vergleich zur Richtung der freien c -Achse. Die in den beiden Richtungen bei unterschiedlichen Schichtdicken einsetzende Relaxation deutet auf eine Änderung des Volumens der Fe-Co-Einheitszellen hin, wobei im Folgenden die tetragonal raumzentrierte Zelle (vgl. Abb. 2.5), die zwei Atome enthält, betrachtet wird. In der Auftragung des atomaren Volumens $\frac{1}{2}ca^2$ der Fe- bzw. Co-Atome über den lateralen Gitterparameter a (Abb. 4.8) fällt auf, dass

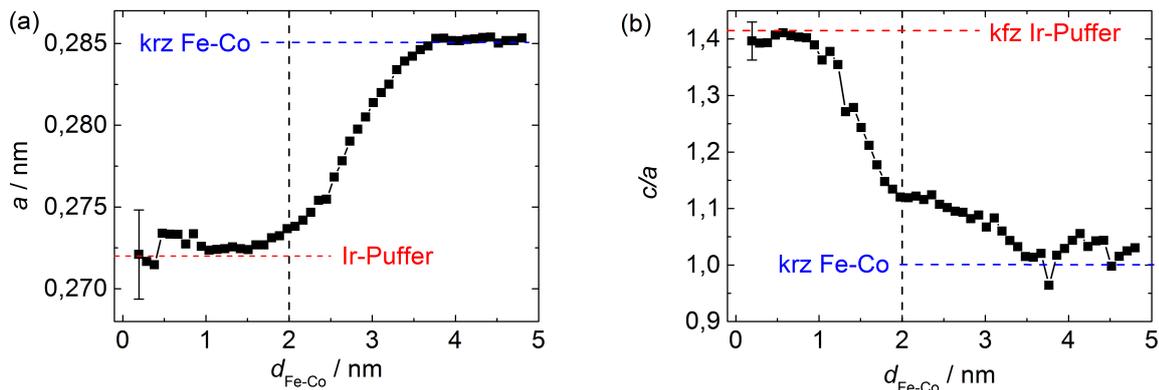


Abb. 4.7 – Aus den RHEED-Aufnahmen bestimmte (a) laterale Gitterparameter a und (b) c/a -Verhältnisse einer auf einer Ir-Pufferschicht abgeschiedenen $\text{Fe}_{46}\text{Co}_{54}$ -Schicht in Abhängigkeit der abgeschiedenen Schichtdicke $d_{\text{Fe-Co}}$.

die ersten Monolagen Fe-Co, die wie beschrieben ein kfcz-Gitter bei kleinem a aufweisen, im Vergleich zu krz Fe-Co im thermodynamischen Gleichgewicht mit $a = 0,285$ nm ein um etwa 20 % erhöhtes Volumen besitzen. In der Auftragung über a können die laut Jona und Marcus [119, 120] für kfcz- und krz-Gitter typischen epitaktischen Linien eingezeichnet werden. Demnach folgt das atomare Volumen bei ansteigendem lateralem Gitterparameter a zunächst dem für einen kfcz-Kristall erwarteten Verhalten, in dem es leicht ansteigt. Die $\text{Fe}_{46}\text{Co}_{54}$ -Schicht zeigt im Vergleich mit der hier angegebenen epitaktischen Linie von kfcz Fe-Co mit $a = \sqrt{2} \cdot 0,285$ nm ein um etwa 10 % verringertes Volumen pro Atom. Eine mögliche Ursache ist die dichtere Packung der Atome im kfcz- im Vergleich zum krz-Gitter, die bei der Berechnung der Linie nicht berücksichtigt wurde. Ab einem kritischen Wert für a erfolgt ein sprunghaftes Absinken des Volumens auf einen Wert wie er für krz-Gitter typisch ist. Der zugehörigen epitaktischen Linie folgt das atomare Volumen bei ansteigendem a , also während der weiteren Relaxation. Letztere endet im Gleichgewichtszustand, der in Abb. 4.8 mit einem Kreuz markiert ist. Ein sehr ähnliches Verhalten wurde auch von Roldan Cuenya et al. für reines Fe auf AuCu_3 beobachtet [55]. Wie in deren Arbeit werden auch in Fe-Co zu keinem Zeitpunkt zwei Phasen unterschiedlicher Gitterparameter gleichzeitig in den RHEED-Beugungsbildern nachgewiesen. Das Auftreten von zwei unterschiedlichen Phasen würde auf einen Phasenübergang erster Ordnung schließen lassen, bei dem während der Umwandlung zwei Phasen gleichzeitig vorliegen. Das kontinuierliche, nicht sprunghafte Absinken von c während der Relaxation (vgl. Abb. 4.7(b)) lässt stattdessen auf eine Umwandlung zweiter Ordnung schließen.

Mit zunehmender Dicke der $\text{Fe}_{46}\text{Co}_{54}$ -Schicht relaxiert die tetragonale Dehnung kontinuierlich, bis ab einer Dicke von etwa 3,5 nm der krz-Gleichgewichtszustand mit $c/a = 1$ beobachtet wird (Abb. 4.7(b)). Damit ist die tetragonale Verzerrung vollständig relaxiert.

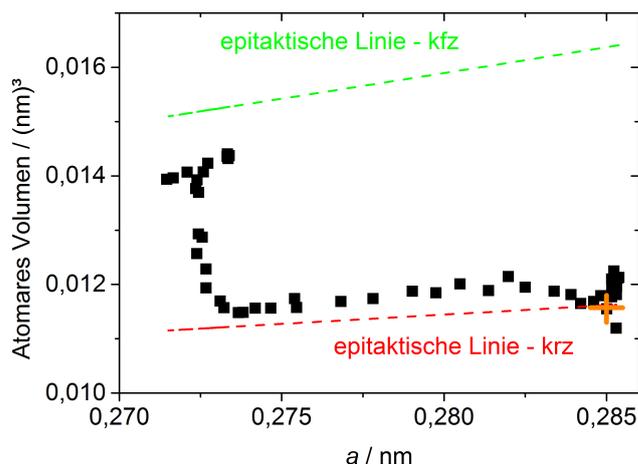


Abb. 4.8 – Atomares Volumen der Fe- bzw. Co-Atome einer auf Ir abgeschiedenen $\text{Fe}_{46}\text{Co}_{54}$ -Schicht, aufgetragen über ihren lateralen Gitterparameter a . Ergänzend sind die nach Ref. [55] berechneten epitaktischen Linien für kcz- und krz- $\text{Fe}_{45}\text{Co}_{55}$ eingezeichnet. Der für kubisches $\text{Fe}_{46}\text{Co}_{54}$ erwartete krz-Gleichgewichtszustand mit $V = 0,1157 \text{ (nm)}^3$ ist als oranges Kreuz markiert.

Wird für den Dickenbereich zwischen der kritischen Dicke von 1 nm, ab der die Relaxation in c -Achse beginnt, und der Dicke von 3,5 nm vereinfachend ein näherungsweise lineares Absinken von c/a betrachtet, ergibt sich eine mittlere Relaxation $\Delta(c/a)/\Delta d$ von 0,023 pro Monolage Fe-Co. Dieser Wert ist geringer als die von Roldan Cuenya et al. [55] für reines Fe beobachteten 0,034 pro Monolage Fe. Diese langsamere Gitterentspannung kann auf eine Abnahme der elastischen Energie durch die Zugabe von Co und somit geringere Triebkräfte der Relaxation hindeuten. Ein solches Erweichen des Fe-Co-Gitters wäre in Übereinstimmung mit theoretischen Berechnungen für Fe-Co-X-Legierungen, bei denen ein erhöhter Co-Gehalt eine höhere spontane Dehnung unterstützt [27, 28]. Trotz der sinkenden Triebkräfte weist der thermische Gleichgewichtszustand von binärem Fe-Co, also der Endzustand der Relaxation, kubische Symmetrie mit $c/a = 1$ auf. Ab einer Dicke von 4 nm ist zusätzlich abgeschiedenes Fe-Co deshalb nicht mehr tetragonal gedehnt – eine Induzierung von Dehnung durch die Pufferschicht findet bei diesen Schichtdicken nicht mehr statt.

4.2.2 Eigenschaften relaxierter Fe-Co-Schichten

Nachdem mit In-situ-Messungen der Elektronenbeugung eine vollständige Relaxation des Fe-Co-Gitters während des Schichtwachstums nachgewiesen werden konnte, wurden dickere Fe-Co-Schichten herangezogen, die mit Röntgenbeugung strukturell charakterisiert werden können. Messungen von $\{101\}$ -Polfiguren bestätigen (siehe Abb. 4.4(b), S. 43) ein epitaktisches Aufwachsen von Fe-Co auf unterschiedlichen Pufferschichten wie $\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$,

Ir, Rh sowie auf bloßem MgO(100)-Substrat. Dabei treten bis zu einer Schichtdicke von mindestens 100 nm keine fehlorientierten Anteile auf. Das Wachstum von Fe-Co auf den genannten Gitterstrukturen mit kfz-Einheitszelle erfolgt um 45° gedreht:

$$\text{Puffer}_{\text{kfz}}(001)[100] \parallel \text{Fe-Co}_{\text{kfz}}(001)[110].$$

Aus dem mittleren Kippwinkel ψ der vier $\{101\}$ -Pole kann die tetragonale Verzerrung einer solchen Schicht berechnet werden:

$$c/a = \tan\psi \quad . \quad (4.1)$$

Die Fe-Co-Schichten mit Dicken von 20 nm oder mehr besitzen eine kleine tetragonale Verzerrung mit $c/a = 1,01$, die nur knapp über der Auflösungsgrenze der Messungen liegt. Diese leichte Abweichung von der kubischen Symmetrie kann mit der schon erwähnten herstellungsbedingten Gitterdehnung in Wachstumsrichtung durch die PLD-Abscheidung [91, 92] erklärt werden. Von diesem methodenbedingten Effekt abgesehen, zeigen binäre Fe-Co-Schichten demnach keine tetragonale Verzerrung. Eine über eine Pufferschicht induzierte Dehnung kann in den Ex-situ-Untersuchungen der Röntgenbeugung, die das komplette Schichtvolumen erfassen, nicht mehr nachgewiesen werden.

Die magnetischen Eigenschaften der Fe-Co-Schichten zeigen dennoch eine starke Abhängigkeit von der Schichtdicke. In Abbildung 4.9(a) sind zwei unter Ausnutzung des anomalen Hall-Effekts gemessene Hysteresekurven für $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schichten der Dicken 2 nm und 4 nm abgebildet. Das Magnetfeld lag während der Messungen senkrecht zur Schichtebene. Die dünnere Schicht sättigt bei einem deutlich geringeren Magnetfeld als die dickere Schicht. Dieses Verhalten weist darauf hin, dass neben der Formanisotropie, die eine Ausrichtung der magnetischen Momente parallel zur Schichtoberfläche fördert, ein weiterer Beitrag zur magnetischen Anisotropie der Schichten existiert. Der Beitrag der Formanisotropie sollte für die hier untersuchten kontinuierlichen Schichten mit geringem Aspektverhältnis, d. h. maximalem Unterschied der Entmagnetisierungsfaktoren $\Delta N = N_c - N_a = 1$ (vgl. Gl. 2.2, S. 7), und unveränderter magnetischer Sättigung schichtdickenunabhängig sein. Der zusätzliche Anisotropiebeitrag bewirkt folglich eine magnetisch leichte Achse senkrecht zur Schichtebene und nimmt mit sinkender Schichtdicke zu. Da die Ummagnetisierung der 2 nm dicken $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schicht (rote Kurve in Abb. 4.9(a)), wie die der dickeren Schicht, von Rotationsprozessen der magnetischen Momente bestimmt ist, überwiegt der Beitrag der Formanisotropie. Die Öffnung der Hysteresekurven im Bereich der Sättigung bei positiven Feldern und die Abweichung vom Nulldurchgang bei $H = 0$ können mit einer methodenbedingten kontinuierlichen Drift der Messwerte während der AHE-Messungen erklärt werden.

Das Magnetfeld, das zur magnetischen Sättigung senkrecht zur Schichtebene nötig ist, wird im Folgenden als effektives Anisotropiefeld $\mu_0 H_{\text{Aeff}}$ bezeichnet. Es ist das Resultat

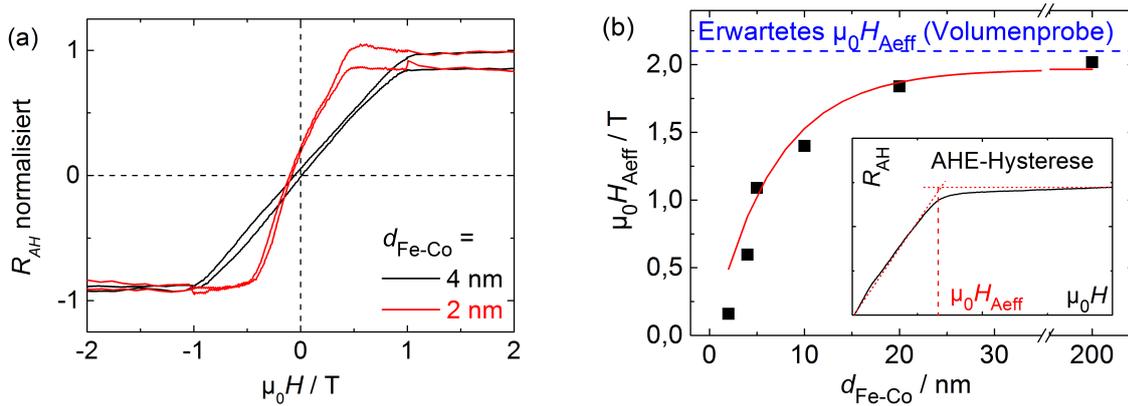


Abb. 4.9 – (a) Hysteresekurven von zwei ultradünnen $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schichten mit senkrecht zur Schichtoberfläche angelegtem Magnetfeld und (b) in Messungen des anomalen Hall-Effekts bestimmtes effektives Anisotropiefeld $\mu_0 H_{\text{Aeff}}$ von $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schichten unterschiedlicher Dicke auf Ir-Pufferschichten und seine asymptotische Anpassung. Die Einfügung skizziert die Bestimmung von $\mu_0 H_{\text{Aeff}}$ aus den entlang der magnetisch schweren Achsen gemessenen Hysteresekurven.

der Überlagerung der Formanisotropie mit dem Beitrag der dickenabhängigen senkrechten Anisotropie. In Abbildung 4.9(b) ist $\mu_0 H_{\text{Aeff}}$ über die $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schichtdicke aufgetragen. Seine Bestimmung aus dem Schnittpunkt der linearen Anpassungen für den Sättigungsbereich und den linearen Bereich, der die Drehprozesse charakterisiert, veranschaulicht die eingefügte Darstellung. Es wird deutlich, dass $\mu_0 H_{\text{Aeff}}$ mit zunehmender Dicke kontinuierlich und asymptotisch ansteigt. Das für formanisotropes $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ erwartete effektive Anisotropiefeld von 2,1 T [12, 13] ist in Abb. 4.9(b) gekennzeichnet. Der Anstieg von $\mu_0 H_{\text{Aeff}}$ mit zunehmender Dicke verdeutlicht die Abnahme des Beitrages der magnetischen Anisotropie mit der Achse leichter Magnetisierung senkrecht zur Schichtebene. Dieser Anisotropiebeitrag ist folglich an die Grenzfläche zur Pufferschicht oder die freie Oberfläche gebunden. Als mögliche Ursachen kommen sowohl eine über die Pufferschicht an der Grenzfläche in Fe-Co induzierte Dehnung als auch andere Grenzflächenanisotropiebeiträge in Betracht. Der Grenzwert der asymptotischen Anpassung der $\mu_0 H_{\text{Aeff}}$ -Werte (Abb. 4.9(b)) liegt mit 2,0 T etwas unter dem für formanisotropes $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ erwarteten Wert [12, 13] von 2,1 T. Diese Beobachtung kann auf einen nichtverschwindenden Volumenbeitrag zur magnetischen Anisotropie der Schichten hindeuten. Dieser Beitrag wurde in Gl. 2.4 (S. 8) als K'_V beschrieben und weist ebenfalls eine leichte Achse der Magnetisierung in senkrechter Richtung auf. Die herstellungsbedingte leichte tetragonale Verzerrung ist die wahrscheinlichste Ursache für dieses Verhalten. Weitere magnetische Eigenschaften der binären Fe-Co-Schichten werden im Zusammenhang mit den in der Arbeit untersuchten ternären Schichten vergleichend präsentiert und diskutiert (Abschnitt 5.1).

Das wesentliche Ergebnis der Untersuchung von binärem Fe-Co ist, dass Schichten dieser Legierung ab einer kritischen Dicke keine tetragonale Dehnung und somit lediglich eine verschwindende magnetokristalline Anisotropie aufweisen. Die beobachtete Gitterrelaxation ist vergleichbar mit der in reinen Fe-Schichten [55, 62, 63]. Kohärent gedehntes Fe-Co mit einer höheren Dicke als wenige Nanometer kann aufgrund seines hohen elastischen Energieinhalts nicht stabil sein. Stattdessen wird gedehntes Fe-Co immer in die kubische Symmetrie, den Zustand seiner geringsten Energie, wie er nach dem Phasendiagramm [29] erwartet wird, relaxieren. Die höchste Fe-Co-Schichtdicke, bei der eine nichtverschwindende tetragonale Verzerrung auftrat, wurde von Wang et al. [121] angegeben und liegt bei 3 nm. Die Autoren beobachteten in auf $L1_0$ -geordnetem $Fe_{60}Pt_{40}$ abgeschiedenem $Fe_{40}Co_{60}$ ein c/a -Verhältnis von 1,07, verzichteten jedoch auf die Angabe eines Fehlerbalkens. Die bei kohärentem Wachstum auf FePt erwartete tetragonale Gitterdehnung gemäß dem epitaktischen Bain-Pfad beträgt $c/a = 1,14$ [121]. Eine teilweise Gitterrelaxation muss demnach in den kathodenzerstäubten Schichten bereits erfolgt sein.

Da mehrere theoretische Studien [16, 17] und auch eine experimentelle Arbeit [22] chemisch geordnetem (B2-)Fe-Co mit gleichzeitiger tetragonaler Dehnung eine besonders hohe magnetokristalline Anisotropie zuschreiben, wurden einzelne Fe-Co-Schichten bei erhöhter Temperatur abgeschieden. Wie im Anhang A gezeigt, ist eine B2-Ordnungseinstellung zwar möglich, die erhöhte Abscheidetemperatur verhindert jedoch eine Benetzung der Pufferschicht und bedingt inselartiges Wachstum. Die B2-Ordnungseinstellung über die Erhöhung der Temperatur verhindert folglich eine kohärente Dehnung der Fe-Co-Schichten. Sollen Spannungen auf die Fe-Co-Schichten übertragen werden, müssen die Schichten kontinuierlich sein. Es wird außerdem erwartet, dass eine zusätzliche Anregung von Diffusionsprozessen den Spannungsabbau, d. h. die Gitterrelaxation, weiter fördert. Aus diesen Gründen wurden alle weiteren Fe-Co(-X)-Schichten bei Raumtemperatur abgeschieden.

5 Fe-Co-X-Schichten mit spontaner Dehnung

5.1 Spontane Dehnung des Fe-Co-Gitters nach Zulegierung von Kohlenstoff

Fe-Co-C-Legierungen sollten nach den in Abschnitt 2.4.3 vorgestellten theoretischen Berechnungen ein globales Energieminimum im tetragonal verzerrten Zustand ($c/a > 1$) aufweisen [27] und so die im vorangegangenen Kapitel für binäres Fe-Co beschriebene Gitterrelaxation reduzieren. Motiviert durch diese Vorhersagen wurden zunächst Fe₄₀Co₆₀-Schichten abgeschieden, die 2 at% Kohlenstoff enthalten. Um eine Segregation des Kohlenstoffs durch Diffusionsvorgänge zu verhindern, wurde bei allen in der Folge vorgestellten Fe-Co-X-Schichten eine möglichst niedrige Prozesstemperatur (Raumtemperatur) gewählt. Der C-Gehalt wurde mit den voneinander unabhängigen Methoden AES und XPS bestimmt. Auffällig bei der Schichtabscheidung war, dass beim Übertrag der Target-Zusammensetzung auf die Schichten nur etwa ein Drittel des laserverdampften Kohlenstoffs in die Schichten eingebaut wurde. Dennoch enthalten sie deutlich mehr C, als im thermischen Gleichgewicht erwartet wird [122]. Dem Gleichgewichtsphasendiagramm zufolge beträgt die maximale Löslichkeit von Kohlenstoff in Fe-Co lediglich 0,3 at% bei einer Temperatur von etwa 930°C. Bei Raumtemperatur verschwindet sie fast komplett. Durch Anwendung der gepulsten Laserabscheidung kann die Löslichkeitsgrenze, wie in Abschnitt 3.1.1 beschrieben, deutlich heraufgesetzt werden. Die XPS-Messungen (Abb. 5.1) bestätigen nach dem Zulegieren von 2 bzw. 5 at% C einen überwiegend karbidischen Bindungscharakter der C-Atome, d. h. eine Bindung zu Fe- oder Co-Atomen wie sie für C auf Zwischengitterplätzen erwartet wird.¹ Die typische Bindungsenergie karbidischer C1s-Elektronen liegt um 282 eV [123]. Das Intensitätsmaximum der C1s-Anregung wird in den XPS-Spektren (Abb. 5.1) in diesem Energiebereich beobachtet anstatt um 285 eV, wie es für C-C-Bindungen erwartet wird [123].

¹Die weiteren Eigenschaften der Schicht mit 5 at% C werden in Abschnitt 5.1.2 diskutiert.

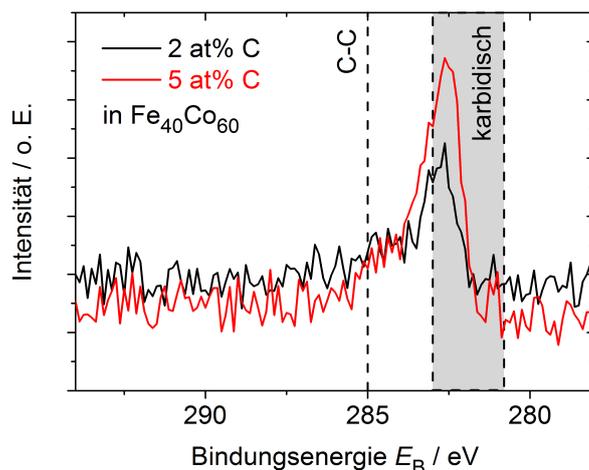


Abb. 5.1 – Nach Abtragung der Schichtoberfläche gemessene XPS-Spektren im Energiebereich um den C1s-Peak von $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schichten mit 2 bzw. 5 at% C. Die Bindungsenergie von C-C-Bindungen sowie der Bereich karbidischen Kohlenstoffs sind markiert [123].

5.1.1 Gitterrelaxation in $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schichten mit 2 at% C während der Schichtabscheidung

Wie bereits bei binärem Fe-Co soll hier zunächst auf die Vorgänge während der Schichtabscheidung, die anhand der *in situ* aufgenommenen RHEED-Aufnahmen diskutiert werden können, eingegangen werden. Besonderes Augenmerk gilt dabei den beobachteten Unterschieden zwischen Fe-Co-C und reinem Fe-Co.

Abbildung 5.2(a) vergleicht die aus RHEED-Aufnahmen ermittelten lateralen Gitterparameter a für die schon diskutierte $\text{Fe}_{46}\text{Co}_{54}$ - (Quadrate) mit einer $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schicht¹ (Kreise). Letztere wurde auf $\text{Au}_{50}\text{Cu}_{50}$ abgeschieden, das den gleichen lateralen Gitterparameter wie die Ir-Pufferschicht besitzt, die für die binäre Fe-Co-Schicht genutzt wurde. Auch die $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schicht wächst zunächst kohärent auf der Pufferschicht auf, also unter Übernahme des a -Wertes. Bei einer etwas höheren kritischen Dicke von 3 nm setzt jedoch auch hier eine Gitterrelaxation ein, die wie in Fe-Co von einem kontinuierlichen Anstieg von a charakterisiert wird. Die Relaxation in lateraler Richtung ist nach etwa 4,5 nm abgeschiedenem $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ abgeschlossen. Der wesentliche Unterschied zu binärem Fe-Co ist jedoch nicht die leichte Erhöhung der angegebenen Dicken, sondern wird beim Vergleich der im relaxierten Zustand angenommenen a -Werte deutlich. Für die Schicht mit 2 at% C beträgt a etwa 0,281 nm, während $\text{Fe}_{46}\text{Co}_{54}$ weiter bis 0,285 nm relaxiert. Die ternäre Schicht ist demnach im Vergleich zum kurz-Gleichgewichtszustand um etwa 1,5 % in den Richtungen der Ebene gestaucht.

¹Aus Gründen der Lesbarkeit wird in dieser Arbeit für alle Fe-Co-X(-Y)-Schichten diese Schreibweise genutzt, auch wenn die physikalisch korrekte Notation $(\text{Fe}_{0,4}\text{Co}_{0,6})_{98}\text{C}_2$ ist.

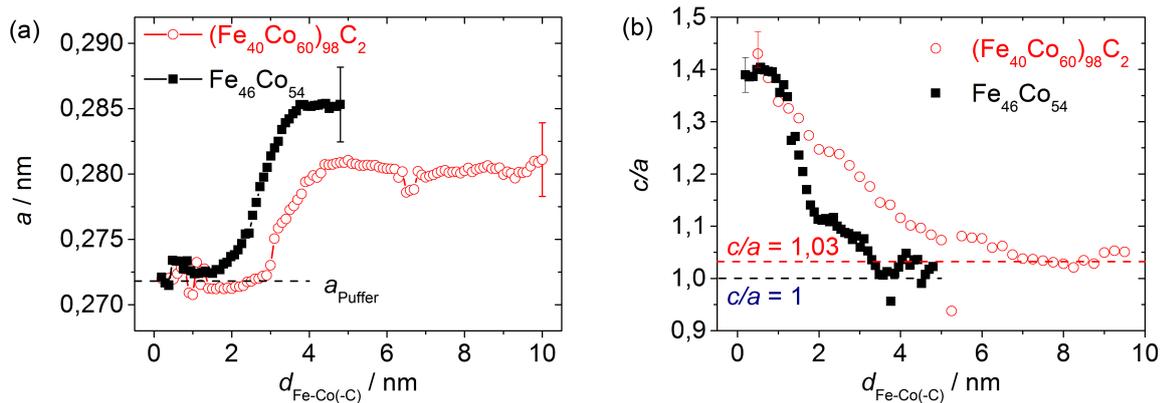


Abb. 5.2 – Vergleich der aus RHEED-Messungen bestimmten (a) lateralen Gitterparameter a und (b) c/a -Verhältnisse einer $\text{Fe}_{46}\text{Co}_{54}$ - (Quadrate) mit einer $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schicht mit 2 at% C (Kreise) in Abhängigkeit der abgeschiedenen Schichtdicke $d_{\text{Fe-Co(-C)}}$.

Die *in situ* gemessene tetragonale Verzerrung c/a des ternären Fe-Co-C-Gitters ist in Abb. 5.2(b) mit der des binären Fe-Co verglichen. Auch in der $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schicht mit 2 at% C wird eine kontinuierliche Relaxation beobachtet. Ein wesentlicher Unterschied ist jedoch der verzögerte Abfall des c/a -Verhältnisses mit der Schichtdicke. Dieses Verhalten nach der Zulegierung von Kohlenstoff kann bereits als Hinweis auf eine herabgesenkte Triebkraft zur Relaxation verstanden werden. Der entscheidende Unterschied, der sich aus dem Vergleich der c/a -Verläufe für $\text{Fe}_{46}\text{Co}_{54}$ und $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ ergibt, ist jedoch der Zustand, den das Gitter nach Ende des Spannungsabbaus einnimmt. Während binäres Fe-Co schon nach einer Dicke von 4 nm kubische Symmetrie ($c/a = 1$) aufweist, verbleibt in ternärem Fe-Co-C eine leichte tetragonale Verzerrung mit $c/a = 1,03$. Da diese Dehnung nicht weiter relaxiert, kann angenommen werden, dass, wie in den theoretischen Berechnungen vorhergesagt [27], ein Minimum der Gesamtenergie – also ein spontan gedehnter Zustand – vorliegt. Die beobachtete Kontraktion der a -Achse (Abb. 5.2(a)) ist ebenfalls qualitativ in Übereinstimmung mit dem vorhergesagten Verhalten von mit C angereichertem Fe-Co [27].

Wie in Abschnitt 4.1 gezeigt, können in $\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$ -Pufferschichten in Abhängigkeit der Zusammensetzung verschiedene laterale Gitterparameter eingestellt werden. Drei verschiedene Au-Cu-Pufferstöchiometrien wurden herangezogen, um deren Einfluss auf darauf abgeschiedene $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten zu untersuchen. Abbildung 5.3 zeigt die aus RHEED-Aufnahmen ermittelten Verläufe der lateralen Gitterparameter in den Fe-Co-C-Schichten in Abhängigkeit von der abgeschiedenen Schichtdicke. Alle Schichten nehmen nach etwa 4 nm im Rahmen der Messgenauigkeit den gleichen Gitterparameter von 0,281 nm an. Die $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten auf $\text{Au}_{90}\text{Cu}_{10}$ sowie $\text{Au}_{46}\text{Cu}_{54}$ relaxieren, ob-

wohl die erstgenannte Pufferschicht einen höheren und Letztere einen kleineren Ausgangsgitterparameter als Fe-Co-C im relaxierten Zustand besitzt. In der Schicht mit der Au₆₇Cu₃₃-Pufferschicht findet in *a*-Richtung keine messbare Relaxation statt, da Anfangs- und Endwert gleich sind.

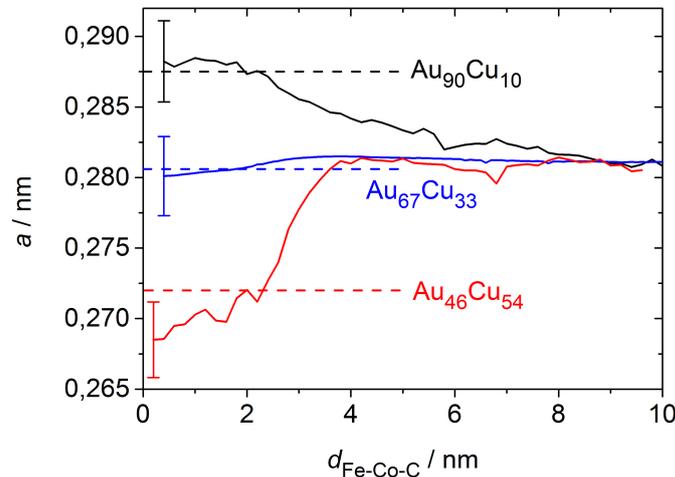


Abb. 5.3 – Lateraler Gitterparameter *a* von auf verschiedenen Au-Cu-Puffern abgeschiedenen (Fe₄₀Co₆₀)₉₈C₂-Schichten während der Schichtherstellung. Horizontale Linien markieren die Gitterparameter der Au-Cu-Pufferschichten, wie sie aus Röntgenbeugungsexperimenten ermittelt wurden.

Gemäß dem Konzept des epitaktischen Bain-Pfades [51] sollten unterschiedliche laterale Gitterparameter der zugrundeliegenden Pufferschichten verschiedene tetragonale Dehnungen in Fe-Co(-C) induzieren. Die RHEED-Ergebnisse (Abb. 5.3) geben jedoch keine Hinweise darauf, dass eine pufferschichtinduzierte Dehnung bei einer Schichtdicke, die die kritische Dicke der Relaxation übersteigt, vorliegt. Unter Annahme von Volumenkonstanz in der Fe-Co-Einheitszelle müssten die drei unterschiedlichen Au_{*x*}Cu_{100-*x*}-Pufferschichten in kohärent gewachsenem Fe-Co(-C) *c/a*-Verhältnisse zwischen 0,98 und 1,15 hervorrufen. Stattdessen wird neben einer generell starken Störung der RHEED-Reflexe in *c*-Richtung eine kontinuierliche Verschiebung der Reflexlage von der für kfz-Gitter erwarteten Position (*c/a* = 1,41) in die für einen spontan gedehnten Zustand erwartete Reflexposition beobachtet. Dieses Verhalten kann darauf hindeuten, dass die Relaxation der kohlenstoffhaltigen Fe-Co-Schichten unabhängig vom Gitterparameter der Pufferschicht erfolgt und immer von einem kfz-Zustand ausgeht. Ein vergleichbares Verhalten zeigt die binäre Fe-Co-Schicht auf Ir (vgl. Abb. 5.2(b)). Die angesprochene Störung der RHEED-Beugungsbilder kann mit einem hohen Anteil von Gitterfehlern oder Spannungen in der Schicht erklärt werden und verhindert eine quantitative Auswertung des *c/a*-Verhältnisses.

Als alternative Methode für die Untersuchung des Dehnungszustandes an der Grenzfläche zur Pufferschicht bietet sich TEM an. Abbildung 5.4(a) zeigt zunächst die Quer-

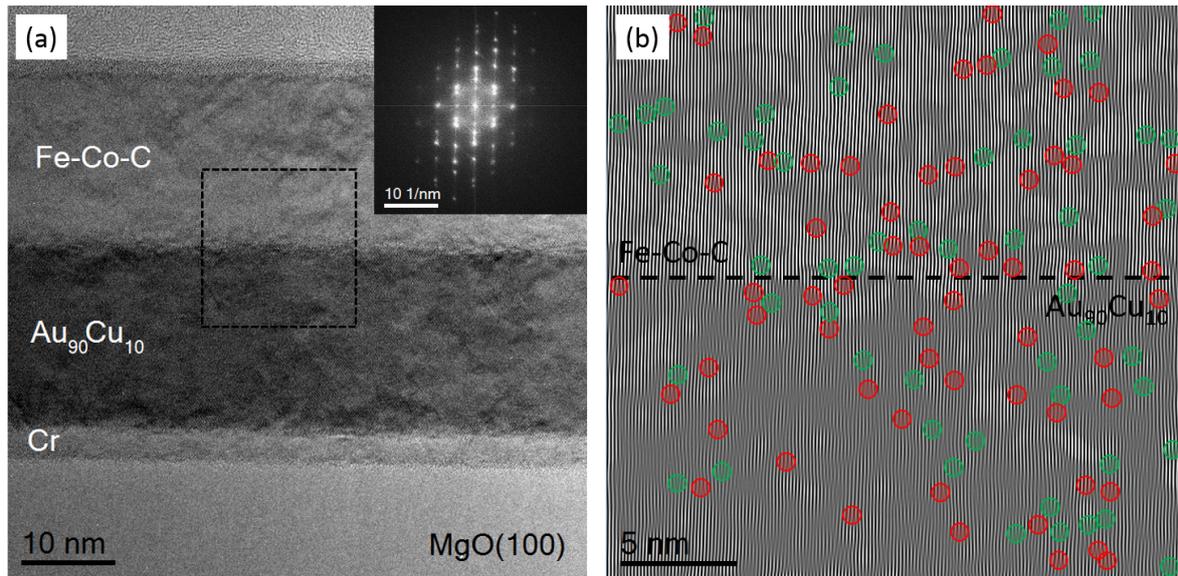


Abb. 5.4 – (a) TEM-Übersichtsaufnahme einer auf $\text{Au}_{90}\text{Cu}_{10}$ abgeschiedenen $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schicht mit 2 at% C. Das eingefügte Bild gibt die Fouriertransformation einer an der Grenzfläche aufgenommenen Detailaufnahme. (b) Inverse Fouriertransformation der maskierten lateralen Gitterabstände in der Detailaufnahme zur Veranschaulichung der Lage der Stufenversetzungen. Versetzungen sind mit grünen (gitteraufweitend) und roten Kreisen (gitterkomprimierend) markiert.

schnitts-Übersichtsaufnahme einer TEM-Lamelle für eine 20 nm dicke $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schicht auf $\text{Au}_{90}\text{Cu}_{10}$. Die verwendete Pufferschicht zeigt mit 0,287 nm im Vergleich zum beschriebenen spontan gedehnten Fe-Co-C ($a = 0,281$ nm) einen erhöhten lateralen Gitterparameter. Für den in Abb. 5.4(a) markierten Ausschnitt wird im eingefügten Teilbild die Fouriertransformation (FFT) gezeigt. Darin ist neben der erwarteten Überlagerung der aus der Au-Cu- und der Fe-Co-C-Schicht stammenden Intensitäten erkennbar, dass deutlich weniger Reflexe in a -Richtung als in c -Richtung auftreten. Dies deutet bereits auf eine stärkere Störung durch Gitterfehler in lateraler a - als in vertikaler c -Richtung hin. Nach einer Maskierung der $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -FFT-Reflexe in $[100]$ -Richtung wurde ein inverses FFT-Bild berechnet, das in Abb. 5.4(b) gezeigt ist. Die Maskierung erlaubt eine Visualisierung der Stufenversetzungen an der Grenzfläche. Auffällig ist dabei, dass sowohl Versetzungen, die das Fe-Co-C-Gitter in der Schichtebene aufweiten als auch Versetzungen, die es komprimieren, auftreten. Erstere sind durch grüne, Letztere durch rote Kreise markiert. Für die Relaxation des zunächst kohärenten Schichtgitters in den spontan gedehnten Gleichgewichtszustand würden allein komprimierende Versetzungen ausreichen (rot). Die hohe Dichte der Versetzungen beider Art beweist die starke Gitterstörung an der Grenzfläche in lateraler Richtung. Eine zusätzliche Auswertung belegt, dass in der spannungsfreien c -Richtung weniger Gitterfehler auftreten (ohne Abbildung). Lokale FFT-Berechnungen aus TEM-Aufnahmen ermöglichen eine Bestimmung der Gitterparameter a und c aus den Abständen der Reflexe. Nahe der Grenzfläche zu Au-Cu bestimmte

c/a -Verhältnisse (schwarze Quadrate in Abb. 5.5) zeigen eine hohe statistische Streuung, weisen jedoch darauf hin, dass die Verzerrung auch in den ersten 4 nm der $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schicht nicht qualitativ von der mit RHEED gemessenen spontanen tetragonalen Dehnung von $c/a = 1,03$ abweicht. Die TEM-Aufnahmen belegen somit, dass die ab einer kritischen Dicke gebildeten Stufenversetzungen das gesamte Schichtvolumen, bis teilweise in das Puffermaterial hinein, durchlaufen und somit das komplette Gitter relaxieren. Folglich kann kein Dickenbereich identifiziert werden, in dem die meisten Versetzungen lokalisiert bleiben und der Hauptanteil der Relaxation stattfindet. Anhand der absoluten Zahl der Netzebenen an der oberen (166) und der unteren (169) Bildkante in Abb. 5.4(b) kann jedoch gezeigt werden, dass die erwartete Kompression des lateralen Gitterparameters von $\text{Au}_{90}\text{Co}_{10}$ (unten) zu $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ (oben) stattfindet. Ein Bereich in der $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schicht, der eine durch die Pufferschicht induzierte Dehnung aufweist, kann ebenfalls nicht identifiziert werden. Die TEM-Untersuchung weist somit indirekt nach, dass die induzierte Dehnung bereits während der Schichtabscheidung relaxiert, sobald die kritische Schichtdicke überschritten wird.

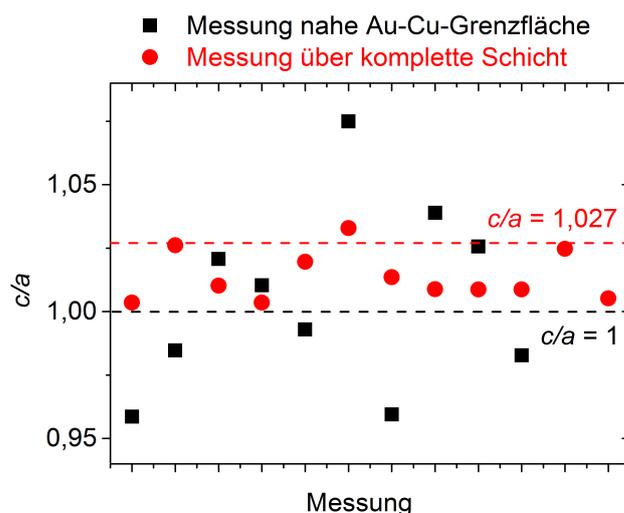


Abb. 5.5 – Auftragung der aus TEM-Aufnahmen ermittelten c/a -Verhältnisse der auf $\text{Au}_{90}\text{Co}_{10}$ abgeschiedenen $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schicht für Ausschnitte nahe der Grenzfläche (erste 4 nm, schwarze Quadrate) und komplette Schichtquerschnitte (20 nm, rote Kreise). Jede Messung bezieht sich auf eine andere TEM-Aufnahme. Die waagerechte rote Linie kennzeichnet das mittels Röntgenbeugung für diese Schicht gemessene c/a -Verhältnis.

In Abbildung 5.5 sind zusätzlich die aus über den gesamten $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichtquerschnitt ermittelten c/a -Verhältnisse für mehrere Messungen aufgetragen (rote Kreise). Im Mittel besitzt die Schicht als TEM-Lamelle eine spontane tetragonale Verzerrung mit $c/a = 1,02 \pm 0,02$. Damit ist die im TEM ermittelte Dehnung der Schicht leicht unter der nach den RHEED-Messungen erwarteten und auch unter der mit Röntgenbeugung

an der Probe gemessenen ($c/a = 1,027$, waagerechte rote Linie in Abb. 5.5). Diese Tendenz wird bei allen im Rahmen dieser Arbeit untersuchten TEM-Lamellen beobachtet und kann darauf zurückgeführt werden, dass sich durch die Präparation der nur etwa 50 nm dicken Lamelle mit fokussiertem Ionenstrahl die elastischen Randbedingungen des Schicht-Substrat-Verbundes ändern. Im Vergleich zu einer kontinuierlichen Schicht ist die Fe-Co-C-Schicht in der Lamelle lediglich in einer lateralen Richtung durch die Pufferschicht gespannt, anstatt in der gesamten Schichtebene. Eine Relaxation von a aufgrund der Präparation ist demnach wahrscheinlich und wird auch beim Vergleich der experimentell bestimmten Werte der intakten Schicht (0,281 nm) und der Lamelle (0,284 nm) deutlich. Der schon vorher spannungsfreie senkrechte Gitterparameter c bleibt von der Präparation unbeeinflusst bei 0,290 nm. Alternativ zur Spannungsrelaxation kann auch die Anwendung des fokussierten Ionenstrahls zur Lamellenpräparation als Ursache für die laterale Aufweitung diskutiert werden. Roshchupkina et al. [124] berichteten, dass fokussierte Ga^+ -Ionen, wie sie auch hier angewendet wurden, bis zu einer Gitteraufweitung von 0,02 Å in Fe-Ni führen können. Die hier beobachtete Gitteraufweitung im Vergleich zum Zustand vor der Präparation beträgt etwa 0,03 Å.

5.1.2 Strukturelle und magnetische Eigenschaften spontan gedehnter Fe-Co-C-Schichten

Nachdem im vorangegangenen Abschnitt strukturelle Eigenschaften der $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten während der Abscheidung und der Einfluss des Gitters der verschiedenen verwendeten Pufferschichten thematisiert wurden, sollen im Folgenden die Eigenschaften dickerer Schichten dieser Zusammensetzung vorgestellt werden. Mit einer Zunahme der Schichtdicke wird eine Abnahme der von der Grenz- oder Oberfläche rührenden Einflüsse erwartet.

Struktur von Schichten mit 2 at% C

In Abbildung 5.6(a) sind Röntgendiffraktogramme von $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten verschiedener Dicke und einer 20 nm dicken binären $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schicht miteinander verglichen. Alle Schichten wurden auf $\text{Au}_{50}\text{Cu}_{50}$ -Pufferschichten abgeschieden. Der im eingefügten Teilbild vergrößerte Fe-Co(002)-Reflex ist der einzige auftretende und somit für die Diskussion entscheidende Beugungsreflex. Beim Vergleich mit dem für krz Fe-Co im thermischen Gleichgewicht erwarteten Reflex [29], der zusätzlich als senkrechte Linie eingezeichnet ist, zeigt sich schichtdickenunabhängig eine leichte Verschiebung zu niedrigeren 2θ -Winkeln. Dies entspricht einer Verlängerung der c -Achse. Für die binäre $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schicht ist diese Verschiebung mit $0,8^\circ$ deutlich geringer als für die Schichten mit C-Zulegierung, bei denen sie mindestens $1,5^\circ$ beträgt. Die Dehnung in c -Richtung ist demnach nicht nur auf die

PLD-typische Gitteraufweitung in Wachstumsrichtung [91, 92] zurückzuführen, sondern auch auf den Einbau der C-Atome in das Fe-Co-Gitter auf Oktaederlücken entlang der c -Achse, der eine Dehnung entlang dieser Richtung bewirkt [27, 73]. Es fällt auf, dass in den Schichten mit höherer Dicke keine Abhängigkeit der Gitterdehnung in c -Richtung von der Schichtdicke besteht. Lediglich der sehr breite (002)-Reflex der 5 nm dicken Schicht deutet auf eine etwas erhöhte Dehnung hin. Aussagen über die Tetragonalität der Schichtgitter sind jedoch erst mit Texturmessungen möglich.

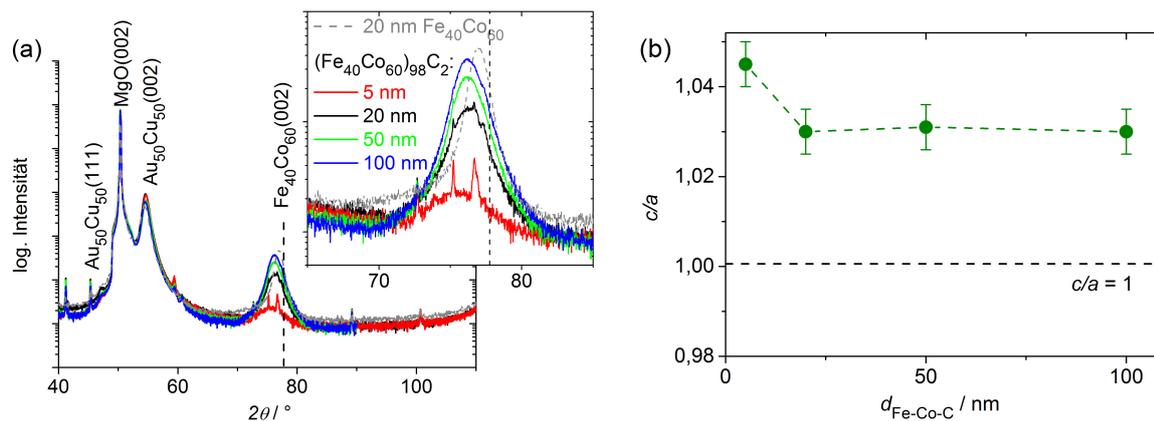


Abb. 5.6 – (a) Röntgendiffraktogramme von $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten unterschiedlicher Dicke auf $\text{Au}_{50}\text{Cu}_{50}$ -Pufferschichten. In grau ist das Diffraktogramm einer binären $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schicht zum Vergleich abgebildet. (b) c/a -Verhältnisse der $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schichten mit 2 at% C in Abhängigkeit der Schichtdicke $d_{\text{Fe-Co-C}}$.

Für die Bestimmung der tetragonalen Dehnung erfolgte die Berechnung des c/a -Verhältnisses aus $\{101\}$ -Polfiguren, von denen eine exemplarisch schon in Abb. 4.4(b) (S. 43) gezeigt wurde. Bei Auftragung der Verzerrungen für unterschiedlich dicke $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten (Abb. 5.6(b)) zeigt sich, dass Schichten oberhalb von 5 nm Dicke ein dickenunabhängiges c/a -Verhältnis von 1,03 aufweisen. Dieser Wert ist identisch mit der schon in den RHEED-Messungen beobachteten Dehnung (Abb. 5.2(b)). Da demnach keine weitere Gitterrelaxation bei Erhöhung der Schichtdicke stattfindet, dürften keine Triebkräfte für die Relaxation vorhanden sein. Diese tetragonale Verzerrung stellt somit ein (lokales) Energieminimum dar und kann deshalb als spontane Dehnung verstanden werden. Es ist zu erwarten, dass es sich dabei um einen metastabilen Zustand handelt, da durch die Schichtherstellung eine deutliche Übersättigung des Fe-Co mit Kohlenstoff im Vergleich zum thermodynamischen Gleichgewicht erreicht wurde.

Lediglich die Schicht mit 5 nm Dicke zeigt in der Röntgenmessung ein leicht erhöhtes c/a -Verhältnis von 1,045, das auf einen gewissen Einfluss der Grenzfläche bei dieser geringen Schichtdicke hinweist. Die tetragonale Verzerrung dieser Schicht ist jedoch deutlich geringer als eine etwaige induzierte Dehnung gemäß dem Bain-Konzept. Es kann sich also

nicht ausschließlich um eine durch die Pufferschicht induzierte Dehnung handeln.

Fe₄₀Co₆₀-Schichten mit 2 at% C, die auf Pufferschichten anderer Au_xCu_{100-x}-Stöchiometrie abgeschieden wurden, zeigen die gleichen strukturellen Eigenschaften und werden hier nicht zusätzlich dargestellt. Begründet wird dieses Verhalten mit der vollständigen Relaxation einer etwaigen durch die Grenzfläche induzierten Dehnung. In den volumenerfassenden Röntgenmessungen wird deshalb nur die spontane Dehnung gemessen. Der nicht verschwindende Einfluss der Grenzflächen in den 5 nm dicken Schichten (Abb. 5.6(b)), der sich in einem leicht erhöhten c/a -Verhältnis verglichen mit dickeren Schichten äußert, ist sehr viel kleiner als die erwartete induzierte Dehnung nach dem epitaktischen Bain-Pfad. Der angesprochene Einfluss der Grenzflächen auf die Eigenschaften sehr dünner Fe-Co-C-Schichten in Abhängigkeit der Pufferschicht wird in Abschnitt 5.1.3 ausführlicher betrachtet.

Einfluss eines erhöhten C-Gehalts

Die theoretischen Berechnungen von Delczeg-Czirjak et al. [27] sagen für Fe-Co-Schichten mit höherem C-Gehalt einen Anstieg der tetragonalen Gitterdehnung und damit auch der magnetokristallinen Anisotropie voraus. Mit dem für die Schichtabscheidung genutzten Co-Elementtarget und dem Fe₈₀C₂₀-Legierungstarget konnten kontinuierliche Fe₄₀Co₆₀-Schichten mit einem maximalen Kohlenstoffgehalt von 5 at% hergestellt werden. Bei einer weiteren Erhöhung des C-Gehalts konnte die Fe₄₀Co₆₀-Stöchiometrie nicht länger eingestellt werden. Deshalb wurde eine zusätzliche Schicht abgeschieden, für die allein das Fe₈₀C₂₀-Target abgetragen wurde. Laut XPS beträgt der C-Gehalt dieser Co-freien Schicht 9,1 at%, was den unvollständigen Übertrag des Kohlenstoffs vom Target auf die Schicht bestätigt. Die Erhöhung des C-Gehalts bewirkt jedoch ein teilweises Ablösen der Schicht von der Au₅₀Cu₅₀-Pufferschicht (ohne Abbildung). Dennoch konnten Röntgenbeugungsmessungen durchgeführt werden. In den Diffraktogrammen erfolgt mit steigendem C-Gehalt keine weitere Verschiebung des Fe-Co(002)-Reflexes als bereits für Fe₄₀Co₆₀ mit 2 at% C beobachtet (Abb. 5.7(a)). Lediglich eine Reflexverbreiterung, also eine Abnahme der Kohärenzlänge findet statt. Dieses Ergebnis deutet auf eine Verringerung der Kristallinität bzw. einen vermehrten Einbau von Gitterfehlern in den Schichten mit höherem C-Gehalt hin. Mit steigendem Kohlenstoffgehalt zeigt sich kein Anstieg der tetragonalen Dehnung über das c/a -Verhältnis von 1,03 hinaus, wie es bereits in Fe₄₀Co₆₀ mit 2 at% C beobachtet wird (Abb. 5.7(b)). Dieses Verhalten des Fe-Co-Gitters kann damit erklärt werden, dass die maximale Löslichkeit der C-Atome auf Oktaederlücken der c -Achse des Fe-Co bereits bei 2 at% C erreicht ist und bei einer weiteren Erhöhung ihrer Anzahl keine zusätzlichen Atome dehnungsfördernde Zwischengitterplätze entlang der c -Achse einnehmen. Auch wenn die XPS-Messung der Schicht mit 5 at% C einen überwiegend karbidi-

schen Bindungscharakter der C-Atome bestätigt (Abb. 5.1, S. 54), können vermehrt andere Gitterplätze besetzt werden oder es kann zur Bildung von Fe- oder Co-Karbiden kommen. Außerdem tritt eine Schulter am XPS-Peak in Richtung höherer Bindungsenergien auf, was auf einen geringen Anteil reinen Kohlenstoffs mit C-C-Bindungen ($E_B = 285 \text{ eV}$) deutet. Ausscheidungsvorgänge bzw. feinkristalline Anreicherungen erklären die Abnahme der Kohärenzlänge und den leichten Rückgang des c/a -Verhältnisses für die Schicht mit dem höchsten C-Gehalt. Die Bildung von Karbiden kann weitgehend ausgeschlossen werden, da sie trotz des hohen C-Gehalts sowohl mit den Röntgendiffraktogrammen als auch den TEM-Aufnahmen nicht nachweisbar sind. Die maximale Löslichkeit von Kohlenstoff in Fe-Co von 0,3 at% im thermischen Gleichgewicht [122] wird demnach in den untersuchten laserabgeschiedenen Schichten deutlich überschritten.

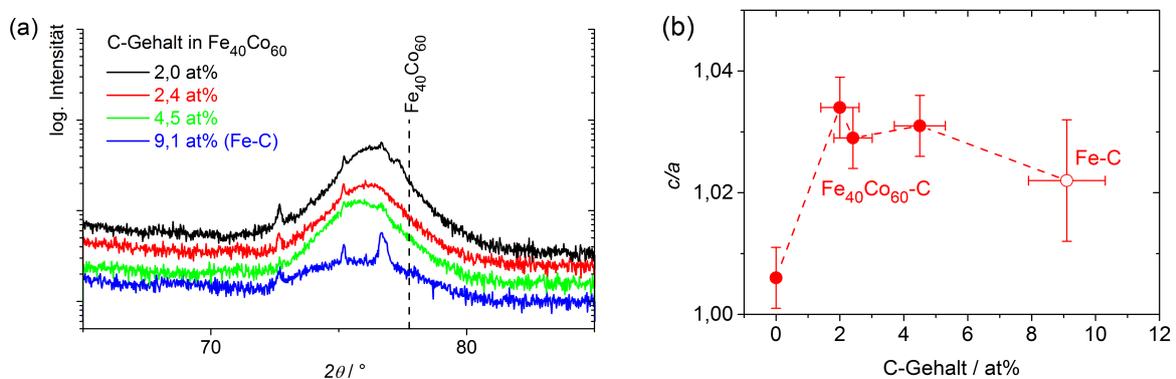


Abb. 5.7 – (a) Ausschnitte der Röntgendiffraktogramme von 20 nm dicken $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}\text{-C}$ -Schichten auf $\text{Au}_{50}\text{Cu}_{50}$ mit unterschiedlichem C-Gehalt. Die Schicht mit dem höchsten C-Gehalt enthielt kein Co. Die theoretische Lage des Reflexes von C-freiem $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ ist als senkrechte Linie markiert. (b) c/a -Verhältnisse der Schichten aus (a) in Abhängigkeit vom Kohlenstoffgehalt.

Magnetisierungsverhalten von Schichten mit 2 at% C

Da die Erhöhung des Kohlenstoffgehalts in $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ nicht zur Steigerung der spontanen Dehnung führt, stattdessen jedoch eine Abnahme der magnetischen Sättigung durch den erhöhten Anteil nicht ferromagnetischer Elemente erwartet wird, beschränkt sich die folgende Diskussion auf die magnetischen Messungen an den $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schichten mit 2 at% C. Abbildung 5.8 zeigt Hysteresekurven in Abhängigkeit der Schichtdicke. In Teilbild 5.8(a) sind zunächst Ergebnisse gezeigt, die bei senkrecht zur Schichtebene angelegtem Magnetfeld gemessen wurden. Bei den auf die Sättigung normalisierten Hysteresekurven handelt es sich bis auf die der 2 nm dicken Schicht um VSM-Messungen. Letztere wurde aufgrund ihrer geringen Dicke mittels anomalem Hall-Effekt charakterisiert. In allen Proben wird die Ummagnetisierung von Drehprozessen der Magnetisierung dominiert.

Die Schichtnormale ist somit stets eine Richtung effektiv schwerer Magnetisierung. In Abhängigkeit von der Schichtdicke zeigen sich jedoch deutliche Unterschiede. Je dünner die $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schicht, desto geringer ist das effektive Anisotropiefeld (vgl. Einfügung in Abb. 4.9(b), S. 50). Unter Berücksichtigung der Beobachtung, dass auch direkt an den Grenzflächen keine durch die Pufferschicht induzierte Dehnung nachgewiesen wird (siehe Abb. 5.5, S. 58), deutet dies auf einen starken Einfluss der Grenz- oder Oberflächenanisotropie hin. Ergänzend zu den Hysteresekurven ist in Abb. 5.8(a) der erwartete Verlauf einer Hysteresekurve für eine rein formanisotrope $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schicht als graue unterbrochene Linie eingezeichnet¹. Beim Vergleich zeigt sich, dass die gemessenen Hysteresekurven der $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten, auch die der Schichtdicke von 100 nm, einen steileren Anstieg haben und somit auch ein geringeres effektives Anisotropiefeld. Schichten aus binärem Fe-Co zeigen nur bei sehr geringer Dicke ein deutlich herabgesetztes $\mu_0 H_{\text{Aeff}}$ (vgl. Abb. 4.9(b)). Die durch die Zulegierung von Kohlenstoff zu $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ eingestellte spontane tetragonale Dehnung bewirkt demnach einen Beitrag zur magnetischen Anisotropie in Form einer magnetokristallinen Anisotropie, die der Formanisotropie überlagert ist und deren Achse leichter Magnetisierung senkrecht zur Schichtoberfläche liegt.

Hysteresekurven, die mit angelegtem Feld in der Schichtebene entlang der [110]-Richtung des $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ gemessen wurden, belegen, dass die leichte Richtung der Magnetisierung für die Fe-Co-C-Schichten trotz der tetragonalen Dehnung in bzw. nahe der Schichtebene liegt (Abb. 5.8(b)). Schaltprozesse dominieren die Ummagnetisierung. Zumindest in den Schichten bis 20 nm Dicke ist für (001)-orientiertes $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ die [110]-Richtung in Übereinstimmung mit früheren Arbeiten zu Fe-Co [18, 125] die magnetisch leichteste Achse in der Schichtebene. Die beiden dünnsten Schichten weisen praktisch kein Koerzitiv- und kein Sättigungsfeld auf, wie es für kontinuierliche dünne Schichten mit Formanisotropie erwartet wird. Mit Anstieg der Schichtdicke werden in den $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten jedoch neben Schaltprozessen auch Drehprozesse der Magnetisierung während der Ummagnetisierung in der Schichtebene beobachtet. Neben einem deutlichen $\mu_0 H_C$ von bis zu 43 mT für 50 nm Schichtdicke wird ein starker Anstieg des Sättigungsfeldes $\mu_0 H_S$ auf über 150 mT für 100 nm Dicke gemessen (siehe Einfügung in Abb. 5.8(b)). Um den Einfluss des Kohlenstoffs herauszustellen, sind in Abbildung 5.9(a) die an 100 nm dicken Schichten mit in Fe-Co[110]-Richtung angelegtem Feld gemessenen Hysteresekurven für eine Schicht ohne und eine Schicht mit 2 at% C verglichen. Der für die kohlenstoffhaltigen Schichten beobachtete Anstieg von H_C und H_S kann eindeutig auf die Zulegierung von C und die daran gekoppelte magnetokristalline Anisotropie zurückgeführt werden. Binäres $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ mit verschwindender magnetokristalliner Anisotropie zeigt ein ausschließlich durch Schaltprozesse dominiertes Ummagnetisierungsverhalten,

¹In Schichten, die keine Kristallanisotropie, sondern ausschließlich Formanisotropie zeigen, entspricht das effektive Anisotropiefeld der magnetischen Sättigung: $\mu_0 H_{\text{Aeff}} = \mu_0 M_S$.

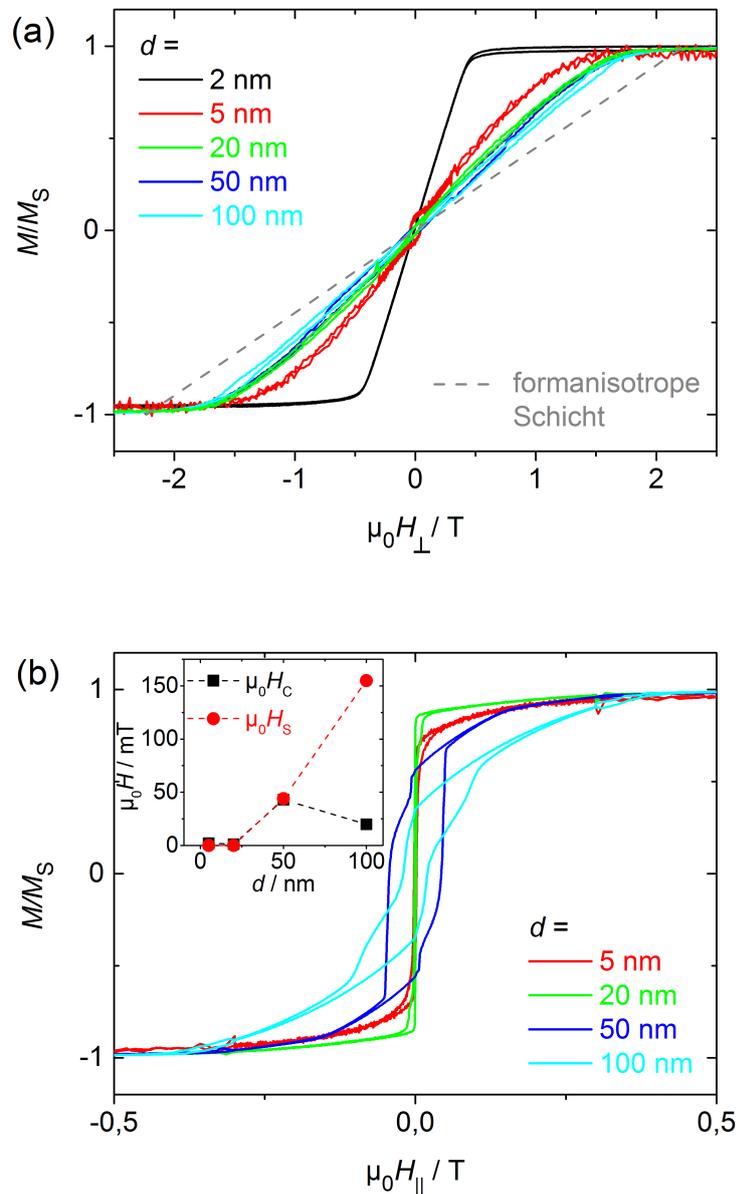


Abb. 5.8 – Magnetische Hysteresekurven von $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schichten mit 2 at% C unterschiedlicher Dicke d auf $\text{Au}_{50}\text{Cu}_{50}$ -Pufferschichten. Für die Messungen in (a) wurde das Magnetfeld senkrecht zur Schichtebene angelegt, für die Messungen in (b) erfolgte das Anlegen des Feldes in Fe-Co[110]-Richtung. Die Einfügung in (b) zeigt das bei den Messungen in der Schichtebene beobachtete Koerzitivfeld $\mu_0 H_C$ sowie das angenäherte Sättigungsfeld $\mu_0 H_S$.

wie es für rein formanisotrope Schichten erwartet wird. Auffällig beim Ummagnetisierungsverhalten parallel zur Schichtoberfläche ist zudem, dass die Hysteresekurven dickerer Fe-Co-C-Schichten kaum Unterschiede abhängig von der Messrichtung zeigen. Das Ummagnetisierungsverhalten entlang einer [110] und einer [100]-Richtung von 100 nm dickem $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ ist nahezu identisch, abgesehen von einem um etwa 30 mT leicht herabgesetzten Sättigungsfeld in [110]-Richtung (Abb. 5.9(b)).

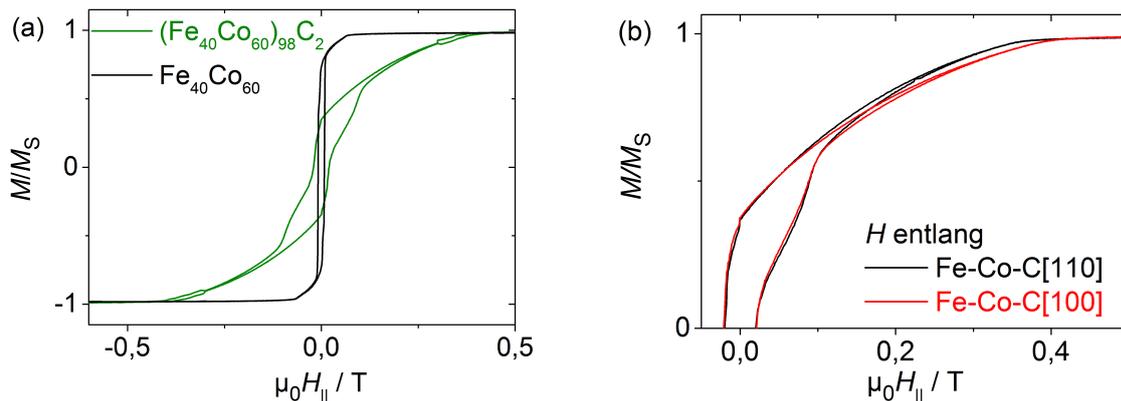


Abb. 5.9 – (a) Vergleich der mit entlang der Fe-Co[110]-Richtung angelegten Magnetfeldern gemessenen VSM-Hysteresekurven von 100 nm dicken Schichten mit 2 at% und ohne Kohlenstoff auf $\text{Au}_{50}\text{Cu}_{50}$ -Pufferschichten. (b) Entlang unterschiedlicher Richtungen in der Schichtebene gemessene Hysteresekurven einer $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schicht mit 2 at% C und 100 nm Dicke.

Aus den in der Schichtebene gemessenen Hysteresekurven folgt, dass die senkrecht zur Schichtebene gerichtete uniaxiale Anisotropie, deren Ursache die (uniaxiale) tetragonale Dehnung ist, in Konkurrenz zur Formanisotropie steht und das Magnetisierungsverhalten der dickeren Schichten wesentlich beeinflusst. Die dem Ummagnetisierungsverhalten zugrundeliegenden Mechanismen können mit Ergebnissen der magnetischen Rasterkraftmikroskopie (MFM) erklärt werden. Die 20 nm dicke $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schicht zeigt keine magnetischen Streufelder, die aus der Schicht treten (Abb. 5.10(a)). Die leichte Achse der Magnetisierung liegt somit parallel zur Schichtebene. Mit steigender Schichtdicke treten in den $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten Streifendomänen auf, deren Streufelder aus der Oberfläche heraustreten (Abb. 5.10(b) und (c)). Innerhalb dieser Domänen besitzt die Magnetisierung, wie in Abb. 5.11 skizziert, eine senkrechte Komponente, auch wenn diese Richtung weiterhin einer magnetisch schweren Achse entspricht [40]. Streifendomänen treten in Schichten mit moderater senkrechter magnetischer Anisotropie ab einer kritischen Dicke d_c auf, wenn die senkrechte (magnetokristalline) Anisotropie K_U kleiner als die Formanisotropie K_S ist. Für kleine K_U/K_S -Verhältnisse skaliert d_c mit der ferromagnetischen

Austauschlänge und es gilt näherungsweise [40]

$$d_c = 2\pi\sqrt{A/K_U} \quad . \quad (5.1)$$

Dabei ist A die Austauschenergie, die für Fe-Co etwa $2,6 \cdot 10^{-11}$ J/m beträgt [126]. Da die 42 nm dicke Schicht (Abb. 5.10(b)) Streifendomänen zeigt und somit $d_c < 42$ nm gilt, kann K_U zu etwa $0,6$ MJ/m³ abgeschätzt werden. Im nächsten Abschnitt diskutierte Ergebnisse zeigen, dass dieser Ansatz K_U leicht überschätzt. Die Amplitude der Magnetisierungsmodulation nimmt in Übereinstimmung mit dem Modell [40] bei steigender Schichtdicke zu (Abb. 5.10). Die Ausrichtung der Streifen ist parallel zum zuletzt angelegten Magnetfeld H_{Ex} . Da sie nicht durch K_4 bestimmt ist, werden beim Vergleich unterschiedlicher Richtungen in der Schichtebene nur marginale Unterschiede des Ummagnetisierungsverhaltens beobachtet (Abb. 5.9(b)).

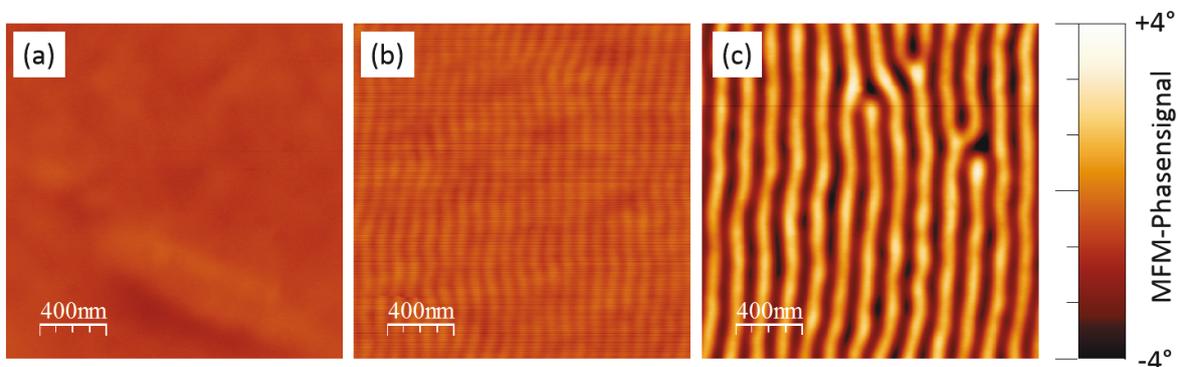


Abb. 5.10 – MFM-Abbildungen von (a) 20 nm, (b) 42 nm und (c) 103 nm dicken Fe₄₀Co₆₀-Schichten mit 2 at% C. Die $\langle 110 \rangle$ -Richtungen des Fe-Co sind parallel zu den Bildkanten. Die Ausrichtung der Streifen in (b) und (c) entspricht der Richtung des zuletzt angelegten äußeren Magnetfeldes.

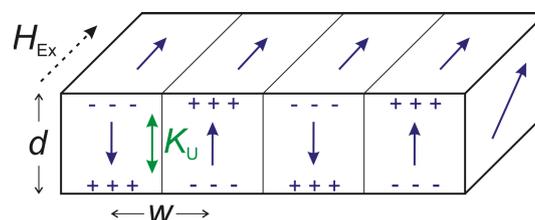


Abb. 5.11 – Schematische Darstellung der Streifendomänen nach Hubert und Schäfer [40] in einer Schicht mit senkrechter magnetokristalliner Anisotropie K_U . An der rechten Seitenfläche ist die Lage der effektiven Magnetisierung skizziert, die leicht aus der Schichtebene gekippt ist. H_{Ex} gibt die Richtung des zuletzt angelegten externen Feldes an.

Die in Abb. 5.11 für eine Schicht mit senkrechter magnetokristalliner Anisotropie skizzierte Streifendomänenkonfiguration kann die mit Magnetfeldern parallel zur Schichtebene

gemessenen Hysteresekurven erklären. Abhängig von der Entfernung zu den Grenzflächen sind die magnetischen Momente unterschiedlich ausgerichtet. In den grenzflächennahen Bereichen liegen sie, das Streufeld minimierend, parallel zur Oberfläche, während innerhalb des Schichtvolumens eine senkrechte Komponente auftritt. Die daraus resultierende effektive leichte Richtung der Magnetisierung ist in den Streifendomänen, wie an der Seitenfläche in Abb. 5.11 skizziert, leicht aus der Ebene gekippt. Mit steigender Schichtdicke steigt der Einfluss des Schichtvolumens mit senkrechter Magnetisierungskomponente und die remanente Magnetisierung sinkt. Wird ein externes Magnetfeld parallel zur Schichtebene angelegt, schalten die Domänen, deren Magnetisierung annähernd entgegengesetzt zum äußeren Feld sind. Nach dem Schaltprozess sind sie jedoch nicht parallel zur Richtung des Feldes ausgerichtet. Die senkrechte magnetische Anisotropie bedingt einen Winkel zwischen M und H . Mit weiter ansteigendem Magnetfeld kommt es deshalb zu Drehprozessen der Magnetisierung. Der Anstieg des Sättigungsfeldes mit der Schichtdicke kann deshalb mit der zunehmenden Rotation der effektiv leichten Richtung der Magnetisierung aus der Schichtebene begründet werden. Je kleiner die Domänenbreite, desto größer ist die Wahrscheinlichkeit, dass die Domänenwände bei der Ummagnetisierung an Defekten in den Grenzflächen haften. Die Koerzitivfeldstärke ist deshalb in Schichten mit einer Dicke knapp über der kritischen Dicke der Streifendomänen am größten (Abb. 5.8(b)). Dieses Verhalten wurde ebenfalls an teilweise $L1_0$ -geordneten FePd-Schichten mit (001)-Orientierung, die ebenfalls Streifendomänen aufweisen, beobachtet [127]. Mit weiterem Anstieg der Schichtdicke nimmt H_C wieder ab, da die Dichte der Domänenwände zurückgeht (vgl. Abb. 5.10). In Schichten mit einer Dicke unterhalb von d_c sowie in Schichten ohne C-Zulegierung (und somit ohne ausreichende magnetokristalline Anisotropie) treten laut dem beschriebenen Modell keine Streifendomänen auf, sondern lediglich Abschlussdomänen mit einer parallel zur Oberfläche ausgerichteten Magnetisierung. H_C und H_S dieser Schichten weisen deshalb minimale Werte auf.

Nach Hubert und Schäfer sollte die Domänenbreite w etwas größer als die Schichtdicke sein [40]. Die gemessenen Werte von $w = 45$ nm für die 42 nm dicke $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schicht und $w = 77$ nm für die 103 nm dicke Schicht passen nur grob zu deren theoretischem Modell und deuten eher auf einen nichtlinearen Zusammenhang zwischen Domänenbreite und Schichtdicke. Wie bereits erwähnt, wurde eine vergleichbare Domänenkonfiguration ebenfalls an FePd-Schichten mit einem ähnlichen K_U/K_S -Verhältnis beobachtet [127, 128]. Ein Potenzgesetz der Form $w = 4,8 \cdot d^{0,6}$, wie es auch von Gehanno et al. für FePd-Schichten diskutiert wurde [127, 129], beschreibt die Dickenabhängigkeit der Domänenbreite besser. Eine mögliche Erklärung für das Abweichen von dem linearen Modell könnte darin liegen, dass die senkrechte magnetische Anisotropie innerhalb der Schicht nicht homogen ist. Der dafür verantwortliche hohe Beitrag der Grenzflächen zu K_U wird im nächsten Abschnitt diskutiert.

Die Auswirkung der Streifendomänen auf Messungen der ferromagnetischen Resonanz soll anhand von Abb. 5.12 diskutiert werden. Schichten mit einer Dicke unterhalb von d_c zeigen ein Resonanzfeld mit geringer Linienbreite um 100 mT. Dies belegt die homogene Ausrichtung der magnetischen Momente in diesen Schichten. In Schichten mit einer Dicke über d_c , also mit Streifendomänen, werden zwei Anregungen bei deutlich geringerem Feld beobachtet, die auf unterschiedliche Bereiche mit voneinander abweichendem inneren Magnetfeld im ungesättigten Zustand hinweisen. Diese Beobachtung kann mit den Streifendomänen erklärt werden, deren effektive Magnetisierung sowohl eine parallele als auch eine senkrechte Komponente zur Feldrichtung hat (Abb. 5.11). Die erste Anregung bei Feldern um 10 mT kann wahrscheinlich den Schaltprozessen der parallelen Magnetisierungskomponente zugeordnet werden (Abb. 5.12). Mit steigender Schichtdicke geht deren Resonanzfeld aufgrund der zurückgehenden Zahl der Domänen (vgl. Abb. 5.10) und des sinkenden Koerzitivfelds der Schichten leicht zurück. Die zweite Anregung bei etwa 29 mT könnte den Drehprozessen aufgrund der senkrechten Magnetisierungskomponente zuzuordnen sein, deren Bedeutung am Ummagnetisungsverhalten mit zunehmender Schichtdicke zunimmt. Die Intensität dieser Anregung steigt, bezogen auf die erste Anregung, mit der Schichtdicke an. Das Feld der Anregung bleibt jedoch unverändert. Die erhöhte Linienbreite der FMR-Anregungen in den dickeren Schichten deutet auf Inhomogenitäten der inneren Felder hin und könnte mit möglichen Inhomogenitäten der magnetischen Anisotropie begründet werden. Auch Vukadinovic et al. beobachteten in FePd-Schichten mit Streifendomänen mehrere FMR-Anregungen [128].

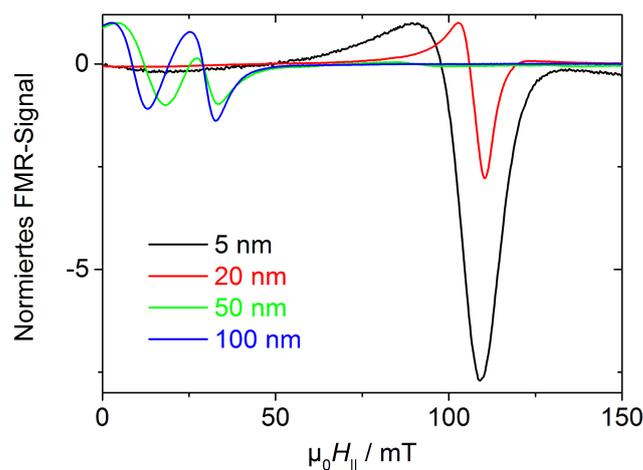


Abb. 5.12 – Bei einer Mikrowellenfrequenz f von 9,775 GHz gemessene FMR-Spektren von $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten unterschiedlicher Dicke. Das externe Feld $\mu_0 H$ wurde innerhalb der Schichtebene in Fe-Co-C[100]-Richtung angelegt.

Magnetische Anisotropie der Schichten mit 2 at% C

Wie in Abschnitt 2.2 (S. 5) erläutert, ergibt sich die effektive magnetische Anisotropie einer (001)-orientierten Schicht mit tetragonalem Gitter aus der Überlagerung ihrer Formanisotropie und ihrer uniaxialen magnetokristallinen Anisotropie. Während Erstere eine Magnetisierung parallel zur Schichtoberfläche bevorzugt, besitzt Letztere aufgrund der tetragonalen Verzerrung entlang der [001]-Richtung eine magnetisch leichte Richtung senkrecht zur Oberfläche ($\vartheta = 0$ nach Abb. 2.3, S. 6). Die Gleichung für die freie Energie der magnetischen Schicht (Gl. 2.3) vereinfacht sich somit zu

$$F = \frac{1}{2} \mu_0 (N_c - N_a) M^2 \cos^2 \vartheta - K_U \cos^2 \vartheta = K_{\text{eff}} \cos^2 \vartheta \quad . \quad (5.2)$$

In diesem Fall steht K_U für die Energie der magnetokristallinen Anisotropie eines vergleichbaren Einkristalls, der keine Formanisotropie besitzt. Der hier genutzten Vorzeichenkonvention folgend, beschreibt $K_{\text{eff}} < 0$ den Fall einer uniaxialen Anisotropie, die resultiert, wenn die magnetokristalline Anisotropie die Formanisotropie übersteigt und $K_{\text{eff}} > 0$ den Fall einer magnetisch leichten Ebene aufgrund vorherrschender Formanisotropie. In beiden Fällen beschreibt K_{eff} die Arbeit, die notwendig ist, um die Magnetisierung von einer parallel zur Schichtebene liegenden magnetisch leichten Richtung der Formanisotropie in ihre senkrecht zur Schichtoberfläche orientierten magnetisch schweren Richtung zu drehen. K_{eff} ist experimentell zugänglich als Fläche zwischen den mit parallel und senkrecht zur Schichtebene angelegtem Magnetfeld gemessenen Hysteresekurven. Schaltet die Magnetisierung bereits bei einem minimalen in der Schichtebene angelegten Feld ($\vartheta = 90^\circ$), ist die Bestimmung von K_{eff} , wie in Anhang B gezeigt, einfach – K_{eff} ist dann die Fläche des Dreiecks, das zwischen der Ordinate und der mit senkrecht zur Schichtebene angelegtem Feld (unter $\vartheta = 0$) gemessenen Hysteresekurve aufgespannt wird. Für den Fall dickerer Schichten (Abb. 5.8(b)), bei denen die in der Schichtebene gemessenen Hysteresekurven keinen unendlich steilen, sondern einen endlichen Anstieg zeigen, muss für die Bestimmung von K_{eff} zusätzlich die sich ergebende Fläche zwischen der Ordinate und der Messkurve berücksichtigt werden, die im Rahmen dieser Arbeit ebenfalls als Dreieck angenähert wurde (vgl. Anhang B). Durch die Berücksichtigung der Magnetisierungskurven entlang beider Hauptrichtungen wird erreicht, dass beide Vorzeichenfälle für K_{eff} berücksichtigt werden. Mit dem aus den magnetischen Hysteresekurven bestimmten K_{eff} kann die uniaxiale Anisotropiekonstante eines gedehnten Fe-Co-Kristalls dann als

$$K_U = K_S - K_{\text{eff}} \quad (5.3)$$

berechnet werden. Besonders für die dickeren Schichten handelt es sich hierbei jedoch nur um eine Abschätzung, da K_U eine lokale Materialeigenschaft ist, die Formanisotropie

aber durch die Probengeometrie bestimmt wird. Für das betrachtete System ergeben sich deshalb Möglichkeiten die Gesamtenergie zu minimieren, die nicht durch eine homogene Magnetisierungsrichtung, wie sie für Gl. 5.2 vereinfacht angenommen wurden, beschrieben werden können. Die beobachteten Streifendomänen sind eine solche Lösung mit lokal variierenden Magnetisierungsrichtungen (vgl. Abb. 5.11). Für die magnetischen Messungen mit parallel und senkrecht zur Schichtebene angelegtem Magnetfeld ergibt sich dann zwischen der Magnetisierungsrichtung innerhalb der Domänen und der Feldrichtung ein Winkel ungleich 0° oder 90° . Somit entsprechen die Messrichtungen nicht mehr genau einer magnetisch leichten oder harten Richtung. Als Folge sind die Magnetisierungskurven im Bereich der Sättigung gekrümmt. Ein Auftreten von Anisotropien höherer Ordnung würde sich ähnlich äußern. Da die Streifendomänen insbesondere die parallel zur Schichtebene gemessenen Hysteresekurven beeinflussen, muss davon ausgegangen werden, dass die Auswertung dieser Hysteresen zu einem erhöhten Fehler bei der K_U -Bestimmung führt. Dieser ist in den in der Folge angegebenen Fehlerbalken berücksichtigt.

Die aus den magnetischen Messungen ermittelten K_U -Werte sind in Abb. 5.13 für $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ - (schwarze Quadrate) und $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten (rote Kreise) über ihre Dicke aufgetragen. Die Ergebnisse für Schichten mit anstelle von Kohlenstoff zulegiertem Bor sind ebenfalls eingezeichnet und zeigen eine dem $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ sehr ähnliche Abhängigkeit. Fe-Co-B-Schichten werden in Abschnitt 5.2.1 diskutiert.

Unabhängig vom Kohlenstoffgehalt weisen die Schichten mit geringster Dicke die höchsten Werte der uniaxialen Anisotropiekonstante auf. Mit steigender Dicke erfolgt ein steiler Abfall von K_U . Die sehr hohen Anisotropiekonstanten, die fast an die Formanisotropie K_S von etwa $1,75 \text{ MJ/m}^3$ heranreichen, sind somit eindeutig auf Vorgänge an der Grenz- oder Oberfläche zurückzuführen. Eine durch die Pufferschicht induzierte tetragonale Dehnung kann als Ursache jedoch nicht in Frage kommen, da im vorangegangenen Abschnitt bereits gezeigt wurde, dass diese Schichten schon ab 2 nm Dicke unter dem Einbau von Stufenversetzungen relaxieren. Die hohe magnetische Anisotropie mit senkrechter leichter Achse könnte stattdessen elektronischen Ursprungs sein und von der Symmetrieverringernung an den freien Oberflächen herrühren. Die Beiträge der Grenzflächen zur magnetischen Anisotropie werden in den Abschnitten 5.1.3 und 6.3 diskutiert.

Der weitere Verlauf von K_U (Abb. 5.13) mit zunehmender Schichtdicke lässt sich mit den schon diskutierten strukturellen Eigenschaften begründen. In binären Fe-Co-Schichten bedingt die fast vollständige Relaxation der an der Grenzfläche induzierten Dehnung (vgl. Abb. 4.7(b), S. 47) ein Verschwinden der senkrecht gerichteten magnetischen Anisotropie, sobald der Einfluss der Grenzflächen auf die Anisotropie abnimmt. Die verbleibende minimale magnetokristalline Anisotropie kann mit der schon mehrfach diskutierten laserabscheidungsbedingten leichten Dehnung in Schichtwachstumsrichtung von etwa 1% begründet werden. Die $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten besitzen gemäß den strukturellen Messun-

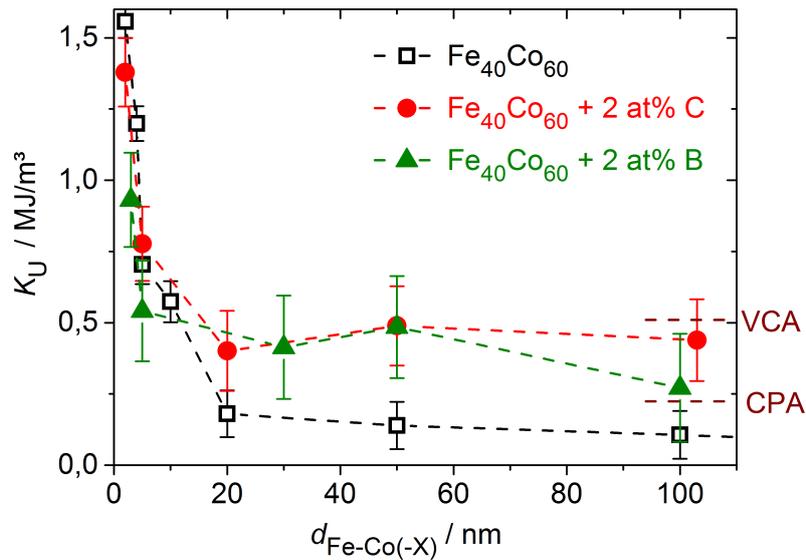


Abb. 5.13 – Auftragung der uniaxialen magnetokristallinen Anisotropiekonstanten K_U von $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -, $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ - und $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2$ -Schichten unterschiedlicher Schichtdicke $d_{\text{Fe-Co}(-\text{X})}$. Als Pufferschicht wurde $\text{Au}_{50}\text{Cu}_{50}$ genutzt. Theoretische Ergebnisse aus DFT-Berechnungen für $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{97}\text{C}_3$, in denen die chemische Unordnung mit den Methoden der VCA und der CPA implementiert wurde, sind am rechten Rand als horizontale Linien markiert.

gen eine spontane tetragonale Dehnung von 3%, die ab 5 nm unabhängig von der Schichtdicke ist (vgl. Abb. 5.6(b), S. 60). Nach dem anfänglichen Absinken von K_U aufgrund des zurückgehenden Einflusses der Grenzflächen, bewirkt diese Dehnung eine magnetokristalline Anisotropie, die weitgehend dickenunabhängig ist und bei ca. $0,4 \text{ MJ/m}^3$ liegt. Der bei einer Schichtdicke von 100 nm gemessene Wert von $0,44 \pm 0,19 \text{ MJ/m}^3$ ist in guter Übereinstimmung mit dem einer mittels DFT theoretisch berechneten Struktur, die die gleichen strukturellen Eigenschaften wie die experimentelle Schicht besaß und 3 at% C enthielt [25]. Die Ergebnisse für diese mittels der Methoden der virtuellen Kristall- (VCA) und der kohärenten Potentialapproximation (CPA) [130, 131] implementierten Fe-Co-C-Strukturen sind durch waagerechte Markierungen in Abb. 5.13 ergänzt. Während VCA häufig die magnetokristalline Anisotropie in Fe-Co überschätzt [25], wurde CPA bereits mit einer Unterschätzung in Verbindung gebracht [27]. Der leichte Unterschied im C-Gehalt zur Legierung aus dem Experiment ist dem erhöhten Rechenaufwand für größere Superzellen, wie sie zur Implementierung nur weniger C-Atome benötigt werden, geschuldet. Da die Berechnungen dennoch eine gute Übereinstimmung für K_U zeigen, kann daraus auch geschlossen werden, dass nicht die Zahl der C-Atome, sondern die tatsächlich vorliegende tetragonale Verzerrung, die in Experiment und Berechnung identisch war, für die magnetokristalline Anisotropie ausschlaggebend ist.

Die Beobachtung einer bedeutenden magnetokristallinen Anisotropie in $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ unterscheidet sich vom Verhalten von epitaktischen Schichten aus reinem Fe bei Zulegierung von Kohlenstoff. Die Gruppe um M. Takahashi konnte in diesen das c/a -Verhältnis zwar bei weiterer Zugabe von C auf bis zu 1,09 erhöhen, doch wurde keine Abhängigkeit der magnetokristallinen Anisotropie vom Kohlenstoffgehalt beobachtet [132]. Eine Zugabe von Co äußerte sich in ihren Untersuchungen in einem starken Absinken der tetragonalen Verzerrung auf lediglich etwa $c/a = 1,03$ in $\text{Fe}_{70}\text{Co}_{30}$ mit 3 at% C [133] und steht im Widerspruch zu den theoretischen Ergebnissen, die höhere c/a -Verhältnisse bei steigendem Co-Gehalt vorhersagen [27, 28].

Die magnetische Sättigung der hier untersuchten $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schichten erfuhr durch die C-Zulegierung keine Änderung, die den Messfehler übersteigt. Bei Raumtemperatur liegt $\mu_0 M_S$ bei $2,1 \pm 0,1$ T. Guan et al. [134] sagten mit DFT-Berechnungen voraus, dass die magnetische Sättigung von in der Schichtebene komprimiertem Fe-Co um bis zu 5% sinken kann. Im Fall der hier betrachteten Schichten mit der geringen lateralen Gitterkompression von lediglich 1,5% aufgrund der spontanen Dehnung sollte dieser Einfluss jedoch sehr klein sein. Wie bereits erwähnt, ist die an der Grenzfläche zur Pufferschicht in Fe-Co(-C) induzierte Dehnung zum Zeitpunkt der VSM-Messungen schon relaxiert. Die vorhergesagte abnehmende Sättigungsmagnetisierung konnte hier deshalb nicht bestätigt werden.

5.1.3 Einfluss des Pufferschichtgitterparameters auf die magnetischen Eigenschaften der Fe-Co-C-Schichten

Die in TEM-Untersuchungen beobachteten Dehnungszustände und die hohe Versetzungsdichte an der Grenzfläche zwischen den $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ - und den Au-Cu-Pufferschichten (Abschnitt 5.1.1, S. 57) deuten darauf hin, dass die Gitterrelaxation das komplette Schichtvolumen der Fe-Co-C-Schichten erfasst und lediglich der spontan gedehnte Zustand verbleibt. Um genauere Aussagen über den Einfluss der Grenzfläche zur Pufferschicht auf die strukturellen und magnetischen Eigenschaften der $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten treffen zu können, wurde deren Schichtdicke weiter minimiert und die Auswirkung verschiedener Puffermaterialien miteinander verglichen. Bei der im Folgenden gewählten Schichtdicke von 5 nm sollten grenz- oder oberflächeninduzierte Effekte deutlich hervortreten. Abbildung 5.14 zeigt die aus Polfigurmessungen ermittelten c/a -Verhältnisse (schwarz) und die zugehörigen Konstanten der magnetokristallinen Anisotropie K_U (rot) in einer Auftragung über den lateralen Gitterparameter des Puffer- bzw. Substratmaterials a_{Puffer} . Sowohl die tetragonale Dehnung als auch die magnetokristalline Anisotropie der Schichten sind im Rahmen des Messfehlers unbeeinflusst von Material und Gitter des zugrundeliegenden Materials. Die ermittelten c/a -Verhältnisse liegen mit im Mittel 1,04 leicht über der spontanen Dehnung von Schichten größerer Dicke mit gleicher Zusammensetzung. Un-

ter Anwendung des Konzeptes des epitaktischen Bain-Pfades mit Volumenerhaltung der Einheitszelle wären für die Schichten c/a -Verhältnisse zwischen 0,88 für MgO(100) und 1,16 für Ir zu erwarten. Da derart große Unterschiede in den Schichten nicht beobachtet wurden, kann keine durch das Gitter der Pufferschichten induzierte Dehnung in den 5 nm dicken $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten nachgewiesen werden. Die anfänglich an der Grenzfläche induzierte Dehnung relaxiert demnach vollständig und unabhängig von der untersuchten Pufferschicht. Die leichte Erhöhung der Dehnung im Vergleich mit dem spontan gedehnten Zustand ist unabhängig von a_{Puffer} und muss eine andere grenz- oder oberflächenbedingte Ursache haben. Denkbar ist, dass der hohe Anteil an symmetriesenkenden Grenzflächen, sowohl pufferschichtseitig als auch auf der Seite der freien Oberfläche, das Fe-Co-C-Gitter zusätzlich verspannt.

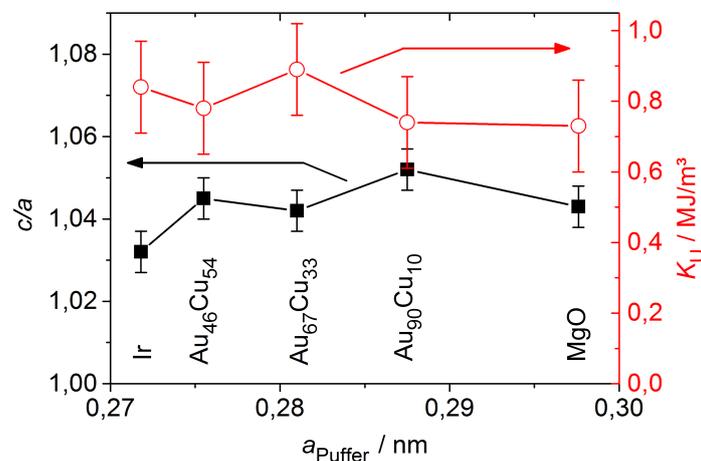


Abb. 5.14 – Aus Röntgenbeugungsmessungen ermittelte tetragonale Verzerrung c/a von auf unterschiedlichen Pufferschichten abgeschiedenen 5 nm dicken $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schichten mit 2 at% C, aufgetragen über den lateralen Gitterparameter der Puffermaterialien a_{Puffer} und dazugehörige Werte für die magnetokristalline Anisotropie K_U .

Die von den unterschiedlichen verwendeten Puffermaterialien unbeeinflusste Dehnung der 5 nm dicken $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten kann erklären, warum keine wesentlichen Unterschiede der magnetischen Anisotropie beobachtet werden (Abb. 5.14). Die gemessenen Werte der magnetokristallinen Anisotropiekonstante liegen, wie schon zuvor für Fe-Co(-C)-Schichten mit geringer Dicke beobachtet (siehe Abb. 5.13), deutlich über dem Wert von $0,44 \text{ MJ/m}^3$, wie er für 100 nm dickes $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ mit spontaner Dehnung gemessen wurde. Die in den 5 nm dicken Schichten beobachtete Verdopplung von K_U kann nicht in dem erwähnten geringen Anstieg des c/a -Verhältnisses um lediglich etwa 0,01 begründet sein. Starke Einflüsse der Grenz- oder Oberfläche neben den Einflüssen einer induzierten Dehnung sind offensichtlich und überlagern die auf die spontane Dehnung zurückgehende magnetokristalline Anisotropie. Diese Abhängigkeit der magnetischen Anisotropie von der

Probendicke könnte ebenfalls die bei der Untersuchung der Streifendomänen beobachteten Abweichungen vom theoretischen Modell erklären (vgl. Abschnitt 5.1.2, S. 67).

Der Einfluss der Grenzflächen auf das gemessene K_U wurde in Gleichung 2.4 (S. 8) beschrieben. Eine Multiplikation mit der Schichtdicke $d_{\text{Fe-Co-C}}$ führt zu

$$K_U \cdot d_{\text{Fe-Co-C}} = K'_U \cdot d_{\text{Fe-Co-C}} + K_{\text{GF}} \quad (5.4)$$

und ermöglicht eine quantitative Auswertung der Beiträge der magnetokristallinen Volumenanisotropie K'_U und der Grenzflächenanisotropie K_{GF} . Eine Auftragung des Produkts $K_U \cdot d_{\text{Fe-Co-C}}$ über $d_{\text{Fe-Co-C}}$ für unterschiedliche Pufferschichten (Abb. 5.15) erlaubt eine lineare Anpassung. Dabei ist K'_U der Anstieg der sich ergebenden Geraden und K_{GF} der Schnittpunkt mit der y-Achse (siehe Einfügung). Abbildung 5.16 stellt die so ermittelten Beiträge der Volumenanisotropie und der Grenzflächen in Abhängigkeit des lateralen Gitterparameters der $\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$ -Pufferschichten dar. Beide sind praktisch unabhängig von den Pufferschichtgitterparametern, was nochmals klar zeigt, dass das Gitter der unter den Fe-Co-C-Schichten befindlichen Au-Cu-Pufferschichten keine Auswirkung auf die magnetischen Eigenschaften besitzt. Die deutliche Erhöhung der magnetischen Anisotropie mit abnehmender Dicke muss somit eine andere Ursache in Zusammenhang mit den Grenz- bzw. Oberflächen haben. Als mögliche Ursache sind von den Au- und Cu-Oberflächenatomen herrührende elektronische Einflüsse auf K_{GF} zu nennen. Da sich Au und Cu in der selben Nebengruppe des Periodensystems befinden, weisen auch ihre Legierungen eine identische Valenzelektronendichte auf. Aus dem Vergleich der $\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$ -Pufferschichten kann deshalb keine Schlussfolgerung über elektronische Einflüsse an den Grenzflächen getroffen werden. Da die senkrechte magnetische Anisotropiekonstante der auf Ir und MgO abgeschiedenen $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten keinen deutlichen Unterschied zu denen mit Au-Cu-Pufferschichten zeigt (Abb. 5.14), kann geschlussfolgert werden, dass der elektronische Einfluss der Pufferschichtgrenzfläche gering ist. Insbesondere das isolierende MgO unterscheidet sich elektronisch stark von den metallischen Pufferschichten.

Der Volumenbeitrag K'_U quantifiziert den Anteil der spontanen Dehnung an der gemessenen magnetokristallinen Anisotropie und kann nach der linearen Anpassung von $K_U \cdot d_{\text{Fe-Co-C}}$ (Abb. 5.15) als etwa $0,4 \text{ MJ/m}^3$ angegeben werden. Abweichungen von etwas über 10 % beim Vergleich der unterschiedlichen Puffermaterialien dürften vor allem durch Schwankungen der Schichtzusammensetzung entstanden sein und sind im Rahmen der Messgenauigkeit. Die Grenzflächenanisotropie K_{GF} von etwa $1,8 \text{ mJ/m}^2$ (Abb. 5.16) muss als Summe der Beiträge der Grenzfläche zur Pufferschicht und der freien Schichtoberfläche betrachtet werden. Mit dem Ziel eines Literaturvergleichs wurde zunächst als einfachster Ansatz angenommen, dass K_{GF} zu gleichen Teilen von beiden Flächen herrührt. Die allein auf die Au-Cu-Grenzfläche bezogene Anisotropie würde so $K_{\text{GF}}/2 = 0,9 \text{ mJ/m}^2$ ergeben. Der an Fe-Co/Pt-Vielschichtsystemen gemessene Beitrag, der eindeutig den Grenz-

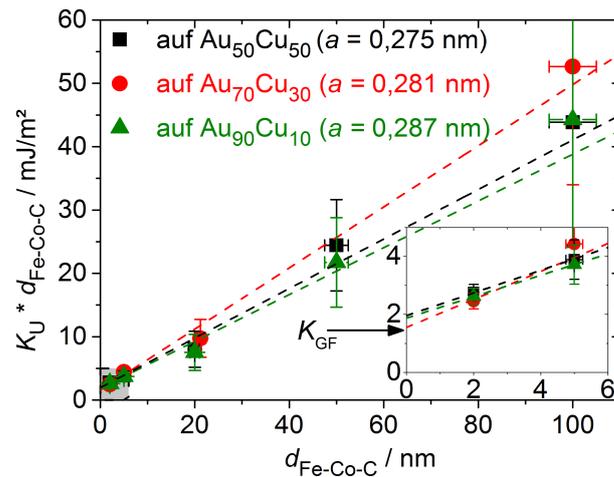


Abb. 5.15 – Auftragung des Produkts aus den uniaxialen magnetokristallinen Anisotropiekonstanten K_U von $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten und den zugehörigen Schichtdicken $d_{\text{Fe-Co-C}}$ über die Schichtdicke für unterschiedliche Pufferschichten und deren lineare Anpassungen. Der Anstieg der Geraden gibt den Volumenbeitrag K'_U und der Schnittpunkt mit der y-Achse (siehe Einfügung) den auf die Schichtfläche bezogenen Beitrag K_{GF} zu K_U .

flächen zu den Zwischenlagen aus dem Pufferschichtmaterial zugeordnet wurde, war mit $0,17 \text{ mJ/m}^2$ [88] bzw. $0,38 \text{ mJ/m}^2$ [87] deutlich geringer. Für (001)-orientiertes Fe oder Co auf Au bzw. Cu wurden von Johnson et al. [135] Werte bis etwa $0,5 \text{ mJ/m}^2$ genannt. Auch für die Grenzflächen amorpher $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{40}\text{B}_{20}$ -Schichten zu Ta und MgO wurden bis $0,4 \text{ mJ/m}^2$ angegeben [136]. Beim Vergleich mit Co-Pd und Co-Pt-Vielschichtsystemen, an denen eine besonders hohe Grenzflächenanisotropie nahe $1,0 \text{ mJ/m}^2$ beobachtet wurde [135], wird offensichtlich, dass das hier gemessene K_{GF} zu einem überwiegenden Anteil von der freien Oberfläche stammen muss und nicht allein auf die Grenzfläche zur Au-Cu-Pufferschicht zurückgeführt werden kann. Für freie Oberflächen von (001)-orientiertem Fe wurde von Urquhart et al. eine Grenzflächenanisotropie von $0,96 \text{ mJ/m}^2$ gemessen [137]. Dieser Wert stimmt mit der Größenordnung des hier auftretenden Beitrages $K_{\text{GF}}/2$ überein und stützt die Interpretation, dass ein wesentlicher Beitrag zu K_{GF} durch die freie Oberfläche bedingt ist und weniger auf die Grenzfläche zum Puffermaterial zurückgeht. Etwaige K_{GF} erhöhende Einflüsse der Oberflächenrauheit wurden nach Überlegungen von Bruno [138, 139] von Johnson [135] als lediglich etwa $0,1 \text{ mJ/m}^2$ oder bis zu 20% angegeben und sollten die sehr hohen, hier an Schichten mit geringer Rauheit gemessenen Werte nicht wesentlich beeinflussen.

Weitere Rückschlüsse auf den Beitrag der Grenzflächen zur magnetischen Anisotropie der Fe-Co-X-Schichten werden mit den Untersuchungen an Vielschichtsystemen in Abschnitt 6.3 vorgestellt. Da der Fokus der vorliegenden Arbeit nicht auf den auf sehr dünne Schichten beschränkten Effekten liegt, werden zunächst spontan gedehnte Fe-Co-

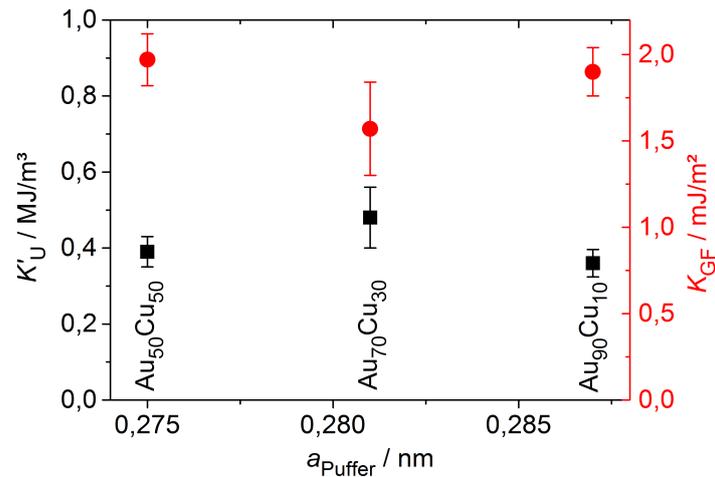


Abb. 5.16 – Aus den VSM-Messergebnissen bestimmte Volumenanisotropie K'_U (schwarze Quadrate, linke Achse) und der von den Grenz- oder Oberflächen stammende Beitrag K_{GF} (rote Kreise, rechte Achse) für die $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten auf unterschiedlichen $\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$ -Pufferschichten, aufgetragen über deren laterale Gitterparameter.

Schichten ausführlicher betrachtet. Im Hinblick auf mögliche alternative Permanentmagnetlegierungen ist hier besonders der Volumenbeitrag zu K_U von Bedeutung.

5.1.4 Zusammenfassung und Einordnung spontan gedehnter Fe-Co-C-Schichten

Die Untersuchungen der kohlenstoffhaltigen Fe-Co-Schichten zeigen, dass die Zulegierung von lediglich 2 at% einer kleinen Atomsorte bereits eine tetragonale Gitterdehnung hervorruft. Dass diese Dehnung auch in dicken Schichten nicht relaxiert, impliziert ein Minimum der Gesamtenergie, das die Verwendung des Ausdrucks *spontane Dehnung* erlaubt. Damit können die theoretischen Vorhersagen [27] qualitativ bestätigt werden. Die beobachtete uniaxiale Dehnung in den Fe-Co-Schichten beweist indirekt, dass die C-Atome bevorzugt Oktaederlücken entlang einer ausgezeichneten Achse besetzen, die in den hier untersuchten epitaktischen Schichten senkrecht orientiert ist. Der Versuch, ihre genaue Gitterposition mittels Rutherford-Rückstreu-Experimenten direkt zu bestimmen, war nicht erfolgreich. Solche Untersuchungen wurden von Dr. René Heller am Helmholtz-Zentrum Dresden-Rossendorf durchgeführt. Das den Kohlenstoffatomen zuzuordnende Signal zeigt keine Abhängigkeit von der Einstrahlungsrichtung der Heliumkerne. Eine wahrscheinliche Ursache ist die störende Anreicherung von Kohlenwasserstoffen an der Schichtoberfläche bei Lagerung an Luft.

Die intrinsischen magnetischen Eigenschaften der $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten werden im

Tab. 5.1 – Intrinsische Eigenschaften der in dieser Arbeit untersuchten $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schichten mit 2 at% C und verschiedener hartmagnetischer Legierungen bei Raumtemperatur.

Legierung	$\mu_0 M_S / \text{T}$	$K_U / \text{MJ/m}^3$	Quelle
$(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$	2,1	0,40	
hdp-Co	1,69	0,43	[140]
$\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$	0,48	0,33	[141]
$(\text{Fe}_{70}\text{Co}_{30})_2\text{B}$	1,31	0,42	[142]
$\text{L1}_0\text{-FePt}$	1,43	6,6	[143]
$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	1,61	4,9	[39]

Folgenden mit anderen hartmagnetischen Legierungen verglichen. Tabelle 5.1 zeigt, dass die betrachteten Schichten die in Betracht kommenden seltenerd- und edelmetallfreien Legierungen fast immer in $\mu_0 M_S$ und K_U übertreffen. Während sie in Bezug auf die magnetokristalline Anisotropie mit reinem hexagonal dichtest gepacktem (hdp) Co vergleichbar sind, übertreffen sie dieses deutlich bei der magnetischen Sättigung. Wie bereits in Abschnitt 2.2 erläutert, sind die genannten intrinsischen Eigenschaften die wesentliche Voraussetzung für die Einstellung eines hohen Energieprodukts BH_{\max} , wie es für Dauermagnete gefordert wird. Mit seltenerdfreien Permanentmagnetlegierungen, die wie z. B. Alnico die Formanisotropie von Nanodrähten ausnutzen, könnten die vorliegenden kontinuierlichen Fe-Co-C-Schichten in Bezug auf BH_{\max} noch nicht konkurrieren [9, 11]. Um ein hohes Energieprodukt einzustellen, müsste das Gefüge der $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Legierung für eine Koerzitivfeldoptimierung durch geeignete Maßnahmen modifiziert werden, was im Rahmen der vorliegenden Arbeit nicht untersucht werden konnte. Die Limitierung der intrinsischen magnetokristallinen Anisotropie der hier betrachteten $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten wird besonders beim Vergleich mit $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ oder L1_0 -geordnetem FePt deutlich, die sich durch über eine Größenordnung bessere Werte auszeichnen. Bevor die extrinsischen Eigenschaften für $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ optimiert werden, sollte deshalb nach Möglichkeiten gesucht werden, die magnetokristalline Anisotropie weiter zu erhöhen. Ein Ansatz dafür bilden die in Berechnungen vorhergesagten tetragonalen Dehnungen und magnetokristallinen Anisotropien bei Zulegierung von anderen Atomen anstatt C auf den Zwischengitterplätzen. Das Interesse der folgenden Untersuchungen liegt deshalb darauf, das in Fe-Co-C begrenzte c/a -Verhältnis und die daran gekoppelte magnetokristalline Anisotropie zu erhöhen.

5.2 Konzepte zur Erhöhung der spontanen Dehnung

5.2.1 Weitere ternäre Legierungen Fe-Co-X mit spontaner Dehnung

Im vorangegangenen Kapitel wurde am Beispiel von mit Kohlenstoffatomen legierten Fe-Co-Schichten gezeigt, dass in solchen ternären Legierungen ein spontan gedehnter Zustand eingestellt werden kann. Ein Legierungsanteil von lediglich 2 at% Kohlenstoff reicht dafür aus.

Die uniaxiale Dehnung der (001)-orientierten Fe-Co-C-Schichten belegt eine bevorzugte Besetzung der Oktaederlücken entlang der gedehnten c -Achse durch die C-Atome, denn nur eine solche Lagepräferenz kann die beobachtete uniaxiale Dehnung erklären. Nach den positiven Ergebnissen für Fe₄₀Co₆₀) mit 2 at% C liegt die Vermutung nahe, dass Phasen mit spontaner tetragonaler Dehnung auch für andere zulegierte Elemente X möglich sein sollten. In Frage kommen dafür Atome vergleichbarer Größe, die ebenfalls bevorzugt Oktaederlücken besetzen, wie zum Beispiel Bor oder Stickstoff.

Besonders die Zulegierung von Boratomen zu Fe-Co lässt unterschiedliche Effekte erwarten. Bor ist als glasbildendes Element sowohl in Fe- als auch in Co-Basislegierungen bekannt [144, 145]. Abhängig von der Wahl des Präparationsverfahrens wurde ein Übergang vom kristallinen zum amorphen Fe-Co-B für Borgehalte von 7,5 at% [146], 15 at% [147] oder 22 at% [148] beobachtet. Amorphe Fe-Co-B-Legierungen mit ausreichendem B-Gehalt haben, wie in Abschnitt 2.1 beschrieben, weichmagnetische Eigenschaften, da mit der kristallinen Struktur auch die magnetokristalline Anisotropie verschwindet und gleichzeitig eine minimale Magnetostriktion eingestellt werden kann. Fe-Co-Schichten mit hohem B-Gehalt und senkrechter leichter Achse der Magnetisierung sind zudem für ihren sehr hohen TMR-Effekt bekannt [136, 149–152]. Die Orientierung der Magnetisierung ist auf hohe Grenzflächenbeiträge zur magnetischen Anisotropie zurückzuführen, da die dafür betrachteten Fe₄₀Co₄₀B₂₀-Schichten ebenfalls amorph sind [136, 151].

Für Boratome existieren, obwohl sie sich in ihrer Größe nur leicht von Kohlenstoffatomen unterscheiden, sehr unterschiedliche Angaben bezüglich der bevorzugten Gitterplätze in krz Fe, das sich ähnlich wie krz Fe-Co verhalten sollte. Boratome können sowohl Eisenatome auf ihren Gitterpositionen substituieren [153], als auch interstitielle Plätze einnehmen [154–156], oder, stabilisiert durch die Anwesenheit von Nickel, Stickstoff oder Kohlenstoff [157, 158], sowohl interstitiell als auch substitutionell auftreten [159]. Baik et al. zeigten, dass oberflächennahe Boratome oktaedrische Gitterlücken bevorzugen [160]. Das letztgenannte Ergebnis motiviert zusätzlich eine weitere Untersuchung des Einflusses von Boratomen auf den Dehnungszustand dünner Fe-Co-Schichten, die ausschließlich aus oberflächennahen Bereichen bestehen, und einen Vergleich mit der schon beschriebenen Wirkung von Kohlenstoffatomen.

Mit dem Ziel, mehr Klarheit über die bevorzugten Gitterpositionen der Boratome in Fe bzw. Fe-Co zu erhalten, wurden die absoluten Energieunterschiede zwischen einer Besetzung tetraedrischer und oktaedrischer Zwischengitterplätze berechnet. Diese Berechnungen wurden in der Arbeitsgruppe von Jan Rusz an der Universität Uppsala durchgeführt. Der ermittelte Energiegewinn pro Boratom beträgt demnach 0,77 eV in Fe bzw. 0,39 eV in Fe-Co [28], wenn anstatt einer Tetraederlücke eine der Oktaederlücken eingenommen wird. In zusätzlichen DFT-Berechnungen wurden die Gesamtenergien von drei verschiedenen Arrangements der Boratome in Fe-Co miteinander verglichen. Für eine Anordnung der Atome auf Oktaederlücken, die sich entlang einer bestimmten der drei möglichen Achsen befinden (vgl. Abb. 2.7, S. 19), ergibt sich ein Energiegewinn, verglichen zu Situationen, bei denen Lücken entlang unterschiedlicher Achsen besetzt sind [28]. Diese Ergebnisse lassen eine Übertragbarkeit des für Fe-Co-C erfolgreichen Konzepts auf Fe-Co-B vermuten. Für die weiteren Berechnungen wurde deshalb die Annahme getroffen, dass alle zulegierten Boratome Oktaederlücken entlang einer bestimmten kristallographischen Achse in Fe-Co besetzen, die dann eine uniaxiale Dehnung erfährt. Da die DFT-Berechnungen nur absolute Energieunterschiede für solche ideale und somit extreme Fälle der Gitterordnung ausgeben, kann davon ausgegangen werden, dass reale Proben aufgrund zusätzlicher kinetischer Einflüsse Abweichungen vom angewandten idealen Modell zeigen, die zunächst die strukturellen, in der Folge jedoch auch die magnetischen Eigenschaften betreffen.

Verglichen mit Fe-Co-C [27, 80], wird für Fe-Co-B bei konstantem Gehalt des Elements X sowohl eine höhere Dehnung als auch eine stärkere magnetokristalline Anisotropie vorausgesagt [28, 161]. Diese Ergebnisse begründen das besondere Interesse für die Untersuchung von Fe-Co-B-Schichten. Die für tetragonal gedehnte Fe-Co-B-Strukturen vorhergesagten uniaxialen Anisotropiekonstanten K_U unterscheiden sich beim Vergleich der absoluten Zahlenwerte: Nach an der Universität Uppsala durchgeführten DFT-Berechnungen werden für einen B-Gehalt von 4 at% bis zu 0,48 MJ/m³ erwartet [28], während Khan und Hong [161] unter Nutzung ähnlicher DFT-Methoden für lediglich 3 at% B ein K_U von 0,8 MJ/m³ voraussagten.

Auch Fe-Co-N-Schichten stehen im Fokus der folgenden Untersuchungen, da von N-Atomen, ebenso wie von B- und C-Atomen erwartet wird, dass sie Oktaederlücken in Fe-Co besetzen. Verschiedene Fe-N-Phasen, insbesondere die α -Überstruktur (Fe₁₆N₂), bei der die Stickstoffatome bestimmte oktaedrische Zwischengitterplätze besetzen [162–165], sind Gegenstand intensiver Forschung. Geordnetes Fe₁₆N₂ verfügt über ein sehr hohes magnetisches Moment, das sogar das von Fe-Co-Legierungen übertreffen könnte [166]. Im Vergleich zu B- und C- wird von N-Atomen, die einen geringeren Durchmesser haben, ein kleinerer Beitrag zur tetragonalen Dehnung von Fe-Co-Legierungen erwartet [75, 80]. Sunaga et al. beobachteten für gesputterte Fe-N-Schichten, verglichen mit Fe-C und Fe-B, eine höhere thermodynamische Stabilität, begründet durch den kleineren Atomdurchmes-

ser der N-Atome [133].

Mit dem Ziel einer guten Vergleichbarkeit mit den vorgestellten $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schichten wurden 50 nm dicke $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2$ - und $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{N}_2$ -Schichten hergestellt und charakterisiert. Die Gehalte der X-Atome wurden mittels AES bestätigt. XRD-Messungen (Abb. 5.17(a)) belegen, dass auch die B- und N-haltigen Schichten (001)-orientiert auf die erneut angewandte Au-Cu-Pufferschichtarchitektur auf MgO(100) aufwachsen. Die Lage des (002)-Reflexes ist wie schon in $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ leicht zu geringeren Winkeln verschoben und deutet auf eine leichte tetragonale Verzerrung hin. Im Vergleich mit binären Schichten (grau) bewirkt die Zulegierung der X-Atome eine Verbreiterung der Reflexe, insbesondere für den Fall der stickstofflegierten Schichten. Die Verbreiterung deutet auf einen Rückgang der Kristallitgröße durch vermehrt auftretende Gitterfehler hin.

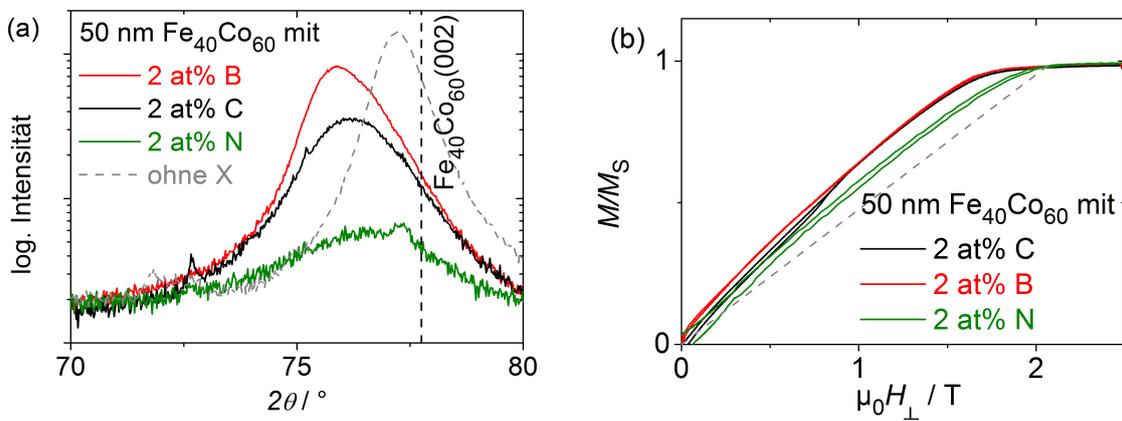


Abb. 5.17 – (a) Ausschnitte der Röntgendiffraktogramme von 50 nm dicken $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schichten mit 2 at% B (rot), C (schwarz) oder N (grün) sowie einer binären Schicht (grau). Die erwartete Lage des (002)-Reflexes in kubischem Fe-Co ist als senkrechte Linie gekennzeichnet. (b) Normalisierte Hysteresekurven der Schichten mit B, C oder N, sowie der erwartete Verlauf einer Hysteresekurve mit ausschließlich Formanisotropie (grau).

Hier nicht gezeigte Polfigurmessungen belegen das epitaktische Wachstum von tetragonal gedehnten Gittern unabhängig vom mit 2 at% zulegierten Element X und erlauben die Quantifizierung der spontanen tetragonalen Dehnung. Abbildung 5.18 vergleicht die gemessenen c/a -Verhältnisse der $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schichten mit 2 at% X (schwarze Quadrate). Alle drei Elemente, C, B und N, erzeugen eine vergleichbare Verzerrung der Fe-Co-Gitters von etwas über 3%. Das höchste c/a -Verhältnis wird bei Zulegierung von Bor erreicht. Dieser Trend ist in qualitativer Übereinstimmung mit den theoretischen Vorhersagen [75] für Fe_{32}X_2 -Strukturen mit 5,9 at% X, die zum Vergleich ebenfalls in Abb. 5.18 aufgetragen sind (blaue Sterne).

In Bezug auf die magnetischen Messungen ist der Unterschied zwischen Bor- und Koh-

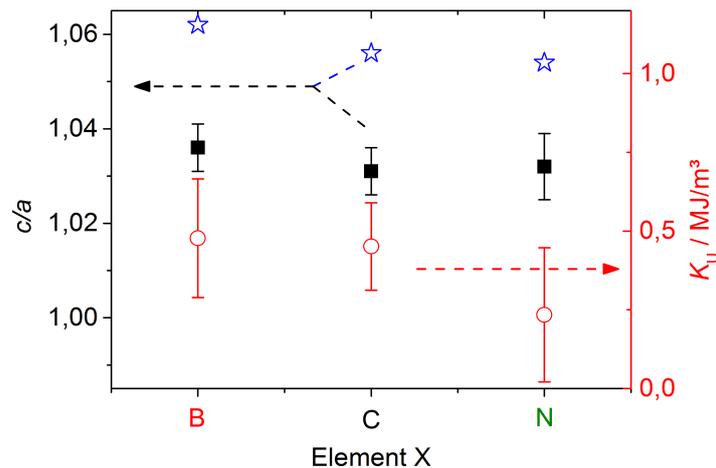


Abb. 5.18 – Aus $\{101\}$ -Polfiguren bestimmte spontane Dehnung c/a (schwarze Quadrate) und uniaxiale Anisotropiekonstante (rote Kreise) von 50 nm dicken $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schichten mit 2 at% B, C oder N. Zum Vergleich sind zusätzlich c/a -Verhältnisse von mit DFT berechneten Fe_{32}X_2 -Strukturen aufgetragen (blaue Sterne) [75].

lenstoffzulegierung sehr gering. Die bei senkrecht zur Schichtebene angelegtem Feld gemessenen Hysteresekurven unterscheiden sich kaum (Abb. 5.17(b)). Die Zulegierung von Stickstoff anstelle von Bor oder Kohlenstoff geht mit einer Abflachung der Hysteresekurve und einem Anstieg des effektiven Anisotropiefeldes um etwa 0,3 T einher. Dennoch sättigt auch die Fe-Co-N-Schicht bei einem geringeren Feld, als es für eine formanisotrope Fe-Co-X-Schicht erwartet wird (graue Linie in Abb. 5.17(b)). Die auf die spontane Dehnung zurückzuführende uniaxiale magnetokristalline Anisotropie der Schichten hat demnach für jede der drei untersuchten Zusammensetzungen ihre leichte Richtung der Magnetisierung in zur Schichtebene senkrechter Richtung. Die zugehörige Anisotropiekonstante K_U ist in Abb. 5.18 für die verschiedenen Elemente X aufgetragen (rote Kreise). Während B- und C-legierte Schichten ein K_U von knapp $0,5 \text{ MJ/m}^3$ aufweisen, sinkt es für die N-haltige Schicht deutlich auf unter $0,3 \text{ MJ/m}^3$. Da sich die tetragonale Dehnung dieser Schicht nicht wesentlich von den anderen Fe-Co-X-Schichten unterscheidet, kann deren herabgesetzte Kristallinität, die sich in der abgesenkten Kohärenzlänge der Röntgenbeugung für diese Schicht äußert (vgl. Abb. 5.17(a)), die Ursache sein. Der Grund für den Rückgang der Fe-Co-Korngröße könnte eine niedrigere Löslichkeit von N in Fe-Co im Vergleich zu B und C aufgrund der kinetischen Bedingungen während der Schichtherstellung sein, verbunden mit einer Anreicherung an den Korngrenzen. Da die Zulegierung in diesem Fall über eine N_2 -Gasphase erfolgte, war die kinetische Energie der abgeschiedenen Atome geringer als während der Abscheidung der Schichten mit B- und C-Atomen aus vorlegierten Targets. Die Fe-Co-N-Schichten sollten also auch näher am thermischen Gleichgewicht

sein. Dennoch besetzen die im Fe-Co-Gitter befindlichen N-Atome wie B und C bevorzugt oktaedrische Gitterplätze entlang der c -Richtung, da diese im Vergleich zu den Achsen in der Ebene gedehnt wird.

Da die Zulegierung von 2 at% Bor in den Fe₄₀Co₆₀-Schichten beim Vergleich mit Kohlenstoff ähnliche bzw. etwas bessere Ergebnisse in Bezug auf die tetragonale Dehnung und die magnetokristalline Anisotropie ergibt, werden im folgenden Abschnitt Untersuchungen in Abhängigkeit vom B-Gehalt in Fe-Co gezeigt. Für weitere experimentelle Ergebnisse stickstofflegierter Schichten wird auf Anhang C verwiesen.

5.2.2 Erhöhung des Borgehalts

Theoretische Vorhersagen für borlegiertes Fe-Co

In Analogie zu den bisherigen Untersuchungen an Fe-Co-C wurde in DFT-Berechnungen, die ebenfalls an der Universität Uppsala durchgeführt wurden, der Einfluss des Borgehalts auf die strukturellen und magnetischen Eigenschaften von Fe-Co-Legierungen untersucht. Dafür wurden zunächst Fe₈B-, Fe₁₆B- und Fe₂₄B-Superzellen, in denen die Boratome ausschließlich Oktaederlücken entlang der c -Achse besetzen, modelliert. Mit zwei Methoden, VASP und EMTO, wurde deren Energie in Abhängigkeit der Dehnung, d. h. dem c/a -Verhältnis, minimiert. Anschließend fand für diese relaxierten Symmetrien eine teilweise Substitution der Fe- durch Co-Atome statt. Mit der CPA-Methode wurde der ungeordnete Zustand in den (Fe_{1-x}Co_x)_yB-Zellen modelliert. Für die Bestimmung der magnetischen Eigenschaften dieser Legierungen, der magnetischen Sättigung und der magnetokristallinen Anisotropie, fand die spin-polarisierte relativistische Korringa–Kohn–Rostoker-Approximation (SPR-KKR) [167, 168] Anwendung. Ergebnisse dieser Rechnungen [28] sind für ausgewählte Stöchiometrien in Tab. 5.2 zusammengefasst.

Tab. 5.2 – Ausgewählte Fe-Co-B-Strukturen mit spontaner Dehnung gemäß den DFT-Berechnungen [28].

Zusammensetzung	B/at%	c/a -Verhältnis	a/nm	$\mu_0 M_S/\text{T}$	$K_U/\text{MJ}/\text{m}^3$
(Fe _{0,4} Co _{0,6}) ₂₄ B	4,0	1,063	2,81	2,08	0,40
(Fe _{0,4} Co _{0,6}) ₁₆ B	5,9	1,103	2,79	2,00	0,69
(Fe _{0,5} Co _{0,5}) ₈ B	11,1	1,247	2,72	1,87	1,51

Die Berechnungen lassen eine lineare Abhängigkeit der spontanen Dehnung vom Anteil der in den Oktaederlücken befindlichen Boratome erkennen. Mit Anstieg der tetragonalen Verzerrung wird auch eine Erhöhung der magnetokristallinen Anisotropie erwartet. Dagegen sollte die Abnahme der magnetischen Sättigung durch den Borgehalt für die betrachteten Zusammensetzungen klein sein.

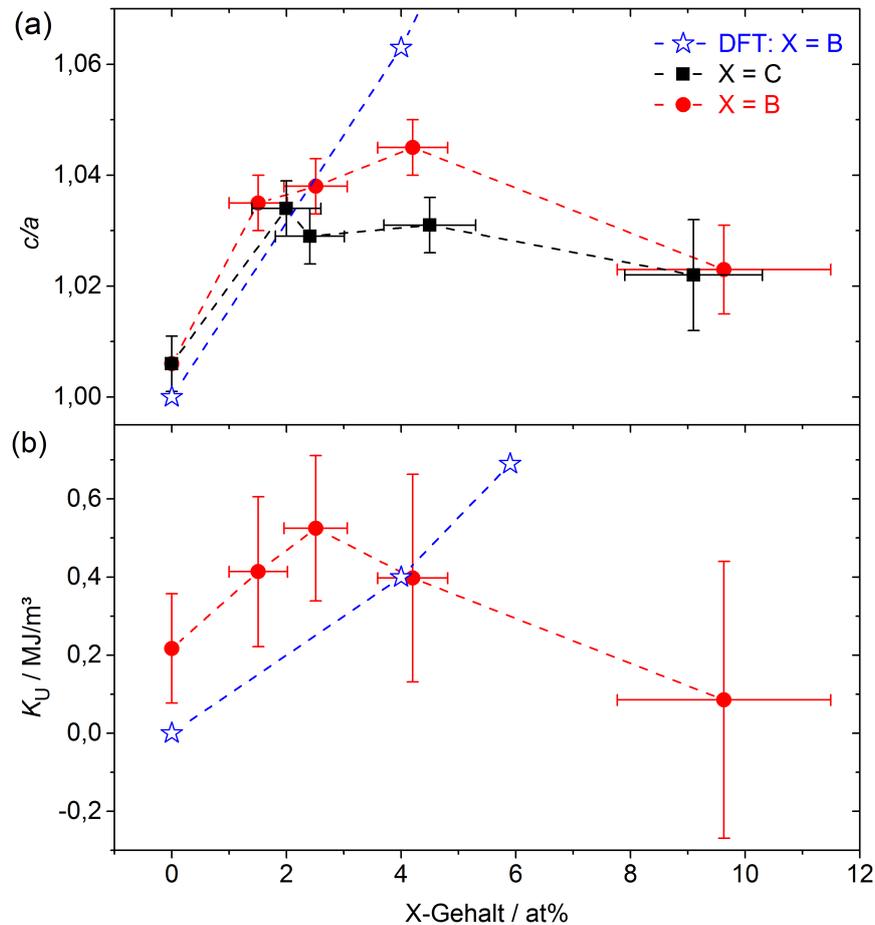


Abb. 5.19 – (a) Spontane Dehnung c/a von $\text{Fe}_{38}\text{Co}_{62}$ in Abhängigkeit vom Bor- (rot) bzw. Kohlenstoffgehalt (schwarz) sowie (b) die in VSM-Messungen bestimmte uniaxiale Anisotropiekonstante K_U für die Schichten mit B. Die Schichtdicke betrug jeweils 20 nm. Blaue Sterne veranschaulichen die Ergebnisse der DFT-Simulationen [28].

Strukturelle und magnetische Eigenschaften von borlegierten Fe-Co-Schichten

Mit dem Ziel, die in den Berechnungen (Tab. 5.2) vorhergesagte Abhängigkeit zu überprüfen, wurden 20 nm dicke $\text{Fe}_{38}\text{Co}_{62}$ -Schichten mit unterschiedlichem Borgehalt abgedünnt und die spontane tetragonale Dehnung gemessen (Abb. 5.19(a)). Bis zu einem B-Gehalt von 4,2 at% zeigt sich ein kontinuierlicher Anstieg, der dem theoretisch erwarteten Verlauf leicht verzögert folgt. Das maximale c/a -Verhältnis beträgt 1,045. Setzt man diesen Wert ins Verhältnis zur tetragonalen Dehnung von $c/a = 1,063$, wie sie für diese Zusammensetzung unter der Voraussetzung einer ausschließlichen Besetzung der oktaedrischen Gitterplätze entlang der senkrechten c -Achse erwartet wird (Tab. 5.2), kann die tatsächliche Verteilung der Boratome abgeschätzt werden. Demnach besetzen in der

Schicht mit 4,2 at% B 81 % der Boratome eine Oktaederlücke entlang der c -Achse, die restlichen knapp 20 % nehmen eine Lücke in der Schichtebene ein, wobei eine Verteilung zu gleichen Teilen auf Lücken entlang der beiden a -Achsen erwartet wird. Tetraederlücken und Substitutionen werden in dieser Abschätzung nicht berücksichtigt.

Die erhöhte tetragonale Dehnung in $\text{Fe}_{33}\text{Co}_{62}\text{-B}$ im Vergleich zu $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}\text{-C}$ bestätigt qualitativ die theoretische Voraussage, nach der bei den untersuchten geringen Gehalten zulegierte Boratome ein um etwa 0,03 erhöhtes c/a -Verhältnis erwarten lassen [28]. Bei weiterer Erhöhung des B-Gehalts kommt es jedoch zu einem deutlichen Absinken des c/a -Verhältnisses, das von den DFT-Berechnungen nicht vorhergesagt wurde (Abb. 5.19(a)). Dieser Rückgang ist vergleichbar mit dem in Abschnitt 5.1.2 diskutierten Verhalten der kohlenstofflegierten Schichten und weist auf eine begrenzte Löslichkeit der X-Atome auf den oktaedrischen Zwischengitterplätzen entlang der c -Achse hin. Es wird erwartet, dass zusätzliche X-Atome Oktaederlücken in der Schichtebene besetzen und so das c/a -Verhältnis senken. Die genaueren Mechanismen werden später ausführlich diskutiert.

Die Anisotropiekonstante der magnetokristallinen Anisotropie zeigt ebenfalls einen Verlauf mit Maximum (Abb.5.19(b)). Das höchste K_U von $0,53 \text{ MJ/m}^3$ wird bereits bei einem B-Gehalt von leicht über 2 at% erreicht. Mit steigendem Gehalt an Bor sinkt die Anisotropiekonstante bis auf einen verschwindenden Wert für die Schicht mit der höchsten B-Zulegierung von 9,6 at%. Auf die Ursachen für das vollständige Verschwinden der Anisotropie trotz der leichten tetragonalen Dehnung und warum der Maximalwert von K_U bei einem geringeren B-Gehalt als der der Dehnung beobachtet wird, wird ebenfalls noch detaillierter eingegangen.

Tab. 5.3 – Übersicht der Ergebnisse aus den Messungen des zirkularen magnetischen Dichroismus. Der g -Faktor aus den FMR-Messungen ist zum Vergleich angegeben. Als Referenzwerte für binäres $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ gibt die erste Zeile von Ebert und Battoletti mit DFT berechnete Werte der Spin- und Bahnmomente [169] sowie den von Pelzl et al. nach FMR-Messungen angegebenen g -Faktor [170] an.

B-Gehalt at%	c/a	Fe		Co		g -Faktor	
		m_S μ_B/atom	m_L μ_B/atom	m_S μ_B/atom	m_L μ_B/atom	(XMCD)	(FMR)
0 (Referenz)	1,00	2,5	0,08	1,75	0,14		2,10
0	1,016	2,4	0,10	1,75	0,15	2,13	2,11
4	1,034	1,66	0,16	1,35	0,19	2,24	2,18
10	1,020	2,1	0,12	1,4	0,2	2,20	2,14

Zur unabhängigen Überprüfung der Abhängigkeit der magnetokristallinen Anisotropie von der spontanen Dehnung wurden von Dr. Ruslan Salikhov, Dr. Ulf Wiedwald und Dr. Radu Abrudan am Helmholtz-Zentrum Berlin an ausgewählten Schichten Messungen des zirkularen magnetischen Röntgendichroismus durchgeführt. Die Abdeckung der

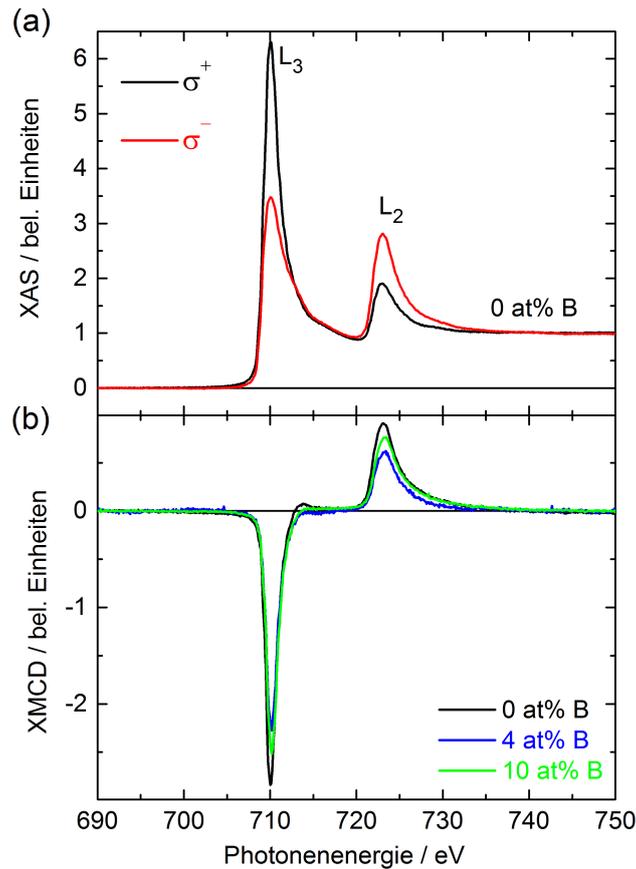


Abb. 5.20 – (a) Röntgenabsorptionsspektren XAS einer $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schicht für rechts (schwarz) und links polarisierte Strahlung (rot) an den L_3 - und L_2 -Kanten von Eisen. (b) Aus den Absorptionsspektren berechneter zirkularer magnetischer Röntgendichroismus XMCD der $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ - (schwarz), einer $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{96}\text{B}_4$ - (blau) und einer $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{90}\text{B}_{10}$ -Schicht (grün).

Schichten mit einer 2 nm dünnen Al-Lage verhindert eine Oxidation des Fe-Co, was sich im ausschließlichen Auftreten metallischer Absorptionskanten für Fe (siehe Abb. 5.20(a)) und auch Co (ohne Abbildung) äußert. Die wichtigsten Messergebnisse aus den XMCD-Spektren (Abb. 5.20(b)) sind in Tab. 5.3 zusammengefasst. Die binäre $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schicht bestätigt den Referenzzustand aus Berechnungen von Ebert und Battocletti [169] in Bezug auf die detektierten Spin- und Bahnmomente der Fe- bzw. Co-Atome trotz ihrer geringen abscheidungsbedingten tetragonalen Dehnung. Die Werte stimmen auch mit denen aus XMCD-Messungen von Chen et al. überein [110]. Auch der aus den XMCD-Ergebnissen abgeleitete Landé- oder g -Faktor stimmt annähernd mit dem von Pelzl et al. [170] angegebenen Wert überein. Die Schicht mit 4 at% B und spontaner Dehnung zeigt neben dem erwarteten Absinken der Fe- und Co-Spinmomente m_S einen deutlichen Anstieg der Bahnmomente m_L . Diese Beobachtung deutet auf eine stärkere Spin-Bahn-Kopplung aufgrund der spontanen Dehnung hin, die die mikroskopische Ursache der magnetokris-

tallinen Anisotropie ist. Die gemessenen Bahnmomente übertreffen die in Berechnungen für gedehntes $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ vorhergesagten Werte deutlich [17]. Auch der g -Faktor, der sich aus dem Verhältnis der magnetischen Momente der Elektronen zu

$$g = 2 \frac{m_L}{m_S} + 2 \quad (5.5)$$

ergibt [171], steigt mit zunehmendem B-Gehalt bzw. mit der spontanen Dehnung um etwa 0,1 auf 2,24. Dieser Anstieg belegt eine stärkere Kopplung der Spin- an die Bahnmomente bzw. eine zunehmende Dipolwechselwirkung, wobei deren Einfluss gering sein sollte [42]. Der weitere Anstieg des B-Gehalts auf 10 at% führt zu einem Absinken von g und kann mit dem Rückgang der an die spontane Dehnung gekoppelten Spin-Bahn-Wechselwirkung begründet werden. Die beschriebene Abhängigkeit des g -Faktors vom B-Gehalt wird durch von Dr. Ruslan Salikhov durchgeführte FMR-Messungen qualitativ bestätigt (Tab. 5.3).

Von gedehntem Fe-Co wurden bisher nur wenige XMCD-Messungen publiziert. Wang et al. untersuchten 3 nm dicke binäre Fe-Co-Schichten auf FePt mit induzierter Dehnung und ermittelten m_L -Werte von $0,23 \mu_B$ für die Co-Atome und von $0,145 \mu_B$ für die Fe-Atome [172]. Im Vergleich steigt bei den hier untersuchten Schichten mit spontaner Dehnung das Bahnmoment des Fe stärker auf $0,16 \mu_B$, während das des Co deutlicher unter dem Messwert von Wang et al. bleibt. Ein entscheidender Unterschied der hier gezeigten Messergebnisse ist, dass diese aufgrund der begrenzten Informationstiefe der Photoelektronen und der höheren Schichtdicke nicht den Zustand an der Grenzfläche zur $\text{Au}_{50}\text{Cu}_{50}$ -Pufferschicht wiedergeben.

Der Verlauf der Bahnmomente von Fe und Co sowie der g -Faktoren folgt qualitativ dem in Abb. 5.19(b) beobachteten Verlauf der magnetischen Anisotropiekonstante. Bei moderater B-Zulegierung von 4 at% steigt die Spin-Bahn-Kopplung und somit die magnetokristalline Anisotropie. Mit weiter zunehmendem B-Gehalt wird ein Maximum überschritten. Die Bahnmomente und g gehen jedoch nicht wieder auf den anfänglichen Wert zurück, auch wenn die magnetokristalline Anisotropie der Schichten komplett verschwindet. Als mögliche Ursache für diesen Unterschied kommt in Frage, dass die XMCD-Messungen die magnetischen Eigenschaften auf atomarer Längenskala wiedergeben. Die integralen Anisotropiemessungen berücksichtigen voneinander unabhängige Magnetisierungsvorgänge stattdessen nur, wenn sie auf einer Längenskala oberhalb der Austauschlänge stattfinden. Aus diesem Grund wird im weiteren Verlauf des Abschnittes detaillierter auf das Gefüge eingegangen.

Die XMCD-Messungen ergeben bei Erhöhung des B-Gehalts von 4 auf 10 at% einen signifikanten Anstieg der Spinmomente der Fe- und, in geringerem Ausmaß, der Co-Elektronen. Damit dreht sich der anfängliche Trend von sinkenden m_S -Werten mit steigendem B-Anteil unerwartet um. Der gleichzeitige Rückgang der Bahnmomente wird insbesondere

für die Fe-Elektronen beobachtet, während m_L für Co im Rahmen der Messgenauigkeit unverändert bleibt. Eine Reduktion der Bahnmomente ist konsistent mit der zurückgehenden tetragonalen Dehnung bei steigendem B-Anteil. Obwohl die Ungenauigkeit der für die XMCD-Auswertungen angewandten Summenregeln mit steigendem B-Gehalt zunimmt [109, 173], zeigt die signifikante Änderung der Fe-Spinmomente, dass neben dem möglichen Einfluss steigender dipolarer Wechselwirkungen weitere Mechanismen involviert sind. Eine Möglichkeit können bedeutende Änderungen der Konfiguration der Fe- und Co-Atome in Bezug auf ihre nächsten atomaren Nachbaratome sein. Besonders für Fe wird eine sehr unterschiedliche Spinpolarisation je nach Anzahl der Co-Atome in der Umgebung erwartet [174]. Gefügeänderungen der Fe-Co-B-Legierungen, die im Folgenden diskutiert werden, könnten demnach zu lokalen Umordnungsprozessen führen und die XMCD-Ergebnisse für die Schicht mit 10 at% B, insbesondere die hohen Spinmomente in Fe, erklären.

Einflüsse der Zulegierung von Bor auf das Gefüge

Einhergehend mit der Zulegierung von Bor wird in 20 nm dicken Schichten eine kontinuierliche Abnahme der Röntgenbeugungs-Kohärenzlänge von 10 nm für binäres $\text{Fe}_{38}\text{Co}_{62}$ ohne B auf etwa 3 nm für $(\text{Fe}_{38}\text{Co}_{62})_{90}\text{B}_{10}$ beobachtet (Abb. 5.21). Das Absinken der Kristallinität kann als wesentlicher Grund für die Verschiebung des Maximums der magnetokristallinen Anisotropie in Richtung eines geringeren B-Gehalts identifiziert werden (Abb. 5.19(b)). Mit steigendem B-Gehalt steigt der Anteil der Körner mit einem Durchmesser unterhalb der ferromagnetischen Austauschlänge

$$L_{\text{ex}} = \sqrt{A/K_{\text{U}}} \quad , \quad (5.6)$$

die mit $K_{\text{U}} = 0,5 \text{ MJm}^3$ (Abb. 5.19(a)) und der Austauschenergie $A = 2,6 \text{ J/m}$ [126] zu 7 nm abgeschätzt werden kann. Damit verschwindet zunehmend die Kopplung der Magnetisierung an die magnetokristalline Anisotropie. Abbildung 5.21 zeigt, dass die Kohärenzlänge oberhalb von 2 at% B unter L_{ex} sinkt. Für Schichten mit einem höheren B-Gehalt geht K_{U} deshalb zurück (vgl. Abb. 5.19(b)). Der Einfluss der Korngröße auf die Kristallanisotropie wird beim Vergleich der Kohärenzlänge mit der Anisotropiekonstante $K_{4\parallel}$, die aus richtungsabhängigen FMR-Messungen mit in der Schichtebene angelegtem Feld ermittelt wurde, noch deutlicher (Abb. 5.21). Beide Kennwerte weisen ein übereinstimmendes Absinken mit steigendem B-Gehalt auf. In den ungedehnten kristallographischen Richtungen der Schichtebene ist die magnetokristalline Anisotropie demnach direkt an die Kristallinität gekoppelt. Die Schichtsenkrechte betrachtend ist diesem Trend die uniaxiale Dehnung entlang dieser Richtung und ihr die magnetokristalline Anisotropie stark erhöhender Einfluss überlagert.

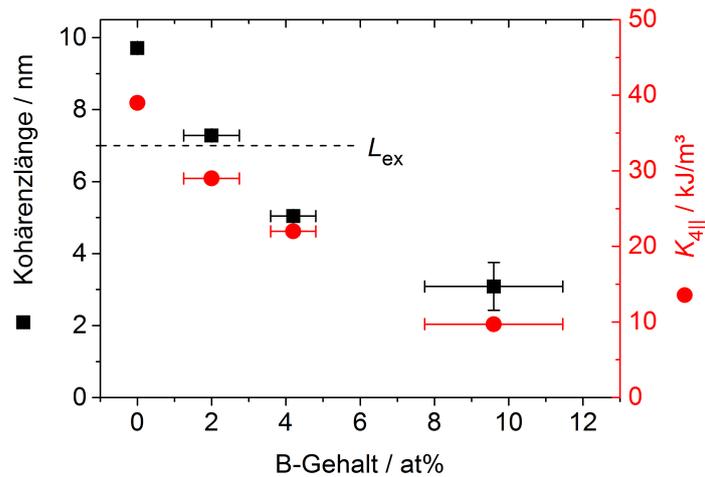


Abb. 5.21 – Kohärenzlänge von 20 nm dicken $\text{Fe}_{38}\text{Co}_{62}$ -B-Schichten in Abhängigkeit vom B-Gehalt und die mit FMR gemessene magnetische Anisotropiekonstante $K_{4\parallel}$. L_{ex} markiert die ferromagnetische Austauschlänge der Fe-Co-B-Schichten.

Auch in Bezug auf den Verlauf der magnetischen Sättigung der Fe-Co-B-Schichten in Abhängigkeit vom B-Gehalt unterscheiden sich die Ergebnisse der DFT-Berechnungen von den experimentell bestimmten Werten. Theoretisch wird ein moderates Absinken von $\mu_0 M_S$ um 1,5 % pro zulegiertes at% B erwartet [28]. Experimentell wird diese Abhängigkeit auch an mittels Kathodenzerstäubung abgeschiedenen Schichten beobachtet [148]. Die hier betrachteten laserabgeschiedenen $\text{Fe}_{38}\text{Co}_{62}$ -B-Schichten zeigen einen stärkeren Rückgang von etwa 2,5 % pro at% B (Abb.5.22). Die integral mittels VSM-Messung bestimmte magnetische Sättigung scheint den bereits diskutierten und in den XMCD-Messungen der Schicht mit 10 at% beobachteten Anstieg der Spinmomente der Fe-Elektronen nicht wiederzugeben. Das Absinken der magnetischen Sättigung betrachtend kommt ein Absinken der Curietemperatur aufgrund der Zulegierung von B als mögliche Ursache nicht in Frage, da dies zumindest für Fe-B-Legierungen nicht erwartet wird [175]. Der starke Rückgang von $\mu_0 M_S$ deutet stattdessen auf eine fortschreitende Amorphisierung hin und somit auch auf ein zunehmendes Abweichen vom idealen Zustand, in dem sämtliche Boratome ausschließlich auf oktaedrischen Zwischengitterplätzen lokalisiert sind. Die DFT-Berechnungen, die auf dem genannten idealen Zustand beruhen, beschreiben insbesondere ein Absinken des magnetischen Momentes m_S der Fe- und Co-Atome, die X-Atome als nächste Nachbarn haben. Der Rückgang wird als etwas über 30 % bei C-[27, 80] und bis 40 % bei B-Zulegierung [28] angegeben. Von den X-Atomen weiter entfernte Atome behalten nahezu das magnetische Moment von binärem Fe-Co. Die starke kristallographische Störung der laserabgeschiedenen Schichten kommt demnach als Ursache für den deutlicheren Abfall von $\mu_0 M_S$ in Betracht.

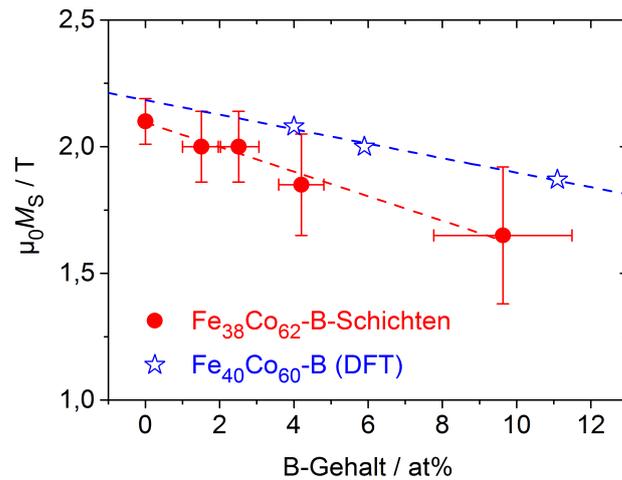


Abb. 5.22 – Magnetisierung $\mu_0 M_S$ von $\text{Fe}_{38}\text{Co}_{62}$ -B-Schichten in Abhängigkeit vom B-Gehalt (rot), theoretische Ergebnisse gemäß den DFT-Berechnungen (blau) und jeweilige lineare Anpassung als unterbrochene Linien.

Genauere Aussagen über die borbedingte Störung der Gitter können mit Elektronenmikroskopie getroffen werden. TEM-Untersuchungen bestätigen das epitaktische Wachstum und die tetragonale Dehnung des Gitters in c -Richtung einer $\text{Fe}_{35}\text{Co}_{65}$ -Schicht mit 4 at% B (Abb. 5.23). Aufgrund der schon an der Fe-Co-C-Schicht beobachteten teilweisen Relaxation der Verzerrung, die auf die Lamellenpräparation zurückgeht (vgl. Abb. 5.5, S. 58), beträgt das für die gesamte Schicht (blaues Quadrat in Abb. 5.23) aus den Abständen der FFT-Intensitätsmaxima bestimmte c/a -Verhältnis $1,02 \pm 0,01$ statt der mittels Röntgenbeugung bestimmten $1,045 \pm 0,005$. Lediglich an der Grenzfläche zur Pufferschicht (rot gerahmter Bereich in Abb. 5.23) wird mit $c/a = 1,05 \pm 0,03$ eine Dehnung vergleichbar mit dem Wert vor der Präparation beobachtet. In der TEM-Querschnittsaufnahme sind leichte Kontrastunterschiede zu erkennen, die in Übereinstimmung mit der beobachteten Kohärenzlänge von 5 nm (Abb. 5.21) sind, jedoch auch mit Dickenschwankungen der präparierten Lamelle begründet werden können.

Die elektronenmikroskopischen Untersuchungen der $(\text{Fe}_{35}\text{Co}_{65})_{96}\text{B}_4$ -Schicht können noch keine signifikante Abweichung vom auf Grundlage der DFT-Berechnungen erwarteten spontan gedehnten Gitter belegen. Da besonders beim höchsten gewählten B-Gehalt von fast 10 at% in den experimentellen Messungen in Bezug auf das c/a -Verhältnis und K_U starke Unterschiede zu den theoretischen Ergebnissen auftreten (Abb. 5.19), wurde diese Schicht für eine weitere TEM-Analyse ausgewählt. Nach klassischem Dünnen der Schicht ist eine hochaufgelöste Darstellung des Fe-Co-B-Gitters in der Schichtebene möglich (Abb. 5.24(a)). Aus der Abschwächung der Intensität des Elektronenstrahls bei Durchstrahlung der Lamelle konnte deren Dicke als unter 10 nm identifiziert werden. Das entspricht einem Wert deutlich unterhalb der abgeschiedenen Schichtdicke. Die

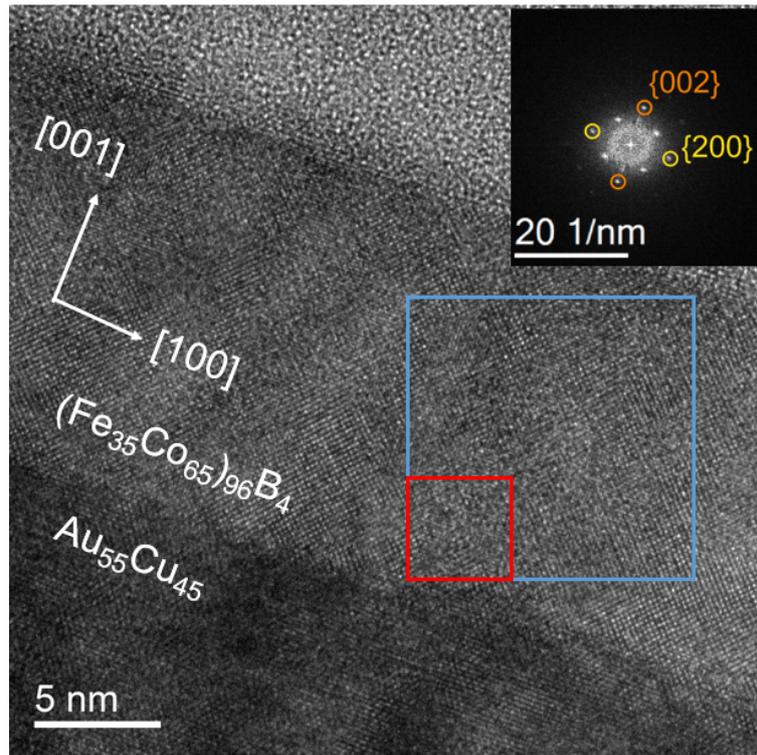


Abb. 5.23 – TEM-Querschnittsaufnahme einer 20 nm dicken $(\text{Fe}_{35}\text{Co}_{65})_{96}\text{B}_4$ -Schicht auf einer $\text{Au}_{55}\text{Cu}_{45}$ -Pufferschicht. Die Einfügung zeigt die fouriertransformierte Darstellung (FFT) des in dem blauen Rahmen befindlichen Bereichs.

Übersichtsaufnahme der Schicht (Abb. 5.24(a)) zeigt bereits in einzelnen Bereichen keine Atomsäulen, sondern Hinweise auf eine amorphisierte Struktur. Die Fouriertransformation der TEM-Aufnahme (Abb. 5.24(b)) belegt jedoch das überwiegend epitaktische Aufwachsen der Schicht, da wohldefinierte Intensitätsmaxima mit vierzähliger Symmetrie auftreten. In einem Intensitätsprofil entlang einer $[100]$ -Richtung (Abb. 5.24(c)) wird ein nach den XRD-Messungen nicht zu erwartendes Aufspalten der $\{200\}$ -Maxima deutlich, das auf die Koexistenz zweier Fe-Co-Phasen mit unterschiedlichen lateralen Gitterparametern a_1 und a_2 hinweist. Aus den Abständen der Intensitätsmaxima im inversen Raum kann a für beide Phasen berechnet werden. Die intensitätsreichere Phase zeigt $a_1 = 0,284$ nm. Dieser Wert ist in Übereinstimmung mit dem für spontan gedehntes Fe-Co-B und den Röntgenbeugungsmessungen an dieser Schicht. Die zweite intensitätsschwächere Phase konnte jedoch nicht in den anderen strukturellen Messungen nachgewiesen werden. Da ihr lateraler Gitterparameter mit $a_2 = 0,304$ nm größer ist, kann angenommen werden, dass sie einen höheren B-Gehalt besitzt. Die Beobachtung dieser zweiten Phase deutet somit darauf hin, dass die Boratome ab einem kritischen B-Gehalt neben den oktaedrischen Zwischengitterplätzen entlang der c -Achse auch andere interstitielle Positionen besetzen, die eine Dehnung in der Schichtebene bewirken.

In der fouriertransformierten Aufnahme (Abb. 5.24(b)) können die Intensitätsmaxima

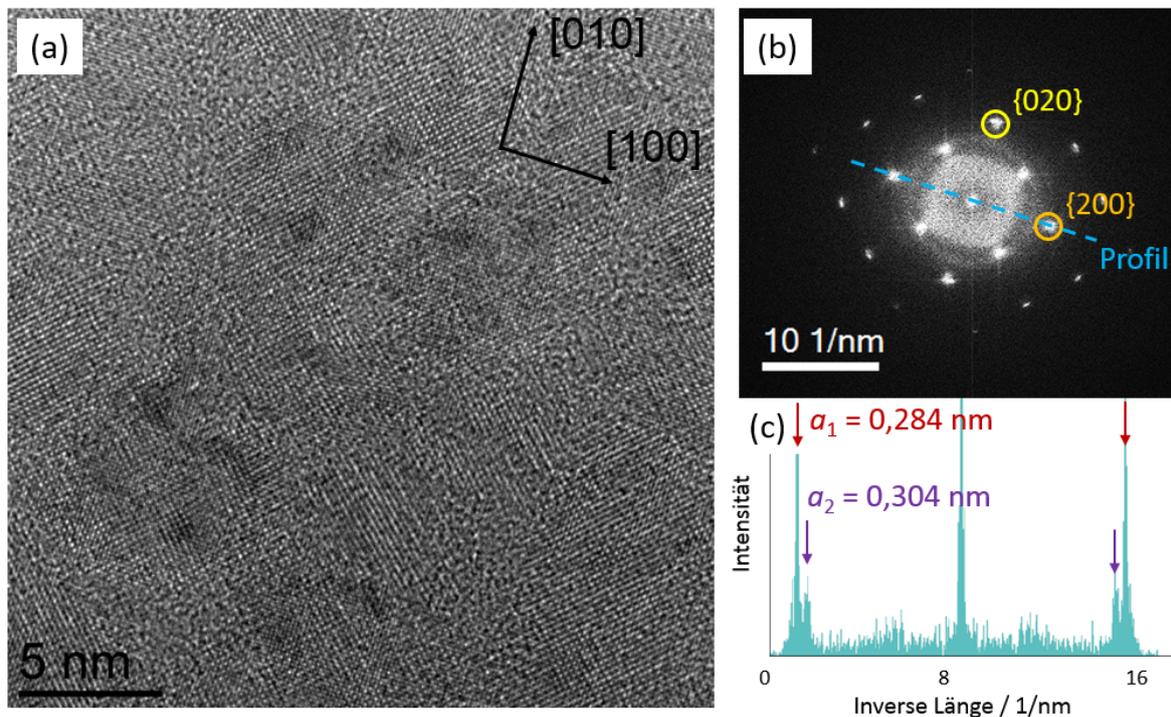


Abb. 5.24 – (a) TEM-Aufnahme einer 20 nm dicken $(\text{Fe}_{35}\text{Co}_{65})_{90}\text{B}_{10}$ -Schicht nach planarer Dünning als Draufsicht. (b) Fouriertransformierte Aufnahme und (c) Intensitätsprofil entlang der in (b) eingezeichneten Linie. Die beiden auftretenden Phasen sind gekennzeichnet.

der beiden Phasen maskiert und darauf basierend inverse FFT-Bilder berechnet werden (Abb. 5.25), die eine Lokalisierung der beiden Phasen ermöglichen. Die intensitätsstarke Phase ist nahezu überall im ausgewählten Schichtausschnitt vertreten und formt eine granulare Mikrostruktur mit einem Kristallitdurchmesser um 3 nm (Abb. 5.25(a)). Diese Korngröße deckt sich mit der Kohärenzlänge aus der Beugungsmessung (vgl. Abb. 5.21). Die zweite Phase zeigt eine deutlich herabgesetzte Kristallitgröße unterhalb des mittels Röntgenbeugung detektierbaren Bereichs, tritt aber ebenfalls im gesamten Schichtvolumen auf (Abb. 5.25(b)). Da diese nanokristalline Phase höchstwahrscheinlich borreich ist, kann angenommen werden, dass sie während der Schichtabscheidung aus der grobkristallinen Matrix ausscheidet und keine uniaxiale, sondern eine isotrope Dehnung aufweist. Während Röntgenbeugungsmessungen, wie bereits erwähnt, die nanokristalline Phase nicht nachweisen können, ist in den FMR-Spektren der Schicht mit knapp 10 at% B eine Aufspaltung des feldabhängig gemessenen Resonanzsignals erkennbar (Abb. 5.26(c)). Dies zeigt die Präsenz zweier magnetisch nicht koppelnder Phasen mit unterschiedlicher Suszeptibilität. Für die Schichten mit geringerem B-Gehalt geben die FMR-Messungen keinen Hinweis auf das Auftreten mehrerer Phasen (Abb. 5.26(a) und (b)).

Die Steigerung des B-Gehalts geht demzufolge nicht nur mit dem Rückgang der Kristallitgröße, sondern auch mit der Bildung amorpher und insbesondere mit der Ausbil-

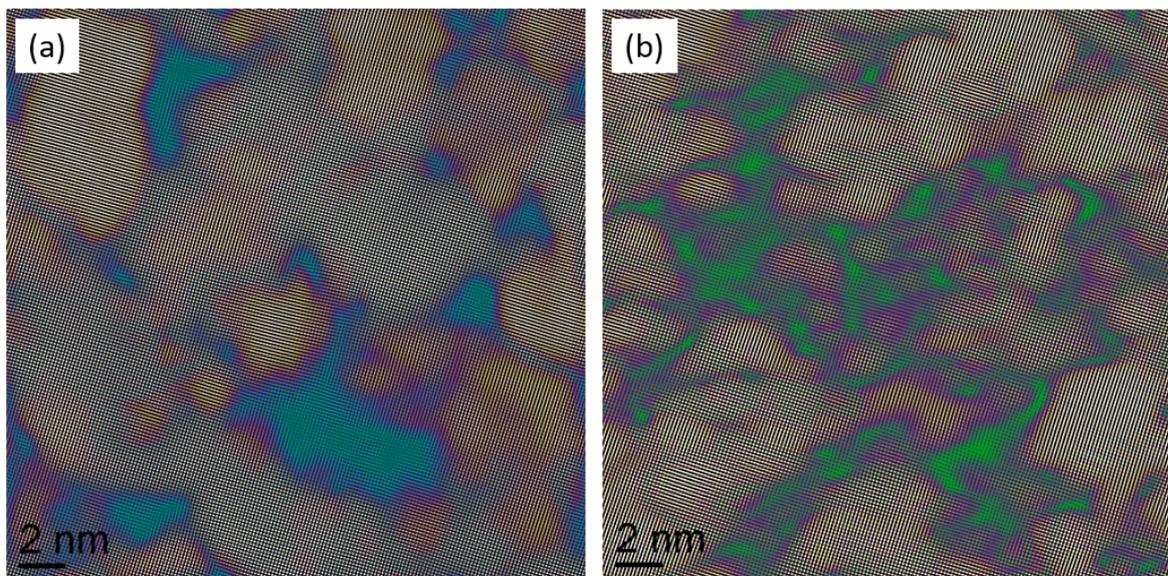


Abb. 5.25 – Inverse Fouriertransformierte der TEM-Aufnahme aus Abb. 5.24. Für (a) wurden die FFT-Reflexe der Phase mit kleinem lateralem Gitterparameter (rot, $a_1 = 0,284$ nm) maskiert, für (b) jene der Phase mit großem lateralem Gitterparameter (violett, $a_2 = 0,304$ nm). Helle Regionen stehen für eine hohe Intensität, also maximale Häufigkeit.

dung übersättigter, nanokristalliner Bereiche einher. Die unterschiedlichen Korngrößen der beiden Phasen können erklären, warum mittels Röntgenbeugung eine tetragonale Dehnung des Gitters gemessen wird. Ab einem B-Gehalt von etwa 2 at% überwiegt immer mehr weichmagnetisches Verhalten, da die Korngröße unter die ferromagnetische Austauschlänge von etwa 7 nm absinkt. Fe-Co-Schichten mit 10 at% B zeigen eine verschwindende magnetokristalline Anisotropiekonstante (vgl. Abb. 5.19), da der Durchmesser aller Körner kleiner als L_{ex} ist. Die im Vergleich zum ungedehnten Zustand erhöhten Werte der Bahnmomente und des g -Faktors (Tab. 5.3) können mit der tetragonalen Dehnung der ersten Phase und der atomaren Auflösung der XMCD-Messungen begründet werden. Die bedeutenden strukturellen Änderungen aufgrund der Trennung der beiden Phasen könnten ebenfalls den in den XMCD-Messungen beobachteten Anstieg der Fe-Spinmomente in B-reichem Fe-Co erklären.

Die Messergebnisse der kohlenstofflegierten Fe(-Co)-Schichten (Abb. 5.7, S. 62) lassen ähnliche Mechanismen vermuten, die neben einem leichten Absinken der tetragonalen Dehnung einen starken Rückgang der magnetischen Anisotropie bei übersättigungsbedingt sinkender Korngröße zur Folge haben. Edon et al. [176] berichteten über eine Amorphisierung von in der Gasatmosphäre mittels Kathodenzerstäubung abgeschiedenen Fe-Co-C-Schichten ab etwa 10 at% C. Ihre These, dass die magnetische Sättigung aufgrund eines zunehmenden Abweichens von der idealen Anordnung der X-Atome auf Oktaederlücken in der c -Achse mit steigendem X-Gehalt abnimmt, wäre ebenfalls mit den

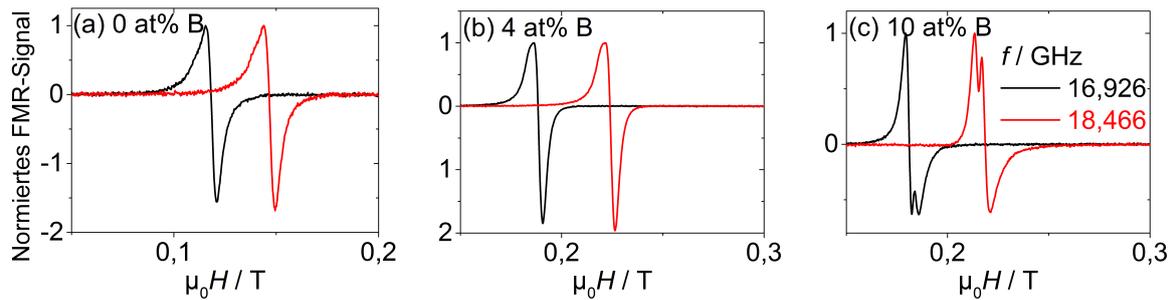


Abb. 5.26 – Bei unterschiedlichen Mikrowellenfrequenzen gemessene, auf das maximale Signal normierte FMR-Spektren von 20 nm dicken $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}\text{-B}$ -Schichten bei unterschiedlichen B-Gehalten. Das externe Feld $\mu_0 H$ wurde in Fe-Co[110]-Richtung angelegt.

hier vorgestellten TEM-Untersuchungen konsistent.

5.2.3 Einfluss des Fe/Co-Verhältnisses in Schichten mit 4 at% B

Die DFT-Berechnungen der Universität Uppsala konzentrieren sich neben dem Einfluss eines steigenden B-Gehalts auch auf die Auswirkungen eines unterschiedlichen Verhältnisses von Fe- zu Co-Atomen bei gleichbleibendem B-Gehalt von 4 at%. Für den Fall eines ansteigenden Fe-Gehalts wird eine Abnahme der tetragonalen Dehnung erwartet, ohne ein wesentliches Absinken der magnetokristallinen Anisotropie (Abb. 5.27) [28].

Experimentelle Ergebnisse für $\text{Fe}_x\text{Co}_{100-x}$ -Schichten mit 4 at% B sind in Abb. 5.27 dargestellt. Da hier Schichten mit einem gleichbleibenden B-Gehalt verglichen werden, kann der Einfluss des Schichtgefüges als konstant erachtet werden. Die spontane Dehnung der Schichten c/a zeigt ein leichtes Absinken um etwa 0,01 bei ansteigendem Fe-Gehalt x . Aufgrund der in den vorangegangenen Abschnitten beschriebenen Gründe bleiben die c/a -Verhältnisse in allen untersuchten Zusammensetzungen hinter den Werten der Berechnungen zurück. Die magnetokristalline Anisotropie der Schichten erreicht trotz der geringeren Dehnung die theoretisch vorhergesagten Werte. Die Berechnungen für die mit CPA implementierten Strukturen unterschätzen somit erneut die auf die Dehnung zurückzuführende Anisotropie [27]. Die K_U -Werte der Schichten deuten im Unterschied zur spontanen Dehnung eine leicht gegenläufige Abhängigkeit vom Fe-Gehalt an. Die höchste senkrechte Anisotropiekonstante wird in der Fe-reichsten Schicht ($x = 60$) beobachtet und beträgt $0,54 \text{ MJ/m}^3$.

Die Untersuchungen an den $(\text{Fe}_x\text{Co}_{100-x})_{96}\text{B}_4$ -Schichten belegen, dass eine Erhöhung des Fe/Co-Verhältnisses im Bereich der betrachteten Zusammensetzungen nicht nur mit einem Anstieg der magnetischen Sättigung einhergeht [12, 13], sondern auch die magnetokristalline Anisotropie leicht erhöht. Die Höhe der Anisotropie ist dabei nicht direkt an die

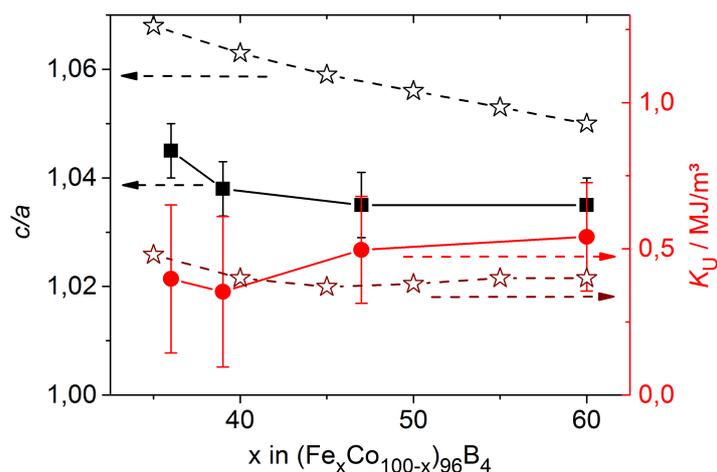


Abb. 5.27 – Spontane Dehnung c/a (schwarz Quadrate) und zugehörige uniaxiale Anisotropiekonstante der magnetokristallinen Anisotropie (rote Kreise) von 20 nm dicken $\text{Fe}_x\text{Co}_{100-x}$ -Schichten mit 4 at% B in Abhängigkeit des Fe-Anteils x . Ergebnisse aus DFT-Berechnungen der Universität Uppsala sind als Sterne eingezeichnet [28].

Stärke der tetragonalen Verzerrung gekoppelt. Eine hohe magnetokristalline Anisotropie ist auch nicht auf $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -X beschränkt, sondern tritt in Fe-Co-B-Schichten bei anderen Fe/Co-Verhältnissen auf. Die Erhöhung des Fe-Gehalts kommt deshalb für weitere Untersuchungen mit dem Ziel der Verbesserung der magnetischen Eigenschaften in Frage. Turek et al. sagten jedoch ein deutliches Absinken der magnetokristallinen Anisotropie in Richtung reinen Eisens ($x = 100$) voraus [17].

5.2.4 Quaternäre epitaktische Fe-Co-X-Y-Schichten

In den vorangegangenen Abschnitten konnte gezeigt werden, dass zu Fe-Co zulegierte B-, C- oder N-Atome bevorzugt Oktaederlücken entlang der c -Achse besetzen und eine spontane tetragonale Dehnung der Elementarzelle bewirken. Im Fall von Bor kann mit einer Erhöhung des Gehalts an Zwischengitteratomen eine Steigerung des c/a -Verhältnisses erreicht werden. Ab einem kritischen Gehalt der X-Atome tritt jedoch eine Übersättigung des Fe-Co-Gitters auf, die sich in einer Verringerung der Kristallinität und einem Rückgang der tetragonalen Dehnung äußert. Im speziellen Fall $X = \text{N}$ wachsen die Schichten ab einem bestimmten N-Gehalt fehlorientiert auf $\text{MgO}(100)$ (vgl. Anhang C).

Im Vergleich mit den vorgestellten ternären Legierungen Fe-Co-X gibt es in quaternären Legierungen Fe-Co-X-Y einen zusätzlichen Parameter, den Gehalt der Atomart Y, mit dem die spontane Dehnung optimiert werden könnte. Motiviert wird das gleichzeitige Zulegieren von zwei unterschiedlichen Zwischengitteratome X und Y mit der Möglichkeit, eine höhere Anzahl an Oktaederlücken entlang der c -Achse zu besetzen, auch wenn die

Grenze der Löslichkeit der einzelnen Elemente auf diesen Gitterplätzen bereits erreicht ist. Schon aus die Entropie betreffenden Überlegungen ergeben sich deutlich mehr Anordnungsmöglichkeiten und somit auch abweichende Dehnungszustände, wenn zwei unterschiedliche Zwischengitteratome auftreten. Außerdem könnte eine unterschiedlich große chemische Affinität der einzelnen Zwischengitteratome zu Fe-Co vorliegen und die Grenze der Löslichkeit dieser kleinen Atome auf oktaedrischen Gitterplätzen erhöhen. Lucci und Venturello zeigten beispielsweise, dass die interstitielle Löslichkeitsgrenze von B in Fe bei Anwesenheit von C deutlich erhöht ist [158].

Eine vollständige Untersuchung quaternärer Schichten in Abhängigkeit der Anteile der Legierungselemente kann nur anhand von Materialbibliotheken [97] erfolgen, die eine hohe Zahl von Proben unterschiedlicher Zusammensetzung beinhalten. Die hier vorgestellten Ergebnisse einzelner Fe-Co-X-Y-Schichten, die unter Anwendung bestimmter markanter Parameter hergestellt wurden, können die Präparation solcher aufwändiger Bibliotheken motivieren.

Die strukturellen Untersuchungen der Fe-Co-B-Schichten im vorangegangenen Abschnitt ergaben, dass die höchste tetragonale Dehnung bei etwa 4 at% B erreicht wird. Da bereits bei dieser Zusammensetzung nicht alle Boratome Oktaederplätze einnehmen, die zur uniaxialen Dehnung beitragen und Fe-Co somit bereits übersättigt ist, könnte eine Kombination von zwei Zwischengitteratomen X und Y die Dehnung möglicherweise erhöhen. Um dies zu prüfen, wurden drei Kombinationen $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}\text{-B-C}$, $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}\text{-B-N}$ und $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}\text{-C-N}$ untersucht, bei denen der Anteil der Elemente X und Y gleich ist. Auf Grundlage von AES-Messungen an ternären Schichten wurden die Abscheideparameter so gewählt, dass ihr Anteil in jeder Schicht zu je 2 at% abgeschätzt werden kann. Ihre Summe von 4 at% ermöglicht einen Vergleich mit den Ergebnissen der Einzelschichten mit eben diesem X-Gehalt.

Röntgendiffraktogramme (Abb. 5.28) und Polfigurmessungen belegen das epitaktische Wachstum tetragonal gedehnter quaternärer Fe-Co-Phasen auf Au-Cu-Pufferschichten für alle drei untersuchten Kombinationen der X- und Y-Atome. Auffällig sind die stark unterschiedlichen Halbwertsbreiten der Fe-Co(002)-Reflexe. In N-haltigen Schichten ist dieser Reflex deutlich breiter als in $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}\text{-B-C}$. Insbesondere in der $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}\text{-C-N}$ -Schicht ist die Kristallinität deutlich herabgesetzt (Abb. 5.28), ihre Kohärenzlänge beträgt lediglich 1,7 nm.

Die aus Polfigurmessungen bestimmten c/a -Verhältnisse der spontanen Dehnung, die uniaxialen Anisotropiekonstanten der magnetokristallinen Anisotropie K_{U} und die Kohärenzlängen der Röntgenbeugung L der quaternären Schichten sind in Tab. 5.4 zusammengefasst und mit ternären Schichten mit ebenfalls etwa 4 % X verglichen. Die Schichten, die B als eines der Zwischengitteratome enthalten, zeigen vergleichbare Dehnungen wie die ternären $(\text{Fe}_{38}\text{Co}_{62})_{96}\text{B}_4$ - oder $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{96}\text{C}_4$ -Schichten. Auch L als Maß für ihre Kris-

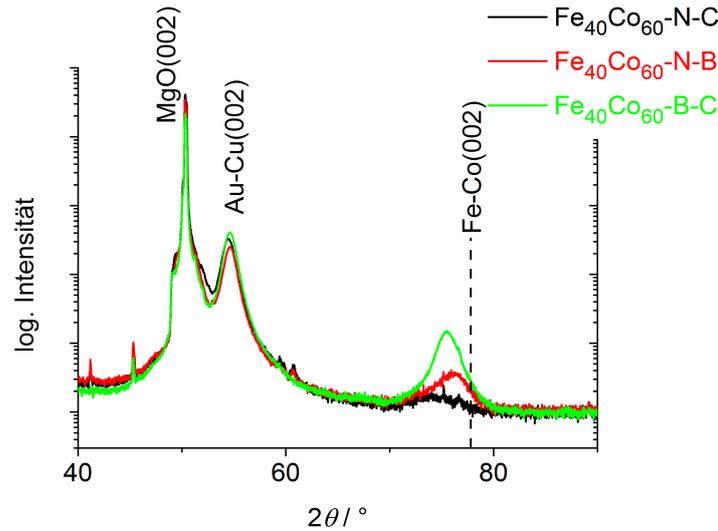


Abb. 5.28 – Röntgendiffraktogramme von 20 nm dicken quaternären $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}\text{-X-Y}$ -Schichten auf $\text{Au}_{54}\text{Cu}_{46}$ -Pufferschichten. Der Gehalt der Elemente X bzw. Y liegt bei je etwa 2 at%.

tallinität und folglich auch ihre magnetokristalline Anisotropie sind nahezu unverändert. Die $(\text{Fe}_{38}\text{Co}_{62})_{96}\text{B}_2\text{C}_2$ -Schicht zeigt mit $0,5 \text{ MJ/m}^3$ den höchsten Wert für K_U . Die gleichzeitige Legierung von B- und C-Atomen zu Fe-Co ist also vielversprechend für eine Verbesserung der magnetischen Eigenschaften.

Tab. 5.4 – Vergleich der spontanen tetragonalen Dehnung c/a , des Durchmessers der kohärent streuenden Bereiche L und der uniaxialen magnetokristallinen Anisotropiekonstante K_U von ternären und quaternären Fe-Co-Schichten mit 20 nm Dicke auf $\text{Au}_{50}\text{Cu}_{50}$ -Pufferschichten. Der Anteil der Elemente X und Y beträgt in der Summe stets 4 at%.

Legierung	c/a -Verhältnis	Kohärenzlänge L / nm	K_U / MJ/m^3
$(\text{Fe}_{38}\text{Co}_{62})_{96}\text{B}_4$	1,05	5	0,4
$(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{96}\text{B}_2\text{N}_2$	1,04	4	0,4
$(\text{Fe}_{38}\text{Co}_{62})_{96}\text{B}_2\text{C}_2$	1,05	5	0,5
$(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{96}\text{B}_4$	1,03	5	0,4
$(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{96}\text{C}_2\text{N}_2$	1,09	< 2	0,3

$(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{96}\text{C}_2\text{N}_2$ -Schichten zeigen mit $c/a = 1,09 \pm 0,02$ im Vergleich mit allen in dieser Arbeit untersuchten Zusammensetzungen die höchste spontane tetragonale Dehnung. Gleichzeitig tritt jedoch ein erheblicher Rückgang der Kristallinität auf (vgl. Abb. 5.28), der die Ausbildung einer hohen magnetokristallinen Anisotropie verhindert. Im Vergleich mit den anderen quaternären Schichten nimmt K_U sogar ab (Tab. 5.4). Somit belegt die $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{96}\text{C}_2\text{N}_2$ -Schicht, dass eine hohe Dehnung eine hohe magnetokristalline Anisotropie nicht zwingend bedingt, sondern nur eine Voraussetzung für sie ist. Die Ergebnisse bestätigen die auf Berechnungen beruhende Vorhersage [75], dass eine N-Zulegierung

geringere Dehnungen als B und C bedingt, somit nicht. Stattdessen zeigen die Untersuchungen an quaternären Schichten, dass die Tendenz zur Amorphisierung berücksichtigt werden muss. Dies ist ein Aspekt, der in den DFT-Berechnungen nicht einbezogen wurde.

Die stark gedehnte $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{96}\text{C}_2\text{N}_2$ -Schicht zeigt erneut, dass auch hier die $\text{Au}_{50}\text{Cu}_{50}$ -Pufferschicht keinen Einfluss auf die spontane Dehnung besitzt und letztere stattdessen eine thermodynamische Ursache besitzt. Der laterale Gitterparameter a der Pufferschicht liegt mit 0,276 nm über dem der Schicht ($a = 0,273$ nm). Eine durch die Pufferschicht induzierte Dehnung kann somit nicht vorliegen, da die $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{96}\text{C}_2\text{N}_2$ -Schicht dann einen höheren Wert für a aufweisen müsste.

Die Untersuchungen an quaternären Schichten zeigen, dass die Kombination der Zwischengitteratome B, C und N in den hier angewendeten Konzentrationen zwar eine Erhöhung der tetragonalen Verzerrung bewirken kann, die magnetischen Eigenschaften jedoch nur leicht verbessert werden können. Die für eine ausschließliche Besetzung von entlang der c -Achse befindlichen Oktaederlücken erwartete Dehnung von $c/a > 1,06$ in Fe-Co mit 4 at% B [28] wird nicht in den hier vorgestellten Schichten mit B erreicht. Für den Fall, in dem Stickstoff zu Fe-Co-C zulegiert wurde, kann zwar eine die theoretischen Vorhersagen übertreffende tetragonale Dehnung eingestellt werden, gleichzeitig wird jedoch ein deutlicher Abfall der Kristallinität beobachtet. Die Zulegierung von Stickstoff ist demnach keine geeignete Möglichkeit, die magnetokristalline Anisotropie zu verbessern.

Mit der Kombination von B und C werden in Bezug auf die magnetokristalline Anisotropie die besten Eigenschaften in den Fe-Co-Schichten erreicht. Deren Gitter wird in diesem Fall auch nur unwesentlich gestört. Da hier nur der spezielle Fall äquivalenter B- und C-Konzentrationen mit einem Gesamtgehalt bis etwa 4 at% untersucht werden konnte, sollte eine kombinatorische Untersuchung epitaktischer Fe-Co-B-C-Schichtbibliotheken, wie sie beispielsweise an der Ruhr-Universität Bochum durchgeführt werden kann [97, 177], in Erwägung gezogen werden.

6 Fe-Co-X/Au-Cu-Vielschichtsysteme

Vielschichtsysteme wurden bereits als Möglichkeit vorgestellt, eine durch ein geeignetes Pufferschichtmaterial in Fe-Co-Schichten induzierte tetragonale Dehnung bei zunehmender Gesamtdicke zu stabilisieren (siehe Abschnitt 2.4.3, S. 17). Durch regelmäßige Wiederholung der Pufferschicht als Zwischenlage zwischen einzelnen Fe-Co(-X)-Lagen kann unter der Voraussetzung kohärenten Aufwachsens in jeder dieser Lagen der gleiche stark gedehnte Zustand erzeugt werden.

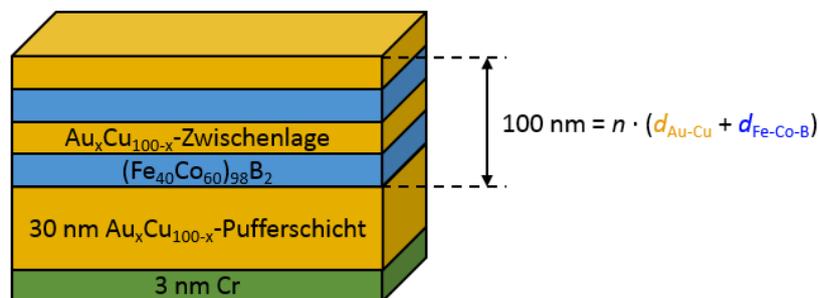


Abb. 6.1 – Prinzipskizze der Vielschichtsysteme mit n Wiederholungen von Fe-Co-B-Lagen (blau) und Au-Cu-Zwischenlagen (orange).

Die Untersuchungen von Fe-Co-C-Einzelschichten mit einer Dicke etwas oberhalb der kritischen Schichtdicke, ab der Gitterrelaxation einsetzt, zeigten, dass eine wesentliche Beeinflussung der Dehnung der gesamten Schicht nicht möglich ist (vgl. Abschnitt 5.1.3, S. 72). Dennoch wurde ein hoher Beitrag der Grenzflächen zur magnetokristallinen Anisotropie in Form einer hohen Oberflächen- oder Grenzflächenanisotropie nachgewiesen. Die Erhöhung der Zahl der Fe-Co/Puffer-Grenzflächen durch die Wahl einer Vielschichtarchitektur sollte demnach einen positiven Beitrag auf K_U haben. Durch eine Reduzierung der Fe-Co-Lagendicke unter die kritische Dicke für Relaxation kann zudem der Einfluss pufferschichtinduzierter Dehnung experimentell überprüft werden.

In Abbildung 6.1 ist der beschriebene Aufbau eines solchen Vielschichtsystems skizziert. Als Substrat wurde MgO(100) genutzt. Um eine gute Vergleichbarkeit von Vielschichtsystemen mit unterschiedlichen Lagendicken zu gewährleisten, wurde 100 nm als nominelle Gesamtdicke gewählt und die Zahl der Wiederholungen n dementsprechend angepasst. Anhand von Abbildung 6.1 wird deutlich, dass in Vielschichtsystemen nur Grenzflächen

auftreten, so dass es der Vergleich mit Einzelschichten, die sowohl eine Grenz- als auch eine freie Oberfläche haben, erlaubt, die Beiträge von Grenz- und Oberflächen zu separieren.

Als Zusammensetzung der magnetischen Lagen wurde mit 2 at% B legiertes $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ gewählt. Epitaktische Einzelschichten dieser Stöchiometrie zeigen, wie in Abschnitt 5.2.1 beschrieben, eine hohe spontane Dehnung mit einem c/a -Verhältnis von über 1,03. Die Triebkräfte der Gitterrelaxation sollten somit im Vergleich zu binärem Fe-Co herabgesetzt sein. Die spontan tetragonal verzerrten $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2$ -Einzelschichten besitzen zudem eine hohe uniaxiale Anisotropiekonstante K_U .

Vielschichtsysteme, bei denen die magnetische Schicht auf Fe-Co-B basiert, sollten also die Möglichkeit bieten, die Vorteile beider Ansätze auszunutzen, sowohl die der spontanen Dehnung als auch die der hohen Grenzflächenanisotropie, bei gleichzeitiger Erhöhung der Gesamtschichtdicke. Da die magnetokristalline Anisotropie eines spontan gedehnten Gitters eine c -Achsentexturierung und somit epitaktisches Wachstum aller Lagen des Vielschichtsystems voraussetzt, müssen die Dicken der Fe-Co-B-Lagen und der Zwischenlagen entsprechend angepasst werden. Ziel der Untersuchungen war deshalb zunächst die Einstellung von optimalen Lagendicken in Hinblick auf einen hohen Beitrag an Grenzflächenanisotropie.

6.1 Minimale Lagendicken für epitaktisches Wachstum

Zur Überprüfung der Qualität des Schichtwachstums wurden zunächst Vielschichtsysteme mit jeweils 5 nm nomineller Lagendicke ($d_{\text{Fe-Co-B}} = d_{\text{Au-Cu}}$) und $n = 10$ Wiederholungen präpariert und charakterisiert. Texturmessungen mittels Röntgenbeugung belegen ein epitaktisches Wachstum unabhängig von der gewählten Zusammensetzung der $\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$ -Zwischenlagen, deren Au-Gehalt x hier zwischen 53 und 85 at% variiert wurde. Die gemessene tetragonale Verzerrung c/a der Fe-Co-B-Lagen beträgt zwischen 1,05 und 1,06 und ist erneut unabhängig von der Stöchiometrie und dem Gitterparameter der $\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$ -Zwischenlagen (Abb. 6.2). Ein Einfluss des Au-Cu-Gitterparameters auf die magnetische Anisotropie kann unter Berücksichtigung der Messgenauigkeit an diesen Vielschichtsystemen ebenfalls nicht festgestellt werden¹. Wie bereits für die Einzelschichten gezeigt (vgl. Abschnitt 5.1.3, S. 72), kann damit ausgeschlossen werden, dass bei diesen Lagendicken eine Dehnung über das Pufferschicht- oder Zwischenlagengitter induziert wird. Da die Relaxation des Gitters bereits während des Wachstums stattfindet (vgl. Abschnitt 5.1.1, S. 54), führt auch die Abdeckung der Fe-Co-B-Lagen mit den Zwischenlagen nicht zur Induzierung einer Dehnung. Bei den gemessenen Verzerrungen handelt es sich somit größtenteils um spontane Dehnungen. Ein leichter Einfluss der Vielschichtarchitektur auf

¹Mit dem Ziel einer guten Vergleichbarkeit mit den Einzelschichten wird die senkrechte Anisotropiekonstante K_U in diesem Kapitel zunächst auf das Volumen der magnetischen Fe-Co-B-Lagen bezogen.

den Dehnungszustand der Fe-Co-B-Schichten ist jedoch erkennbar, da die genannten c/a -Verhältnisse um etwa 0,01 über denen von einfachen Fe-Co-B-Schichten gleicher Zusammensetzung und Dicke liegen. Eine mögliche Erklärung ist, dass B-Atome, wie von Baik et al. vorausgesagt [160], in der Nähe bestimmter Grenz- oder Oberflächen vermehrt oktaedrische Zwischengitterplätze einnehmen.

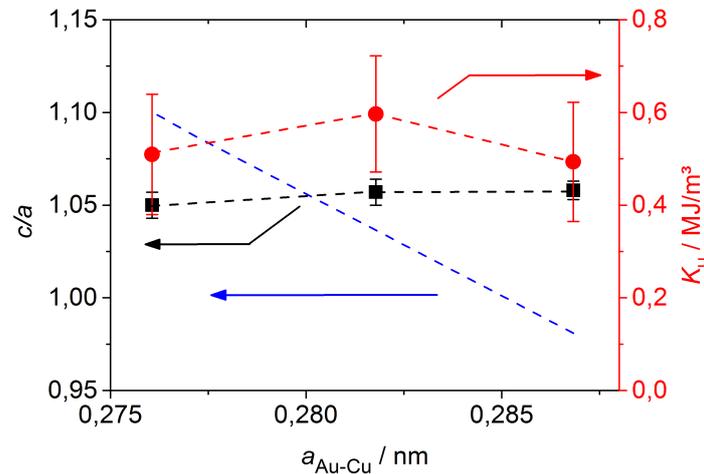


Abb. 6.2 – Aus $\{101\}$ -Polfigurmessungen bestimmte c/a -Verhältnisse und magnetische Anisotropiekonstanten K_U aus VSM-Messungen der Fe-Co-B-Lagen in Vielschichtsystemen mit 5 nm nomineller Lagendicke ($d_{\text{Fe-Co-B}} = d_{\text{Au-Cu}}$) und $n = 10$ Wiederholungen in Auftragung über den Gitterparameter der $\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$ -Zwischenlagen. Die blaue unterbrochene Linie veranschaulicht die bei kohärenter Dehnung unter Volumenbeibehaltung der Fe-Co-B-Einheitszelle erwartete tetragonale Verzerrung.

Ein mit TEM aufgenommener Querschnitt eines Vielschichtsystems mit 5 nm nomineller Lagendicke (Abb. 6.3(a)) zeigt, dass sowohl die Fe-Co-B-Lagen als auch die Au-Cu-Zwischenlagen kontinuierlich sind und die Rauheit der Grenzflächen gering ist. Trotz der Abscheidung mittels PLD, bei der Teilchen hoher kinetischer Energie auf die Oberfläche treffen [90], ist die Durchmischung der einzelnen Lagen an den Grenzflächen gering. Messungen der Röntgenreflektometrie und deren Simulation (Abb. 6.3(b)) ergeben eine geringe Grenzflächenrauheit von unter 0,4 nm. Die in volumenerfassenden VSM-Messungen bestimmte magnetische Sättigung der Fe-Co-B-Lagen $\mu_0 M_S$ von 2,0 T stimmt mit der von Einzelschichten ($\mu_0 M_S = 2,1 \text{ T}$) nahezu überein. Eine starke Durchmischung der Lagen würde ein deutlicheres Absinken zur Folge haben. Die mittels Reflektometrie (Abb. 6.3(b)) bzw. Elektronenmikroskopie bestimmten tatsächlichen Lagendicken sind in den Vielschichtsystemen dennoch etwas geringer als die angestrebten (nominellen) Dicken der Fe-Co-B-Lagen. Um diese Diskrepanz zu erklären, wurden Messungen der Abscheideraten von Fe-Co-B auf den Zwischenlagen durchgeführt. Sie weisen auf einen erhöhten herstellungsbedingten Wiederabtrag des Schichtmaterials während der jeweils ersten 2 nm

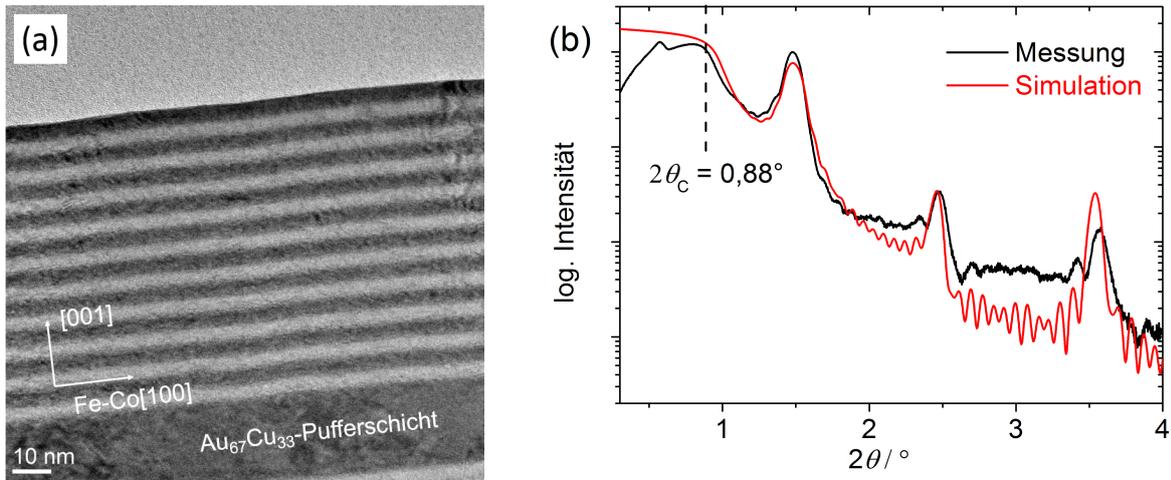


Abb. 6.3 – (a) TEM-Querschnittsaufnahme eines Vielschichtsystems mit $n = 10$. Die Dicke der $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2$ - (hell) und der $\text{Au}_{67}\text{Cu}_{33}$ -Lagen (dunkel) beträgt nominell jeweils 5 nm. (b) Reflektometriemessung und deren Simulation des in (a) gezeigten Vielschichtsystems. Die tatsächliche Dicke der $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2$ -Lagen schwankt leicht ($\pm 10\%$) um einen Mittelwert von 3,5 nm, der in Übereinstimmung mit den Beobachtungen aus den TEM-Untersuchungen ist.

der abgeschiedenen Schicht hin. Die folglich verringerte Abscheiderate erklärt die herabgesetzte Schichtdicke der Fe-Co-B-Lagen im Vergleich zur nominell angewandten Lagendicke.

Die tetragonale Verzerrung c/a der Fe-Co-B-Lagen des in Abb. 6.3(a) gezeigten Vielschichtsystems beträgt laut einer integralen Röntgenbeugungsmessung 1,057. Über ausschnittsweise Fouriertransformation der TEM-Bilder lässt sich das c/a -Verhältnis auch lagenweise bestimmen. Die Ergebnisse sind in Abb. 6.4 für die Fe-Co-B-Lagen als blaue Quadrate und für die Au-Cu-Zwischenlagen als orange Kreise aufgetragen. Es zeigt sich, wie schon an Einzelschichten diskutiert (vgl. Abschnitt 5.1.1, S. 58), eine leichte Abnahme der tetragonalen Verzerrung der Fe-Co-B-Schichten durch die Lamellenpräparation. Die mittels TEM beobachtete Dehnung der Fe-Co-B-Lagen ist weitgehend unabhängig von der betrachteten Lage und beträgt im Schnitt $c/a = 1,036 \pm 0,011$. Auffällig ist, dass auch das Gitter der Au-Cu-Zwischenlagen nicht kubisch ist, sondern eine tetragonale Stauchung ($c/a < 1$) erfährt. Die Beeinflussung des Dehnungszustandes der Zwischenlagen durch die Fe-Co-B-Lagen zeigt, dass beide Lagen gegeneinander verspannt sind. Ein Kräftegleichgewicht an den Grenzflächen führt zur Kompensation der lateralen Kompression des Fe-Co-C-Gitters durch eine Dehnung der Au-Cu-Zwischenlagen. Die Verzerrung der beiden Schichten kann dabei unterschiedlich sein und mit den voneinander abweichenden Steifigkeiten erklärt werden. Der Elastizitätsmodul E von Au-Cu ($E \approx 100$ GPa) ist nur etwa halb so groß wie der von Fe-Co ($E \approx 200$ GPa) [178]. Für das auffällig hohe c/a -

Verhältnis der abschließenden Au-Cu-Lage von 1,07 könnte der veränderte Spannungszustand an der freien Oberfläche verantwortlich sein. Die Fe-Co-B-Lagen sind davon jedoch unbeeinflusst.

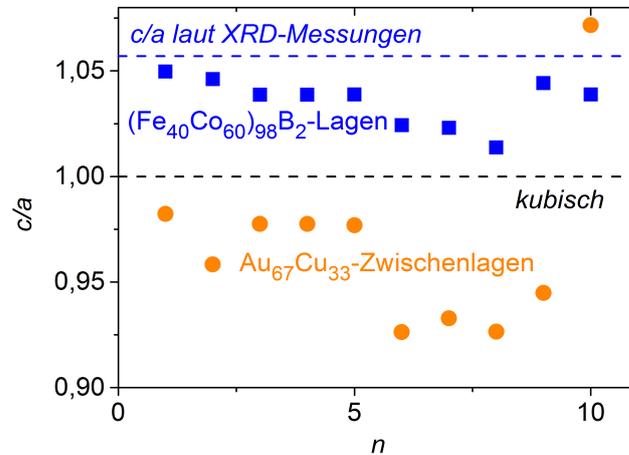


Abb. 6.4 – Mittels lokaler FFT für die Fe-Co-B- (blaue Quadrate) bzw. Au-Cu-Lagen (orange Kreise) bestimmte c/a -Verhältnisse des Vielschichtsystems aus Abb. 6.3. Die über Röntgenbeugung ermittelte integrale tetragonale Dehnung der Fe-Co-B-Lagen ist als blaue waagerechte Linie markiert.

Auch wenn die tetragonale Verzerrung von Vielschichtsystemen mit der nominellen Lagendicke von 5 nm im Vergleich zu $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2$ -Einzelschichten geringfügig erhöht ist, wird bei der aus magnetischen Messungen bestimmten uniaxialen Anisotropiekonstante K_U , die für die in Abb. 6.3(a) gezeigte Probe $0,60 \pm 0,13 \text{ MJ/m}^3$ beträgt, kein Anstieg im Vergleich zu Einzelschichten gleicher Dicke mit ebenfalls 2 at% X beobachtet (vgl. Abb. 5.13, S. 71). Eine signifikante Beeinflussung der magnetischen Anisotropie, die auf die Vielschichtarchitektur zurückzuführen wäre, kann bei diesen Lagendicken somit noch nicht nachgewiesen werden.

Mit dem Ziel, den zu K_U beitragenden Anteil der Grenzflächenanisotropie zu erhöhen, wurde die Dicke der Fe-Co-B-Lagen in der Folge auf nominell 2 nm verringert. In diesem Dickenbereich könnte eine etwaige induzierte Dehnung durch die Pufferschicht noch zusätzlich zu einer Erhöhung der magnetokristallinen Anisotropie beitragen, da die in Abschnitt 5.1.1 beobachtete Gitterrelaxation in etwa bei dieser Schichtdicke einsetzt. Derart geringe Lagendicken schließen eine Charakterisierung des Dehnungszustandes mittels Röntgenbeugung jedoch aus, da die kohärent beugenden Bereiche zu klein sind. Die einzige Möglichkeit der Strukturaufklärung sind daher Messungen der Elektronenbeugung in der Vakuumkammer (RHEED-Messungen). Da die Intensitäten der höher indizierten RHEED-Reflexe in vertikaler Richtung zur Schattenkante für die Fe-Co-B-Schichten stark abfallen, ist eine ausreichend genaue Bestimmung des Gitterparameters c und somit des

c/a -Verhältnisses nicht immer möglich. Der laterale Gitterparameter a der jeweils an der Oberfläche befindlichen Monolagen kann dagegen mit ausreichender Genauigkeit aus den horizontalen Abständen der Transmissionsreflexe bestimmt werden.

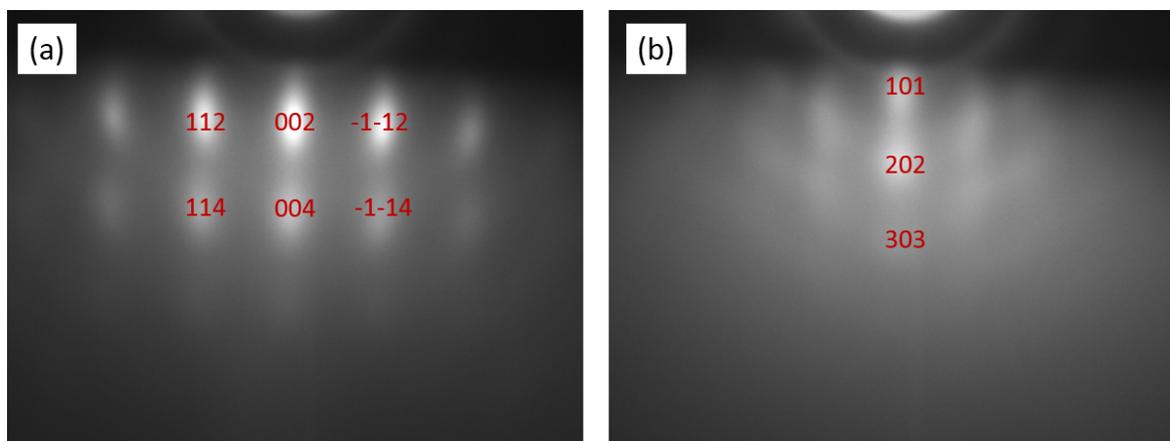


Abb. 6.5 – Vergleich der während der Abscheidung eines (2 nm Fe-Co-B/1 nm $\text{Au}_{53}\text{Cu}_{47}$)-Vielschichtsystems detektierten RHEED-Beugungsbilder mit Indizierung der Reflexe. (a) zeigt eine RHEED-Aufnahme wie sie während der Abscheidung der ersten Fe-Co-B-Lage beobachtet wird. (b) wurde während der sechsten Wiederholung der Fe-Co-B-Lage aufgenommen und zeigt eine (110)-Fasertextur.

Auch wenn die quantitative Auswertung erschwert ist, eignet sich die In-situ-Beobachtung mittels RHEED sehr gut, um ein epitaktisches und kohärentes Aufwachsen der Fe-Co-B- und der Zwischenlagen zu überprüfen. Die In-situ-Überprüfung des Schichtwachstums ermöglicht eine Bestimmung der minimalen Dicke der Au-Cu-Zwischenlagen, die für eine Gewährleistung der Epitaxie der Vielschichtsysteme erforderlich ist. Abbildung 6.5 zeigt indizierte RHEED-Aufnahmen eines Vielschichtsystems mit einer $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2$ -Lagendicke von 2 nm und einer $\text{Au}_{52}\text{Cu}_{48}$ -Zwischenlagendicke von 1 nm. Während die erste Fe-Co-B-Lage noch epitaktisch mit (001)-Orientierung aufwächst (Abb. 6.5(a)), nimmt das Signal-Rausch-Verhältnis bis zur sechsten Wiederholung stark ab. Zusätzlich treten Reflexe auf, die auf eine (110)-Fasertextur und somit den Verlust der epitaktischen Beziehung zum Substrat hinweisen (Abb. 6.5(b)). Mit der Abscheidung weiterer Lagenwiederholungen verschwindet die Fehlorientierung nicht mehr. Diese Beobachtung deutet darauf hin, dass die Fehlorientierung der Netzebenen im Gegensatz zur epitaktischen (001)-Orientierung energetisch günstiger ist. Tatsächlich sind (110)-Ebenen in krz Fe-Co die dichtest gepackten Ebenen und bilden deshalb, wie im kristallographisch ähnlichen Fe [179], die Oberflächen mit der geringsten Oberflächenenergie. In fasertexturierten Schichten liegen sie deshalb parallel zur Oberfläche (vgl. Abb. 6.5(b)). Mit dem Ziel, die Epitaxie der Vielschichtsysteme zu verbessern, wurde die Dicke der Au-Cu-Zwischenlagen erhöht. Mit zunehmender Dicke verzögert sich das erste Auftreten der (110)-Fasertextur, jedoch können

erst ab einer Dicke von 4 nm komplett epitaktische Vielschichtsysteme bis zur Gesamtdicke von 100 nm garantiert werden. Unter dem Kriterium des epitaktischen Wachstums ist die bestgeeignete Schichtarchitektur demnach

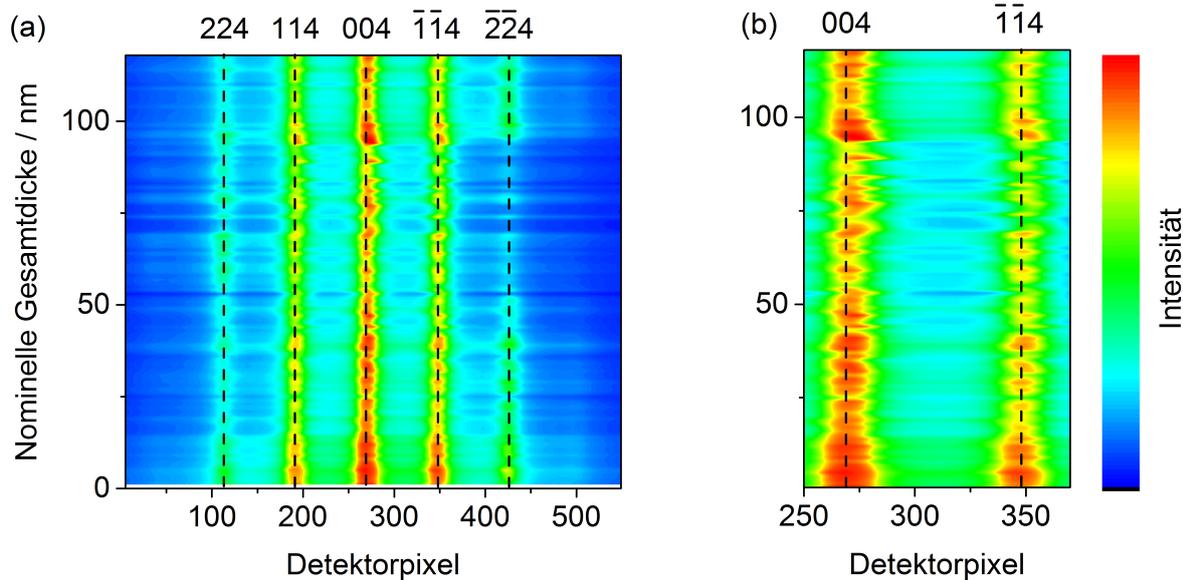
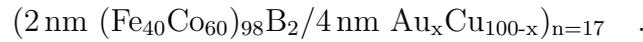


Abb. 6.6 – (a) Darstellung der RHEED-Beugungsintensität entlang einer waagerechten Linie durch die $HK4$ -Reflexe in Abhängigkeit von der bereits abgeschiedenen Gesamtdicke eines $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2/\text{Au}_{38}\text{Cu}_{62}$ -Vielschichtsystems mit 20 Wiederholungen. (b) zeigt eine Vergrößerung des Bereichs zwischen dem 004- und dem $\bar{1}\bar{1}4$ -Reflex.

6.2 Spannungsabbau in den Vielschichtsystemen

Die Reduzierung der Fe-Co-B-Lagendicke auf nominell 2 nm erfolgte mit der Absicht, die durch die Grenzflächen bestimmten Einflüsse auf die Eigenschaften der Vielschichtsysteme weiter zu erhöhen. Von besonderem Interesse sind dabei ihre hohen Beiträge zur magnetischen Anisotropie, wie sie schon an Einzelschichten beobachtet wurden. Während der Grenzflächenbeitrag nur leicht von der kristallographischen Orientierung der angrenzenden Gitter beeinflusst werden sollte [135], erfordert die Überprüfung auf Abhängigkeit vom lateralen Gitterparameter der Zwischenlagen kohärentes Wachstum. Zur Kontrolle des Aufwachsens eignet sich eine Auftragung der RHEED-Messungen über die jeweilige Gesamtschichtdicke. Abbildung 6.6(a) zeigt die entlang einer durch die $HK4$ -Reflexe verlaufenden waagerechten Linie detektierte Intensität eines $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2/\text{Au}_{38}\text{Cu}_{62}$ -Vielschichtsystems mit 20 Wiederholungen in Abhängigkeit der Gesamtdicke. Die senkrechten

Linien dienen als Orientierung und zeigen die erwartete Position der Beugungsmaxima, wenn die Lagen des Vielschichtsystems den lateralen Gitterparameter der $\text{Au}_{38}\text{Cu}_{62}$ -Pufferschicht annehmen ($a = 0,267 \text{ nm}$). Auch die vergrößerte Darstellung (Abb. 6.6(b)) weist nicht darauf hin, dass während der Abscheidung des Vielschichtsystems wesentliche Änderungen der Lage der Intensitätsmaxima und somit des Gitterparameters stattfinden. Der laterale Gitterparameter bleibt in allen Lagen nahezu konstant. Lediglich die Beugungsintensität schwankt je nach Zusammensetzung der jeweils beugenden Lage: Der erhöhte atomare Formfaktor der Au-Cu-Zwischenlagen bewirkt für diese, im Vergleich mit Fe-Co-B, eine höhere Intensität.

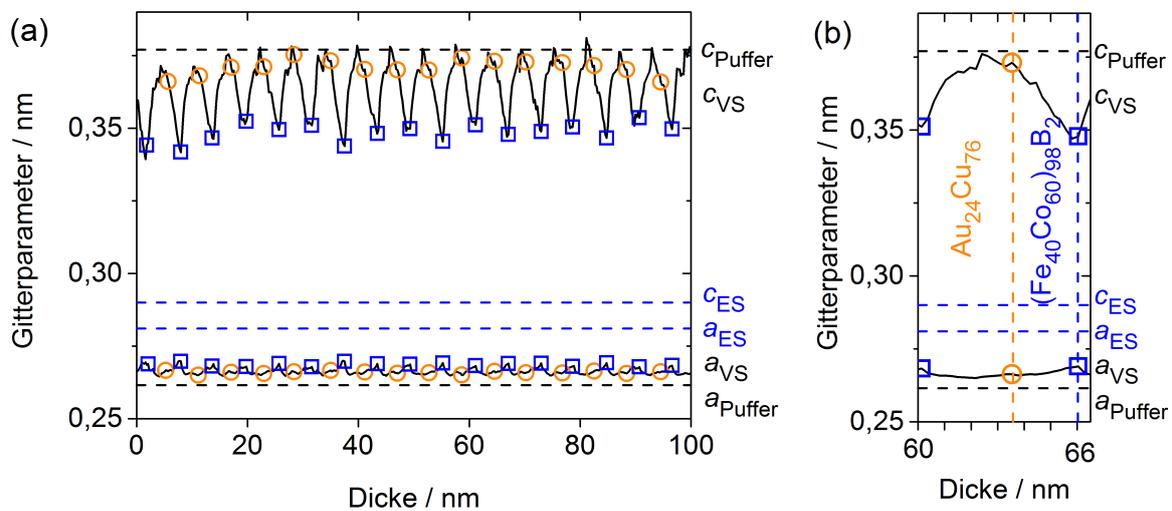


Abb. 6.7 – (a) Aus RHEED-Aufnahmen ermittelte senkrechte und laterale Gitterparameter c_{VS} bzw. a_{VS} eines $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2/\text{Au}_{24}\text{Cu}_{76}$ -Vielschichtsystems mit 17 Wiederholungen. Die waagerechten schwarzen Linien markieren die Werte der $\text{Au}_{24}\text{Cu}_{76}$ -Pufferschicht c_{Puffer} bzw. a_{Puffer} , die blauen die einer $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2$ -Einzelschicht mit spontaner Dehnung c_{ES} bzw. a_{ES} . (b) zeigt exemplarisch die Vergrößerung für die 11. Wiederholsequenz. Die hervorgehobenen Messpunkte markieren die letzten Werte der Fe-Co-B- (Quadrate) und $\text{Au}_{24}\text{Cu}_{76}$ -Lagen (Kreise).

Die Darstellung der RHEED-Intensitäten in Abb. 6.6 deutet auf ein kohärentes Wachstum der Fe-Co-B-Lagen auf den Au-Cu-Zwischenlagen hin. Eine genauere Auswertung ermöglicht eine Auftragung der aus RHEED-Aufnahmen eines $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2/\text{Au}_{24}\text{Cu}_{76}$ -Vielschichtsystems ermittelten Gitterparameter c_{VS} und a_{VS} über die Schichtdicke, wie in Abb. 6.7(a) gezeigt. Zunächst fällt auf, dass c_{VS} deutlich stärkeren Schwankungen unterliegt als a_{VS} und zyklisch in den jeweils abgeschiedenen Lagen schwankt. Dieses Verhalten wird prinzipiell in kohärenten Vielschichtsystemen, bei denen die lateralen Gitterparameter gekoppelt sind und der senkrechte Gitterparameter spannungsfrei ist, erwartet. Abbildung 6.7(b) gibt eine Vergrößerung der Verläufe für eine Lagenwiederho-

lung $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2/\text{Au}_{24}\text{Cu}_{76}$. Innerhalb der Fe-Co-B-Lagen nimmt c_{VS} , ausgehend vom Wert des $\text{Au}_{24}\text{Cu}_{76}$ -Zwischenlagenmaterials c_{Puffer} , ab, bevor es während Abscheidung der Zwischenlagen, in den jeweils ersten 2 nm, wieder ansteigt. Nach jeder abgeschiedenen Zwischenlage nimmt c_{VS} wieder einen Wert nahe c_{Puffer} ein. Die 4 nm dicken Zwischenlagen stellen also, wie beabsichtigt, die Ausgangsbedingungen der Pufferschicht wieder her, werden jedoch – zumindest in ihren ersten Atomlagen – auch von den Fe-Co-B-Lagen beeinflusst. Die Beobachtung, dass das Absinken des c/a -Verhältnisses in Fe-Co-B bereits bei geringerer Dicke einsetzt, als der Anstieg des lateralen Gitterparameters, deckt sich mit den Beobachtungen an Einzelschichten (vgl. Abb. 5.2, S. 55). Da die c_{VS} -stets deutlich höher als die a_{VS} -Werte bleiben, kann von keiner vollständigen Relaxation gesprochen werden. Das minimale $c_{\text{VS}}/a_{\text{VS}}$ -Verhältnis der Fe-Co-B-Lagen liegt laut den RHEED-Messungen bei etwa 1,3. Dieses nur leichte Absinken des c/a -Verhältnisses vom für die Au-Cu-Zwischenlagen typischen Wert von $\sqrt{2} = 1,41$ wurde unabhängig von der gewählten Zusammensetzung $\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$ ($24 < x < 46$) beobachtet. Messungen der Reflektometrie dieser Vielschichtsysteme und deren Simulation weisen lediglich auf eine leichte Durchmischung der Grenzflächen hin. Die Rauheit der oberen Grenzfläche der Au-Cu-Zwischenlagen beträgt nur etwa 0,2 nm, also weniger als eine Monolage. Die der unteren Grenzfläche ist mit etwa 0,4 nm etwas höher, liegt aber nicht über drei Monolagen Fe-Co bzw. zwei Monolagen Au-Cu. Da es demnach keine Hinweise auf ein starkes Durchmischen der einzelnen Lagen gibt, muss davon ausgegangen werden, dass die $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2$ -Lagen wie die bereits diskutierten Fe-Co-C-Einzelschichten (Abschnitt 5.1.1, S. 54) zunächst mit einem kfz-ähnlichen Gitter aufwächst.

Im Vergleich zu den senkrechten Gitterparametern unterliegt der laterale Gitterparameter a_{VS} deutlich geringeren Schwankungen während der Abscheidung der Vielschichtsysteme. Dennoch kann auch hier eine Gitteranpassung in den Fe-Co-B-Schichten beobachtet werden. In dem in Abb. 6.7 exemplarisch gezeigten Vielschichtsystem steigt a_{VS} innerhalb einer Fe-Co-B-Lage von etwa 0,265 nm auf etwa 0,270 nm, bevor es in der folgenden Zwischenlage wieder auf den Ausgangswert absinkt. Es kann davon ausgegangen werden, dass zahlreiche Versetzungen auftreten, die nach den Beobachtungen an Einzelschichten (vgl. Abb. 5.4) auch mehrere Lagen des Vielschichtsystems durchdringen sollten. Auffällig ist, dass a_{VS} innerhalb der Zwischenlagen nicht erneut auf den in XRD-Messungen bestimmten Gitterparameter der Pufferschicht a_{Puffer} von 0,261 nm absinkt, obwohl diese eine identische Zusammensetzung wie die Zwischenlagen besitzt. Dieses Verhalten zeigt ein gegenseitiges Annähern der lateralen Gitterparameter der Fe-Co-B-Lagen und der Zwischenlagen auf einen mittleren Wert, der zwar deutlich näher an dem der Pufferschicht liegt, jedoch belegt, dass sich die Gitter der einzelnen Lagen aufgrund ihrer endlichen Steifigkeit gegenseitig verspannen. Auch wenn der Anstieg des lateralen Gitterparameters im Vergleich zu den Einzelschichten mit ausschließlich spontaner Dehnung deutlich

geringer ist, handelt es sich nicht um kohärent gewachsene Vielschichtsysteme mit in allen Lagen konstantem a . Um eine Kohärenz der Gitter der Pufferschicht, der Fe-Co-B-Lagen und der Zwischenlagen zu garantieren, müsste die Dicke Letzterer wohl noch deutlich erhöht werden und/oder ein Zwischenlagenmaterial mit deutlich höherer Steifigkeit gewählt werden.

6.3 Magnetische Eigenschaften der verspannten Vielschichtsysteme

Einfluss von Orientierung und Gitterparameter der Au-Cu-Zwischenlagen

In Abschnitt 6.1 wurde beschrieben, dass die Vielschichtsysteme erst ab einer Dicke der Au-Cu-Zwischenlagen von mindestens 4 nm komplett epitaktisch sind. Mit geringerer Zwischenlagendicke sinkt die Dicke, ab der erstmals eine kristallographische Fehlorientierung auftritt, die sich dann in den folgenden Lagen fortpflanzt. In Abbildung 6.8(a) sind die mit VSM-Messungen bestimmten K_U -Werte von Vielschichtsystemen mit einer nominellen Fe-Co-B-Lagendicke von 2 nm, aber unterschiedlicher Zwischenlagendicke, aufgetragen. Mit zunehmender Au-Cu-Lagendicke steigt das aus den VSM-Messungen bestimmte K_U . Das komplett epitaktisch gewachsene Schichtsystem mit $d_{\text{Au-Cu}} = 4$ nm (vgl. Abschnitt 6.1) zeigt eine senkrechte Anisotropiekonstante von fast 1 MJ/m^3 und übertrifft damit den Wert einer 3 nm dicken Einzelschicht gleicher Zusammensetzung auf einer identischen Pufferschicht. Die Vielschichtsysteme mit kleinerer Zwischenlagendicke, die ab einer gewissen Dicke fehlorientiert sind, zeigen ein deutlich geringeres K_U (offene Kreise in Abb. 6.8(a)). Der Anteil der epitaktischen Lagen begünstigt somit direkt die magnetische Anisotropie. Da auch die teilweise fehlorientierten Schichtsysteme während der ersten Lagenwiederholungen epitaktisch gewachsen sind, könnte deren immer noch recht hohes K_U zwischen $0,6$ und $0,75 \text{ MJ/m}^3$ auch auf induzierte Dehnung zurückgeführt werden. Nach den Untersuchungen an Fe-Co-C-Einzelschichten ist davon auszugehen, dass der Beitrag der Grenzflächen zur senkrechten Anisotropie einen möglichen dehnungsbedingten Anteil deutlich übersteigt (vgl. Abschnitt 5.1.3). Die Grenzflächenbeiträge betreffend wird erwartet, dass diese unabhängig von der Orientierung der Fe-Co-B-Lagen bzw. der Zwischenlagen sind. Die Grenzflächenanisotropien von (001)- bzw. (110)-orientiertem Fe auf Au oder Cu unterscheiden sich beispielsweise nur unwesentlich voneinander, tragen aber in allen Fällen zu einer senkrechten Orientierung der leichten Richtung der Magnetisierung bei [180, 181].

Auch für die Vielschichtsysteme mit unveränderten Dicken der Fe-Co-B-Lagen (2 nm) und $\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$ -Zwischenlagen (4 nm) wurde der Einfluss des lateralen Gitterparameters der Zwischenlagen auf deren magnetische Anisotropie untersucht. Abbildung 6.8(b) zeigt, dass die senkrechte uniaxiale Anisotropiekonstante unabhängig von den Zwischenlagen

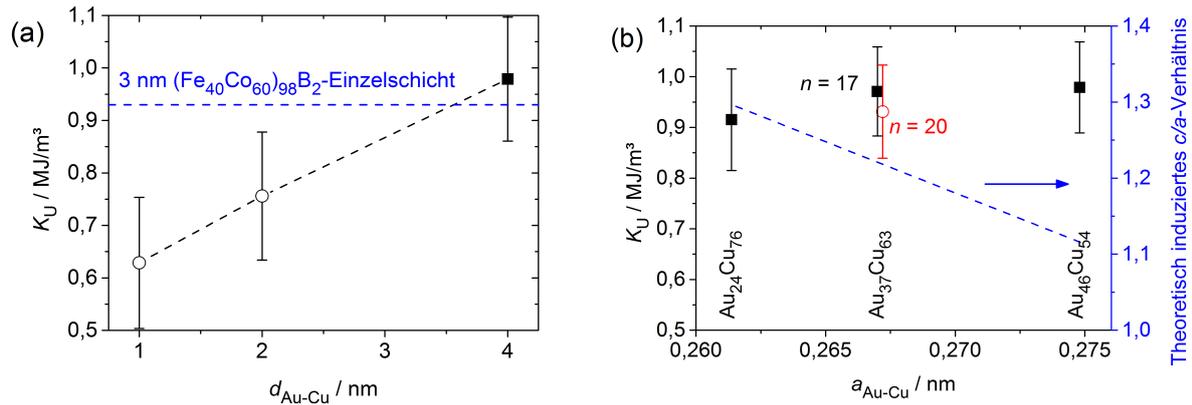


Abb. 6.8 – (a) Uniaxiale Anisotropiekonstanten K_U von $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2/\text{Au}_{24}\text{Cu}_{76}$ -Vielschichtsystemen mit einer Fe-Co-B-Lagendicke von 2 nm bei unterschiedlichen Zwischenlagendicken $d_{\text{Au-Cu}}$. Die offenen Kreise kennzeichnen die Proben mit teilweiser Fehlorientierung. (b) K_U von $(2 \text{ nm } (\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2/4 \text{ nm } \text{Au}_x\text{Cu}_{100-x})_n$ -Vielschichtsystemen mit 17 (Quadrate) oder 20 (Kreis) Wiederholungen in Abhängigkeit des lateralen Gitterparameters der $\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$ -Zwischenlagen. Die blaue Kurve zeigt die erwartete tetragonale Dehnung im Falle eines kohärenten Wachstums der Fe-Co-B-Lagen bei Annahme des lateralen Gitterparameter $a_{\text{Au-Cu}}$ und konstantem Einheitszellenvolumen.

gleichbleibend hohe Werte um $0,95 \text{ MJ/m}^3$ annimmt. Dieses Ergebnis bestätigt erneut die Beobachtungen an Fe-Co-C-Einzelschichten, bei denen die Wahl des Gitterparameters der Pufferschicht ebenfalls keinen Einfluss auf K_U hat (Abschnitt 5.1.3). Da die im vorangehenden Abschnitt vorgestellten RHEED-Messungen jedoch auf eine Dehnung der Fe-Co-B-Lagen in den Vielschichtsystemen, zumindest während der Abscheidung, hindeuten, können mehrere Erklärungen für die pufferschichtunabhängigen K_U -Werte in Betracht kommen:

1. Die zum Zeitpunkt der Abscheidung der Fe-Co-B-Lagen noch vorhandene tetragonale Verzerrung des Gitters relaxiert während der folgenden weiteren Abscheidung komplett bis auf die auch in dickeren Schichten nachgewiesene geringe spontane Dehnung. Die hohe Versetzungsdichte in den PLD-abgeschiedenen Schichten (vgl. Abb. 5.4, S. 57) könnte eine solche vollständige Relaxation erleichtern. Wie TEM-Untersuchungen der Grenzflächen, an denen keine erhöhte tetragonale Dehnung nachgewiesen werden konnte (siehe z. B. Abb. 5.5, S. 58), zeigten, relaxieren Einzelschichten auf diese Weise.
2. An der Grenzfläche zu den $\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$ -Zwischenlagen werden die Fe-Co-B-Lagen zwar gedehnt, der Dehnungszustand ist jedoch unabhängig vom lateralen Gitterparameter der Zwischenlagen. Die RHEED-Untersuchungen deuten darauf hin, dass der Abbau der Verspannung stets von einer Symmetrie nahe eines kfz-Gitters aus-

geht. Die hohen c/a -Verhältnisse der Fe-Co-B-Lagen (Abb. 6.7(a)) während der Abscheidung übersteigen die erwartete Dehnung bei kohärentem Wachstum (blaue Kurve in Abb. 6.8(b)) deutlich. Die Messungen belegen somit, dass für die untersuchten Schichtarchitekturen die Modellvorstellung, dass der Dehnungszustand über das Gitter der zugrundeliegenden Zwischenlagen oder Pufferschicht beeinflussbar ist, nicht zutrifft.

3. Der in den Fe-Co(-B)-Lagen induzierte Dehnungszustand hat keinen wesentlichen Einfluss auf die gemessene magnetische Anisotropie, da der Beitrag der Grenzflächenanisotropie diesen deutlich überwiegt. Dieses Ergebnis folgt nicht den bisherigen theoretischen Vorhersagen, die einen starken Einfluss der tetragonalen Dehnung beschreiben [15, 27, 28]. Die DFT-Berechnungen bezogen sich jedoch stets auf ideale gedehnte Gitter ohne den Einfluss der Grenzflächen zu berücksichtigen. Der Beitrag der Grenzflächen wird im Folgenden detailliert diskutiert.

Ermittlung der Grenzflächenbeiträge zur magnetischen Anisotropie

Die Grenzflächen der Fe-Co-B-Lagen zu den Au-Cu-Zwischenlagen bewirken einen bedeutenden Beitrag zur senkrechten magnetischen Anisotropie, unabhängig davon, ob dieser auf eine induzierte Dehnung oder auf Änderungen der elektronischen Zustandsdichte zurückgeht. Die Architektur der Vielschichten ermöglicht eine genaue Trennung des auf die Au-Cu-Grenzflächen zurückzuführenden Beitrages zur Grenzflächenanisotropie K_{GF} vom Beitrag der freien Oberfläche. Der Anteil Letzterer verschwindet in einem Vielschichtsystem mit der hier angewandten Architektur (Abb. 6.1), da es ausschließlich Fe-Co-B/Au-Cu-Grenzflächen aufweist und keine freien Oberflächen der Fe-Co-B-Lagen enthält. Aus einer linearen Anpassung der Auftragung von $K_U \cdot d_{Fe-Co-B}$ einer Dickenserie von Vielschichtsystemen über die Lagendicke $d_{Fe-Co-B}$ (Abb. 6.9) ergibt sich der Grenzflächenbeitrag $K_{GF} = 0,66 \pm 0,17 \text{ mJ/m}^2$. Unter Annahme gleicher Anteile der jeweils oberen und unteren Grenzfläche der Fe-Co-B-Lagen beträgt der auf eine einzige Grenzfläche bezogene Beitrag $K_{GF}/2 = 0,33 \text{ mJ/m}^2$. In diese Berechnung gingen jedoch auch Vielschichtsysteme mit Lagendicken von lediglich 1,25 und 2,5 nm ($d_{Fe-Co-B} = d_{Au-Cu}$) ein, deren geringe Zwischenlagendicken, wie in Abschnitt 6.1 erklärt, zu fehlorientiertem Wachstum führen. Die Vielschichtsysteme mit den dünnsten Lagen haben also mit hoher Wahrscheinlichkeit keine vollständige (001)-Textur. Der genannte Wert für K_{GF} berücksichtigt also keine Unterschiede zwischen unterschiedlich orientierten Grenzflächen. Da dennoch ein linearer Zusammenhang beobachtet wird, scheint die Orientierung nicht entscheidend zu sein (Abb. 6.9).

Um Einflüsse der Grenzflächenorientierung auszuschließen, wurden Vielschichtsysteme mit nominellen Lagendicken von $d_{Fe-Co-B} = 2 \text{ nm}$ und $d_{Au-Cu} = 4 \text{ nm}$ und hoher Qualität der

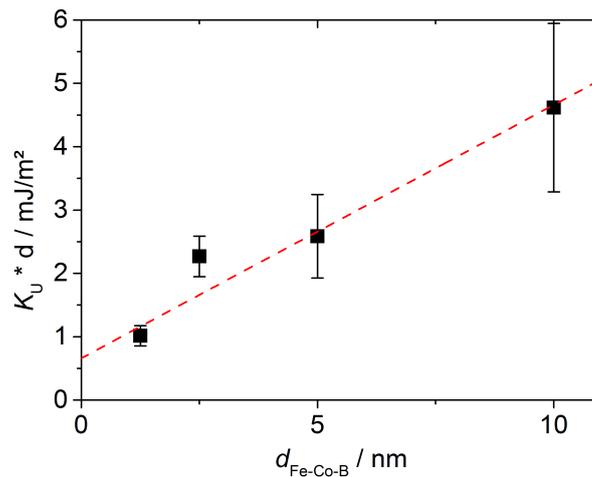


Abb. 6.9 – Auftragung und lineare Anpassung von $K_U \cdot d_{\text{Fe-Co-B}}$ über die Lagendicke $d_{\text{Fe-Co-B}}$ von $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2/\text{Au}_{53}\text{Cu}_{47}$ -Vielschichtsystemen mit einheitlichen Lagendicken ($d_{\text{Fe-Co-B}} = d_{\text{Au-Cu}}$).

(001)-Orientierung präpariert und magnetisch charakterisiert (Abb. 6.8(b)). Unter Annahme eines konstanten Volumenbeitrages K'_U von $0,4 \text{ MJ/m}^3$, entsprechend dem Ergebnis der Untersuchungen an dickeren Schichten (Abb. 5.13, S. 71), ergibt sich K_{GF} nach Umstellung von Gl. 5.4 (S. 74) und unter Einbezug der mit Reflektometrie bestimmten realen Fe-Co-B-Lagendicken von $1,5 \text{ nm}$ als $0,41 \text{ mJ/m}^2$. Dieser Wert übertrifft den aus den dickenabhängigen Messungen erhaltenen ($0,33 \text{ mJ/m}^2$, Abb. 6.9) leicht. Beide ermittelten Werte sind in guter Übereinstimmung mit dem von Warnicke et al. angegebenen Wert für Fe-Co/Pt-Vielfachschichtsysteme [87] von $0,38 \text{ mJ/m}^2$. Da Pt nur ein Valenzelektron weniger als die Legierung Au-Cu hat, sollte sich der elektronische Einfluss von Fe-Co/Pt-Grenzflächen nur wenig von den hier betrachteten Fe-Co-B/Au-Cu-Grenzflächen unterscheiden. Die hier an Vielschichtsystemen bestimmten Werte der Grenzflächenanisotropie sind jedoch deutlich geringer als der nach der Auswertung an Fe-Co-C-Einzelschichten in Abschnitt 5.1.3 geschätzte Wert $K_{\text{GF}}/2 = 0,9 \text{ mJ/m}^2$, bei dem nicht zwischen dem Beitrag der Grenzfläche zur Pufferschicht und dem der freien Oberfläche unterschieden wurde. Mit dem an den Vielschichtsystemen bestimmten Wert der Grenzflächenanisotropie von $0,41 \text{ mJ/m}^2$ kann zwischen den beiden Anisotropiebeiträgen unterschieden werden. Für die freien Oberflächen ergibt sich demnach ein Beitrag von etwa $1,4 \text{ mJ/m}^2$. Die von Urquhart et al. [137] ermittelte Oberflächenanisotropie einer freien Fe(001)-Oberfläche von $0,96 \text{ mJ/m}^2$ wird in den hier betrachteten Fe-Co(-X)-Schichten damit deutlich übertroffen.

Diese Quantifizierung der Grenz- und Oberflächenbeiträge steht im klaren Gegensatz zu der Interpretation bisheriger Arbeiten zu ultradünnen Fe-Co-Einzelschichten [19–23, 172], die eine hohe magnetokristalline Anisotropie stets einer über Pufferschichten induzierten

Dehnung zugeschrieben. Die vorliegende Arbeit zeigt jedoch, dass eine induzierte Dehnung einen vernachlässigbaren Einfluss auf die magnetische Anisotropie hat, die kaum vom Gitterparameter der gewählten Pufferschicht abhängt. Die Angaben zu den tatsächlich vorliegenden Dehnungen des Fe-Co sind in den bisherigen Veröffentlichungen ungenau oder sogar widersprüchlich, wenn sie mit den erwarteten Werten gemäß dem Konzept des epitaktischen Bain-Pfades verglichen werden. Auffällig ist beispielsweise, dass für Vielschichtsysteme mit Pt-Zwischenlagen und starker senkrechter magnetischer Anisotropie sehr hohe c/a -Verhältnisse zwischen 1,2 und 1,32 angegeben wurden [86, 88], obwohl $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ bei kohärentem Wachstum auf Pt unter konstantem Volumen der Einheitszelle lediglich eine tetragonale Dehnung mit $c/a = 1,08$ aufweisen sollte. Qualitativ sind diese Messungen der tetragonalen Dehnung in Übereinstimmung mit den hier vorgestellten Vielschichtsystemen, die ebenfalls c/a -Verhältnisse um 1,3 besitzen und somit die laut dem Bain-Pfad erwartete Dehnung übertreffen (vgl. Abb. 6.7(a)). Die hohen c/a -Werte der Vielschichtsysteme mit Pt-Zwischenlagen [86, 88] bestätigen die Vermutung, dass auf Pufferschichten mit kfz-Gitterstruktur gewachsene Fe-Co(-X)-Schichten stets in ähnlich gedehntem Zustand aufwachsen. Diese pufferschichtunabhängige Gitterdehnung und elektronische Effekte an den Grenzflächen tragen mit hohem Anteil zur magnetischen Anisotropie der Schichten bei. Ihre Beiträge können jedoch mit den hier und den in den zitierten Arbeiten verwendeten experimentellen Methoden nicht voneinander getrennt werden.

Der entscheidende Beitrag zur magnetischen Anisotropie von Einzelschichten rührt jedoch von der freien Oberfläche des Fe-Co(-X) her, auch wenn diese teilweise mit einem Oxid bedeckt sein kann, und ist unabhängig von der Grenzfläche und somit der Pufferschicht. In Vielschichtsystemen gibt es diesen Beitrag nicht.

Bewertung der Vielschichtsysteme in Bezug auf ihre magnetischen Eigenschaften

In Vielschichtsystemen mit 2 nm Fe-Co-B-Lagendicke kann die maximale senkrechte magnetische Anisotropie von Einzelschichten gleicher Dicke (vgl. Abb. 5.13) nahezu erreicht werden, wenn sie als Anisotropieenergiedichte der magnetischen Lagen verstanden und auf deren Volumen bezogen wird. Bezüglich der Diskussion der Vielschichtsysteme als mögliche Dauermagnete muss jedoch das Gesamtvolumen der Schichtpakete einbezogen werden. Dieses reduziert sowohl die Anisotropie als auch die Magnetisierung deutlich. Das magnetische Gesamtmoment wird zwar durch die Wiederholung der Fe-Co-B und der Au-Cu-Zwischenlagen um den Faktor n erhöht. Es muss jedoch berücksichtigt werden, dass mit steigender Dicke der paramagnetischen Zwischenlagen die effektive Magnetisierung des Schichtpaketes, also das auf das Gesamtvolumen bezogene magnetische Moment,

$$M_{\text{eff}} = M_{\text{Fe-Co}} \cdot \frac{d_{\text{Fe-Co}}}{d_{\text{Zwischenlage}} + d_{\text{Fe-Co}}} \quad , \quad (6.1)$$

deutlich abnimmt. Bei der optimalen Zwischenlagendicke von 4 nm, die für epitaktisches Wachstum bis zu Gesamtdicken von über 100 nm erforderlich ist, beträgt M_{eff} deshalb nur noch ein Drittel des Wertes einer Einzelschicht. Die magnetische Anisotropie K_{U} skaliert im gleichen Maße. Durch die Notwendigkeit der Zwischenlagen verliert Fe-Co somit sowohl den Vorteil der hohen Magnetisierung als auch den der hohen magnetischen Anisotropie. Da das theoretisch erreichbare maximale Energieprodukt $BH_{\text{th,max}}$ mit M_{S}^2 skaliert, können die hier vorgestellten Vielschichtsysteme nur etwa ein Neuntel des theoretisch möglichen Wertes von Einzelschichten erreichen und bieten deshalb keine vielversprechende Perspektive im Anwendungsbereich von Permanentmagneten. Tabelle 6.1 stellt die erreichten und auf das Volumen bezogenen Werte für die uniaxiale magnetische Anisotropiekonstante, die magnetische Sättigung und das theoretische maximale Energieprodukt der Vielschichtsysteme denen einer $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Einzelschicht gegenüber und unterstreicht damit die vorangegangenen Überlegungen.

Bei größeren Probenvolumen wäre der Materialpreis für die Zwischenlagenlegierungen ein weiterer Nachteil der Vielschichtsysteme. Wenn es durch Wahl einer geeigneten Architektur gelänge, K_{U} über den Wert der Formanisotropie K_{S} zu erhöhen, also eine leichte Richtung der Magnetisierung senkrecht zur Schichtoberfläche einzustellen, kämen eventuell Anwendungen im kleinskaligen Bereich in Frage. Trotz der aufgeführten Gründe, die gegen die praktische Nutzung der Vielschichtsysteme sprechen, stellen diese ein für die Untersuchung der physikalisch und materialwissenschaftlich relevanten Vorgänge an den Grenzflächen der Fe-Co(-X)-Schichten sehr geeignetes Modell- und Bezugssystem dar.

Tab. 6.1 – Vergleich der magnetischen Kennwerte einer 100 nm dicken $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Einzelschicht und eines (2 nm $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2$ /4 nm $\text{Au}_{46}\text{Cu}_{54}$)-Vielschichtsystems mit 17 Wiederholungen, also nominell 102 nm Gesamtdicke. Die Werte für K_{U} und $\mu_0 M_{\text{S}}$ des Vielschichtsystems sind auf das technologisch relevante Schichtvolumen, die Zwischenlagen einschließlich, bezogen.

	$K_{\text{U}} / \text{MJ/m}^3$	$\mu_0 M_{\text{S}} / \text{T}$	$BH_{\text{th,max}} / \text{kJ/m}^3$
Einzelschicht	0,44	2,1	880
Vielschichtsystem	0,33	0,7	90

7 Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wurde der Einfluss einer Zulegierung kleiner Atome (X bzw. Y) sowie die Auswirkung von Pufferschichten mit unterschiedlichen Gitterparametern auf die strukturellen und magnetischen Eigenschaften von Fe-Co(-X-Y)-Schichten untersucht. Messungen der hochenergetischen Elektronenbeugung (RHEED) erfolgten bereits *in situ* während der Herstellung an den mittels gepulster Laserabscheidung präparierten Schichten. Nach der Abscheidung erfolgte die Charakterisierung durch Methoden der Röntgendiffraktometrie, abbildende Verfahren (AFM, MFM, TEM), Verfahren zur Bestimmung der Zusammensetzung (EDX, AES, XPS) sowie verschiedene Methoden der magnetischen Eigenschaftsbestimmung (VSM, AHE, XMCD, FMR).

Zur Untersuchung der in Fe-Co-Dünnschichten induzierten Dehnung eignen sich besonders laserabgeschiedene $\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$ -Pufferschichten, da deren lateraler Gitterparameter gezielt über die Stöchiometrie der Schichten eingestellt werden kann. RHEED-Messungen zeigen jedoch, dass eine über die Pufferschicht in Fe-Co(-X) induzierte Dehnung innerhalb der ersten abgeschiedenen Nanometer Schichtdicke unter der Bildung von Stufenversetzungen relaxiert. Binäres Fe-Co besitzt nach Abschluss der Relaxation eine kubische (krz-)Symmetrie mit verschwindend kleiner magnetokristalliner Anisotropie.

In ternären Fe-Co-X-Schichten kann durch eine Zulegierung kleiner Atome X wie Kohlenstoff, Bor oder Stickstoff eine tetragonale Dehnung der Einheitszelle auch in dickeren Schichten stabilisiert werden. Ein X-Gehalt von 2 at% bedingt c/a -Verhältnisse von etwa 1,03, unabhängig davon, welches der drei genannten Elemente X ist. Da diese Verzerrung bis zu einer Schichtdicke von mindestens 100 nm nicht relaxiert, kann von einer spontanen Dehnung, d. h. von tetragonalen (meta-)stabilen Fe-Co-X-Phasen, gesprochen werden. Die strukturellen Messungen weisen indirekt nach, dass die X-Atome im Fe-Co-Gitter vorwiegend Oktaederlücken entlang einer bevorzugten Achse einnehmen, die in der Folge uniaxial gedehnt wird. Dies ist in Übereinstimmung mit Vorhersagen auf Grundlage der DFT [28]. Wenn die gedehnte Achse, wie hier, entlang der Schichtsenkrechten ausgerichtet ist, wird nur eine tetragonale Variante beobachtet. Im Fall von B-Zulegierung kann mit steigendem X-Gehalt die tetragonale Dehnung c/a bis auf etwa 1,05 erhöht werden. Bei Übersättigung der Fe-Co-Schichten mit X-Atomen verringert sich jedoch deren Kristallinität und es kommt zu einer teilweisen Amorphisierung. In Fe-Co-B mit 10 at% B werden zudem zwei unterschiedlich stark gedehnte nanokristalline Phasen beobachtet.

Die spontan gedehnten Fe-Co-X-Schichten besitzen eine magnetokristalline Anisotropie mit einer leichten Richtung der Magnetisierung entlang der gedehnten c -Achse. Die uniaxiale Anisotropiekonstante beträgt bis zu $0,5 \text{ MJ/m}^3$ und bestätigt damit theoretische Vorhersagen für Fe-Co-Legierungen mit geringem X-Gehalt. Die Messung erhöhter Bahnmomente in gedehntem Fe-Co-X bestätigt die durch verstärkte Spin-Bahn-Wechselwirkung erhöhte magnetokristalline Anisotropie. Ab einer kritischen Schichtdicke von etwa 40 nm bewirkt die hohe senkrechte magnetokristalline Anisotropie in $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -Schichten mit 2 at\% C lokal eine senkrechte Ausrichtung der Magnetisierung zur Schichtoberfläche, was sich in der Ausbildung einer Streifendomänenkonfiguration äußert. Mit steigendem X-Gehalt bewirkt der Rückgang der Kristallinität jedoch ein Verschwinden der magnetokristallinen Anisotropie, auch wenn tetragonal gedehntes Fe-Co-X weiter nachweisbar bleibt. Fe-Co-X-Schichten mit starker magnetokristalliner Anisotropie erfordern demzufolge nicht nur eine tetragonale Dehnung, sondern gleichzeitig eine ausreichende Kristallinität.

Im Rahmen der Arbeit untersuchte quaternäre Fe-Co-X-Y-Schichten mit 4 at\% Anteil der genannten kleinen Atome folgen den gleichen Mechanismen, wie sie für ternäre Fe-Co-X-Schichten beschrieben wurden. Bei Beteiligung von Stickstoff kann ein c/a -Verhältnis von bis zu $1,09$ erreicht werden. Die Kristallinität nimmt jedoch sehr stark ab, so dass in quaternärem Fe-Co-X-Y keine signifikanten Verbesserungen in Bezug auf die magnetische Anisotropie erreicht wurden. Da diese Legierungen dennoch Potential zur Optimierung der Eigenschaften besitzen, sollten effizientere kombinatorische Untersuchungen in Erwägung gezogen werden.

Neben der beschriebenen dehnungsbedingten magnetokristallinen Anisotropie, die dickenunabhängig auftritt, zeigen ultradünne Fe-Co(-X)-Schichten einen bedeutenden Beitrag zur senkrechten Anisotropie, der an die Grenzflächen gebunden ist. Untersuchungen an $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2/\text{Au}_x\text{Cu}_{100-x}$ -Vielschichtsystemen führen beim Vergleich mit den Ergebnissen von Einzelschichten zu dem Ergebnis, dass der Grenzflächenbeitrag nicht vom lateralen Gitterparameter der Puffer- bzw. Zwischenschichten abhängt, sondern einen elektronischen Ursprung haben muss. In Einzelschichten, die über nur zwei Grenzflächen verfügen, ist der Beitrag der freien, aber eventuell oxidierten Oberfläche zur senkrechten Anisotropie deutlich höher als der der Grenzfläche zur Pufferschicht. Während der Beitrag der Au-Cu-Grenzflächen die Größenordnung $0,4 \text{ mJ/m}^2$ besitzt, übersteigt der der Oberfläche 1 mJ/m^2 .

In Hinblick auf mögliche Anwendungen der beschriebenen Legierungen als hartmagnetische Werkstoffe konnten noch weitere Herausforderungen identifiziert werden. Die spontane tetragonale Dehnung und folglich die magnetokristalline Anisotropie der Fe-Co-X-Legierungen bleiben hinter den theoretischen Vorhersagen auf Grundlage der DFT zurück [27, 28], die von einer ausschließlichen und deshalb idealen Besetzung der Oktaederlücken entlang der c -Achse durch X-Atome ausgehen. Durch eine geeignete Wahl

von Abscheideparametern und Zusammensetzung könnten die experimentell erreichten Maximalwerte von Dehnung und K_U weiter erhöht werden. Der aussichtsreichste Parameter dürfte hierbei die Temperatur sein, die einerseits nicht zu niedrig gewählt sein sollte, um eine diffusionsgesteuerte Anordnung der Zwischengitteratome zu ermöglichen, andererseits aber nicht zu hoch sein sollte, um eine Entmischung in die nahezu X-freien Gleichgewichtsphasen zu verhindern. Eine wesentliche Herausforderung bleibt auch die Skalierung der Abmessungen der texturierten Kristalle zu möglichst massiven Werkstoffen, um den Einfluss der Formanisotropie auszuschalten. Dabei müssen geeignete alternative Herstellungsmethoden angestrebt werden. Die hier genutzte gepulste Laserabscheidung ist aufgrund der zu geringen Abscheideraten schwer skalierbar. Dennoch sollte eine Methode gewählt werden, die nicht im thermodynamischen Gleichgewicht arbeitet, damit eine Entmischung der X-Atome von Fe-Co verhindert wird.

Die Notwendigkeit der weiteren Optimierung der magnetokristallinen Anisotropie wird anhand der theoretisch möglichen maximalen Koerzitivfeldstärke eines Permanentmagneten der Zusammensetzung $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{B}_2$ mit $K_U = 0,5 \text{ MJ/m}^3$ deutlich. Nach Gl. 2.5 (S. 8) beträgt das maximale $\mu_0 H_C$ zwar 0,6 T, erreicht jedoch nicht die für Permanentmagnete wichtige Grenze von $\frac{1}{2}\mu_0 M_S$, die für ein optimales Energieprodukt $BH_{\text{th,max}}$ überschritten werden muss. Zur Einstellung einer nur annähernd so hohen Koerzitivfeldstärke in einem realen Werkstoff wäre außerdem eine aufwändige Gefügeoptimierung erforderlich.

Die untersuchten Vielschichtsysteme, die zur Gewährleistung der epitaktischen Beziehung zwischen den einzelnen Lagen Au-Cu-Zwischenlagen mit einer Mindestdicke von 4 nm erforderten, eignen sich aufgrund der geringen auf ihr Gesamtvolumen bezogenen Magnetisierung und Anisotropie auch bei weiterer Skalierung nicht für Dauermagnetanwendungen. Im Rahmen dieser Arbeit ermöglichten sie jedoch eine Quantifizierung der unterschiedlichen Grenzflächenbeiträge zur gemessenen magnetischen Anisotropie. Da ein bedeutender Beitrag der freien Oberfläche der Fe-Co(-X)-Schichten nachgewiesen wurde, sind Architekturen mit sehr großem Anteil freier Oberflächen eine interessante Option für die Einstellung hoher senkrechter Anisotropien. Auch hier sind alternative Abscheidemethoden gefragt.

Weiterhin könnten die im Rahmen dieser Arbeit gewonnenen Erkenntnisse der Mechanismen der Gitterdehnung Relevanz für andere Legierungssysteme besitzen. Die Einstellung einer tetragonalen Symmetrie und eine daran gekoppelte hohe magnetokristalline Anisotropie sollte prinzipiell auf weitere Legierungen mit kubischer Kristallstruktur übertragbar sein. Es kann erwartet werden, dass B-, C- oder N-Atome auch in bei Raumtemperatur abgeschiedenen Fe-Ni-, Mn-Al- oder Fe-Ga-Schichten eine tetragonale Dehnung bewirken. Erhöhte magnetokristalline Anisotropien unabhängig von den durch Wärmebehandlung eingestellten geordneten Phasen sind vorstellbar.

Literaturverzeichnis

- [1] *Climate Change 2014: Synthesis Report*, Intergovernmental Panel on Climate Change (IPCC), Genf (2014).
- [2] *Abschlussklärung G7-Gipfel*, Schloss Elmau (2015)
https://www.g7germany.de/Content/EN/_Anlagen/G7/2015-06-08-g7-abschluss-deu.html.
- [3] T. KLAUS, C. VOLLMER, K. WERNER, H. LEHMANN, K. MÜSCHEN, *Energieziel 2050: 100% Strom aus erneuerbaren Quellen*, Umweltbundesamt Dessau-Roßlau (2010).
- [4] UMWELTBUNDESAMT, *Deutsche verbrauchen zu viele Hi-Tech-Metalle*, Presseinformation 43/12 (2012).
- [5] W. ZITTEL, J. ZERHUSEN, M. ZERTA, N. ARNOLD, *Fossile und Nukleare Brennstoffe – die künftige Versorgungssituation*, Energy Watch Group, Berlin (2013).
- [6] D. COUMOU, S. RAHMSTORF, *A decade of weather extremes*, Nature Climate Change 2, 491 (2012).
- [7] D. COUMOU, A. ROBINSON, S. RAHMSTORF, *Global increase in record-breaking monthly-mean temperatures*, Climatic Change 118, 771 (2013).
- [8] A. BACHEM, C. BUCHAL, *Energiewende - quo vadis?*, Physik-Journal 12, 33 (2013).
- [9] F. RONNING, S. BADER, *Rare earth replacement magnets*, Journal of Physics: Condensed Matter 26, 060301 (2014).
- [10] K. BOURZAC, *The Rare-Earth Crisis*, Technology Review 114, 58 (2011).
- [11] J. COEY, *Hard Magnetic Materials: A Perspective*, IEEE Transactions on Magnetics 47, 4671 (2011).
- [12] D. I. BARDOS, *Mean Magnetic Moments in bcc Fe-Co Alloys*, Journal of Applied Physics 40, 1371 (1969).
- [13] R. VICTORA, L. FALICOV, *Calculated Magnetization of Iron-Cobalt Disordered Alloys*, Physical Review B 30, 259 (1984).
- [14] P. JAMES, O. ERIKSSON, B. JOHANSSON, I. A. ABRIKOSOV, *Calculated magnetic properties of binary alloys between Fe, Co, Ni, and Cu*, Physical Review B 59, 419 (1999).
- [15] T. BURKERT, L. NORDSTROM, O. ERIKSSON, O. HEINONEN, *Giant magnetic anisotropy in tetragonal FeCo alloys*, Physical Review Letters 93, 027203 (2004).

- [16] C. NEISE, S. SCHÖNECKER, M. RICHTER, K. KOEPERNIK, H. ESCHRIG, *The effect of chemical disorder on the magnetic anisotropy of strained Fe–Co films*, *Physica Status Solidi B* 248, 2398 (2011).
 - [17] I. TUREK, J. KUDRNOVSKÝ, K. CARVA, *Magnetic anisotropy energy of disordered tetragonal Fe-Co systems from ab initio alloy theory*, *Physical Review B* 86, 174430 (2012).
 - [18] J. W. SHIH, *Magnetic Properties of Iron-Cobalt Single Crystals*, *Physical Review* 46, 139 (1934).
 - [19] A. WINKELMANN, M. PRZYBYLSKI, F. LUO, Y. SHI, J. BARTHEL, *Perpendicular Magnetic Anisotropy Induced by Tetragonal Distortion of FeCo Alloy Films Grown on Pd(001)*, *Physical Review Letters* 96, 257205 (2006).
 - [20] F. LUO, X. L. FU, A. WINKELMANN, M. PRZYBYLSKI, *Tuning the perpendicular magnetic anisotropy in tetragonally distorted Fe_xCo_{1-x} alloy films on Rh(001) by varying the alloy composition*, *Applied Physics Letters* 91, 262512 (2007).
 - [21] F. YILDIZ, F. LUO, C. TIEG, R. M. ABRUDAN, X. L. FU, A. WINKELMANN, M. PRZYBYLSKI, J. KIRSCHNER, *Strongly Enhanced Orbital Moment by Reduced Lattice Symmetry and Varying Composition of $Fe_{1-x}Co_x$ Alloy Films*, *Physical Review Letters* 100, 037205 (2008).
 - [22] B. LAO, J. W. JUNG, M. SAHASHI, *Strong Perpendicular Uniaxial Magnetic Anisotropy in Tetragonal $Fe_{0.5}Co_{0.5}$ Films of Artificially Ordered B2 State*, *IEEE Transactions on Magnetics* 50, 1 (2014).
 - [23] F. YILDIZ, M. PRZYBYLSKI, J. KIRSCHNER, *Volume contribution to perpendicular anisotropy in $Fe_{0.5}Co_{0.5}$ alloy films on Pd(001), Ir(001), and Rh(001)*, *Journal of Applied Physics* 105, 07E129 (2009).
 - [24] F. YILDIZ, M. PRZYBYLSKI, X.-D. MA, J. KIRSCHNER, *Strong perpendicular anisotropy in $Fe_{1-x}Co_x$ alloy films epitaxially grown on mismatching Pd(001), Ir(001), and Rh(001) substrates*, *Physical Review B* 80, 064415 (2009).
 - [25] L. REICHEL, G. GIANNOPOULOS, S. KAUFFMANN-WEISS, M. HOFFMANN, D. POHL, A. EDSTRÖM, S. OSWALD, D. NIARCHOS, J. RUSZ, L. SCHULTZ, S. FÄHLER, *Increased magnetocrystalline anisotropy in epitaxial Fe-Co-C thin films with spontaneous strain*, *Journal of Applied Physics* 116, 213901 (2014).
 - [26] S. KAUFFMANN-WEISS, S. HAMANN, L. REICHEL, A. SIEGEL, V. ALEXANDRAKIS, R. HELLER, L. SCHULTZ, A. LUDWIG, S. FÄHLER, *The Bain library: A Cu-Au buffer template for a continuous variation of lattice parameters in epitaxial films*, *APL Materials* 2, 046107 (2014).
 - [27] E. K. DELCZEG-CZIRJAK, A. EDSTRÖM, M. WERWIŃSKI, J. RUSZ, N. V. SKORODUMOVA, L. VITOS, O. ERIKSSON, *Stabilization of the tetragonal distortion of Fe_xCo_{1-x} alloys by C impurities: A potential new permanent magnet*, *Physical Review B* 89, 144403 (2014).
-

- [28] L. REICHEL, L. SCHULTZ, D. POHL, S. OSWALD, S. FÄHLER, M. WERWIŃSKI, A. EDSTRÖM, E. K. DELCZEG-CZIRJAK, J. RUSZ, *From soft to hard magnetic Fe-Co-B by spontaneous strain: A combined first principle and thin film study*, Journal of Physics: Condensed Matter 476002 (2015).
- [29] B. PREDEL, *Co-Fe (Cobalt-Iron)*, in O. MADELUNG (Hrsg.), *Landolt-Börnstein - Group IV Physical Chemistry*, Springer-Verlag, Heidelberg (1993).
- [30] W. B. PEARSON, in G. V. RAYNOR (Hrsg.), *A Handbook of Lattice Spacing and Structures of Metals and Alloys, International series of monographs on metal physics and physical metallurgy*, Band Vol. 4, Pergamon Press, Oxford (1958).
- [31] W. C. ELLIS, E. S. GREINER, *Equilibrium relations in the solid state of the iron-cobalt system*, Transactions of the American Society of Metals 29, 415 (1941).
- [32] D. W. CLEGG, R. A. BUCKLEY, *The Disorder \rightarrow Order Transformation in Iron-Cobalt-Based Alloys*, Metal Science 7, 48 (1973).
- [33] I. OHNUMA, H. ENOKI, O. IKEDA, R. KAINUMA, H. OHTANI, B. SUNDMAN, K. ISHIDA, *Phase equilibria in the Fe-Co binary system*, Acta Materialia 50, 379 (2002).
- [34] R. C. O'HANDLEY, *Modern Magnetic Materials - Principles and Applications*, John Wiley & Sons, New York (2000).
- [35] T. SOURMAIL, *Near equiatomic FeCo alloys: Constitution, mechanical and magnetic properties*, Progress in Materials Science 50, 816 (2005).
- [36] R. C. HALL, *Magnetic Anisotropy and Magnetostriction of Ordered and Disordered Cobalt-Iron Alloys*, Journal of Applied Physics 31, S157 (1960).
- [37] R. C. O'HANDLEY, C.-P. CHOU, N. DECRISTOFARO, *High induction low loss metallic glasses*, Journal of Applied Physics 50, 3603 (1979).
- [38] M. K. MINOR, T. M. CRAWFORD, T. J. KLEMMER, Y. PENG, D. E. LAUGHLIN, *Stress dependence of soft, high moment and nanocrystalline FeCoB films*, Journal of Applied Physics 91, 8453 (2002).
- [39] E. DU TRÉMOLET DE LACHEISSERIE, D. GIGNOUX, M. SCHLENKER, *Magnetism - Fundamentals*, Springer Science, New York (2005).
- [40] A. HUBERT, R. SCHÄFER, *Magnetic Domains: The Analysis of Magnetic Microstructures*, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg (1998).
- [41] M. FARLE, *Ferromagnetic resonance of ultrathin metallic layers*, Reports on Progress in Physics 61, 755 (1998).
- [42] P. BRUNO, *Physical origins and theoretical models of magnetic anisotropy*, in P. DEDERICHS, P. GRÜNBERG, W. ZINN (Hrsg.), *Magnetismus von Festkörpern und Grenzflächen*, 24. IFF-Ferienkurs, Forschungszentrum Jülich (1993).
- [43] F. PFEIFER, C. RADELOFF, *Soft magnetic Ni-Fe and Co-Fe alloys - some physical and metallurgical aspects*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 19, 190 (1980).
-

-
- [44] E. C. STONER, E. P. WOHLFARTH, *A Mechanism of Magnetic Hysteresis in Heterogeneous Alloys*, Philosophical Transactions of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences 240, 599 (1948).
- [45] J. F. HERBST, J. J. CROAT, *Neodymium-iron-boron permanent magnets*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 100, 57 (1991).
- [46] C. BRAN, E. M. PALMERO, R. P. DEL REAL, M. VÁZQUEZ, *CoFeCu electroplated nanowire arrays: Role of composition and annealing on structure and magnetic properties*, Physica Status Solidi A 211, 1076 (2014).
- [47] C. BRAN, E. M. PALMERO, Z.-A. LI, R. P. D. REAL, M. SPASOVA, M. FARLE, M. VÁZQUEZ, *Correlation between structure and magnetic properties in Co_xFe_{100-x} nanowires: the roles of composition and wire diameter*, Journal of Physics D: Applied Physics 48, 145304 (2015).
- [48] P. BRUNO, *Tight-binding approach to the orbital magnetic moment and magneto-crystalline anisotropy of transition-metal monolayers*, Physical Review B 39, 865 (1989).
- [49] J. ANS, E. LAX, in R. BLACHNIK (Hrsg.), *Taschenbuch für Chemiker und Physiker*, Band Elemente, anorganische Verbindungen und Materialien, 4. Auflage, Springer-Verlag, Berlin (1998).
- [50] A. JAKOBSSON, E. ŞAŞIOĞLU, P. MAVROPOULOS, M. LEŽAIĆ, B. SANYAL, G. BIHLMAYER, S. BLÜGEL, *Tuning the Curie temperature of FeCo compounds by tetragonal distortion*, Applied Physics Letters 103, 102404 (2013).
- [51] P. ALIPPI, P. M. MARCUS, M. SCHEFFLER, *Strained Tetragonal States and Bain Paths in Metals*, Physical Review Letters 78, 3892 (1997).
- [52] J. BUSCHBECK, I. OPAHLE, M. RICHTER, U. K. RÖSSLER, P. KLAER, M. KALLMAYER, H. J. ELMERS, G. JAKOB, L. SCHULTZ, S. FÄHLER, *Full Tunability of Strain along the fcc-bcc Bain Path in Epitaxial Films and Consequences for Magnetic Properties*, Physical Review Letters 103, 216101 (2009).
- [53] S. KAUFFMANN-WEISS, M. E. GRUNER, A. BACKEN, L. SCHULTZ, P. ENTEL, S. FÄHLER, *Magnetic Nanostructures by Adaptive Twinning in Strained Epitaxial Films*, Physical Review Letters 107, 206105 (2011).
- [54] E. C. BAIN, *The nature of martensite*, Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers 70, 25 (1924).
- [55] B. ROLDAN CUENYA, M. DOI, S. LÖBUS, R. COURTHS, W. KEUNE, *Observation of the fcc-to-bcc Bain transformation in epitaxial Fe ultrathin films on $Cu_3Au(001)$* , Surface Science 493, 338 (2001).
- [56] D. KIM, J. HONG, *Origin of thickness dependent spin reorientation transition of B2 type FeCo alloy films*, Journal of Applied Physics 114, 213911 (2013).
- [57] J. H. v. D. MERWE, *Crystal Interfaces. Part I. Semi-Infinite Crystals*, Journal of Applied Physics 34, 117 (1963).
-

- [58] F. C. FRANK, J. H. v. D. MERWE, *One-Dimensional Dislocations. II. Misfitting Monolayers and Oriented Overgrowth*, Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences 198, 216 (1949).
- [59] J. W. MATTHEWS, A. E. BLAKESLEE, *Defects in epitaxial multilayers: I. Misfit dislocations*, Journal of Crystal Growth 27, 118 (1974).
- [60] J. W. MATTHEWS, *Defects associated with the accommodation of misfit between crystals*, Journal of Vacuum Science & Technology 12, 126 (1975).
- [61] D. SANDER, R. SKOMSKI, C. SCHMIDTHALS, A. ENDERS, J. KIRSCHNER, *Film Stress and Domain Wall Pinning in Sesquilayer Iron Films on W(110)*, Physical Review Letters 77, 2566 (1996).
- [62] M.-T. LIN, J. SHEN, W. KUCH, H. JENNICHES, M. KLAUA, C. M. SCHNEIDER, J. KIRSCHNER, *Growth, morphology, and crystalline structure of ultrathin Fe films on Cu₃Au(100)*, Surface Science 410, 290 (1998).
- [63] M.-T. LIN, J. SHEN, W. KUCH, H. JENNICHES, M. KLAUA, C. M. SCHNEIDER, J. KIRSCHNER, *Structural transformation and spin-reorientation transition in epitaxial Fe/Cu₃Au(100) ultrathin films*, Physical Review B 55, 5886 (1997).
- [64] M.-T. LIN, J. SHEN, J. GIERGIEL, W. KUCH, H. JENNICHES, M. KLAUA, C. M. SCHNEIDER, J. KIRSCHNER, *Comparison of magnetism and morphology of ultrathin Fe films on Cu(100) and Cu₃Au(100)*, Thin Solid Films 275, 99 (1996).
- [65] M. BJÖRCK, G. ANDERSSON, B. SANYAL, M. HEDLUND, A. WILDES, *Segregation and interdiffusion in (Fe,Co)/Pt superlattices*, Physical Review B 79, 085428 (2009).
- [66] L. SPIESS, G. TEICHERT, R. SCHWARZER, H. BEHNKEN, C. GENZEL, *Moderne Röntgenbeugung - Röntgendiffraktometrie für Materialwissenschaftler, Physiker und Chemiker*, 2. Auflage, Vieweg+Teubner, Wiesbaden (2009).
- [67] W. L. FINK, E. D. CAMPBELL, *Influence of Heat Treatment and Carbon Contents on the Structure of Pure Iron-Carbon Alloys*, Transactions of the American Society for Steel Treating 9, 717 (1926).
- [68] N. SELJAKOW, G. KURDJUMOW, N. GOODTZOW, *Eine röntgenographische Untersuchung der Struktur des Kohlenstoffstahls*, Zeitschrift für Physik 45, 384 (1927).
- [69] P. HAASEN, *Physikalische Metallkunde*, 3. Auflage, Springer-Verlag, Berlin (1994).
- [70] G. V. KURDUMOFF, E. KAMINSKY, *X-Ray Studies of the Structure of Quenched Carbon Steel*, Nature 122, 475 (1928).
- [71] G. V. KURDUMOFF, E. KAMINSKY, *A radiographic study of the structure of hardened carbon steel*, Zeitschrift für Physik 53, 696 (1929).
- [72] G. V. KURDUMOFF, *Martensite crystal lattice, mechanism of austenite-martensite transformation and behavior of carbon atoms in martensite*, Metallurgical Transactions A 7, 999 (1976).
-

- [73] N. AL-ZOUBI, N. V. SKORODUMOVA, A. MEDVEDEVA, J. ANDERSSON, G. NILSON, B. JOHANSSON, L. VITOS, *Tetragonality of carbon-doped ferromagnetic iron alloys: A first-principles study*, Physical Review B 85, 014112 (2012).
- [74] J. P. PERDEW, K. BURKE, M. ERNZERHOF, *Generalized Gradient Approximation Made Simple*, Physical Review Letters 77, 3865 (1996).
- [75] M. WERWIŃSKI, J. RUSZ, E. DELCZEG-CZIRJAK, O. ERIKSSON, *Ab-initio calculations of magnetocrystalline anisotropy of $Fe_{32}X_2$ supercells, where $X = B, C, N$* , Vortrag, Intermag-Konferenz Dresden (2014).
- [76] C. W. SINCLAIR, M. PEREZ, R. G. A. VEIGA, A. WECK, *Molecular dynamics study of the ordering of carbon in highly supersaturated α -Fe*, Physical Review B 81, 224204 (2010).
- [77] G. WILLIAMSON, R. SMALLMAN, *X-Ray Evidence for the Interstitial Position of Carbon in Alpha-Iron*, Acta Crystallographica 6, 361 (1953).
- [78] P. SOUVATZIS, M. I. KATSNELSON, S. SIMAK, R. AHUJA, O. ERIKSSON, P. MOHN, *First-principles prediction of superplastic transition-metal alloys*, Physical Review B 70, 012201 (2004).
- [79] D. NIARCHOS, G. GIANNOPOULOS, M. GJOKA, C. SARAFIDIS, V. PSYCHARIS, J. RUSZ, A. EDSTRÖM, O. ERIKSSON, P. TOSON, J. FIDLER, E. ANAGNOSTOPOULOU, U. SANYAL, F. OTT, L.-M. LACROIX, G. VIAU, C. BRAN, M. VÁZQUEZ, L. REICHEL, L. SCHULTZ, S. FÄHLER, *Toward Rare-Earth-Free Permanent Magnets: A Combinatorial Approach Exploiting the Possibilities of Modeling, Shape Anisotropy in Elongated Nanoparticles, and Combinatorial Thin-Film Approach*, JOM 67, 1318 (2015).
- [80] I. KHAN, J. HONG, *Magnetic anisotropy of C and N doped bulk FeCo alloy: A first principles study*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 388, 101 (2015).
- [81] K. HONDA, S. SAITÔ, *On K. S. Magnet Steel*, Physical Review 16, 495 (1920).
- [82] R. M. BOZORTH, *Ferromagnetism*, D. Van Nostrand Company Inc., New York (1951).
- [83] A. W. SMITH, E. D. CAMPBELL, W. L. FINK, *The Effect of Changes in Total Carbon and in the Condition of Carbides on the Magnetic Properties of Steel*, Physical Review 23, 377 (1924).
- [84] E. D. CAMPBELL, *A study of the correlation of the remanent magnetism and specific resistance of some pure iron-carbon alloys*, Transactions of the Faraday Society 21, 338 (1925).
- [85] G. ANDERSSON, T. BURKERT, P. WARNICKE, M. BJÖRCK, B. SANYAL, C. CHACON, C. ZLOTEA, L. NORDSTRÖM, P. NORDBLAD, O. ERIKSSON, *Perpendicular Magnetocrystalline Anisotropy in Tetragonally Distorted Fe-Co Alloys*, Physical Review Letters 96, 037205 (2006).
-

- [86] G. ANDERSSON, M. BJÖRCK, H. LIDBAUM, B. SANYAL, C. CHACON, C. ZLOTEA, S. VALIZADEH, *Structure of Fe-Co/Pt(001) superlattices: a realization of tetragonal Fe-Co alloys*, Journal of Physics: Condensed Matter 19, 016008 (2007).
- [87] P. WARNICKE, G. ANDERSSON, M. BJÖRCK, J. FERRÉ, P. NORDBLAD, *Magnetic anisotropy of tetragonal FeCo/Pt(001) superlattices*, Journal of Physics: Condensed Matter 19, 226218 (2007).
- [88] G. ANDERSSON, M. BJÖRCK, *Anisotropy Tuning in Tetragonal FeCo Alloys*, Journal of Nanoscience and Nanotechnology 10, 6186 (2010).
- [89] S. FÄHLER, *Der Einfluss der kinetischen Energie der Ionen auf das Wachstum laserdeponierter metallischer Schichten und Schichtpakete: Untersuchungen mit Flugzeitmessungen und RHEED/THEED*, Dissertation, Georg-August-Universität, Göttingen (1998).
- [90] S. FÄHLER, H.-U. KREBS, *Calculations and experiments of material removal and kinetic energy during pulsed laser ablation of metals*, Applied Surface Science 96–98, 61 (1996).
- [91] H.-U. KREBS, *Characteristic properties of laser-deposited metallic systems*, Journal of Non-Equilibrium Processing 10, 3 (1997).
- [92] H. U. KREBS, M. STÖRMER, S. FÄHLER, O. BREMERT, M. HAMP, A. PUNDT, H. TEICHLER, W. BLUM, T. H. METZGER, *Structural properties of laser deposited metallic alloys and multilayers*, Applied Surface Science 109–110, 563 (1997).
- [93] S. FÄHLER, M. WEISHEIT, S. KAHL, K. STURM, H. U. KREBS, *The interface of laser-deposited Fe/Ag multilayers: evidence for the “subsurface growth mode” during pulsed-laser deposition and examination of the bcc-fcc transformation*, Applied Physics A - Materials Science & Processing 69, S459 (1999).
- [94] J. T. CHEUNG, in D. B. CHRISEY, G. K. HUBLER (Hrsg.), *Pulsed Laser Deposition of Thin Films*, John Wiley & Sons, New York (1994).
- [95] S. FÄHLER, M. STÖRMER, H. U. KREBS, *Origin and avoidance of droplets during laser ablation of metals*, Applied Surface Science 109–110, 433 (1997).
- [96] H. FREY, G. KIENLE (Hrsg.), *Dünnschichttechnologie*, VDI-Verlag, Düsseldorf (1987).
- [97] A. LUDWIG, R. ZARNETTA, S. HAMANN, A. SAVAN, S. THIENHAUS, *Development of multifunctional thin films using high-throughput experimentation methods*, International Journal of Materials Research 99, 1144 (2008).
- [98] J. LANGFORD, A. WILSON, *Scherrer after Sixty Years: A Survey and Some New Results in the Determination of Crystallite Size*, Journal of Applied Crystallography 11, 102 (1978).
- [99] M. BIRKHOLZ, *Thin Film Analysis by X-Ray Scattering*, Wiley-VCH Verlag, Weinheim (2006).
- [100] L. REIMER, H. KOHL, *Transmission Electron Microscopy: Physics of Image Formation*, 5. Auflage, Springer Science & Business Media, New York (2008).
-

- [101] F. EGGERT, *Standardfreie Elektronenstrahl-Mikroanalyse mit dem EDX im Rasterelektronenmikroskop*, Books on Demand, Norderstedt (2005).
- [102] E.-D. KLINKENBERG, K.-H. MEIWES-BROER, in H.-J. HUNGER (Hrsg.), *Werkstoffanalytische Verfahren - Eine Auswahl*, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig (1995).
- [103] J. C. RIVIÈRE, *Auger electron spectroscopy*, Contemporary Physics 14, 513 (1973).
- [104] C. R. BRUNDLE, C. A. EVANS, JR., S. WILSON, *Encyclopedia of Materials Characterization: Surfaces, Interfaces, Thin Films*, Butterworth-Heinemann, Stoneham (1992).
- [105] I. HORCAS, R. FERNÁNDEZ, J. M. GÓMEZ-RODRÍGUEZ, J. COLCHERO, J. GÓMEZ-HERRERO, A. M. BARO, *WSXM: A software for scanning probe microscopy and a tool for nanotechnology*, Review of Scientific Instruments 78, 013705 (2007).
- [106] K. LEISTNER, N. LANGE, J. HÄNISCH, S. OSWALD, F. SCHEIBA, S. FÄHLER, H. SCHLÖRB, L. SCHULTZ, *Electrode processes and in situ magnetic measurements of FePt films in a LiPF₆ based electrolyte*, Electrochimica Acta 81, 330 (2012).
- [107] N. NAGAOSA, J. SINOVA, S. ONODA, A. H. MACDONALD, N. P. ONG, *Anomalous Hall effect*, Reviews of Modern Physics 82, 1539 (2010).
- [108] G. BERGMANN, *Der Anomale Hall-Effekt, eine neue und vielseitige Meßmethode*, Physik in unserer Zeit 10, 177 (1979).
- [109] W. L. O'BRIEN, B. P. TONNER, *Orbital and spin sum rules in x-ray magnetic circular dichroism*, Physical Review B 50, 12672 (1994).
- [110] C. T. CHEN, Y. U. IDZERDA, H.-J. LIN, N. V. SMITH, G. MEIGS, E. CHABAN, G. H. HO, E. PELLEGRIN, F. SETTE, *Experimental Confirmation of the X-Ray Magnetic Circular Dichroism Sum Rules for Iron and Cobalt*, Physical Review Letters 75, 152 (1995).
- [111] R. ABRUDAN, F. BRÜSSING, R. SALIKHOV, J. MEERMANN, I. RADU, H. RYLL, F. RADU, H. ZABEL, *ALICE—An advanced reflectometer for static and dynamic experiments in magnetism at synchrotron radiation facilities*, Review of Scientific Instruments 86, 063902 (2015).
- [112] P. E. WIGEN, *Dipole-Narrowed Inhomogeneously Broadened Lines in Ferromagnetic Thin Films*, Physical Review 133, A1557 (1964).
- [113] B. PREDEL, *Au-Cu (Gold-Copper)*, in O. MADELUNG (Hrsg.), *Landolt-Börnstein - Group IV Physical Chemistry*, Springer-Verlag, Heidelberg (1991).
- [114] L. REICHEL, L. SCHULTZ, S. FÄHLER, *Lattice relaxation studies in strained epitaxial Fe-Co-C films*, Journal of Applied Physics 117, 17C712 (2015).
- [115] C. BOUDIAS, D. MONCEAU, *CaRine Crystallography 3.1 (Software)*, Divergent S. A., Compiègne (1998).
-

-
- [116] S. KAUFFMANN-WEISS, *Verzerrte Fe-Pd-Schichten und deren magnetische Eigenschaften*, Dissertation, Technische Universität Dresden (2014).
- [117] S. KAUFFMANN-WEISS, A. KAUFFMANN, R. NIEMANN, J. FREUDENBERGER, L. SCHULTZ, S. FÄHLER, *Twinning Phenomena along and beyond the Bain Path*, *Metals* 3, 319 (2013).
- [118] P. J. DOBSON, B. A. JOYCE, J. H. NEAVE, J. ZHANG, *Current understanding and applications of the RHEED intensity oscillation technique*, *Journal of Crystal Growth* 81, 1 (1987).
- [119] P. MARCUS, F. JONA, *Films in tetragonal states produced by epitaxial strain*, *Surface Review and Letters* 01, 15 (1994).
- [120] F. JONA, P. M. MARCUS, *Ultrathin pseudomorphic films: structure determination and strain analysis*, *Surface Review and Letters* 03, 1285 (1996).
- [121] B. WANG, H. OOMIYA, A. ARAKAWA, T. HASEGAWA, S. ISHIO, *Perpendicular magnetic anisotropy and magnetization of $L1_0$ FePt/FeCo bilayer films*, *Journal of Applied Physics* 115, 133908 (2014).
- [122] A. WATSON, L. CORNISH, *Carbon - Cobalt - Iron*, in G. EFFENBERG, S. ILYENKO (Hrsg.), *Landolt-Börnstein - Group IV Physical Chemistry*, Springer-Verlag, Heidelberg (2008).
- [123] J. F. MOULDER, W. F. STICKLE, P. E. SOBOL, K. D. BOMBEN, in J. CHASTAIN, R. C. KING JR. (Hrsg.), *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy*, Physical Electronics Inc., Eden Prairie (1995).
- [124] O. D. ROSHCHUPKINA, J. GRENZER, T. STRACHE, J. MCCORD, M. FRITZSCHE, A. MUECKLICH, C. BAEHTZ, J. FASSBENDER, *Focused ion beam induced structural modifications in thin magnetic films*, *Journal of Applied Physics* 112, 033901 (2012).
- [125] T. MÜHGE, T. ZEIDLER, Q. WANG, C. MORAWE, N. METOKI, H. ZABEL, *Structural and magnetic studies of $Fe_xCo_{1-x}(001)$ alloy films on $MgO(001)$ substrates*, *Journal of Applied Physics* 77, 1055 (1995).
- [126] H. KRONMÜLLER, M. FÄHNLE, *Micromagnetism and the Microstructure of Ferromagnetic Solids*, Cambridge University Press, Cambridge (2003).
- [127] V. GEHANNO, R. HOFFMANN, Y. SAMSON, A. MARTY, S. AUFFRET, *In plane to out of plane magnetic reorientation transition in partially ordered FePd thin films*, *The European Physical Journal B - Condensed Matter and Complex Systems* 10, 457 (1999).
- [128] N. VUKADINOVIC, H. LE GALL, J. BEN YOUSSEF, V. GEHANNO, A. MARTY, Y. SAMSON, B. GILLES, *Magnetization dynamics and relaxation in epitaxial FePd thin films with a stripe domain structure*, *European Physical Journal B* 13, 445 (2000).
- [129] Y. SAMSON, A. MARTY, R. HOFFMANN, V. GEHANNO, B. GILLES, *Magnetic domains in thin films with perpendicular anisotropy: An extensive study*, *Journal of Applied Physics* 85, 4604 (1999).
-

- [130] P. SOVEN, *Coherent-Potential Model of Substitutional Disordered Alloys*, Physical Review 156, 809 (1967).
- [131] B. L. GYORFFY, *Coherent-Potential Approximation for a Nonoverlapping-Muffin-Tin-Potential Model of Random Substitutional Alloys*, Physical Review B 5, 2382 (1972).
- [132] M. TAKAHASHI, Y. TAKAHASHI, K. SUNAGA, H. SHOJI, *New soft magnetic material of α -Fe-C with high B_S* , Journal of Magnetism and Magnetic Materials 239, 479 (2002).
- [133] K. SUNAGA, S. KADOWAKI, M. TSUNODA, M. TAKAHASHI, *Formability and thermal stability of a' phase in $(Fe_{1-y}Co_y)-(B, C, N)$ films*, Physica Status Solidi B 241, 1701 (2004).
- [134] X. W. GUAN, X. M. CHENG, T. HUANG, X. S. MIAO, *Interface structure and magnetism of CoFe/A1-FePt films with perpendicular magnetic anisotropy*, Journal of Applied Physics 116, 213910 (2014).
- [135] M. T. JOHNSON, P. J. H. BLOEMEN, F. J. A. D. BROEDER, J. J. D. VRIES, *Magnetic anisotropy in metallic multilayers*, Reports on Progress in Physics 59, 1409 (1996).
- [136] V. B. NAIK, H. MENG, R. SBIAA, *Thick CoFeB with perpendicular magnetic anisotropy in CoFeB-MgO based magnetic tunnel junction*, AIP Advances 2, 042182 (2012).
- [137] K. B. URQUHART, B. HEINRICH, J. F. COCHRAN, A. S. ARROTT, K. MYRTLE, *Ferromagnetic resonance in ultrahigh vacuum of bcc Fe(001) films grown on Ag(001)*, Journal of Applied Physics 64, 5334 (1988).
- [138] P. BRUNO, *Dipolar magnetic surface anisotropy in ferromagnetic thin films with interfacial roughness*, Journal of Applied Physics 64, 3153 (1988).
- [139] P. BRUNO, *Magnetic surface anisotropy of cobalt and surface roughness effects within Neel's model*, Journal of Physics F: Metal Physics 18, 1291 (1988).
- [140] R. M. BOZORTH, *Magnetostriction and Crystal Anisotropy of Single Crystals of Hexagonal Cobalt*, Physical Review 96, 311 (1954).
- [141] B. T. SHIRK, W. R. BUESSEM, *Temperature Dependence of M_S and K_1 of $BaFe_{12}O_{19}$ and $SrFe_{12}O_{19}$ Single Crystals*, Journal of Applied Physics 40, 1294 (1969).
- [142] M. D. KUZ'MIN, K. P. SKOKOV, H. JIAN, I. RADULOV, O. GUTFLEISCH, *Towards high-performance permanent magnets without rare earths*, Journal of Physics: Condensed Matter 26, 064205 (2014).
- [143] T. KLEMMER, D. HOYDICK, H. OKUMURA, B. ZHANG, W. A. SOFFA, *Magnetic hardening and coercivity mechanisms in $L1_0$ ordered FePd ferromagnets*, Scripta Metallurgica et Materialia 33, 1793 (1995).
-

- [144] Y. WU, X. D. HUI, Z. P. LU, Z. Y. LIU, L. LIANG, G. L. CHEN, *Effects of metalloids on the glass-forming ability of Fe-based alloys*, Journal of Alloys and Compounds 467, 187 (2009).
- [145] A. INOUE, A. TAKEUCHI, B. SHEN, *Formation and Functional Properties of Fe-Based Bulk Glassy Alloys*, Materials Transactions 42, 970 (2001).
- [146] A. YANG, H. IMRANE, J. LOU, J. KIRKLAND, C. VITTORIA, N. SUN, V. G. HARRIS, *Effects of boron addition to the atomic structure and soft magnetic properties of FeCoB films*, J. Appl. Phys. 103, 07E736 (2008).
- [147] Y. ASAI, M. OHTAKE, T. KAWAI, M. FUTAMOTO, *Effects of film composition and substrate orientation on the structure and the magnetic properties of Fe-Co-B alloy films formed on MgO single-crystal substrates*, Journal of the Korean Physical Society 63, 733 (2013).
- [148] I. KIM, J. KIM, K. H. KIM, M. YAMAGUCHI, *Effects of boron contents on magnetic properties of Fe-Co-B thin films*, IEEE Transactions on Magnetics 40, 2706 (2004).
- [149] S. IKEDA, J. HAYAKAWA, Y. ASHIZAWA, Y. M. LEE, K. MIURA, H. HASEGAWA, M. TSUNODA, F. MATSUKURA, H. OHNO, *Tunnel magnetoresistance of 604% at 300K by suppression of Ta diffusion in CoFeB/MgO/CoFeB pseudo-spin-valves annealed at high temperature*, Applied Physics Letters 93, 082508 (2008).
- [150] R. SBIAA, H. MENG, S. N. PIRAMANAYAGAM, *Materials with perpendicular magnetic anisotropy for magnetic random access memory*, Physica Status Solidi – Rapid Research Letters 5, 413 (2011).
- [151] H. BOUCHIKHAOUI, P. STENDER, D. AKEMEIER, D. BAITHER, K. HONO, A. HÜTTEN, G. SCHMITZ, *On the role of Ta cap in the recrystallization process of CoFeB layers*, Applied Physics Letters 103, 142412 (2013).
- [152] N. TEICHERT, A. BOEHNKE, A. BEHLER, B. WEISE, A. WASKE, A. HÜTTEN, *Exchange bias effect in martensitic epitaxial Ni-Mn-Sn thin films applied to pin CoFeB/MgO/CoFeB magnetic tunnel junctions*, Applied Physics Letters 106, 192401 (2015).
- [153] P. M. STROCCHI, B. A. MELANDRI, A. TAMBA, *On the nature of boron solid solution in α -iron*, Il Nuovo Cimento B Series 10 51, 1 (1967).
- [154] R. R. HASIGUTI, G.-I. KAMOSHITA, *Internal Friction of Alpha-Iron Due to Boron Atoms*, Journal of the Physical Society of Japan 9, 646 (1954).
- [155] W. R. THOMAS, G. M. LEAK, *Condition of Boron in Alpha Iron*, Nature 176, 29 (1955).
- [156] W. WANG, S. ZHANG, X. HE, *Diffusion of boron in alloys*, Acta Metallurgica et Materialia 43, 1693 (1995).
- [157] Y. HAYASHI, T. SUGENO, *Nature of Boron in Alpha-Iron*, Acta Metallurgica 18, 693 (1970).
-

- [158] A. LUCCI, G. VENTURELLO, *Comments on the condition of boron in α -iron*, *Scripta Metallurgica* 5, 17 (1971).
- [159] D. H. R. FORS, G. WAHNSTRÖM, *Nature of boron solution and diffusion in α -iron*, *Physical Review B* 77, 132102 (2008).
- [160] S. S. BAIK, B. I. MIN, S. K. KWON, Y. M. KOO, *Boron solution and distribution in α -Fe: Application to boron steel*, *Physical Review B* 81, 144101 (2010).
- [161] I. KHAN, J. HONG, *Potential rare earth free permanent magnet: interstitial boron doped FeCo*, *Journal of Physics D: Applied Physics* 47, 415002 (2014).
- [162] M. J. V. GENDEREN, A. BÖTTGER, E. J. MITTEMEIJER, *Formation of a“ Iron Nitride in FeN Martensite: Nitrogen Vacancies, Iron-Atom Displacements, and Misfit-Strain Energy*, *Metallurgical and Materials Transactions A* 28, 63 (1997).
- [163] H. TANAKA, S. NAGAKURA, Y. NAKAMURA, Y. HIROTSU, *Electron crystallography study of tempered iron-nitrogen martensite and structure refinement of precipitated α “-Fe₁₆N₂*, *Acta Materialia* 45, 1401 (1997).
- [164] S. OKAMOTO, O. KITAKAMI, Y. SHIMADA, *Crystal distortion and the magnetic moment of epitaxially grown α “-Fe₁₆N₂*, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 208, 102 (2000).
- [165] M. TAKAHASHI, H. SHOJI, *α “-Fe₁₆N₂ problem — giant magnetic moment or not*, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 208, 145 (2000).
- [166] T. K. KIM, M. TAKAHASHI, *New Magnetic Material Having Ultrahigh Magnetic Moment*, *Applied Physics Letters* 20, 492 (1972).
- [167] H. EBERT, D. KÖDDERITZSCH, J. MINÁR, *Calculating condensed matter properties using the KKR-Green’s function method—recent developments and applications*, *Reports on Progress in Physics* 74, 096501 (2011).
- [168] H. EBERT, *Munich SPRKKR band structure program package, version 6.3* (2012).
- [169] H. EBERT, M. BATTOCLETTI, *Spin and orbital polarized relativistic multiple scattering theory - With applications to Fe, Co, Ni and Fe_xCo_{1-x}*, *Solid State Communications* 98, 785 (1996).
- [170] J. PELZL, R. MECKENSTOCK, D. SPODDIG, F. SCHREIBER, J. PFLAUM, Z. FRAIT, *Spin-orbit-coupling effects on g -value and damping factor of the ferromagnetic resonance in Co and Fe films*, *Journal of Physics: Condensed Matter* 15, S451 (2003).
- [171] J. H. VAN VLECK, *Concerning the Theory of Ferromagnetic Resonance Absorption*, *Physical Review* 78, 266 (1950).
- [172] B. WANG, H. OOMIYA, A. ARAKAWA, T. HASEGAWA, H. SASAKI, S. ISHIO, *Investigation of magnetic anisotropy and magnetic moments of tetragonal distorted Fe_{1-x}Co_x films on L1₀ FePt underlayer*, *Journal of Applied Physics* 117, 17C709 (2015).
-

- [173] R. SALIKHOV, L. REICHEL, B. ZINGSEM, F. M. RÖMER, R. M. ABRUDAN, J. RUSZ, O. ERIKSSON, L. SCHULTZ, S. FÄHLER, M. FARLE, U. WIEDWALD, *Enhanced and Tunable Spin-Orbit Coupling in Tetragonally Strained Fe-Co-B Films*, eingereicht, arXiv:1510.02624 [cond-mat.mtrl-sci] (2015).
- [174] C. PADUANI, J. C. KRAUSE, *Electronic structure and magnetization of Fe-Co alloys and multilayers*, Journal of Applied Physics 86, 578 (1999).
- [175] R. HASEGAWA, R. RAY, *Ironboron metallic glasses*, Journal of Applied Physics 49, 4174 (1978).
- [176] V. EDON, S. DUBOURG, J. VERNIÈRES, J.-F. BOBO, *Magnetic properties of FeCoC thin films prepared by various sputtering methods*, Journal of Physics: Conference Series 303, 012094 (2011).
- [177] S. THIENHAUS, S. HAMANN, A. LUDWIG, *Modular high-throughput test stand for versatile screening of thin-film materials libraries*, Science and Technology of Advanced Materials 12, 054206 (2011).
- [178] D. MESCHEDE, *Gehrtsen Physik*, 24 Auflage, Springer-Verlag, Heidelberg (2010).
- [179] L. VITOS, A. V. RUBAN, H. L. SKRIVER, J. KOLLÁR, *The surface energy of metals*, Surface Science 411, 186 (1998).
- [180] B. HEINRICH, Z. CELINSKI, J. F. COCHRAN, A. S. ARROTT, K. MYRTLE, *Magnetic anisotropies in single and multilayered structures*, Journal of Applied Physics 70, 5769 (1991).
- [181] H. FRITZSCHE, H. J. ELMERS, U. GRADMANN, *Magnetic anisotropies of Fe(110) interfaces*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 135, 343 (1994).

Anhang

A B2-Ordnungseinstellung in Fe-Co-Schichten

In Abb. A.1 sind Röntgendiffraktogramme von bei unterschiedlicher Substrattemperatur auf Ir abgeschiedenen $\text{Fe}_{52}\text{Co}_{48}$ -Schichten mit nomineller Dicke von 20 nm gezeigt. Die über die indizierten Reflexe hinaus auftretenden Intensitätsmaxima gehen entweder auf die Beugung zusätzlich zu $\text{CoK}\alpha$ auftretender Röntgenstrahlung am MgO-Substrat zurück oder auf die Beugung an PLD-Droplets. Entscheidend für die Bewertung der chemischen Ordnung ist der (001)-Überstrukturefflex des Fe-Co. Dieser tritt ausschließlich bei der bei 450°C abgeschiedenen Schicht auf. Demnach ist zur Anregung ausreichender Diffusionsprozesse, wie sie zur Einstellung der B2-Ordnung benötigt werden, eine Substrattemperatur dieser Größenordnung erforderlich.

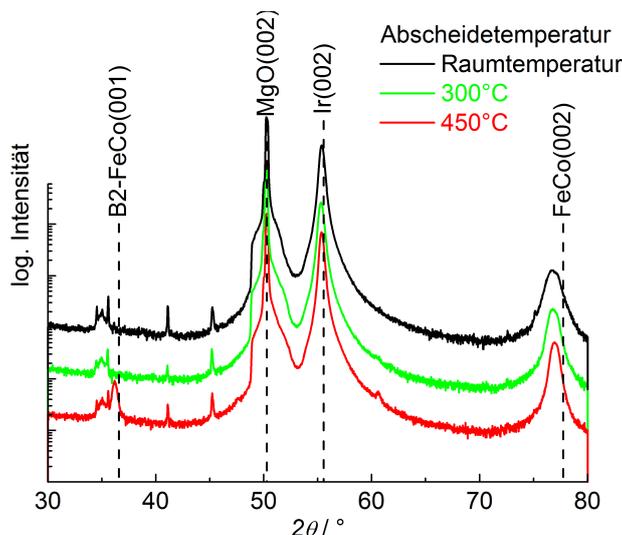


Abb. A.1 – Röntgendiffraktogramme von bei verschiedenen Temperaturen abgeschiedenen $\text{Fe}_{52}\text{Co}_{48}$ -Schichten auf Ir-Pufferschichten. Die von den Schichten stammenden Reflexe sind indiziert.

Ein wesentlicher Nachteil der erhöhten Abscheidetemperatur wird bei Untersuchung der Probenmorphologie deutlich. Abbildung A.2 zeigt eine AFM-Aufnahme der Fe-Co-Schicht mit B2-Ordnung. Darin treten inselartige quadratische Erhöhungen auf, deren Kanten um etwa 45° zu der $[100]$ -Richtung des Substrats ausgerichtet sind. Die Höhe der Inseln beträgt etwa 20 nm, während ihre Kantenlänge in lateraler Richtung leicht variiert, meist jedoch um 150 nm liegt.

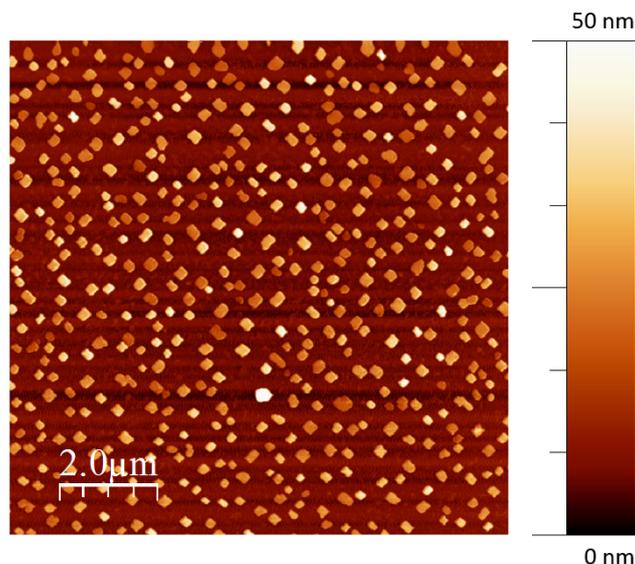


Abb. A.2 – Rasterkraftmikroskopische Aufnahme einer bei 450°C auf Ir abgeschiedenen $\text{Fe}_{52}\text{Co}_{48}$ -Schicht mit 4 nm nomineller Dicke. Die Bildkanten sind entlang der [100] und der [010]-Richtung der $\text{MgO}(100)$ -Substrats ausgerichtet.

Die AFM-Untersuchungen zeigen, dass B2-geordnete Fe-Co-Schichten auf der hier verwendeten Ir-Pufferschicht nicht kontinuierlich aufwachsen, sondern partikuläre Inseln formen. Die zur Entnetzung führenden Diffusionsvorgänge bedingen eine Gitterrelaxation in lateraler Richtung. Nur in kontinuierlichen Fe-Co-Schichten kann eine Induzierung homogener kohärenter Dehnung über die Pufferschicht erfolgen. Da für die weiteren im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Pufferschichtmaterialien keine wesentlichen Änderungen der Oberflächenspannung im Vergleich zu Ir erwartet werden, kann davon ausgegangen werden, dass B2-geordnetes Fe-Co auf diesen ebenfalls zu inselartigem Wachstum neigt.

B Bestimmung der effektiven Anisotropie aus einer Hysteresemessung

Die in Abschnitt 5.1.2 eingeführte effektive Anisotropie einer Probe K_{eff} entspricht der Fläche zwischen der parallel und der senkrecht zur Schichtebene gemessenen Hysteresekurve. Für den Fall, dass die Magnetisierung schon bei einem minimalen in der Schichtebene angelegten Feld schaltet, genügt es, allein die mit senkrechtem Feld gemessene Hysteresekurve auszuwerten. K_{eff} entspricht dann der zwischen Ordinate und Hysteresekurve aufgespannten Fläche. Da die Magnetisierung in senkrechte Richtung durch Drehprozesse bestimmt ist ($K_{\text{eff}} < K_S$), ergibt sich in erster Näherung eine Dreiecksfläche mit $(0;0)$, $(\mu_0 H_{\text{Aeff}}; \mu_0 M_S)$ und $(0; \mu_0 M_S)$ als Eckpunkten. Dabei ist $\mu_0 H_{\text{Aeff}}$ das durch eine Gerade angenäherte Feld der magnetischen Sättigung oder effektive Anisotropiefeld und $\mu_0 M_S$

ist die Sättigungsmagnetisierung der Probe. Abbildung B.1 veranschaulicht die Dreiecksfläche K_{eff} (blau) graphisch anhand einer Hysteresemessung und veranschaulicht auch die Formanisotropie der Probe K_S (Summe aus grauer und blauer Fläche). Bei ausschließlicher Formanisotropie, also ohne Überlagerung mit anderen Anisotropiearten, würde das Sättigungsfeld mit der magnetischen Sättigung übereinstimmen.

$$\mu_0 H_{\text{Aeff}} = \mu_0 M_S \quad (\text{B.1})$$

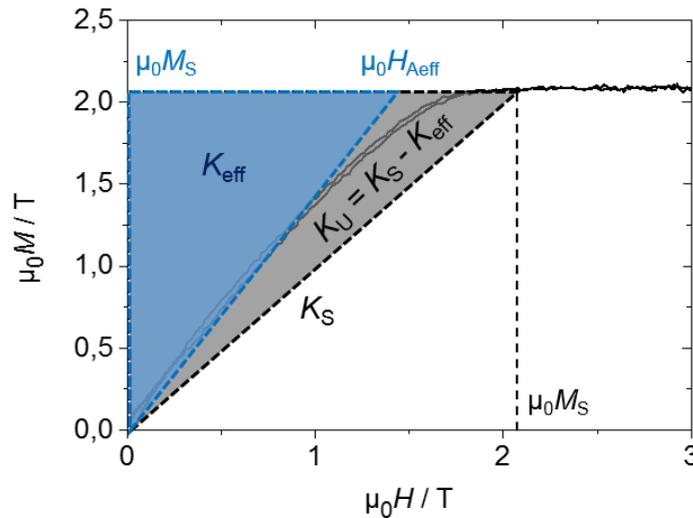


Abb. B.1 – Eine mit senkrecht zur Oberfläche angelegtem Feld ($\vartheta = 0$) gemessene Hysteresekurve einer 20 nm dicken $(\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60})_{98}\text{C}_2$ -Schicht mit den veranschaulichten magnetischen Anisotropiekonstanten. K_U entspricht der verbleibenden Fläche des rechtwinkligen Dreiecks der Formanisotropie K_S (grau), wenn die effektive Anisotropie der Probe K_{eff} (blau) subtrahiert wird.

Die Differenz der beiden wirkenden Anisotropiebeiträge K_S und K_{eff} entspricht der in Abb. B.1 grau hinterlegten Fläche und steht für die uniaxiale magnetokristalline Anisotropie K_U .

$$K_U = K_S - K_{\text{eff}} \quad (\text{B.2})$$

Treten auch bei der Magnetisierung in der Schichtebene Drehprozesse der Magnetisierung auf, findet nicht wie bisher betrachtet ein Schalten der Magnetisierung bei sehr kleinen Magnetfeldern statt. Dieses Verhalten wird bei Schichten mit Streifendomänen beobachtet (vgl. Abschnitt 5.1.2). Für die K_{eff} -Bestimmung muss dann zusätzlich die mit in der Schichtebene angelegtem Magnetfeld gemessene Hysteresekurve herangezogen werden. Analog zu der mit senkrechtem Feld gemessenen Hysterese, kann ein K'_{eff} bestimmt werden. Für diese Arbeit wurde dieses ebenfalls als Dreiecksfläche zwischen Ordinate und Messkurve angenähert, wobei in diesem Fall $(0;0)$, $(\mu_0 H_S; \mu_0 M_S)$ und $(0; \mu_0 M_S)$ die Eckpunkte sind. Das so bestimmte K'_{eff} wird von dem K_{eff} der Messung mit senkrecht

angelegtem Feld subtrahiert. Die Berechnung von K_U nach Gl. B.2 erfolgt dann aus dieser K_{eff} -Differenz.

Bei der beschriebenen Herangehensweise werden nur Anisotropieterme der höchsten Ordnung berücksichtigt, die quadratisch in die Gleichung für die freie Energie eingehen (Gl. 2.1, S. 5). Terme höherer Ordnung wie K_4 werden vernachlässigt, da sie in den Hysteresekurven nicht getrennt werden können.

C Spontan gedehnte Fe-Co-N-Schichten und ihre magnetischen Eigenschaften

In $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -N-Schichten kann der Stickstoffgehalt über den Gasdruck in der PLD-Kammer variiert werden. Bis zu einem Druck von etwa $8 \cdot 10^{-3}$ mbar wachsen die Schichten auf $\text{MgO}(100)$ -Substrat epitaktisch mit gedehnter c -Achse (Abb. C.1). Verglichen mit den anderen Schichten der N_2 -Druckserie zeigt die bei diesem Druck abgeschiedene Schicht die höchste spontane Dehnung mit $c/a = 1,03$. Die Bestimmung des N-Gehalts mit AES wurde nur für diese Schicht durchgeführt. Er beträgt etwa 2 at%. Bei einem N_2 -Druck von $11 \cdot 10^{-3}$ mbar scheidet die Schicht zunächst nicht mehr epitaktisch, sondern (110)-orientiert ab. Bei noch weiter erhöhtem Druck werden keine Röntgenreflexe mehr detektiert und die Schicht ist nicht mehr kristallin.

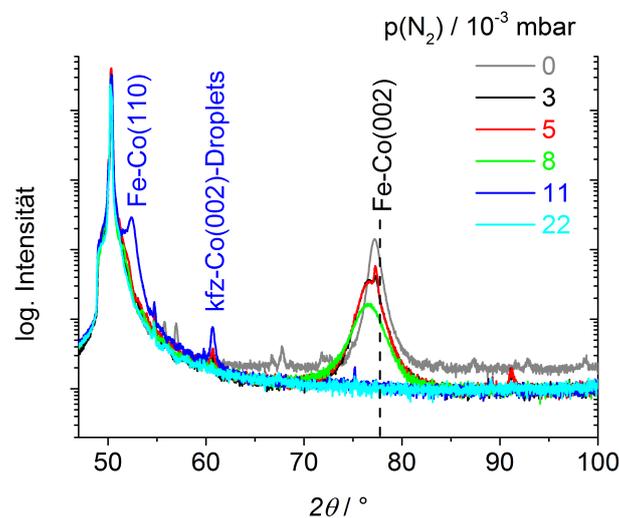


Abb. C.1 – Röntgendiffraktogramme von 50 nm dicken $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -N-Schichten mit unterschiedlichem Stickstoffgehalt. Letzterer wurde über den Gasdruck während der Abscheidung kontrolliert.

Die uniaxiale Anisotropiekonstante K_U zeigt den schon in den $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}$ -B-Schichten beobachteten Verlauf durch ein Maximum (Abb. C.2, vgl. Abschnitt 5.2.2). Der maximale K_U -Wert wird mit etwa $0,43 \text{ MJ/m}^3$ bei einem N_2 -Druck von $5 \cdot 10^{-3}$ mbar beobachtet. Bei

weiter steigendem Druck nimmt K_U aufgrund von kristallographischer Fehlorientierung oder Amorphisierung ab.

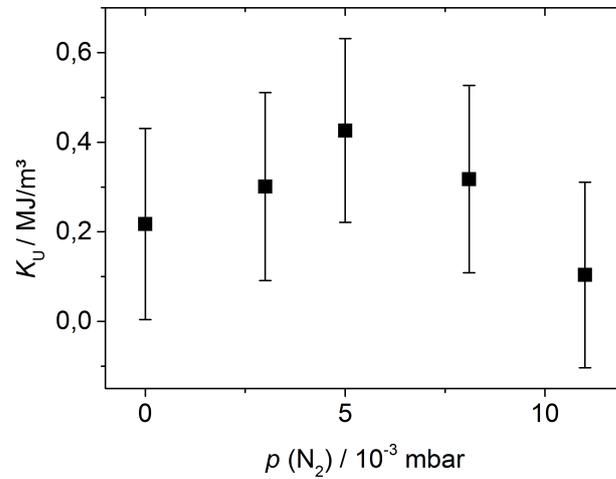


Abb. C.2 – Uniaxiale Anisotropiekonstante der 50 nm dicken $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{60}\text{-N}$ -Schichten in Abhängigkeit des N_2 -Drucks während der Schichtabscheidung.

Wie nach den in Abschnitt 5.2.1 diskutierten theoretischen Berechnungen erwartet, ist die tetragonale Dehnung und folglich auch die magnetokristalline Anisotropie der Fe-Co-N- im Vergleich mit den Fe-Co-C- oder Fe-Co-B-Schichten reduziert. Die wesentliche Ursache ist die geringere Größe der N-Atome.

Eigene Veröffentlichungen

1. R. Salikhov, **L. Reichel**, B. Zingsem, F. M. Römer, R. M. Abrudan, J. Ruzs, O. Eriksson, L. Schultz, S. Fähler, M. Farle, U. Wiedwald, *Enhanced and Tunable Spin-Orbit Coupling in Tetragonally Strained Fe-Co-B Films*, eingereicht, arXiv:1510.02624 [cond-mat.mtrl-sci] (2015).
2. **L. Reichel**, L. Schultz, D. Pohl, S. Oswald, S. Fähler, M. Werwiński, A. Edström, E. K. Delczeg-Czirjak, J. Ruzs, *From soft to hard magnetic Fe-Co-B by spontaneous strain: A combined first principle and thin film study*, Journal of Physics: Condensed Matter 27, 476002 (2015).
3. G. Giannopoulos, **L. Reichel**, A. Markou, W. Wallisch, M. Stöger-Pollach, I. Panagiotopoulos, V. Psycharis, S. Fähler, J. Fidler, D. Niarchos, *Structural and magnetic properties of strongly carbon doped Fe-Co thin films*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 393, 479 (2015).
4. G. Giannopoulos, **L. Reichel**, A. Markou, I. Panagiotopoulos, V. Psycharis, C. Damm, S. Fähler, D. Niarchos, I. Khan, J. Hong, *Optimization of $L1_0$ FePt/ $Fe_{45}Co_{55}$ thin films for rare earth free permanent magnet applications*, Journal of Applied Physics 117, 223909 (2015).
5. D. Niarchos, G. Giannopoulos, M. Gjoka, C. Sarafidis, V. Psycharis, J. Ruzs, A. Edström, O. Eriksson, P. Toson, J. Fidler, E. Anagnostopoulou, U. Sanyal, F. Ott, L.-M. Lacroix, G. Viau, C. Bran, M. Vázquez, **L. Reichel**, L. Schultz, S. Fähler, *Toward Rare-Earth-Free Permanent Magnets: A Combinatorial Approach Exploiting the Possibilities of Modeling, Shape Anisotropy in Elongated Nanoparticles, and Combinatorial Thin-Film Approach*, JOM 67, 1318 (2015).
6. **L. Reichel**, L. Schultz, S. Fähler, *Lattice relaxation studies in strained epitaxial Fe-Co-C films*, Journal of Applied Physics 117, 17C712 (2015).
7. **L. Reichel**, G. Giannopoulos, S. Kauffmann-Weiß, M. Hoffmann, D. Pohl, A. Edström, S. Oswald, D. Niarchos, J. Ruzs, L. Schultz, S. Fähler, *Increased magnetocrystalline anisotropy in epitaxial Fe-Co-C thin films with spontaneous strain*, Journal of Applied Physics 116, 213901 (2014).

8. S. Kauffmann-Weiß, S. Hamann, **L. Reichel**, A. Siegel, V. Alexandrakis, R. Heller, L. Schultz, A. Ludwig, S. Fähler, *The Bain library: A Template for a continuous variation of lattice parameters of thin films*, APL Materials 2, 046107 (2014).
 9. **L. Reichel**, S. Fähler, L. Schultz, K. Leistner, *Initial preorder as condition for $L1_0$ ordering in ultrathin CoPt films*, Journal of Applied Physics 114, 093909 (2013).
 10. **L. Reichel**, S. Oswald, S. Fähler, L. Schultz, K. Leistner, *Electrochemically driven variation of magnetic properties in ultrathin CoPt films*, Journal of Applied Physics 113, 143904 (2013).
-

Eigene Patentanmeldung

1. DE 10 2013 202 851 A1, S. Kauffmann-Weiß, S. Fähler, **L. Reichel**, S. Hamann, A. Ludwig, *Schichtsystem zur Ermittlung von Eigenschaften der Materialien von Funktionsschichten und Verfahren zu seiner Herstellung*, angemeldet (2013).

Danksagung

Dieses Kapitel ist mit Sicherheit eines der wichtigsten meiner Arbeit, da es all die Personen aufführt, durch die ich viel Unterstützung erfahren habe, sei es bei der Diskussion der Ergebnisse, durch Hilfestellung bei den Experimenten oder auch beim Korrekturlesen des Manuskripts.

An erster Stelle möchte ich mich bei Prof. Ludwig Schultz für die sehr gute Betreuung, die stetige Förderung sowie das Interesse an der Arbeit bedanken.

Prof. Andreas Hütten danke ich für die Übernahme des zweiten Gutachtens und sein Interesse an meiner Dissertation.

Bei Prof. Jürgen Eckert möchte ich mich für die Bereitschaft, meine Rigorosumsprüfung abzunehmen, bedanken.

Ein sehr großer Dank gebührt meinem Betreuer Dr. Sebastian Fähler für die unzähligen Anregungen und Hinweise in den fachlichen Diskussionen sowie die freundschaftliche Atmosphäre in der Arbeitsgruppe. Spätestens jetzt sollte ich die Möglichkeit nutzen und dafür danken, in einem EU-Projekt beschäftigt gewesen zu sein, das (neben exzessiver Dokumentationsarbeit) vor allem mit angenehmen Auslandsaufenthalten einherging.

In diesem Atemzug möchte ich auch allen Mitgliedern der Gruppe für die sehr angenehme Zusammenarbeit und die unterstützenden Diskussionen danken: Dr. Anja Backen, Christian Behler, Ulrike Besold, Anett Diestel, Svea Fleischer, Andreas Gang, Tobias Grundmann, Dr. Ruben Hühne, Dr. Sandra Kauffmann-Weiß, Michael Mietschke, Dr. Robert Niemann, Benjamin Schleicher, Stefan Schwabe und Carmen Weigelt.

Die Arbeit wurde am Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung (IFW) Dresden angefertigt, dem ich für die Möglichkeit danke, Labore und Messgeräte zu nutzen. Folgenden Personen gilt großer Dank für die experimentelle Unterstützung: Sven Donath für die Herstellung der Targets, Almut Pöhl, Juliane Scheiter und Tina Sturm für die Präparation der TEM-Lamellen, Christine Damm und Dr. Darius Pohl für die TEM-Untersuchungen, Martin Hoffmann, Steffi Kaschube und Dr. Steffen Oswald für die AES- und XPS-Messungen, Stefan Pofahl, Ivan Soldatov und Prof. Rudolf Schäfer für die kernmikroskopischen Messungen, die es leider nicht in diese Arbeit geschafft haben, Dr. René Heller für die RBS-Messungen, Dr. Ruslan Salikhov für die FMR- und, gemeinsam mit Dr. Radu Abrudan und Dr. Ulf Wiedwald, für die XMCD-Messungen. Dr. Vasileios Alexandrakis, Dr. Sven Hamann, Alexander Siegel und Prof. Alfred Ludwig

danke ich für die Unterstützung bei der Herstellung der mittels kombinatorischer Kathodenzerstäubung abgeschiedenen Schichten, Barbara Eichler für die Trennung der einzelnen Probenquadrate auf den Wafern sowie dem IFW-Werkstatt- und dem Glüherteam für die schnelle Ausführung meiner Aufträge. Bei Alexander Edström, Erna Delczeg-Czirjak, Dr. Jan Rusz und Dr. Mirosław Werwiński möchte ich mich für die Durchführung der DFT-Berechnungen und zahlreiche hilfreiche Erläuterungen und Diskussionen bedanken.

Die Arbeit entstand im Rahmen des FP7-EU-Projektes REFREPERMAG. Von den vielen Partnern möchte ich besonders Evangelia Anagnostopoulou, Dr. Cristina Bran, Dr. Semih Ener, Dr. George Giannopoulos, Sara Liébana Viñas, Prof. Dimitris Niarchos, Peter Toson und Wolfgang Wallisch für die sehr gute Atmosphäre und die freundschaftliche Zusammenarbeit danken.

Am IFW Dresden gilt neben den bereits Genannten mein großer Dank denen, die auf verschiedene Weise dazu beigetragen haben, dieses Institut für mich zu einem angenehmen Arbeitsplatz zu machen. Auch wenn diese Liste nicht vollständig sein kann, lasse ich es auf einen Versuch ankommen: Katja Berger, Florian Bittner, Alisa Chirkova, Surjit Das, Kenny Duschek, André Eichler, Barbara Eichler, Dr. Jan Engelmann, Benjamin Escher, Dr. Lars Giebeler, Dr. Vadim Grinenko, Dr. Veronika Hähnel, Dr. Jens Hänisch, Stefan Hameister, Dr. Claudia Hengst, Franziska Karnbach, Enrico Knauer, Christian Kozalla, Dr. Maria Krautz, Michael Kühnel, Dr. Fritz Kurth, Dr. Karin Leistner, Dr. Tom Marr, Oliver Mey, Christiane Mix, Torsten Mix, Sebastian Molatta, Dr. Karl-Hartmut Müller, Dr. Volker Neu, Patrick Pahlke, Dr. Diana Pohl, Mohsin Rafique, Romy Schmidt, Kerstin Schröder, Holger Schwab, Max Sieger, Dr. Juliane Thielsch und Dr. Ulrike Wolff.

Außerdem bedanke ich mich bei allen Freunden, meinen Eltern und meiner Familie, die mich während der Zeit der Doktorarbeit über so einige Tiefs hinweggebracht haben - aus Platzgründen verzichte ich auf eine Namensliste.

Last but not least danke ich meiner persönlichen Sozialpädagogin Christin Reichel für ihre unendliche Liebe und Unterstützung.

Erklärung

Hiermit versichere ich, dass ich die vorliegende Arbeit ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe. Die aus fremden Quellen direkt oder indirekt übernommenen Gedanken sind als solche kenntlich gemacht.

Bei der Auswahl und Auswertung des Materials sowie bei der Herstellung des Manuskripts habe ich Unterstützungsleistungen von folgenden Personen erhalten: Prof. Dr. Ludwig Schultz, Dr. Sebastian Fähler und Dr. Ruslan Salikhov. Weitere Personen waren an der geistigen Herstellung der vorliegenden Arbeit nicht beteiligt. Insbesondere habe ich nicht die Hilfe eines kommerziellen Promotionsberaters in Anspruch genommen. Dritte haben von mir keine geldwerten Leistungen für Arbeiten erhalten, die in Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegten Dissertation stehen.

Die vorliegende Arbeit wurde bisher weder im Inland noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form einer anderen Prüfungsbehörde vorgelegt und ist auch noch nicht veröffentlicht worden.

Die Promotionsordnung der Fakultät Maschinenwesen der Technischen Universität Dresden wird anerkannt.

Dresden, den 13. Oktober 2015

Albrecht Ludwig Reichel