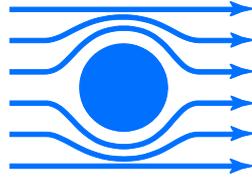




HOCHSCHULE FÜR
ANGEWANDTE WISSEN-
SCHAFTEN MÜNCHEN



WALTHER - MEISSNER -
INSTITUT FÜR TIEF -
TEMPERATURFORSCHUNG



BAYERISCHE
AKADEMIE DER
WISSENSCHAFTEN

Epitaxie und Charakterisierung von dünnen Schichten des ferromagnetischen Isolators $Y_3Fe_5O_{12}$

Masterarbeit

von

Stephan Altmannshofer

15. Oktober 2012

Bearbeitet am

Walther-Meissner-Institut für Tieftemperaturforschung

Erstkorrektor: Prof. Dr.-Ing. Chrisina Schindler

Zweitkorrektor: Prof. Dr. rer.-nat Alfred Kersch

Betreuer: Dr. rer.-nat Matthias Opel

Abstract

The main focus of this work is the preparation and characterization of epitaxially grown thin layers of the ferromagnetic insulator yttrium iron garnet ($\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$). Moreover the possible existence of induced magnetic moments in thin Pt films deposited onto yttrium iron garnet should be explored. The single crystalline $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ thin films are fabricated by pulsed laser deposition. The normal metals are deposited using electron beam evaporation.

The first part of this thesis deals with the deposition and characterization of yttrium iron garnet thin films on yttrium aluminium garnet substrates. The structural properties are determined using high resolution X-ray diffraction. For the magnetic characterization, SQUID magnetometry and ferromagnetic resonance were carried out. Moreover, using X-ray magnetic circular dichroism measurements, the possible existence of induced magnetic moments in thin Pt films deposited on the ferrimagnetic insulator yttrium iron garnet is investigated.

The second part of this thesis describes the optimization of the deposition process of a buffer layer ($\text{Y}_3\text{Sc}_2\text{Al}_3\text{O}_{12}$). This buffer layer should reduce the lattice mismatch between the yttrium iron garnet and the yttrium aluminium garnet. The epitaxial buffer layer is also grown by pulsed laser deposition. Subsequently, the structural and magnetic properties of the yttrium iron garnet thin films on the buffer layer are discussed on the basis of X-ray diffraction, SQUID-magnetometry and ferromagnetic resonance measurement results.

Kurzfassung

Das Ziel dieser Arbeit ist das Herstellen und Charakterisieren von dünnen epitaktisch gewachsenen Schichten des ferromagnetischen Isolators Yttrium-Eisen-Granat ($\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$). Darüber hinaus soll ein induzierter Magnetismus in Platin auf Yttrium-Eisen-Granat untersucht werden. Die Herstellung der einkristallinen $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ Dünnschichten erfolgte mit gepulster Laserdeposition, die Abscheidung von normalen Metallen mit Elektronenstrahlverdampfung.

Der erste Teil dieser Arbeit befasst sich mit dem Wachstum von Yttrium-Eisen-Granat-Filmen auf Yttrium-Aluminium-Granat-Substrat. Die strukturellen Eigenschaften werden mittels Röntgenbeugung bestimmt. Die magnetische Charakterisierung erfolgt durch SQUID-Magnetometrie und ferromagnetische Resonanz. Darüber hinaus werden Yttrium-Eisen-Granat-Dünnschichten mit Platin-Deckschicht hergestellt, um einen induzierten Magnetismus im Platin zu überprüfen. Die Untersuchung dieses induzierten Magnetismus erfolgt mit Röntgenzirkulardichroismus.

Der zweite Teil dieser Arbeit beschreibt die Prozessoptimierung der Abscheidung einer Pufferschicht ($\text{Y}_3\text{Sc}_2\text{Al}_3\text{O}_{12}$), um die Gitterfehlpassung von Yttrium-Eisen-Granat zu Yttrium-Aluminium-Granat-Substrat zu reduzieren. Die epitaktische Zwischenschicht wird auch mit gepulster Laserdeposition abgeschieden. Im Anschluss daran werden die strukturellen und magnetischen Eigenschaften von Yttrium-Eisen-Granat-Dünnschichten auf der Pufferschicht anhand der Messergebnisse der Röntgenbeugung, SQUID-Magnetometrie und ferromagnetischen Resonanz behandelt.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Yttrium-Eisen-Granat	5
2.1	Strukturelle Eigenschaften	5
2.2	Magnetische Eigenschaften	7
3	Experimentelle Methoden	11
3.1	Pulsed Laser deposition	11
3.2	Reflection High Energy Electron Diffraction RHEED	13
3.3	Elektronenstrahlverdampfer	15
3.4	Röntgenbeugung	17
3.5	SQUID-Magnetometrie	22
3.6	Magnetischer Röntgenzirkulardichroismus	23
3.6.1	Physikalische Grundlagen	24
3.6.2	Experimenteller Aufbau	28
3.7	Ferromagnetische Resonanz	30
3.7.1	Prinzip der Ferromagnetischen Resonanz	30
3.7.2	Die Energieformulierung der ferromagnetischen Resonanz	32
4	Ergebnisse YIG-Dünnsfilme auf YAG-Substrat	37
4.1	Eigenschaften des Substrates	37
4.2	Probenherstellung	40
4.3	Strukturelle und magnetische Charakterisierung	42
4.3.1	Strukturelle Eigenschaften	42
4.3.2	Magnetische Eigenschaften	50
4.3.3	Magnetischer Röntgenzirkulardichroismus	57
4.3.4	Ferromagnetische Resonanz	62
4.4	TiN-Diffusionsbarriere	66
4.5	Zusammenfassung YIG-Dünnsfilme auf YAG-Substrat	67

5	Ergebnisse YIG-Dünnsfilme auf Pufferschicht	71
5.1	Die Pufferschicht YSAG	71
5.2	Prozessoptimierung der Pufferschicht	72
5.2.1	Temperaturoptimierung	73
5.2.2	Relaxation der Pufferschicht und Optimierung der Laserwiederhol- rate	78
5.2.3	Druckoptimierung	81
5.3	Charakterisierung von YIG-Dünnsfilme auf YSAG-Pufferschicht	84
5.3.1	Strukturelle Eigenschaften	85
5.3.2	Magnetische Eigenschaften	89
5.3.3	Ferromagnetische Resonanz	91
5.4	Zusammenfassung YIG-Dünnsfilme auf YSAG-Pufferschicht	92
6	Zusammenfassung und Ausblick	97
	Literaturverzeichnis	100
	Danksagung	107
	Erklärung	109

Abbildungsverzeichnis

2.1	Darstellung der Einheitszelle eines Yttrium-Eisen-Granats	6
2.2	Die drei Untergitter in einem Eisen-Granat	8
3.1	Schematisches Funktionsprinzip der gepulsten Laserdeposition	12
3.2	Darstellung der vier verschiedenen Wachstumsmoden	14
3.3	Verschiedene RHEED-Bilder für verschiedene Oberflächen	16
3.4	Darstellung der Beugung von Röntgenstrahlen an Gitterebenen	18
3.5	Reziproker Raum dargestellt anhand der Ewaldkugel	20
3.6	Unterschied verspanntes Wachstum zu vollständig relaxiertem Wachstum .	21
3.7	Schematische Darstellung von RSM-Bildern	22
3.8	Schematische Darstellung des Gradiometers 2. Ordnung	23
3.9	Energieschema eines hypothetischen Atoms	26
3.10	Aufbau des ESRF	28
3.11	Schematischer Aufbau eines Undulators.	29
3.12	Prinzip der ferromagnetischen Resonanz	31
3.13	Definition des Koordinatensystems eines (111)-orientierten Films	32
4.1	$2\theta - \omega$ -scan des YAG-Substrats	39
4.2	SQUID-Messung des YAG-Substrats	39
4.3	$2\theta - \omega$ -scan der Probe 1	43
4.4	RSM des (246)-Reflex der Probe 1	46
4.5	RSM des (444)-Reflex der Probe 1	47
4.6	Rockingkurve YIG (444)-Reflexes	48
4.7	Reflektometrie einer 82 nm dicken YIG-Schicht auf YAG-Substrat mit Fit- Kurve.	50
4.8	Hysteresekurve der Probe 1 bei 300 K und 5 K	51
4.9	Hysteresekurve der Probe 1 bei 5 K	52
4.10	Temperaturabhängigkeit der Sättigungsmagnetisierung und Koerzitivfeldes	54

4.11	Hysteresekurven der Probe 1 bei 300 K ip und oop	55
4.12	Remanenz in Abhängigkeit von der Temperatur der Probe 1	56
4.13	$M(H)$ Messungen der YIG/YAG Proben mit verschiedenen Platindicken .	57
4.14	$M(H)$ der Referenzprobe mit Pt (10 nm) / Fe (10 nm)	58
4.15	Röntgenabsorptionsspektren der YIG-Proben mit 3 nm Platin und 20 nm Pt	59
4.16	XMCD Signal der gemessenen Pt/YIG-Proben	60
4.17	XMCD-Signal Pt/YIG-Probe und Pt/Fe-Probe	61
4.18	XMCD-Signal der Fe K -Kante in einer YIG-Probe	62
4.19	Winkelabhängige FMR-Messung an der Probe 1	64
4.20	Ferromagnetisches Resonanzfeld und FMR-Linienbreite in Abhängigkeit vom Winkel	65
4.21	FMR-Kurve der Probe 1 bei einer ip-Messung	66
4.22	$2\theta - \omega$ -scan der YIG-Probe mit TiN-Diffusionsbarriere	68
4.23	$M(H)$ -Messung der Probe mit TiN-Diffusionsbarriere bei tiefer Temperatur	69
5.1	SQUID-Messungen YSAG-Target	73
5.2	Temperaturverhalten der Magnetisierung des YSAG-Target	74
5.3	$2\theta - \omega$ -scan einer YSAG-Dünnschicht hergestellt bei 650 °C.	75
5.4	RSM eines YSAG-Dünnschicht hergestellt bei 650 °C Substrattemperatur . .	77
5.5	Rockingkurve einer YSAG Probe, die bei einer Substrattemperatur von 650 °C hergestellt wurde	79
5.6	RSM von YSAG-Proben, die mit einer unterschiedlichen Pulszahl herge- stellt wurden	80
5.7	$2\theta - \omega$ -scan der Probe die bei 5 μ bar hergestellt wurde (Druckserie 2) . .	82
5.8	RHEED Aufnahmen bei unterschiedlichen Drücken	84
5.9	Reflektometrie einer YSAG-Probe	85
5.10	Reflektometrie-Messung einer YIG/YSAG/YAG-Probe	86
5.11	$2\theta - \omega$ -scan eines 63,9 nm dicken YIG-Films hergestellt auf YAG-Substrat mit YSAG-Pufferschicht	87
5.12	RSM um den (246)-Reflex einer YIG/YSAG/YAG-Probe	88
5.13	RSM vom (444)-Reflex eines 63,9 nm dicken YIG-Films auf YAG-Substrat mit YSAG-Pufferschicht	89
5.14	Rockingkurve des YIG (444)-Reflexes einer YIG/YSAG/YAG-Probe . . .	90
5.15	Hysteresekurve eines 63,9 nm dicken YIG-Films hergestellt auf YAG-Substrat mit YSAG-Pufferschicht bei 300 K und 5 K	91

5.16	Hysteresekurve eines 63,9 nm dicken YIG-Films hergestellt auf YAG-Substrat mit YSAG-Pufferschicht bei 5 K	92
5.17	Hysteresekurven eines 63,9 nm dicken YIG-Films hergestellt auf YAG-Substrat mit YSAG-Pufferschicht Probe bei 300 K ip und oop	93
5.18	Temperaturabhängigkeit der Remanenz eines 63,9 nm dicken YIG-Films hergestellt auf YAG-Substrat mit YSAG-Pufferschicht	94
5.19	Ferromagnetisches Resonanzfeld in Abhängigkeit vom Winkel	95

Tabellenverzeichnis

4.1	Gemessene 2θ -Winkel und daraus berechnete Netzebenenabstände d in nm	38
4.2	Prozessparameter für das YIG Wachstum auf YAG-Substraten	41
4.3	Übersicht über alle hergestellten Proben	42
4.4	Berechnete Netzebenenabstände der YIG-Dünnschichten auf YAG-Substrat . .	44
4.5	Zusammenfassung der FWHM der YIG auf YAG Proben	49
4.6	Simulierte Schichtdicken aller YIG-Dünnschichten auf YAG-Substrat	49
5.1	Berechnete Netzebenenabstände YSAG-Filme der Temperaturserie	76
5.2	Netzebenenabstand d_{444} und d_{202} der YSAG-Schichten bei den verschiedenen Substrattemperatur	78
5.3	FWHM der Rockingkurve gemessen an den YSAG-(444)-Reflexes der Temperaturserie	78
5.4	Netzebenenabstand sowie Abweichung des YSAG (444)-Reflexes für Druckserie 1	81
5.5	Zusammenfassung der Rockingkurve des YSAG (444)-Reflex der Druckserie 1	83
5.6	Zusammenfassung der Rockingkurve des YSAG (444)-Reflex der Druckserie 2	83

1 Einleitung

Die Entwicklung in der Analog- und Digitalelektronik ist heutzutage weit fortgeschritten. Dabei wird nur die elektrische Ladung des Elektrons als Freiheitsgrad ausgenutzt. Dies stößt mittlerweile nicht nur an technologische, sondern auch an physikalische Grenzen. In den letzten Jahren wurde daher nach neuen Konzepten gesucht, um die technologische Entwicklung weiter voranzutreiben. Ein sehr interessanter Ansatz ist dabei die Nutzung des magnetischen Freiheitsgrads der Elektronen, des Spins. Es hat sich daher der Begriff Spintronik eingebürgert, also die Kombination des Spins mit der herkömmlichen Elektronik. Dazu wurden in den letzten Jahren magnetische Materialien auf ihre Eignung untersucht. Das Walther-Meißner-Institut betreibt seit mehreren Jahren intensive Forschung auf dem Gebiet der Materialforschung für die Spintronik.

In den letzten Jahren trat Yttrium-Eisen-Granat $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ (YIG: engl.: Yttrium-Iron-Garnet) immer mehr in den Fokus der Forschung. Das Interesse ist darin begründet, dass YIG hervorragende physikalische Eigenschaften besitzt. Es handelt sich um einen ferromagnetischen¹ elektrischen Isolator mit einer Curietemperatur von $T_C = 560 \text{ K}$ [1] weit oberhalb der Raumtemperatur. Es hat zudem sehr gute magnetooptische Eigenschaften, wie etwa einen großen Faraday-Effekt [2]. Auch für Anwendungen in der Hochfrequenztechnik ist YIG gut geeignet, da es in der ferromagnetischen Resonanz eine sehr schmale Linienbreite von nur 0,02 mT zeigt [3].

Schon heute wird YIG in Mikrowellenresonatoren zum Beispiel für Netzwerkanalysatoren in der Messtechnik als Passfilter und Phasenverschieber im Frequenzbereich von 300 MHz bis 100 GHz eingesetzt. Dabei wird es in Form von einkristallinen Kugeln oder Scheiben verwendet [4]. In sogenannten „magnetostatic wave“ (MSW) wird YIG in Form von dicken Filmen verwendet [5]. Diese Filme werden meist mit Flüssigphasenepitaxie (LPE: engl.: Liquid phase epitaxy) hergestellt. Mit dieser Methode sind jedoch nur Dickschichten möglich und die Integration in die bestehenden Mikroelektronikprozesse ist nicht möglich [5].

¹Zur Vereinfachung wird in dieser Arbeit der Begriff „ferromagnetisch“ sowohl für ferromagnetische, wie auch ferrimagnetische Ordnungen verwendet.

Für das Herstellen dünner YIG-Schichten haben sich in der Forschung mehrere Methoden etabliert. Einige Arbeitsgruppen erzeugen einkristalline YIG-Filme durch Kathodenstrahlzerstäubung (engl.: sputtern) von amorphen Schichten und anschließendem Aufheizen [6, 7, 8]. Besonders weit verbreitet ist auch die Abscheidung mit der gepulsten Laserdeposition auf Gadolinium-Gallium-Granat kurz GGG [9, 10, 11]. GGG hat ebenfalls eine Granatstruktur und die Summenformel $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$. GGG hat zu YIG eine Gitterfehlpassung von nur 0,05 %. Auch am Walter-Meißner Institut werden YIG-Dünnschichten mittels gepulster Laserdeposition auf GGG-Substrate aufgewachsen [12]. Es gibt jedoch einen großen Nachteil von GGG als Substrat, es ist paramagnetisch. Dies bedeutet, dass es in vielen Messungen zu einem starken magnetischen Hintergrundsignal führt und so die Messung stört.

Im Rahmen der Doktorarbeit von Matthias Althammer [13] wurde eine Magnetfeldabhängigkeit des elektrischen Widerstands von Platin bei Platin/YIG-Heterostrukturen auf GGG-Substrat entdeckt, die so bei nichtmagnetischen Metallen wie Platin nicht auftreten sollte. Eine Magnetfeldabhängigkeit des elektrischen Widerstands tritt bei ferromagnetischen Metallen auf. Im Gegensatz zu den verwendeten normal Metall / ferromagnetischen Isolator-Heterostrukturen ist eine Magnetfeldabhängigkeit des elektrischen Widerstands im normal Metall auf ferromagnetischen Metallen gut bekannt. Dabei geht man davon aus, dass im normal Metall an der Grenzfläche zum ferromagnetischen Metall eine Spinpolarisation stattfindet, also ein induzierter Magnetismus auftritt [14, 15, 16]. Eine naheliegende Erklärung, warum auch bei Platin auf dem ferromagnetischen Isolator YIG eine Magnetfeldabhängigkeit des elektrischen Widerstands gemessen wird, ist, dass auch dort ein induzierter Magnetismus im Platin auftritt. Aus diesem Grund soll im Rahmen dieser Arbeit unter anderem ein induzierter Magnetismus im Platin auf dem ferromagnetischen Isolator YIG untersucht werden. Zur elementspezifischen Untersuchung eines induzierten Magnetismus eignet sich die Absorption von polarisiertem Röntgenlicht. GGG ist als Substrat für eine solche elementspezifische Röntgenanalyse aber nicht geeignet, da es Gallium enthält und die Röntgenabsorptionskante von Gallium in der Nähe von Platin liegt.

Eine mögliche Alternative zu GGG als Substratmaterial stellt Yttrium-Aluminium-Granat (YAG) dar. Es hat ebenfalls eine Granatstruktur, jedoch eine Gitterfehlpassung zu YIG von über 3 %. Es ist im Gegensatz zu GGG diamagnetisch und verursacht somit auch kein Störsignal bei magnetischen Messungen. Außerdem enthält YAG kein Gallium, das bei der elementspezifischen Röntgenanalyse störend wäre.

Ziel dieser Arbeit ist, einen Prozess für die Abscheidung von YIG auf YAG zu finden,

YIG/YAG-Schichten mit Platin-Schichten für die Messungen des Röntgendiffraktionskoeffizienten herzustellen und zu charakterisieren. Anschließend soll mithilfe der elementarspezifischen Röntgenanalyse ein induzierter Magnetismus in der Platinschicht untersucht werden. Bedingt durch die große Gitterfehlanpassung von YIG zu YAG sind diese YIG-Filme nicht von sehr hoher kristalliner Qualität, deshalb soll im zweiten Teil dieser Arbeit versucht werden, mittels einer Pufferschicht die Gitterfehlanpassung zwischen YIG und YAG zu reduzieren und somit die Filmqualität zu verbessern. In diesem Zusammenhang sollen ein Prozess für eine Pufferschicht entwickelt, anschließend YIG-Schichten auf dieser Pufferschicht hergestellt und strukturell und magnetisch charakterisiert werden.

Die Masterarbeit ist wie folgt aufgebaut. In Kapitel 2 wird das Material Yttrium-Eisen-Granat vorgestellt. Es werden kurz die theoretischen Grundlagen der strukturellen und besonders der magnetischen Eigenschaften von YIG diskutiert. In Kapitel 3 werden die experimentellen Methoden vorgestellt, die in dieser Arbeit zum Einsatz kommen. In Kapitel 4 wird die Abscheidung von YIG auf YAG behandelt, sowie die Herstellung von YIG/Pt-Heterostrukturen für die Röntgendiffraktionskoeffizientenexperimente. Auch die Ergebnisse der strukturellen und magnetischen Charakterisierung dieser Proben werden in diesem Kapitel diskutiert, sowie die Ergebnisse der Röntgendiffraktionskoeffizientenexperimente zur Untersuchung des induzierten Magnetismus. Kapitel 5 behandelt die Abscheidung einer Pufferschicht zwischen YIG und YAG, um die Gitterfehlanpassung zu reduzieren. Darüber hinaus werden die strukturellen und magnetischen Eigenschaften von YIG-Dünnschichten hergestellt auf YAG-Substraten mit Zwischenschicht diskutiert. Eine Zusammenfassung der Arbeit sowie ein Ausblick, welche zukünftigen Herausforderungen es bei der epitaxialen Abscheidung von YIG gibt, werden im Kapitel 6 behandelt.

2 Yttrium-Eisen-Granat

In diesem Kapitel wird das Material Yttrium-Eisen-Granat ausführlich behandelt. Ausgehend von der allgemeinen Granatstruktur wird zunächst auf die strukturellen Eigenschaften eingegangen. Danach wird die Elektronenkonfiguration der beteiligten Ionen betrachtet und die magnetische Wechselwirkung der Ionen. Im Anschluss daran werden die daraus resultierenden magnetischen Eigenschaften besprochen. In der vorliegenden Arbeit werden auch dünne, einkristalline Yttrium-Eisen-Granat-Filme hergestellt und strukturell sowie magnetisch charakterisiert.

2.1 Strukturelle Eigenschaften

Yttrium-Eisen-Granat (YIG: engl.: Yttrium-Iron-Garnet) kristallisiert in der kubisch raumzentrierten (bcc: engl.: body center cubic) Granatstruktur. Als Granate werden ursprünglich bestimmte, natürlich vorkommende Silikate, mit der Summenformel $\{A_3^{2+}\}[B_2^{3+}](Si_3^{4+})O_{12}$ bezeichnet. Dabei sind A und B verschiedene Kationen. Die Elementarzelle enthält 8 dieser Formeleinheiten, also 160 Atome. Das A^{2+} -Kation ist 8-fach mit Sauerstoff koordiniert, bildet also einen AO_8 -Dodekaeder. Es sitzt auf der Wyckoff-Position¹ 24(c). Das B^{3+} -Kation ist 6-fach mit Sauerstoff koordiniert, bildet also einen BO_6 -Oktaeder. Es sitzt auf der 16(a) Position. Das Si^{4+} ist 4-fach mit Sauerstoff koordiniert, bildet also einen SiO_4 -Tetraeder. Es sitzt auf der 24(d) Position. Die Sauerstoffatome sitzen auf der 96(h) Position. [18] Granate bilden im Gegensatz zu anderen Oxiden, wie z. B. den Spinellen (AB_2O_4) keine dichteste Kugelpackung. In Abbildung 2.1 ist eine Einheitszelle eines Granats dargestellt.

Bei künstlich hergestellten Granaten kann das Silizium auch durch ein anderes Kation ersetzt werden, welches dann entweder dreifach oder vierfach positiv geladen sein kann. Eine Gruppe künstlicher Granate sind die Seltenerd-Eisen-Granate. Bei diesen ist das A-Kation ein Seltenerd (SE)-Ion, das B-Kation ein dreifach positiv geladenes Eisenion

¹Die Wyckoff-Position oder auch Punktlage genannt, gibt die Positionen der einzelnen Elemente in der Einheitszelle entsprechend der Symmetrieelemente der Raumgruppe an. Für eine genauere Diskussion sei hier auf einschlägige Fachliteratur zur Kristallographie wie [17] verwiesen.

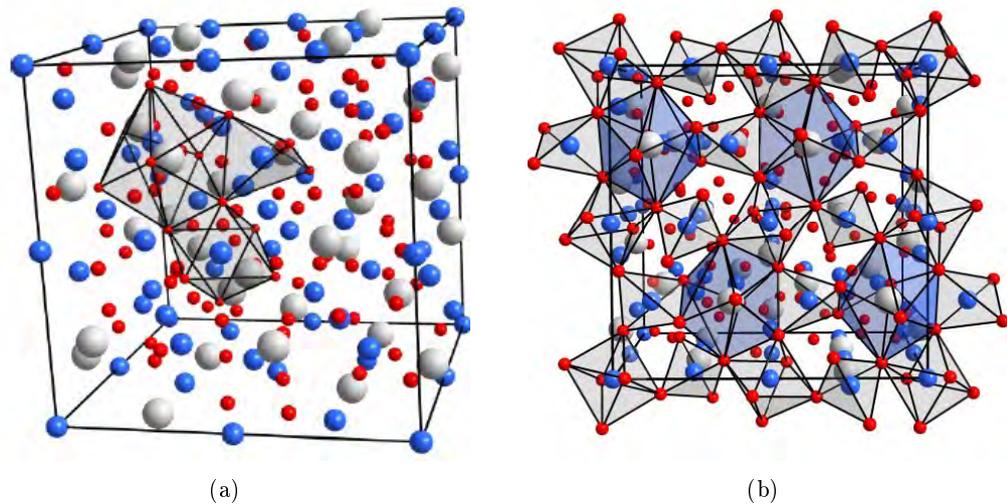


Abbildung 2.1: (a) Schematische Darstellung der Einheitszelle eines Yttrium-Eisen-Granats. Blau sind die Eisen-Ionen, die die oktaedrischen 16(a) sowie tetraedrisch 24(d) koordinierten Gitterplätze besetzen. Grau sind die Yttrium-Ionen, die auf dem achtfach-koodinierten Dodekaeder-Plätzen 24(c) sitzen. Die roten Kugel symbolisieren die Sauerstoffionen auf den 96(h)-Position. Die drei Polyeder in der Granatstruktur sind angedeutet. b) Anordnung der FeO₄-Tetraeder und FeO₆-Oktaeder (grau hervorgehoben) im der Granatstruktur, sowie die YO₈-Dodekaeder (blau hervorgehoben) [19].

und auf der Siliziumposition sitzt ebenfalls ein dreifach positiv geladenes Eisenion. Die Summenformel lautet $\{\text{SE}_3^{3+}\}[\text{Fe}_2^{3+}](\text{Fe}_3^{3+})\text{O}_{12}$. Das Seltenerd-Ion sitzt auf der dodekaedrisch mit Sauerstoff koordinierten (c)-Position, ein Eisenion ist auf der oktaedrisch mit Sauerstoff koordinierten (a)-Position und das zweite Eisenion sitzt auf der tetraedrisch mit Sauerstoff koordinierten (d)-Position. Die Granate können also durch drei Untergitter beschrieben werden. Das dodekaedrische Untergitter des Seltenerd-Ions, ein oktaedrisches Untergitter eines Eisenions und ein tetraedrisches Untergitter, ebenfalls eines Eisenions. Ein spezielles SE-Eisen-Granat ist das Yttrium-Eisen-Granat, bei dem als seltene Erde ein Yttrium-Ion eingebaut ist. YIG gehört zur Raumgruppe $\text{Ia}\bar{3}\text{dO}_h^{10}$, Raumgruppennummer 230. Die Gitterkonstante von YIG beträgt 1,2376 nm [20, 21].

Die Struktur kann anschaulich als eine Verknüpfung der FeO₄-Tetraedern und FeO₆-Oktaedern angesehen werden. Über gemeinsame Ecken spannen sie eine dreidimensionale Struktur auf. Innerhalb dieser Struktur sitzen jeweils die Yttrium-Ionen, die dann als verzerrter Würfel betrachtet werden können. [19] Bei den Tetraedern sind zwei Kanten

verbunden mit je einer Kante eines benachbarten Dodekaeders des Yttrium-Ions. Der Oktaeder hat sechs gemeinsame Kanten mit benachbarten Dodekaedern. Die Dodekaeder haben jeweils zwei Kanten gemeinsam mit einem Tetraeder und vier gemeinsam mit anderen benachbarten Dodekaedern. Tetraeder und Oktaeder haben keine gemeinsamen Kanten, sie sind lediglich über die Ecken verbunden. [22]

2.2 Magnetische Eigenschaften

Besonders für die Untersuchung von Spin-Phänomenen im YIG sind die magnetischen Eigenschaften von großer Bedeutung, deshalb soll in diesem Abschnitt auf diese kurz eingegangen werden.

Um die magnetischen Eigenschaften von YIG zu beschreiben, sollen zunächst die Elektronenkonfigurationen aller beteiligter Ionen betrachtet werden. Yttrium besitzt die Elektronenkonfiguration $[\text{Kr}] 4d^1 5s^2$. Das dreifach positiv geladene Yttrium-Ion besitzt demnach die Elektronenkonfiguration von Krypton, also keinerlei ungepaarte Elektronen, somit hat es einen Gesamtspin von $S = 0$, sowie einen Gesamtdrehimpuls von $L = 0$ und ist diamagnetisch. Ebenfalls diamagnetisch ist das O^{2-} Anion, welches eine abgeschlossene Neonhülle besitzt und deshalb auch einen Gesamtspin von $S = 0$ aufweist. Eisen-Atome besitzen eine Elektronenkonfiguration mit $[\text{Ar}] 3d^6 4s^2$. Das dreiwertige Fe^{3+} hat also eine abgeschlossene Argon-Elektronenkonfiguration plus 5 ungepaarte Elektronen in der $3d$ Schale. Damit besitzt es einen Gesamtspin von $S = 5/2$. Da alle fünf vorhandenen d -Orbitale gleich mit einem Elektron besetzt sind ergibt sich ein Gesamtdrehimpuls von $L = 0$. Die einzigen magnetischen Ionen im YIG sind demnach nur die Eisenionen.

Um die magnetischen Eigenschaften des YIG zu verstehen, soll zunächst allgemein ein Seltenerd-Eisen-Granat betrachtet werden, bei dem auf dem Yttrium-Platz ein beliebiges, auch magnetisches SE-Ion sitzen kann. Für die magnetischen Eigenschaften von Eisen-Granat ist die Wechselwirkung der drei verschiedenen koordinierten Untergitter (dodekaedrisch, oktaedrisch und tetraedrisch) untereinander verantwortlich.

Aufgrund der Superaustauschwechselwirkung kommt es zu einer indirekten Kopplung über die Sauerstoffatome. Dabei überlappen die d -Orbitale der Eisen bzw. Seltenerd-Ionen mit dem p -Orbital des Sauerstoffs. Wie die magnetische Kopplung über das nichtmagnetische O^{2-} -Anion ist, kann anhand einfacher Regeln, den Goodenough-Kanamori-Anderson-(GKA)-Regeln, beschrieben werden. Je nach geometrischer Anordnung kann eine ferromagnetische oder auch antiferromagnetische Kopplung stattfinden. Bei gefüllten oder leeren Orbitalen, die eine lineare Anordnung haben (180°), ist die Wechselwirkung

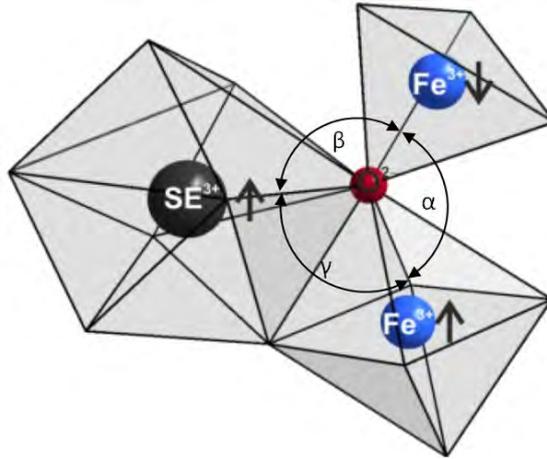


Abbildung 2.2: Die drei Untergitter in einem Eisen-Granat, der mit acht Sauerstoffionen koordinierte SE-Dodekaeder ((c)-Gitterplatz), der mit sechs Sauerstoffionen koordinierte Fe-Oktaeder ((a)-Gitterplatz) und der mit vier Sauerstoffionen koordinierte Fe-Tetraeder ((d)-Gitterplatz). Eingezeichnet ist die antiparallele Spinanordnung in den beiden Eisen-Gittern [19].

stark und antiferromagnetisch. Dies ist die erste GKA-Regel. Die zweite GKA-Regel besagt, dass bei einem gefüllten und einem leeren Orbital, die einen Winkel von 180° einschließen, die Wechselwirkung schwach und ferromagnetisch ist. Die dritte GKA-Regel besagt, dass der Austausch von gefüllten, orthogonalen Orbitalen (90°) schwach und ferromagnetisch ist. Darüber hinaus hängt die Stärke der Wechselwirkung von der Stärke des Überlapps ab. Je kürzer der Bindungsabstand ist, desto größer ist die Wechselwirkung. Für eine genauere Diskussion des Superaustausches und der GKA-Regeln siehe [23].

In Abbildung 2.2 sind die drei Kationengitter und die antiparallele Anordnung der Spins in den beiden Eisenionen aufgrund des Superaustausches gezeigt. Der Bindungswinkel zwischen den Eisenatomen auf den Oktaeder-Platz ((a)-Gitterplatz) und den Tetraeder-Plätzen ((d)-Gitterplatz) beträgt $\alpha = 126,6^\circ$. Daher ist der Austausch antiferromagnetisch und stark. Der Bindungswinkel zwischen Ion im Dodekaeder ((c)-Gitterplatz) und dem Eisen im Tetraeder beträgt $\beta = 122,2^\circ$, so dass auch dort eine starke antiferromagnetische Kopplung stattfindet. Eine eher schwächere und ferromagnetische Kopplung findet zwischen den SE^{3+} und den Fe^{3+} -Ionen auf dem Oktaeder-Platz statt, da dort der Bindungswinkel nur $\gamma = 104,2^\circ$ beträgt. [20]

Zur Berechnung der Sättigungsmagnetisierung kann die Néel-Theorie herangezogen werden [19]. Danach ist die Sättigungsmagnetisierung M_S gegeben durch

$$M_S = |3M_{SE^{3+}}(2S) - [3M_{Fe^{3+}}(2S) - 2M_{Fe^{3+}}(2S)]| \quad (2.1)$$

wobei die Magnetisierung dabei in Bohrsche Magnetonen μ_B pro Formeleinheit (f.u.: engl.: formular unit) angegeben wird. S ist der Gesamtspin und errechnet sich aus $S = n/2$, mit n der Anzahl ungepaarter Elektronen.

Wenden wir uns nun wieder dem YIG zu, bei diesem sitzt auf dem (c)-Gitterplatz das unmagnetische Yttrium, so dass nur die Wechselwirkung $Fe_{(a)}^{3+}-O^{2-}-Fe_{(d)}^{3+}$ für den Magnetismus von YIG eine Rolle spielt. Es sind zwei Fe^{3+} im Oktaeder-Gitter und drei Fe^{3+} im Tetraeder-Gitter. Durch die antiparallele Ausrichtung der Spins kompensieren sich vier Eisenionen gegenseitig, es bleibt ein resultierendes Eisenion im Tetraeder-Gitter übrig, das zum gesamten magnetischen Moment des YIG beiträgt. Aufgrund der antiparallelen Ausrichtung der Untergitter spricht man von einem Ferrimagneten. Wie oben schon erwähnt, besitzt Fe^{3+} 5 ungepaarte Elektronen in der $3d$ -Schale.

Aus Gleichung 2.1 erhält man somit für die Sättigungsmagnetisierung bei $T = 0\text{ K}$

$$M_S = |0\mu_B - (15\mu_B - 10\mu_B)| / \text{f.u.} = 5\mu_B / \text{f.u.} \quad (2.2)$$

Mit $\mu_B = 9,274 \cdot 10^{-24} \text{ J/T}$ und dem Volumen der Einheitszelle $V = a^3 = (1,2376 \text{ nm})^3$, erhält man einen Wert für die Sättigungsmagnetisierung von $M_S = 195,70 \text{ kA/m}$.

Bei endlicher Temperatur nimmt dieser Wert ab. Oberhalb der Curie-Temperatur von $T_C = 560 \text{ K}$ [1] verliert YIG seine ferrimagnetische Ordnung und es wird paramagnetisch. Bei Raumtemperatur beträgt der Wert für die Sättigungsmagnetisierung $143,40 \text{ kA/m}$ [1]. Die einzigen magnetischen Ionen im YIG sind die Eisenionen, diese haben einen Bahndrehimpuls von $L = 0$, daher ist die Wechselwirkung mit Gitterschwingungen, Phononen, sehr gering. Dies resultiert in einer geringen Linienbreite in der ferromagnetischen Resonanz [3].

3 Experimentelle Methoden

Im nachfolgendem Abschnitt werden die experimentellen Techniken beschrieben, die in dieser Arbeit verwendet werden. Zuerst werden die Methoden vorgestellt, mit denen die Schichten erzeugt werden, dies ist die gepulste Laserdeposition und das Elektronenstrahlverdampfen. Danach wird die Röntgendiffraktometrie als Methode zur strukturellen Charakterisierung eingeführt. Anschließend wird auf die verwendeten magnetischen Charakterisierungsmethoden SQUID-Magnetometrie, Röntgenzirkulardichroismus und ferromagnetische Resonanz eingegangen.

3.1 Pulsed Laser deposition

Die Erzeugung der dünnen Schichten erfolgte mittels gepulster Laserdeposition (PLD: engl.: Pulsed Laser Deposition). Die PLD-Anlage, die in dieser Arbeit verwendet wird, ist Bestandteil einer Ultrahochvakuum(UHV)-Clusteranlage. Diese besteht aus mehreren Kammern, die zur Herstellung von dünnen Schichten dienen. Die Kammern sind alle über die Transferkammer verbunden, wobei die Proben mittels Roboterarm von einer Kammer in die nächste transportiert werden können.

Die gepulste Laserdeposition ist ein physikalisches Abscheideverfahren, welches zu den PVD-Verfahren (PVD: engl.: physical vapour deposition) gehört. Das Grundprinzip ist das Abtragen eines Materials mittels eines gepulsten Lasers und die anschließende Abscheidung auf der Oberfläche eines Substrats. Bei der richtigen Wahl der Prozessparameter kann ein epitaktisches Wachstum erzielt werden.

Die schematische Funktionsweise ist in Abbildung 3.1 dargestellt. Ein gepulster Laser wird über ein Linsensystem auf ein Target fokussiert, welches stöchiometrisch aus dem abzuschneidenden Materialsystem zusammengesetzt ist. Durch die hohe Energiedichte des Lasers wird das Material abgedampft bzw. ionisiert und es entsteht ein Plasma. Dieses wird aufgrund der charakteristischen Form als „Plasma-Plume“ bezeichnet. Die kinetische Energie der Teilchen kann dabei bis zu 100 eV betragen. Oberhalb des Targets befindet sich das Substrat, auf dem die Schicht abgeschieden werden soll. Die Ionen

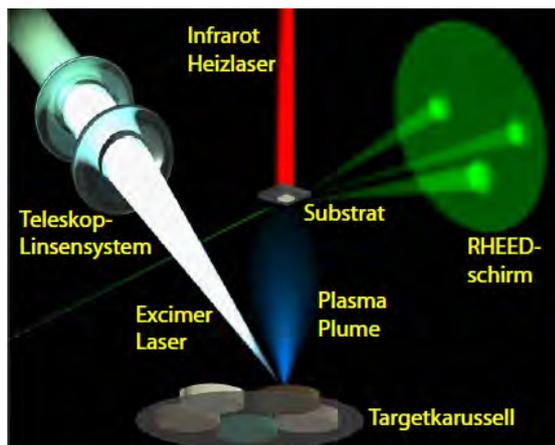


Abbildung 3.1: Schematisches Funktionsprinzip der gepulsten Laserdeposition [25].

lagern sich auf der Oberfläche des Substrates an. Dieses kann zusätzlich mittels eines Infrarot-Diodenlasers geheizt werden. Zudem wird bei dem PLD-Verfahren ein Prozessgas als Hintergrundatmosphäre verwendet. Es gibt die Möglichkeit sowohl reaktive als auch inerte Gase zu benutzen. Bei der Verwendung von reaktiven Gasen soll das ablatierte Material mit dem Prozessgas reagieren und das Reaktionsprodukt abgeschieden werden. Zudem dient das Gas dazu, durch Stöße die kinetische Energie der Atome und Ionen zu reduzieren und so ein Absputtern des Substrats zu verhindern. Bei inerten Gasen, soll nur eine Reduzierung der kinetischen Energie erfolgen. Werden nun die Prozessparameter Substrattemperatur, Hintergrunddruck, Energiedichte und Wiederholrate des Lasers richtig eingestellt, kann epitaktisches Wachstum erreicht werden. [24]

Das PLD-Verfahren hat viele Vorteile. So ist es sehr vielseitig einsetzbar. Es können eine Vielzahl unterschiedlicher Materialien (Metalle, Halbleiter oder auch Hochtemperatursupraleiter) abgeschieden werden. Besonders für Materialien mit einem hohen Schmelzpunkt, wie etwa Oxide, ist die PLD gut geeignet. Zudem können problemlos auch komplexere Materialien, die aus einer Vielzahl von Elementen zusammengesetzt sind, abgeschieden werden. Dies ist ein großer Vorteil gegenüber der Molekularstrahlepitaxie, wo das Verhältnis manuell eingestellt werden muss. Oft besteht die Möglichkeit, mehrere Targets in der Prozesskammer zu platzieren, so dass Heterostrukturen aus mehreren aufeinanderfolgenden Materialsystemen problemlos hergestellt werden können. [26]

Bei der in dieser Arbeit verwendeten PLD-Anlage wird zur Ablation des Targets ein KrF-Excimer-Laser Complex 201 von Lambda Physik eingesetzt. Dieser UV-Laser hat eine Wellenlänge von $\lambda = 248 \text{ nm}$, eine Pulsenergie von 450 mJ und eine Wiederholrate von

maximal 10 Hz. Über ein Teleskop-Linsensystem kann die Energiedichte am Target zwischen $0,5$ und 5 J/cm^2 eingestellt werden. Die Pulsdauer beträgt 2 bis 3 ns. Zum Heizen des Substrats steht der Infrarot-Laser LH140 der Firma Surface, mit einer Wellenlänge $\lambda = 938 \text{ nm}$ und einer Leistung von 140 W zur Verfügung. Der Laserstrahl des Heizlasers wird über eine Glasfaser auf die Rückseite des Substrates gebracht. Durch die Laserheizung wird nur das Substrat erhitzt, dadurch wächst hauptsächlich auf dem Substrat der Film auf und der Rest der Kammer bleibt sauber. Mit einem 2-Farben-Pyrometer wird aus der Wärmestrahlung die Temperatur des Substrates bestimmt. Über einen Computer wird die Ausgangsleistung des IR-Lasers geregelt um eine konstante Temperatur einzustellen. Als Prozessgas wird in der vorliegenden Arbeit meist Sauerstoff verwendet. Der Sauerstoff kann sich in die abgeschiedene Granat-Schicht einlagern und so eventuelle Fehlstellen ausgleichen. Wird der Druck jedoch zu hoch gewählt, lagert sich zu viel Sauerstoff ein, was sich negativ auf die Schichtqualität auswirkt.

3.2 Reflection High Energy Electron Diffraction RHEED

Um das Wachstum zu beobachten, verfügt die PLD-Anlage über ein RHEED-System (RHEED: engl.: Reflection High Energy Electron Diffraction). Die Elektronen werden dabei auf Energien von bis zu 35 keV beschleunigt und treffen in einem kleinen Winkel von $1^\circ - 3^\circ$ auf die Probenoberfläche. Dort werden sie gebeugt und anschließend von einem Phosphor-Fluoreszenzschirm sichtbar gemacht. Dieses Beugungsbild der Kristalloberflächenstruktur wird mit einer Kamera aufgezeichnet und am PC ausgewertet. Das RHEED stellt eine Möglichkeit dar, während des Prozesses das Wachstum der dünnen Schicht *in situ* zu überwachen. Außerdem erlaubt es Rückschlüsse auf mögliche Wachstumsmoden. [27] Im Anschluss wird kurz ein Einblick in die Theorie des Schichtwachstums gegeben.

Prinzipiell unterscheidet man vier verschiedene Wachstumsmoden. In Abbildung 3.2 sind diese schematisch dargestellt. Zu den zwei dimensional Wachstumsmoden zählt das Lagen-Wachstum (Frank-Van-der-Merwe Wachstum) (Abb. 3.2 (a)) und das Stufenwachstum (Abb. 3.2 (d)). Das Volmer-Weber Wachstum führt zu Inseln und damit zu einer dreidimensionalen Struktur (Abb. 3.2 (b)). Eine Mischung aus 2D und 3D Wachstum stellt das Stranski-Krastanov Wachstum dar (Abb. 3.2 (c)). Insbesondere für Mehrfachlagen wird ein 2D Wachstum angestrebt.

Ob ein 2D oder ein 3D Wachstum stattfindet hängt von mehreren Faktoren ab, hauptsächlich aber von der Substrattemperatur und dem Hintergrunddruck. Darüber hinaus ist die Oberflächenbeschaffenheit des Substrats ein maßgeblicher Faktor. Raue Oberflä-

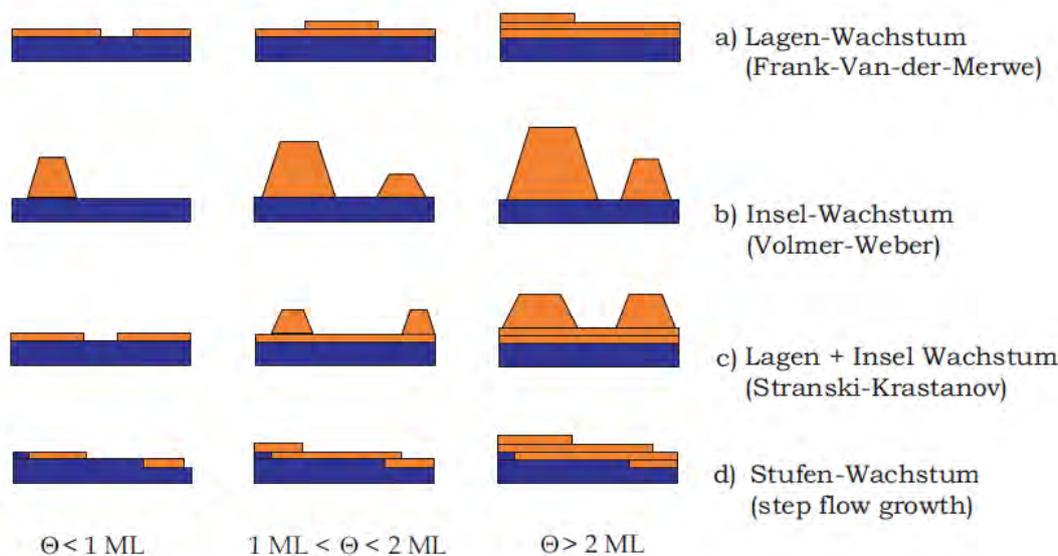


Abbildung 3.2: Die vier verschiedenen Wachstumsmoden dargestellt bei drei unterschiedlichen Zeiten, wenn die abgeschiedene Materialmenge Θ weniger als eine Monolage (links), zwischen einer und zwei Monolagen (mitte) oder mehr als zwei Monolagen (rechts) ist [27].

chen begünstigen ein Insel-Wachstum. Bei der Temperatur verhält es sich so, dass höhere Temperaturen eher Inselwachstum fördern, niedrige dagegen 2D-Wachstum. Beim Druck verhält es sich genau umgekehrt, ein hoher Druck sorgt eher für Lagen-Wachstum und ein niedriger für ein 3D-Wachstum. [28, 29]

Über die zeitliche Veränderung der Intensität einzelner RHEED-Reflexe können die Wachstumsmoden identifiziert werden. Beim Stufenwachstum haben die auftreffenden Atome so viel Energie, dass sie sich auf der Oberfläche lange genug bewegen können um sich an einer energetisch günstigen Position, wie etwa einer bestehenden Stufenkante, anzulagern. Daher bleibt die Rauigkeit der Oberfläche nahezu gleich. Dies führt zu einer nahezu konstanten Intensität des einzelnen Reflexes. Beim Lagen-Wachstum erhöht sich die Rauigkeit durch das Anlagern der Atome auf der Oberfläche stark. Dies bedeutet ein starkes Abfallen der Intensität. Nachdem eine komplette Monolage gewachsen ist, ist wieder eine glatte Oberfläche entstanden, die wiederum eine hohe Intensität des RHEED-Reflexes bedingt. Die Intensität der Reflexe oszilliert somit als Funktion der Zeit bzw. als Funktion der abgeschiedenen Materialmenge. Über diese Oszillation kann beim Lagen-Wachstum auch auf die Schichtdicke geschlossen werden. Beim Volmer-Weber Insel Wachstum erhöht sich die Rauigkeit der Oberfläche stark, die Intensität eines Reflexes

fällt stark ab. Beim Stranski-Krastanov Wachstum tritt zuerst eine Oszillation der Reflexintensität auf, wie beim Lagenwachstum, danach fällt jedoch die Intensität analog zum Inselwachstum stark ab.

Auch über das RHEED-Bild kann zwischen den Wachstumsmoden unterscheiden werden. Bei einer atomar glatten Oberfläche treten nur scharfe Reflexe auf dem Lauekreis auf, wie in Abbildung 3.3 (a) gezeigt. Bei einer gestuften bzw. sehr rauen Oberfläche vergrößern sich diese Reflexe zu länglichen Strichen (Abb. 3.3 (b)). Befinden sich 3D-Inseln auf der Oberfläche, so erscheint ein typisches Durchstrahlungsbild, bei dem viele Reflexe auch außerhalb des Lauekreises sichtbar sind (Abb. 3.3 (c)). [29]

Aus technischen Gründen war die RHEED-Anlage nur am Ende der Arbeit einsatzbereit, so dass nur wenige Schichten mit Unterstützung des RHEED-Systems gewachsen werden konnten.

3.3 Elektronenstrahlverdampfer

In einer zweiten Kammer des UHV-Clusters befindet sich ein Elektronenstrahlverdampfer für Metalle. Damit ist es möglich *in-situ* auf die YIG-Schicht eine weitere Schicht abzuscheiden, ohne das Vakuum zu verlassen. Dabei wird ein Elektronenstrahl auf einen Tiegel fokussiert, in dem sich das abzuscheidende Metall befindet. Dieses wird durch den Strahl so stark erhitzt, dass es bedingt durch den niedrigen Druck von 10^{-8} μbar verdampft und sich auf dem über dem Tiegel befestigten Substrat abscheidet. Bei dem hier verwendeten System werden die Elektronen mit einer Hochspannung von 7,5 kV beschleunigt. Sie treffen mit einem Strom von 20-300 mA auf das Metall. Der benötigte Strom richtet sich nach dem zu verdampfenden Metall. Das Substrat befindet sich ca. 30 cm über dem Tiegel. Zur Kontrolle der Schichtdicke wird ein Schwingquarz verwendet und automatisch ein Shutter vor die Probe gefahren, sobald die gewünschte Schichtdicke erreicht ist.

Der Vorteil des thermischen Verdampfens ist, dass die Atome nur eine geringe kinetische Energie besitzen. Diese ist mit 0,1 eV um das Tausendfache kleiner als beim PLD-Prozess. Dadurch lagern sich die Atome langsam auf der Probenoberfläche ab und Grenzflächenreaktionen oder ähnliches wird vermieden. Der große Nachteil ist jedoch, dass verschiedene Metalle alle einen unterschiedlichen Schmelzpunkt besitzen und deshalb Legierungen nur schwer abgeschieden werden können. [25]

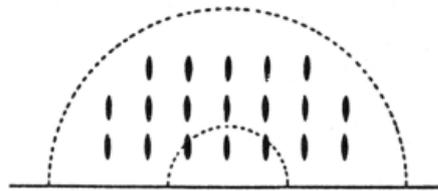
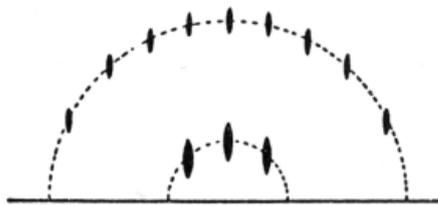
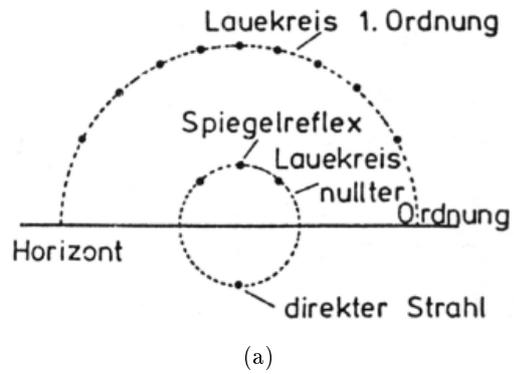


Abbildung 3.3: (a) zeigt das entstehende RHEED-Bild bei einer atomar glatten Oberfläche, in (b) ist das RHEED Bild bei rauer oder gestufter Oberfläche gezeigt, zu erkennen ist eine Vergrößerung der Reflexe zu länglichen Strichen und (c) zeigt das RHEED-Bild einer 3D-Oberfläche, es ist ein typisches Durchstrahlungsbild [29].

3.4 Röntgenbeugung

Zur Analyse der kristallinen Eigenschaften der gewachsenen Schichten eignet sich sehr gut die Streuung von Röntgenstrahlung, weil die Wellenlänge der Strahlung in der Größenordnung der Gitterkonstanten liegt. Es gibt mehrere Möglichkeiten, mittels Röntgenstrahlung die kristallinen Eigenschaften eines Materials zu untersuchen. In dieser Arbeit wird das Drehkristallverfahren verwendet. Dabei wird monochromatische Röntgenstrahlung auf die Probe gestrahlt dort gebeugt und die Intensität des gebeugten Strahls gemessen.

Zur Untersuchung der Proben wird das Vierkreisdiffraktometer D8-Discover der Firma Bruker benutzt. Als Röntgenquelle dient eine Kupfer-Röntgenröhre, die mit 40 kV Beschleunigungsspannung und 40 mA Strom betrieben wird. Die Röntgenstrahlung, die neben der charakteristischen Strahlung auch aus Bremsstrahlung besteht, trifft nach dem Austritt aus der Röntgenröhre auf einen Göbelspiegel. Dies ist ein parabolisch gebogenes Halbleitersubstrat mit darauf abgeschiedenen Mehrfachlagen, die eine hohe Reflektivität für Cu-K $_{\alpha}$ -Strahlung besitzen. Der Göbelspiegel unterdrückt die Bremsstrahlung sowie die Cu-K $_{\beta}$ -Strahlung. Außerdem wird der Röntgenstrahl durch den Göbelspiegel parallelisiert. Anschließend folgt ein 4-fach-Monochromator aus zwei Germaniumkristallen. Durch diesen Monochromator wird die Cu-K $_{\alpha 2}$ -Linie unterdrückt. Nach dem Monochromator besitzt der Röntgenstrahl die Wellenlänge von $\lambda = 0,154056$ nm der Cu-K $_{\alpha 1}$ -Linie. Dieser Strahl trifft auf die Probe, wird dort gestreut und von einem NaI-Szintillator detektiert. [28]

Die Grundlage für die Röntgenbeugung ist die Bragg-Bedingung, die lautet:

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (3.1)$$

Dabei ist λ die Wellenlänge der verwendeten Röntgenstrahlung, θ der Einfallswinkel, auch Bragg-Winkel genannt, n gibt die Beugungsordnung an und d_{hkl} ist der Netzebenenabstand mit den Millerschen Indizes h, k, l dieser Ebene. Diese Bragg-Bedingung ist in Abbildung 3.4 gezeigt. Die Gleichung beschreibt die konstruktive Interferenz der Röntgenstrahlung, die an den Netzebenen gebeugt werden. Der Strahl \mathbf{k}_i fällt unter dem Winkel θ auf die Streuebenen. Der gebeugte Strahl \mathbf{k}_f schließt ebenfalls die Streuebene im Winkel θ ein. Die gebeugten Strahlen interferieren konstruktiv genau dann, wenn der Gangunterschied Δs ein ganzzahliges Vielfaches der Wellenlänge der einfallenden Strahlung λ ist. Ist für einen einfallenden Winkel θ die Bedingung der Gleichung 3.1 erfüllt, kommt es zu einem Intensitätsmaximum. [30]

Die Bragg-Bedingung ist eine skalare Gleichung. Man kann die Bedingung aber auch

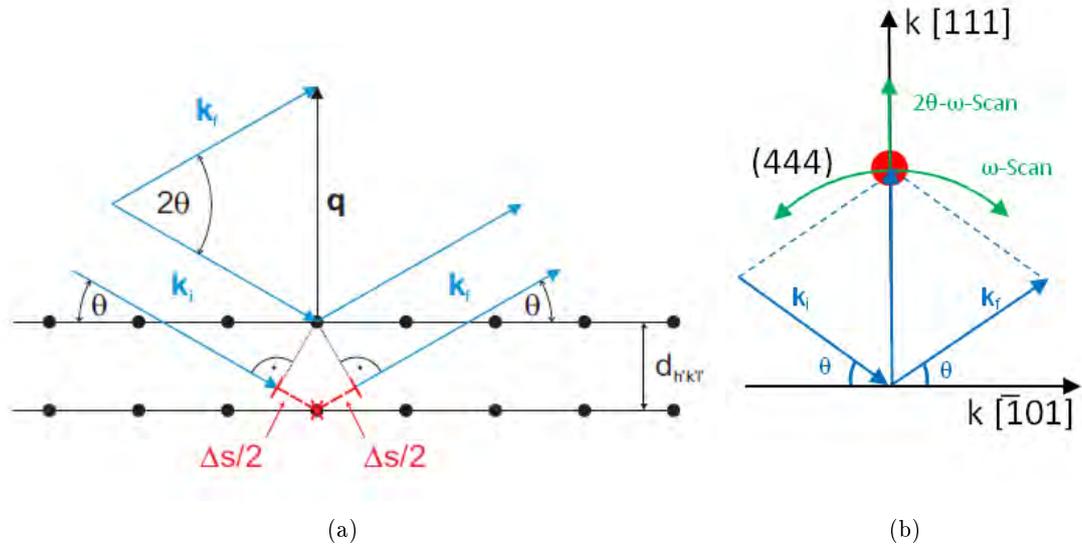


Abbildung 3.4: (a) Prinzipielle Darstellung der Beugung von Röntgenstrahlen an Gitterebenen [31]. (b) Veranschaulichung der Scan-Moden ω -scan und $2\theta - \omega$ -scan anhand eines (444)-Reflexes im reziproken Raum.

in vektorieller Form beschreiben (Laue-Gleichung).

$$\mathbf{G}_{hkl} = \mathbf{k}_f - \mathbf{k}_i \quad (3.2)$$

Es kommt zu einer konstruktiven Interferenz genau dann, wenn der Streuvektor $\mathbf{q} = \mathbf{k}_f - \mathbf{k}_i$ gleich einem reziproken Gittervektor \mathbf{G}_{hkl} ist (siehe Abb. 3.4 (a)).

Bei kubischen Kristallstrukturen gilt folgender Zusammenhang zwischen der Gitterkonstante a , dem Netzebenenabstand d_{hkl} und dessen Millerschen Indizes h, k, l [32]:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (3.3)$$

Bei dünnen, epitaktischen Schichten können auf Grund der endlichen Anzahl N von Netzebenen, Nebenmaxima auftreten. Diese entstehen durch die Streuung der Röntgenstrahlung an den verschiedenen Netzebenen und werden als Laue-Oszillationen bezeichnet. Dies ist analog zur Beugung am Spalt zu verstehen. Bedingung hierfür ist jedoch, dass die Netzebenen kohärent zueinander sind. Das Auftreten dieser Laue-Oszillationen ist ein Zeichen für ein gutes kristallines Wachstum der Filme. Relaxierte Filmebenen sowie eine starke Oberflächenrauigkeit verhindern das Auftreten der Laue-Oszillationen. [27]

Abbildung 3.4 (b) zeigt den Ausschnitt des reziproken Raums um den (444) Reflex, für einen (111)-orientierten Kristall. In dieser Arbeit werden ausschließlich (111)-orientierte Kristalle verwendet, weswegen alle weiteren Diskussionen sich auch eine solche Orientierung beziehen. Die x-Achse ist die in der Filmebene liegende $[\bar{1}01]$ -Richtung und die y-Achse ist die $[111]$ -Richtung. Anhand dieser Zeichnung sollen zwei Messmoden erklärt werden. Einfallswinkel und Ausfallswinkel sind nur bei idealen Kristallen gleich, durch Fehlschliffe variieren die beiden Winkel. Es ist eine Kalibrierung nötig, welche als ω -Scan oder auch als Rockingkurve bezeichnet wird. Hierzu wird der Detektor auf einen festen Winkel 2θ gefahren, wo ein intensitätsstarker Reflex erwartet wird. Nun wird die Probe um den Winkel ω in beide Richtungen leicht gedreht. Somit kann ein Offset $\Delta\omega$ bestimmt und die Probe so ausgerichtet werden, dass nun Einfallswinkel und Ausfallswinkel gleich sind [32]. Die Rockingkurve kann auch zur Bewertung der Kristallinität eines Einkristalls herangezogen werden. In einem realen Kristall sind die Netzebenen nicht exakt parallel zueinander, sondern leicht verkippt und versetzt. Dies wird als Mosaizität oder Welligkeit bezeichnet. Dies führt zu einer Verbreiterung des Reflexes in $[\bar{1}01]$ -Richtung. Es entsteht eine gaußförmige Intensitätsverteilung. Deren Halbwertsbreite (FWHM: engl.: Full Width at Half Maximum) ist ein Maß für die Mosaizität, wobei eine geringe FWHM eine hohe Kristallinität bedeutet. Im reziproken Raum bedeutet die Rockingkurve, dass der Streuvektor \mathbf{q} mit festem Betrag um den Ursprung auf einer Kreisbahn bewegt wird. [25]

Beim $2\theta - \omega$ -Scan wird der Detektor (2θ) mit doppelt so hoher Winkelgeschwindigkeit bewegt wie die Probe (ω). Im Bild des reziproken Raums bedeutet es, dass der Streuvektor seinen Betrag in radialer Richtung auf der $[111]$ -Achse ändert. Da nur die $[111]$ -Richtung abgefahren wird, werden nur symmetrische Reflexe detektiert (siehe Abb. 3.4 (b)). Immer wenn die Bragg-Bedingung Gl. (3.1) erfüllt ist, kommt es zu einem Intensitätsmaximum. Mithilfe dieses $2\theta - \omega$ -Scans können zum einen eventuelle Fremdphasen erkannt werden, zudem können out-of-plane Informationen, wie etwa der Netzebenenabstand in Wachstumsrichtung bestimmt werden. Bei den meisten Scans in dieser Arbeit wird ein Bereich von $2\theta = 10^\circ$ bis 130° durchgefahren.

In Abbildung 3.5 ist der reziproke Raum anhand der Ewaldkugel dargestellt. Die einzelnen Punkte im reziproken Raum, definiert durch den reziproken Gittervektor \mathbf{G}_{hkl} , entsprechen jeweils Gitterebenen (hkl) im realen Raum. Der Radius des äußeren Kreises beschreibt die erreichbaren Reflexe, die durch den maximalen Streuvektor $\mathbf{q} < 2 \cdot 2\pi/\lambda$ beschränkt sind. Die zwei grauen Halbkreise sind Bereiche die mit dem Röntgengerät aus geometrischen Gründen nicht zugänglich sind, da sowohl der einfallende Strahl ($\omega > 0$) als auch der ausfallende Strahl ($2\theta > \omega$) sich auf der Oberseite der Probe befinden

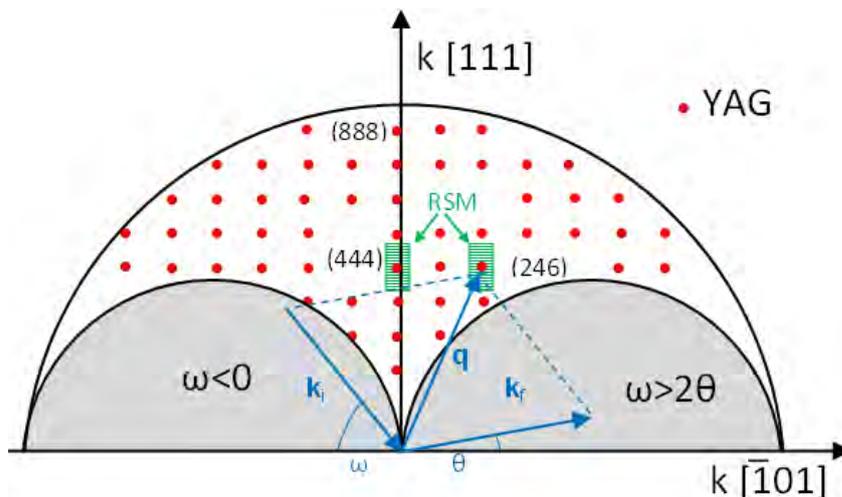


Abbildung 3.5: Darstellung des reziproken Raums einer (111)-orientierten Probe anhand der Ewaldkugel. Rot sind die erreichbaren YIG-Reflexe. Der Vektoren des einfallenden Strahls \mathbf{k}_i und ausfallenden Strahls \mathbf{k}_f , sowie den Streuvektor \mathbf{q} sind blau dargestellt. Die beiden grün markierten Bereiche deuten RSM um den symmetrischen YIG (444)-Reflex und den asymmetrischen YIG (246)-Reflex an.

müssen, da eine Durchstrahlung nicht möglich ist. [25]

Mit dem $2\theta - \omega$ -Scan sind nur symmetrische Reflexe auf der [111]-Achse zugänglich und somit auch keine Informationen bezüglich des in-plane-Wachstums. Um zusätzlich diese Information zu bekommen, müssen Reflexe untersucht werden, die sowohl von der in-plane, wie auch der out-of-plane Gitterkonstanten abhängen. Diese werden als asymmetrische Reflexe bezeichnet. Dazu wird ein RSM durchgeführt (RSM: engl.: reciprocal space mapping). Dies bedeutet, es wird um die Position eines Reflexes der reziproke Raum abgerastert. [25] Dazu werden schrittweise Linienscans in der $[\bar{1}01]$ -Richtung gemacht und dann zu einer 2D-Abbildung des reziproken Raums aneinandergereiht. Es können alle Reflexe gescannt werden, die innerhalb des erlaubten Bereichs der Ewaldkugel liegen. Der Streuvektor \mathbf{q} wird auf den zweifachen Radius der Ewaldkugel normiert. Die Einheit ist dabei $4\pi/\lambda$ und wird als rlu (rlu: engl.: reciprocal lattice units) angegeben. In Abbildung 3.5 sind jeweils mit Kästchen RSM von dem symmetrischen (444) und dem asymmetrischen (246) Reflex angedeutet. Anhand von RSM Scans von asymmetrischen Reflexen kann auch zwischen verspanntem und vollständig relaxiertem Wachstum unterschieden werden. Beim verspannten Wachstum (engl.: strained) nimmt der Film, wie in Abbildung 3.6 (a) gezeigt, in der Filmebene die Gitterkonstante des Substrates

an, dies führt zu einer Verspannung des Filmes in Wachstumsrichtung. Beim relaxierten Wachstum hingegen strebt der Film die Gitterkonstante des Volumenmaterials an, wie in Abbildung 3.6 (b) veranschaulicht. Um die Spannung im Übergangsbereich zu verringern, treten Defekte auf. [33] Abbildung 3.7 (a) zeigt ein typisches RSM Bild des (444) Reflexes, bei dem der Filmreflex unterhalb des Substratreflexes liegt. Bei asymmetrischen Reflexen, wie bei dem in Abbildung 3.7 (b) gezeigten (246) Reflex, ist der Filmreflex zusätzlich noch in der Horizontalen verschoben. Ist so eine Verschiebung erkennbar, bedeutet das, dass der Film relaxiert aufgewachsen ist. In 3.7 (c) ist nochmals ein RSM des (246) Reflexes abgebildet, diesmal liegt jedoch der Filmreflex unterhalb des Substratreflexes, dies tritt auf, wenn ein verspanntes Wachstum stattgefunden hat. Der Grund liegt darin, dass die Gitterkonstante in der Filmebene nun von Substrat und Film gleich ist. Ein Unterschied, ob ein Film verspannt oder relaxiert aufwächst, ist nur anhand von asymmetrischen Reflexen möglich.

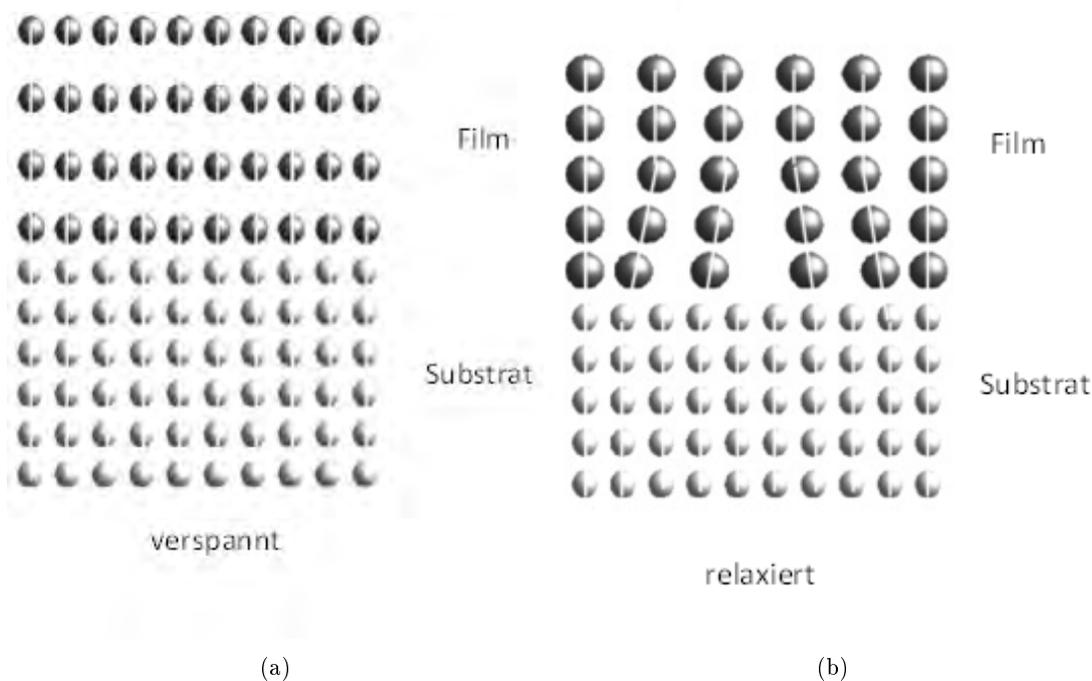


Abbildung 3.6: Unterschied verspanntes Wachstum (a) zu vollständig relaxiertem Wachstum (b). Während beim verspannten Wachstum der Film in der Filmebene die Gitterkonstante des Substrates übernimmt und damit verspannt wird, geht bei relaxiertem Wachstum die Gitterkonstante auf den Wert von Volumenmaterial zurück. Dazu bildet sich im Übergangsbereich eine Vielzahl von Defekten [33].

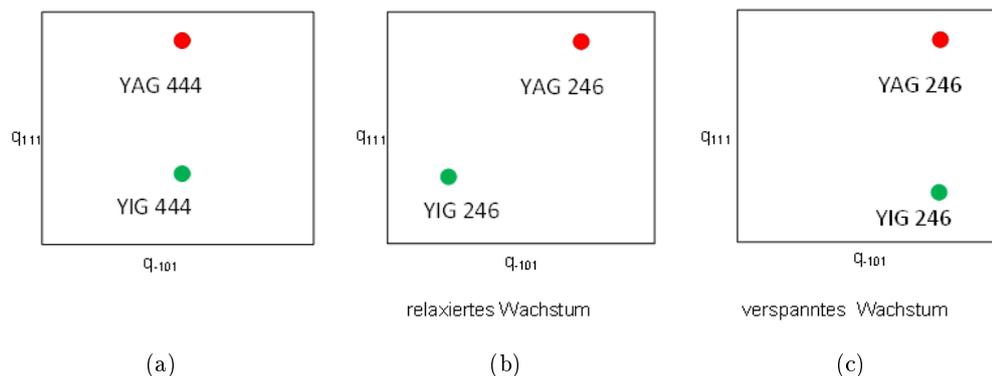


Abbildung 3.7: Schematische Darstellung von RSM-Bildern, (a) ein symmetrischer Reflex, (b) ein asymmetrischer Reflex bei relaxiertem Wachstum und (c) ein asymmetrischer Reflex bei verspanntem Wachstum.

Ebenfalls mittels Röntgenanalyse kann die Schichtdicke des Films bestimmt werden. Bei dieser sogenannten Reflektometrie oder Kleinwinkelstreuung wird ein $2\theta-\omega$ -Scan für kleine Winkel von ungefähr $2\theta = 0,5^\circ$ bis 5° durchgeführt. Die Röntgenstrahlen werden sowohl an der Oberfläche der Probe, als auch an der Grenzfläche Schicht/Substrat reflektiert und interferieren miteinander. Es entstehen Maxima, wenn der Gangunterschied der beiden reflektierten Strahlen ein Vielfaches der Wellenlänge λ ist. Am Detektor erhält man also ein oszillierendes Signal. Durch den Abstand der Extrema kann auf die Schichtdicke geschlossen werden. Dies geschieht mithilfe des Fit-Programms Leptos der Firma Bruker AXS. Hiermit kann man mit verschiedenen Materialparametern eine Reflektometrie-Kurve simulieren und so versuchen, die gemessene Kurve möglichst genau anzupassen. Es können Aussagen über Schichtdicke und Oberflächenrauigkeit getroffen werden. [34]

3.5 SQUID-Magnetometrie

Die magnetischen Eigenschaften der Proben werden mit einem SQUID (SQUID: engl.: Superconducting Quantum Interference Device)-Magnetometer bestimmt. Benutzt wird ein Gerät der Firma Quantum Design, welches in einem Temperaturbereich von 2 K bis 400 K arbeiten kann. Ein supraleitender Magnet ermöglicht das Anlegen eines Magnetfelds von ± 7 Tesla. Die Auflösungsgrenze des Gerätes liegt im täglichen Betrieb bei ca. 10^{-9} J/T.

Das Kernstück des Messaufbaus ist ein Gradiometer 2. Ordnung. Dieses besteht aus einem supraleitenden Draht, der wie in Abbildung 3.8 (a) gezeigt zu drei Spulen gewickelt

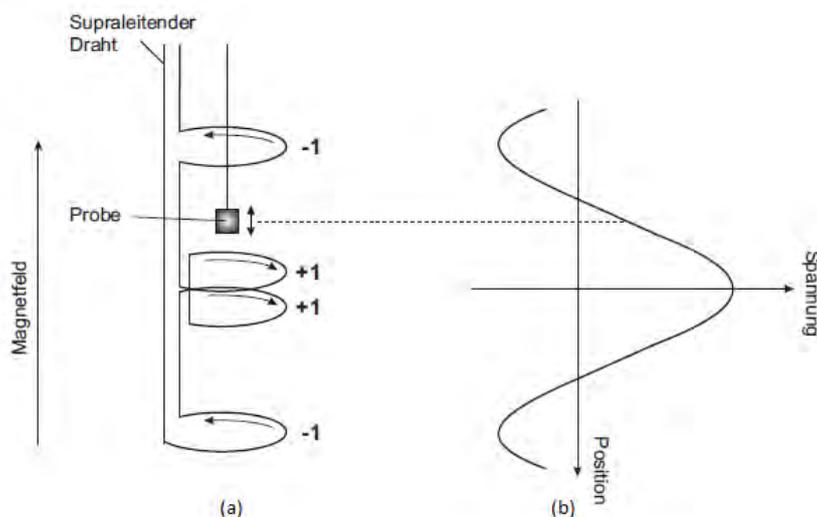


Abbildung 3.8: (a) Schematische Darstellung des Gradiometers 2. Ordnung und (b) die gemessene Spannung [36].

ist. Dabei besteht die mittlere Spule aus zwei Windungen, die im Uhrzeigersinn gedreht sind. Die beiden äußeren Spulen besitzen jeweils nur eine, gegen den Uhrzeigersinn gedrehte Windung. Dadurch dass die beiden äußeren Leiterschleifen gegenläufig zu den beiden inneren gewunden sind, werden Störsignale von externen Feldern herausgefiltert. Die zu messende Probe wird mit einem diamagnetischen Kleber in einem diamagnetischen Strohhalm befestigt. Nun wird die Probe im Gradiometer auf und ab bewegt. Das magnetische Moment der Probe induziert in der supraleitenden Spule einen Strom. Dieser Strom wird mithilfe eines RF-SQUID (RF-SQUID: engl.: Radio Frequency-SQUID) in eine Spannung umgewandelt. Der Spannungsverlauf ist in Abbildung 3.8 (b) dargestellt. Zur genauen Funktionsweise eines SQUID siehe [35]. Die Spannungskurve wird mit einer Software gefittet und daraus das magnetische Moment bestimmt. Gemessen wird die Projektion der Magnetisierung parallel zum angelegten Feld. [28]

3.6 Magnetischer Röntgenzirkulardichroismus

Die SQUID-Magnetometrie ist eine integrale Methode, bei der das gesamte magnetische Moment der Probe gemessen wird. Um elementspezifisch das magnetische Moment messen zu können, kann der magnetische Röntgenzirkulardichroismus (XMCD: engl.: x-ray magnetic circular dichroism) verwendet werden. Unter Dichroismus versteht man die

Abhängigkeit der Absorption eines Materials von der Polarisation des Lichtes. Zirkular heißt, dass zirkular polarisiertes Licht verwendet wird, und Röntgen bedeutet, dass es sich um Röntgenlicht handelt.

3.6.1 Physikalische Grundlagen

Grundlage der XMCD ist die Absorption von Röntgenlicht an einer Absorptionskante (XANES: engl.: X-ray absorption near edge spectra). Bei der Absorption von Röntgenstrahlen werden Elektronen aus tiefliegenden, besetzten Schalen in den unbesetzten Teil des Valenzbandes oberhalb der Fermienergie gehoben. Die Intensität eines solchen Übergangs kann mithilfe von Fermis Goldener Regel beschrieben werden:

$$I(\hbar\omega) \propto \sum_{i,f} \int_{BZ} d^3k |M_{if}|^2 \delta(E_f(\mathbf{k}) - E_i(\mathbf{k}) - \hbar\omega) F(E_i(\mathbf{k})) (1 - F(E_f(\mathbf{k}))) \quad (3.4)$$

Dabei bezeichnet M_{if}^2 das Übergangsmatrixelement für den Anfangszustand i und den Endzustand f , \int_{BZ} das Integral über die Brillouin-Zone, F die Fermi-Verteilung, E_i und E_f jeweils die Energien des Anfangs- und Endzustands, $\hbar\omega$ die Energie des Röntgenphotons und \mathbf{k} dessen Wellenvektor. Die Deltafunktion δ beschreibt den Energieerhalt des Prozesses. Durch die Fermifunktion wird sicher gestellt, dass nur Anregungen in freie Energiezustände stattfinden. [25]

Röntgenphotonen haben aufgrund ihrer Helizität $h = \pm 1$ ein Bahnmoment von

$$\sigma = h \cdot \mathbf{q}, \quad (3.5)$$

wobei \mathbf{q} der Einheitsvektor in Ausbreitungsrichtung der Röntgenstrahlung ist. Bei der Absorption wird nun dieses Bahnmoment auf die Elektronen übertragen. Der Gesamtdrehimpuls \mathbf{J} ändert sich in \mathbf{J}' :

$$\mathbf{J}' = \mathbf{J} + \mathbf{q} \quad (3.6)$$

Des weiteren sei

$$\mathbf{M} = \mathbf{J} \cdot \mathbf{m} \quad (3.7)$$

die Projektion von \mathbf{J} auf die Vorzugsrichtung der Magnetisierung mit dem Einheitsvektor \mathbf{m} dieser Vorzugsrichtung. Daher gilt nach der Absorption eines Röntgenphotons

$$\mathbf{M}' = \mathbf{J}' \cdot \mathbf{m} = \mathbf{M} + h(\mathbf{q} \cdot \mathbf{m}) \quad (3.8)$$

Sei nun die Magnetisierung parallel bzw. antiparallel zur einfallenden Röntgenstrahlung, so ist $\mathbf{q} \cdot \mathbf{m} = \pm 1$ und daher $\mathbf{M}' = \mathbf{M} \pm h$. [27] Dies heißt also, dass die Projektion des Drehimpulses auf die Magnetisierung sich um $\pm h$ ändert. Die Projektion des Drehimpulses wird durch die magnetische Quantenzahl m_l beschrieben.

Um das Grundprinzip des XMCD zu verstehen, soll zunächst der Einfluss des Spinnoments noch vernachlässigt werden. Die Anregung ist in in Abbildung 3.9 gezeigt. In diesem einfachen Beispiel betrachtet man sich die Anregung eines Elektrons von einem s -Orbital ($l = 0, m_l = 0$) in ein p -Orbital ($l=1, m_l = -1; 0; +1$), wobei die Zustände mit $m_l = -1; 0$ besetzt seien und der Zustand $m_l = +1$ unbesetzt ist. Bei der Absorption der Röntgenphotonen müssen folgende Auswahlregeln erfüllt sein, $\Delta l = 1$, $\Delta m_l = \pm 1$ und $\Delta m_s = 0$. Eine Anregung ist also nur vom Zustand $l = 0, m_l = 0$ in den Zustand $l = 1, m_l = 1$ möglich. Nun betrachtet man die Absorption mit rechtszirkular polarisierten Photonen ($h = +1$), dies bedeutet also, dass die Änderung der magnetischen Quantenzahl auch 1 sein muss ($\Delta m_l = +1$). Eine Änderung der magnetischen Quantenzahl m_l um plus eins führt zu einer Anregung des Elektrons in den Zustand $l = 1, m_l = 1$, der frei ist. Nun seien die Röntgenphotonen linkszirkular polarisiert ($h = -1$). Bei der Anregung muss sich die magnetische Quantenzahl m_l um minus eins ändern. Eine Anregung wäre demnach nur in den Zustand $l = 1, m_l = -1$ möglich, dieser Zustand ist jedoch schon voll besetzt, also ist keine Absorption von linkszirkular polarisiertem Röntgenlicht möglich. Die Absorption ist also stark von der Polarisation der Röntgenstrahlen abhängig, hier wäre ein starker Dichroismus zu beobachten.

Nun sei auch der Einfluss der Spinnomente berücksichtigt. Aufgrund der Spin-Bahn-Kopplung spalten z. B. die $2p$ -Zustände in zwei Niveaus auf, mit Gesamtdrehimpuls $\mathbf{J} = 3/2$ und $\mathbf{J} = 1/2$. Im Fall von $\mathbf{J} = 3/2$ sind Spin- und Bahnmoment parallel ausgerichtet und im Falle von $\mathbf{J} = 1/2$ antiparallel. Für $2p$ -Zustände werden diese als $2p_{3/2}$ bzw. $2p_{1/2}$ bezeichnet, wobei das $2p_{1/2}$ -Niveau energetisch günstiger ist. Es gibt unterschiedliche Übergangswahrscheinlichkeiten für rechtszirkular und für linkszirkular polarisiertes Licht. Dies soll kurz für die Übergänge von der $2p$ -Schale in die $3d$ -Schale diskutiert werden, wobei die Anregung vom Zustand $2p_{3/2}$ in den $3d$ -Zustand als L_3 -Kante und der Übergang vom Zustand $2p_{1/2}$ in den $3d$ -Zustand als L_2 -Kante bezeichnet wird. Betrachtet wird eine Anregung von Elektronen mit Spin $s = +1/2$. Für die L_3 -Kante ist die Übergangswahrscheinlichkeit für rechtszirkular polarisiertes Licht 0,625 und für links-

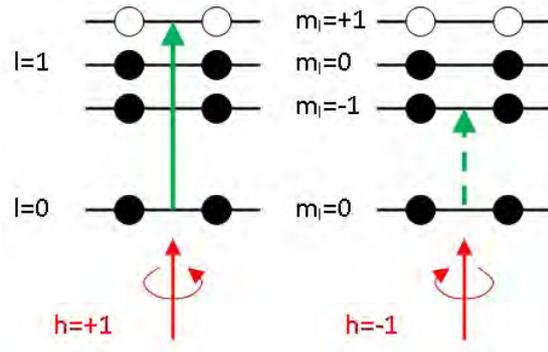


Abbildung 3.9: Energieschema eines hypothetischen Atoms ohne Einfluss der Spinmomente. Absorption ist nur mit rechtszirkular polarisiertem Licht ($h = +1$) möglich.

zirkular polarisiertes Licht 0,375. Für die L_2 -Kante sind die Übergangswahrscheinlichkeit 0,75 bzw. 0,25 für rechtszirkular bzw. linkszirkular polarisiertes Licht [25, 27]. Der XMCD ist der Unterschied von der Absorption von rechtszirkular polarisiertem und linkszirkular polarisiertem Licht also die Differenz der beiden Absorptionsspektren. Die Übergangswahrscheinlichkeit der $s = -1/2$ Elektronen, ist umgekehrt zu der mit $s = +1/2$. Dies bedeutet, dass auch eine Änderung der Spinorientierung in den freien Zuständen und damit eine Umpolung des Magnetfeldes, zum selben Ergebnis führt wie der Wechsel der Polarisation.

Betrachtet man nun Übergänge, bei denen am Zielort beide Spinrichtungen vorhanden sind, so finden Übergänge sowohl von $s = +1/2$ und $s = -1/2$ statt. Beispielsweise für die L_3 -Kante:

$$I_{lcp} \propto 0,625N_{\uparrow} + 0,375N_{\downarrow} \quad (3.9)$$

$$I_{rcp} \propto 0,375N_{\uparrow} + 0,625N_{\downarrow} \quad (3.10)$$

wobei N_{\uparrow} und N_{\downarrow} jeweils die Zustände mit spin-up und spin-down an der Fermikante sind. Das entsprechende XMCD-Signal errechnet sich durch

$$I_{XMCD} = I_{lcp} - I_{rcp} \propto 0,65(N_{\uparrow} - N_{\downarrow}) + 0,375(N_{\uparrow} - N_{\downarrow}) \quad (3.11)$$

Dies bedeutet, dass der XMCD sehr empfindlich auf die Anzahl von N_{\uparrow} zu N_{\downarrow} ist, also vom magnetischen Moment abhängt.

Im ersten Schritt werden die Elektronen von einem tiefgelegenen Niveau in ein Va-

lenzniveau angeregt, z. B. vom $2p_{1/2}$ -Niveau ins $3d$ -Niveau. In einem zweiten Schritt fällt das angeregte Elektron wieder in den Grundzustand zurück. Die dadurch entstehende Energie kann entweder durch Fluoreszenzphotonen oder Augerelektronen freigesetzt werden. Praktisch können beide Mechanismen zur Analyse herangezogen werden, wobei nur Elektronen, die oberflächennah erzeugt werden, austreten und detektiert werden können. Zudem müssen die austretenden Elektronen über eine Zuleitung zur Probe nachgeliefert werden, um die Ladungsneutralität zu gewährleisten. Dieser Strom ist im Bereich von pA und kann gemessen werden. Diese Methode wird als „total electron yield“ (TEY) bezeichnet, liefert jedoch nur eine Oberflächeninformation. Misst man hingegen die Fluoreszenzphotonen, so erhält man eine Volumeninformation, da die Austrittstiefe von Fluoreszenzphotonen größer ist als von Augerelektronen. Das detektieren von Fluoreszenzphotonen wird „fluorescence yield“ (FY) genannt.

Um aus den gemessenen XMCD Spektren die Bahn- und Spinmomente zu berechnen wendet man die sogenannten magnetooptischen Summenregeln an. Diese wurden von Thole *et al.* [37] für das Bahnmoment und Carra *et al.* [38] für das Spinnmoment berechnet. Sie lauten:

$$A \langle L_z \rangle = \frac{\int_{L2+L3} (\mu_+ - \mu_-) d\omega}{\int_{L2+L3} (\mu_+ + \mu_- + \mu_0) d\omega} \quad (3.12)$$

$$B \langle S_z \rangle + C \langle T_z \rangle = \frac{\int_{L3} (\mu_+ - \mu_-) d\omega - \frac{c+1}{c} \int_{L2} (\mu_+ - \mu_-) d\omega}{\int_{L2+L3} (\mu_+ + \mu_- + \mu_0) d\omega} \quad (3.13)$$

$$A = \frac{1}{2} \frac{c(c+1) - l(l+1) - 2}{l(l+1)(4l+2-n)} \quad (3.14)$$

$$B = \frac{l(l+1) - 2 - c(c+1)}{3c(4l+2-n)} \quad (3.15)$$

$$C = \frac{l(l+1)[l(l+1) - 2c(c+1) + 4] - 3(c-1)^2(c+2)^2}{6lc(l+1)(4l+2-n)} \quad (3.16)$$

Dabei ist c bzw. l jeweils der Anfangs- und der Endzustand. Für $2p$ etwa ist $c = 1$ und für den Endzustand $3d$ ist $l = 2$. n entspricht der Anzahl der Elektronen im Valenzband. μ_+ bzw. μ_- sind die Absorptionskoeffizienten für das linkszirkular bzw. rechtszirkular polarisierte Licht. $\langle S_z \rangle$ ist der Erwartungswert des Spinoperators, $\langle L_z \rangle$ der des Bahnoperators und $\langle T_z \rangle$ der Erwartungswert für den Dipoloperator. Nun können daraus die Anteile der magnetischen Momente bestimmt werden. [25]

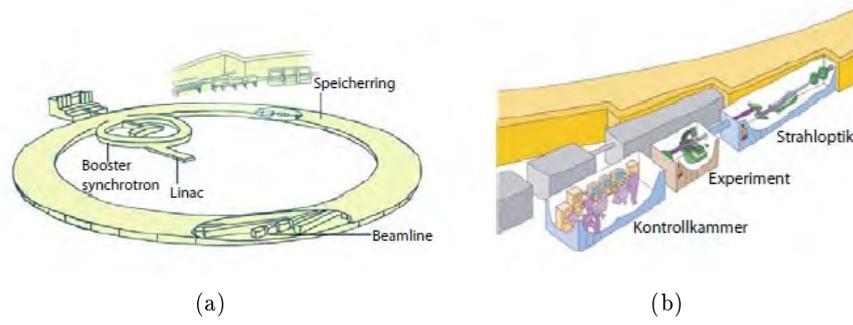


Abbildung 3.10: (a) zeigt den schematischen Aufbau des ESRF mit den drei Beschleunigungsstufen und (b) zeigt den schematischen Aufbau einer Messeinheit [25].

$$m_L = -\frac{\mu_B}{\hbar} \langle L_Z \rangle \quad (3.17)$$

$$m_S = -2\frac{\mu_B}{\hbar} \langle S_Z \rangle \quad (3.18)$$

$$m_T = +\frac{\mu_B}{\hbar} \langle T_Z \rangle \quad (3.19)$$

3.6.2 Experimenteller Aufbau

Die XMCD-Messungen werden an der European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) in Grenoble, Frankreich durchgeführt. Dort werden Elektronen in drei Schritten beschleunigt. Eine Elektronenkanone erzeugt mehrmals pro Tag Elektronen mit einer Energie von 100 keV. Diese werden anschließend im Linearbeschleuniger, der 12 m lang ist, auf 200 MeV beschleunigt. Im nächsten Schritt wird die Energie der Elektronen im Synchrotron, dem Booster, auf 6 GeV erhöht. Schließlich werden die Elektronen in einen Speicherring mit 844 m Umfang injiziert. Dort bleibt die Geschwindigkeit der Elektronen gleich, es werden lediglich die Energieverluste ausgeglichen. In Abbildung 3.10 (a) ist eine schematische Darstellung der Synchrotrons gezeigt mit den drei Beschleunigungsstufen und in (c) ist der Aufbau einer Messeinheit (engl.: Beamline) dargestellt. Die Messeinheit besteht aus drei Kammern, in der ersten befindet sich die Strahloptik. In der zweiten Kammer findet das eigentliche Experiment statt und in der dritten Kammer, der Kontrollkammer, wird das experimentell Rechnergestützt überwacht.

Zur Erzeugung der polarisierten Röntgenstrahlung wird ein Undulator verwendet. Er

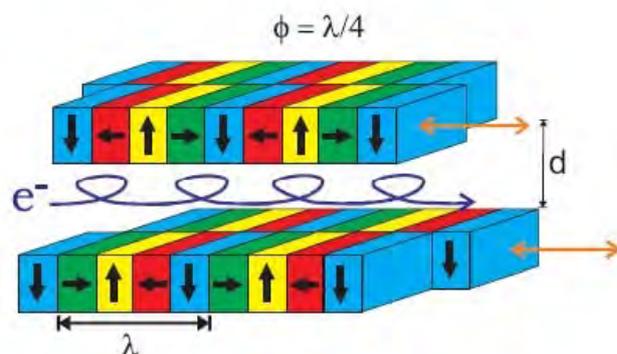


Abbildung 3.11: Schematischer Aufbau eines Undulators. Dieser hat vier Schienen mit Permanentmagneten. Die Magnetisierung der Permanentmagneten steht jeweils senkrecht aufeinander, die Länge einer solchen magnetischen Periode ist λ . Bei einer Verschiebung von zwei Blöcken um $\lambda/4$ werden die Elektronen auf Spiralbahnen gelenkt und strahlen zirkular polarisiertes Röntgenlicht aus. Der Abstand d bestimmt die Energie der Photonen. [25]

besteht aus vier Schienen, welche jeweils aus Permanentmagneten bestehen. Die Magnetisierung der Permanentmagneten steht jeweils senkrecht aufeinander, wie in Abbildung 3.11 gezeigt. Die Länge einer solchen magnetischen Periode wird als λ bezeichnet. Werden zwei der vier Blöcke um $\lambda/4$ verschoben, werden die Elektronen auf eine Spiralbahn gezwungen. Dadurch strahlen die Elektronen zirkular polarisiertes Röntgenlicht aus. Durch den Abstand d der Schienen kann die Energie der Photonen eingestellt werden. Die Energie der Photonen ist zudem auch noch von der Geschwindigkeit der Elektronen abhängig. Da diese im Speicherring eine Geschwindigkeitsverteilung besitzen, muss durch einen Monochromator eine bestimmte Energie herausgefiltert werden.

Um einen induzierten Magnetismus im Platin auf YIG zu überprüfen, sind einige Mitarbeiter des Instituts nach Grenoble geflogen, um Pt/YIG-Heterostrukturen zu messen. Wenn wie vermutet im Platin ein induzierter Magnetismus stattfindet, sollte das ein XMCD-Signal ergeben. Findet hingegen keine Spinpolarisation statt, wäre kein XMCD-Signal erkennbar, da dann die beide XANES-Signale gleich sind.

3.7 Ferromagnetische Resonanz

3.7.1 Prinzip der Ferromagnetischen Resonanz

Die ferromagnetische Resonanz, kurz FMR, ist heutzutage eine weitverbreitete Methode zur Untersuchung von magnetischen Materialien. Besonders zur Untersuchung der magnetischen Anisotropie in dünnen Filmen ist sie gut geeignet.

Das Prinzip der FMR ist dieselbe wie bei der Elektronenspinresonanz (ESR), deshalb soll zuerst diese kurz diskutiert werden. Dazu betrachten wir einen paramagnetischen Stoff, bei dem einzelne Atome als magnetisch unabhängig angesehen werden können. Der Bahndrehimpuls \mathbf{L} und der Spin \mathbf{S} der Elektronen koppeln zum Gesamtdrehimpuls \mathbf{J} . Dieser Gesamtdrehimpuls führt zum magnetischen Moment $\mu_J = \frac{g_J \mu_B}{\hbar} \mathbf{J}$, mit dem Landeéschen g-Faktor g_J , dem Bohrschen Magneton μ_B und dem Planckschen Wirkungsquantum \hbar . Quantenmechanisch führt das Anlegen eines statischen Magnetfeldes $\mu_0 \mathbf{H}_0$ zu einer Aufspaltung der Eigenwerte, die durch die Quantenzahl m_J beschrieben werden, in $2J + 1$ äquivalente Energieniveaus. Diese Aufspaltung ist als Zeeman-Effekt bekannt. Die Energie dieser Niveaus ist [31]

$$E = m_J g_J \mu_B H_0 \quad (3.20)$$

Zwei aufeinanderfolgende Niveaus unterscheiden sich um $\Delta m_S = \pm 1$, so dass sich die Energiedifferenz zwischen zwei Niveaus zu

$$\Delta E = g_J \mu_B H_0 \quad (3.21)$$

ergibt. Für $S = 1/2$ ist die Zeeman-Aufspaltung in Abbildung 3.12 (a) dargestellt.

Zwischen den beiden Niveaus sind Dipolübergänge möglich. Dies kann etwa durch Einstrahlung von Mikrowellen senkrecht zum Magnetfeld erfolgen. Die Energie der Mikrowelle $\hbar\omega$ muss dabei gleich der Energiedifferenz ΔE sein. Dadurch ergibt sich die Resonanzbedingung, die lautet:

$$\omega = \gamma \mu_0 \mathbf{H}_{res} \quad (3.22)$$

Dabei ist γ das gyromagnetische Verhältnis, das definiert ist als $\gamma = g_J \mu_B / \hbar$ und $\mu_0 \mathbf{H}_{res}$ das Resonanzfeld. In der Elektronenspinresonanz entspricht das Resonanzfeld dem äußeren statischen Magnetfeld $\mu_0 \mathbf{H}_0$.

Der Unterschied der FMR zur Elektronenspinresonanz liegt darin, dass die Magneti-

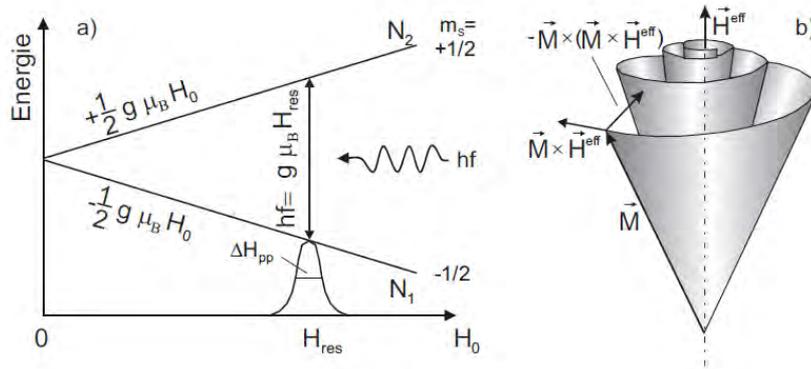


Abbildung 3.12: (a) Prinzip der ferromagnetischen Resonanz am Beispiel eines zweifach entarteten Energieniveaus. Durch Einstrahlen von elektromagnetischen Wellen der richtigen Frequenz können Dipolübergänge induziert werden. (b) Klassische Betrachtung der FMR, Präzession des Magnetisierungsvektors um den Vektor der effektiven Feldes. [39]

sierung nicht mehr um den Feldvektor des externen Feldes präzediert, sondern um ein effektives Feld. Dieses setzt sich additiv aus mehreren Beiträgen zusammen. [31]

$$\mathbf{H}_{eff} = \mathbf{H}_0 + \mathbf{H}_{Aus} + \mathbf{H}_{Aniso} \quad (3.23)$$

Dabei ist \mathbf{H}_0 das extern angelegte Feld, \mathbf{H}_{Aus} das aus der Austauschwechselwirkung im Ferromagneten entstehende Feld und \mathbf{H}_{Aniso} das richtungsabhängige Anisotropiefeld.

Klassisch betrachtet, präzediert das magnetische Moment \mathbf{M} um das effektive Magnetfeld $\mu_0 \mathbf{H}_{eff}$. Dies ist in Abbildung 3.12 (b) veranschaulicht.

Die Bewegung dieser Präzession wird durch die Landau-Lifschitz-Gilbert-Gleichung beschrieben, die lautet:

$$\frac{d\mathbf{M}}{dt} = -\gamma \mathbf{M} \times \mu_0 \mathbf{H}_{eff} + \frac{\alpha}{\gamma M_S^2} \left(\mathbf{M} \times \frac{\partial \mathbf{M}}{\partial t} \right) \quad (3.24)$$

Der erste Term beschreibt die Präzession der Magnetisierung \mathbf{M} um das effektive Feld $\mu_0 \mathbf{H}_{eff}$. Der zweite Term beschreibt die Dämpfung dieser Präzession mit der Sättigungsmagnetisierung M_S und einem dimensionslosen Dämpfungsfaktor α . γ ist das gyromagnetische Verhältnis.

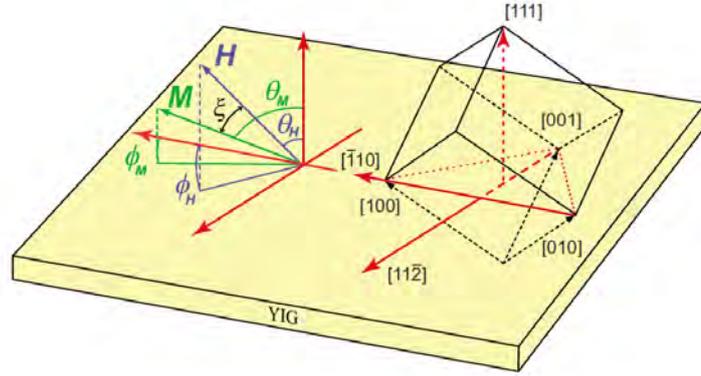


Abbildung 3.13: Definition des Koordinatensystems eines (111)-orientierten Films nach [40].

3.7.2 Die Energieformulierung der ferromagnetischen Resonanz

Eine andere Möglichkeit, die FMR zu beschreiben, ist die Energieformulierung. Die freie Energiedichte setzt sich aus der Zeeman-Energie F_{stat} , der Entmagnetisierungsenergie F_{Form} und der Anisotropieenergie F_{Aniso} zusammen.

$$F_{total} = F_{stat} + F_{Form} + F_{Aniso} \quad (3.25)$$

Da aufgrund der Anisotropie die Magnetisierung \mathbf{M} eines Materials und das externe Magnetfeld $\mu_0\mathbf{H}$ nicht zwingend parallel sind, ist es zweckmäßig, sie gesondert mit definierten Koordinaten zu beschreiben. Eine mögliche Definition der Winkel von Vektoren \mathbf{M} und \mathbf{H} in Bezug auf eine (111)-orientierte Probe ist in Abbildung 3.13 gegeben. Es wird dabei das System von Manuilov *et al.* [40] übernommen.

Im nachfolgenden werden kurz die einzelnen Beiträge zur totalen freien Energie diskutiert. Die Zeemann-Energie entsteht durch die Wechselwirkung der Magnetisierung \mathbf{M} mit dem externen Magnetfeld $\mu_0\mathbf{H}$. [31]

$$F_{stat} = -\mu_0\mathbf{H} \cdot \mathbf{M} \quad (3.26)$$

Durch entsprechende Transformation des in Abbildung 3.13 angegebenen Koordinatensystems erhält man [40]

$$F_{stat} = -\mu_0 H_0 M [(\sin \theta_H \sin \theta_M \cos(\phi_H - \phi_M) + \cos \theta_H \cos \theta_M)] \quad (3.27)$$

Ein weiterer Beitrag zur totalen freien Energie, stammt aus der Entmagnetisierung. Die Entmagnetisierungsenergie kommt vom Entmagnetisierungsfeld $\mu_0 \mathbf{H}_{Form}$, welches entsteht, weil die Magnetisierung am Probenrand sprunghaft Null sein muss. Die Entmagnetisierung wird oft als Formanisotropie bezeichnet und mithilfe des Entmagnetisierungstensors \mathbf{N} beschrieben. Für die freie Energie gilt [31]

$$F_{Form} = -\frac{\mu_0}{2} \mathbf{M} \bullet \mathbf{N} \bullet \mathbf{M}, \quad (3.28)$$

was durch Transformation des in Abbildung 3.13 gegebenen Koordinatensystems schreiben lässt als [40]

$$F_{Form} = \frac{\mu_0}{2} M^2 \sin^2 \theta_m \quad (3.29)$$

Der dritte Teil ist die Anisotropieenergie. Als magnetische Anisotropie bezeichnet man die Tatsache, dass die freie magnetische Energie von der Orientierung der Magnetisierung \mathbf{M} abhängt. Es gibt Richtungen, die sich leichter magnetisieren lassen, und solche, die sich schwerer magnetisieren lassen. Ohne externes Feld richtet sich die Magnetisierung immer so aus, dass die Energie minimal wird. Eine solche Richtung heißt „magnetisch leichte Richtung“. Um die Magnetisierung \mathbf{M} aus dieser Vorzugsrichtung heraus zu drehen, muss ein externes Feld $\mu_0 \mathbf{H}_0$ Arbeit leisten.

Die Anisotropie kann aus mehreren Beiträgen zusammengesetzt werden. Zum einen aus der magnetokristallinen Anisotropie. Dies bedeutet, dass es Kristallachsen gibt, die sich leichter magnetisieren lassen als andere. Eine Beschreibung der kristallinen Anisotropie erfolgt phänomenologisch auf Basis der Kristallsymmetrie. Dies geschieht mit den Potenzen der Richtungskosinusse α_i der Magnetisierung. [31]

$$\alpha_i = \frac{M_i}{M} \quad (3.30)$$

mit der Projektion der Magnetisierung M_i auf die i-te Kristallachse. Für ein kubisches System ergibt sich [31]

$$F_C = K_{c1}(\alpha_x^2 \alpha_y^2 + \alpha_y^2 \alpha_z^2 + \alpha_z^2 \alpha_x^2) + K_{c2}(\alpha_x^2 \alpha_y^2 \alpha_z^2) \quad (3.31)$$

mit den Anisotropiekonstanten K_{c1} und K_{c2} erster und zweiter Ordnung. Im folgenden wird nur noch die erste Ordnung betrachtet. Mit den in Abbildung 3.13 eingeführten Koordinaten ergibt sich die kristalline Anisotropieenergie zu [40]

$$F_C = K_{c1} \left(\frac{1}{3} \cos^4 \theta_M + \frac{1}{4} \sin^4 \theta_M - \frac{\sqrt{2}}{3} \sin^3 \theta_M \cos \theta_M \sin 3\Phi_M \right) \quad (3.32)$$

Bei dünnen Filmen entsteht aufgrund der Verspannung in der Ebene eine uniaxiale Anisotropie der Form [31]

$$F_U = L \epsilon_{ii} \alpha_i^2 \quad (3.33)$$

mit i der i -ten Kristallachse ϵ_{ii} ist die ii -Komponente des Dehnungstensors ϵ und L eine Proportionalitätskonstante. Bei einer Verspannung in der (111)-Ebene folgt für die freie Energie gemäß des Koordinatensystems aus Abbildung 3.13 [40]

$$F_U = K_u \sin^2 \theta_M \quad (3.34)$$

Betrachtet man sich den Term für Entmagnetisierung Gleichung (3.29), stellt man fest, dass dieselbe Winkelabhängigkeit besteht wie bei der uniaxialen Anisotropie, so dass beide Terme zusammengefasst werden können. Hierzu wird eine effektive uniaxiale Konstante $K_u^* = K_u - 2\pi M_s^2$ definiert.

Für die totale freie Energie ergibt sich also:

$$\begin{aligned} F_{total} = & -\mu_0 H_0 M [\sin \theta_H \sin \theta_M \cos(\phi_H - \phi_M) + \cos \theta_H \cos \theta_M] \quad (3.35) \\ & + K_u^* \sin^2 \theta_M + K_{c1} \left(\frac{1}{3} \cos^4 \theta_M + \frac{1}{4} \sin^4 \theta_M \right. \\ & \left. - \frac{\sqrt{2}}{3} \sin^3 \theta_M \cos \theta_M \sin 3\Phi_M \right) \end{aligned}$$

Ausgehend von der totalen freien Energie kann nun eine zur Bewegungsgleichung (3.24) alternative Formulierung hergeleitet werden, die lautet [31]

$$\left(\frac{\omega_{res}}{\gamma} \right) = \frac{1}{M_S^2 \sin^2 \theta_M} \left[\frac{\partial^2 F}{\partial \theta_M^2} \frac{\partial^2 F}{\partial \phi_M^2} - \left(\frac{\partial^2 F}{\partial \theta_M \partial \phi_M} \right)^2 \right] \quad (3.36)$$

Die Auswertung der Bewegungsgleichung (3.36) erfolgt bei der Gleichgewichtsbedingung der Magnetisierung $\Theta_M = \Theta_{M0}$ und $\Phi_M = \Phi_{M0}$, so dass zusätzlich die Bedingung erfüllt sein muss, dass die totale Freie Energie Null ist.

$$\frac{\partial F}{\partial \Phi_M} = 0; \frac{\partial F}{\partial \Theta_M} = 0 \quad (3.37)$$

Ausgehend von der Resonanzbedingung (3.36) und von der Gleichgewichtsbedingung (3.37) hat nun Manuilov *et al.* [40] einen Zusammenhang zwischen der Resonanzfrequenz ω_{res} und dem uniaxialen und kubischen Anisotropiefeld \mathbf{B}_u^* und \mathbf{B}_c hergeleitet. Dabei werden zwei Spezialfälle betrachtet. Zum einen, wenn das magnetische Feld senkrecht zur (111)-Ebene, also der Filmoberfläche, steht ($B_\perp \parallel [111]$, $\Theta = 0^\circ$). Dies wird als out-of-plane (oop) bezeichnet.

$$\omega_{res} = \gamma \left(B_\perp - |B_u^*| + \frac{2}{3} |B_c| \right) \quad (3.38)$$

Der zweite Fall ist, wenn das Feld parallel zum Film ist ($B_\parallel \parallel [1\bar{1}0]$, $\theta_H = 90^\circ$, $\Phi_H = 90^\circ$). Diese Richtung wird als in-plan (ip) bezeichnet. Für die Resonanzfrequenz ergibt sich:

$$\omega_{res} = \gamma \sqrt{B_\parallel \left(B_\parallel + |B_u^*| + \frac{1}{2} |B_c| \right)} \quad (3.39)$$

γ ist das gyromagnetische Verhältnis. Sowohl Resonanzfrequenz ω_{res} als auch die Resonanzfelder bei oop-Orientierung B_\perp und ip-Orientierung B_\parallel sind experimentell zugänglich, so dass man dann mit den Gleichungen (3.38) und (3.39) die Anisotropiefelder berechnen kann.

Auch bei den in dieser Arbeit hergestellten Dünnsfilme soll die magnetische Anisotropie anhand von FMR-Messungen untersucht werden. Des weiteren ist die Linienbreite ein weiteres gutes Kriterium, um die Qualität der Filme zur beurteilen.

4 Ergebnisse YIG-Dünnsfilme auf YAG-Substrat

Dieses Kapitel widmet sich der Herstellung und Charakterisierung von YIG-Dünnsfilmen auf Yttrium-Aluminium-Granat (YAG: engl.: Yttrium-Aluminium-Garnet). Der erste Teil beschreibt die Eigenschaften des Substrates und den Herstellungsprozess der dünnen Schichten. Der zweite Teil behandelt die Charakterisierung der Dünnsfilme. Dabei werden die strukturellen Ergebnisse anhand der Röntgenanalyse behandelt. Die magnetischen Eigenschaften der Filme werden anhand der SQUID-Magnetometrie, XMCD- und FMR-Messergebnisse diskutiert.

4.1 Eigenschaften des Substrates

Als Substrate zur Herstellung der YIG Dünnsfilme dient Yttrium-Aluminium-Granat. Die Summenformel lautet $Y_3Al_5O_{12}$. Es besitzt ebenfalls eine Granatstruktur, wobei im Vergleich zum YIG die magnetischen Eisenatome durch Aluminiumatome ersetzt sind. Das heißt, dass auf den tetraedrisch und oktaedrisch koordinierten Gitterplätze jeweils Al^{3+} -Ionen zu finden sind.

Aluminium besitzt eine $[Ne] 3s^2 3p^1$ Konfiguration. Dies bedeutet, dass Al^{3+} eine abgeschlossene $[Ne]$ Hülle hat und damit alle beteiligten Ionen einen Gesamtspin von $S = 0$ besitzen. Außerdem ist der Gesamtdrehimpuls aller drei beteiligten Ionen $L = 0$. YAG ist somit diamagnetisch.

YAG besitzt eine kubische Kristallstruktur mit einer Gitterkonstante von $a=1,2006$ nm [24]. Daraus resultiert eine Gitterfehlpassung zu YIG von 3,082 %. Diese große Gitterfehlpassung bedingt ein schlechtes kristallines Wachstum in der ersten Monolage.

Die in dieser Arbeit verwendeten Substrate sind von der Firma Crystec. Sie haben laterale Abmessungen von 5×5 mm², eine Dicke von 1 mm und sind einseitig poliert. Es handelt sich bei den verwendeten Substraten um (111)-orientierte Einkristalle, der YIG-Dünnsfilm übernimmt diese Orientierung, so dass in dieser Arbeit ausschließlich (111)-orientierte YIG-Dünnsfilme behandelt werden.

Abbildung 4.1 zeigt einen $2\theta - \omega$ -scan eines YAG-Substrats. Neben den erwarteten YAG (444) und YAG (888) Reflexen sind auch zahlreiche andere Reflexe sichtbar. Die Reflexe bei $2\theta = 25,69^\circ$ und $2\theta = 83,91^\circ$ können als verbotene YAG (222) und (666) Reflexe identifiziert werden. Das Auftreten dieser, eigentlich verbotenen Reflexe lässt sich auf Oberflächendefekte zurückführen, die während des Poliervorganges entstanden sind [13]. Zudem gibt es noch weitere 6 Reflexe, die nicht dem YAG zugeordnet werden können. In der Abbildung 4.1 sind diese mit einem Stern gekennzeichnet. Ihre Herkunft kann nicht exakt geklärt werden, es handelt sich wahrscheinlich um Verunreinigungen des Substrates. Die entsprechenden 2θ Winkel und die daraus berechneten Netzebenenabstände der 6 Fremdreflexe sind in Tabelle 4.1 zusammengestellt.

Tabelle 4.1: Gemessene 2θ -Winkel und daraus berechnete Netzebenenabstände d in nm.

2θ ($^\circ$)	d (nm)
$38,02 \pm 0,03$	$0,2364 \pm 2 \cdot 10^{-4}$
$44,16 \pm 0,03$	$0,2049 \pm 2 \cdot 10^{-4}$
$77,53 \pm 0,08$	$0,123 \pm 5 \cdot 10^{-4}$
$81,93 \pm 0,06$	$0,1175 \pm 4 \cdot 10^{-4}$
$111,04 \pm 0,08$	$0,0934 \pm 4 \cdot 10^{-4}$
$115,52 \pm 0,08$	$0,0911 \pm 4 \cdot 10^{-4}$

Diese Fremdphasen haben möglicherweise ebenfalls einen Einfluss auf die magnetischen Eigenschaften des YAG Substrates. Abbildung 4.2 enthält die $M(H)$ -Kurve bei 300 K. Die Abbildung zeigt eine Gerade mit negativer Steigung. Dies lässt darauf schließen, dass YAG diamagnetisch ist. Die $M(T)$ -Messung zeigt jedoch bei tiefen Temperaturen ($T < 20$ K) einen leichten Anstieg der Magnetisierung. Dieser Anstieg lässt auf geringe paramagnetische Verunreinigungen bzw. Fremdphasen schließen. Woher diese genau stammen, ist nicht geklärt. Eine mögliche Quelle wäre der Herstellungsprozess. Die Substrate werden mit dem Czochralski-Verfahren hergestellt, dort wird unter anderem Platin und Iridium als Tiegelmaterial verwendet, welche paramagnetisch sind. Die 6 Fremdreflexe beim $2\theta - \omega$ -scan können zwar weder Platin noch Iridium zugeordnet werden, könnten aber von Oxiden dieser beiden Metalle stammen [13].

Die kristalline Qualität der Substrate ist jedoch sehr gut, so dass mit den Substraten bedenkenlos weitergearbeitet werden kann.

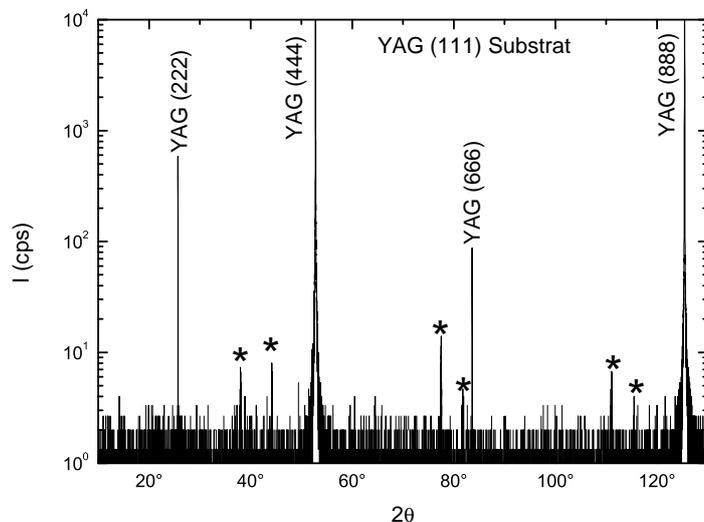


Abbildung 4.1: $2\theta - \omega$ -scan des YAG-Substrats. Neben dem erwarteten YAG (444) und YAG (888) Reflex, sind ebenfalls die eigentlich verbotenen YAG (222) und YAG (666)-Reflexe zu erkennen, sowie δ , mit einem * markierte Reflexe von Fremdphasen.

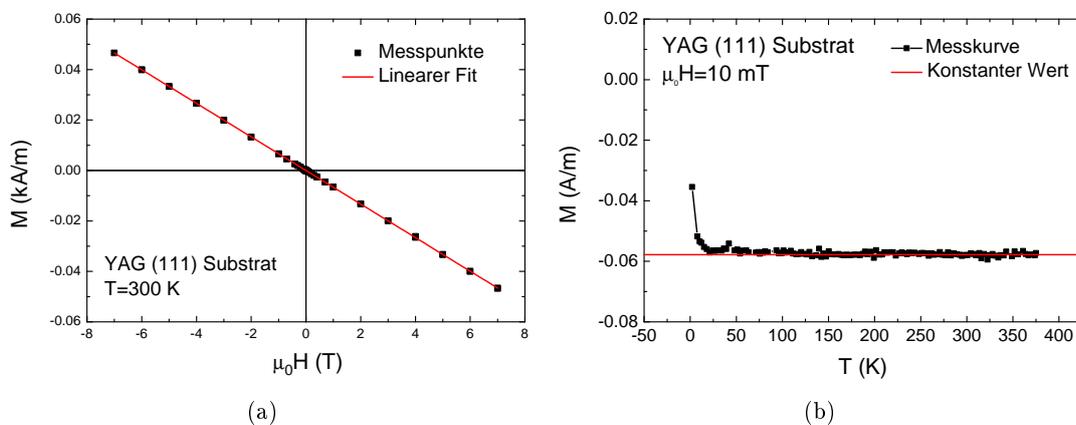


Abbildung 4.2: SQUID-Messungen des YAG-Substrats, (a) $M(H)$ -Messung bei 300 K, die rote Linie ist ein linearer Fit. (b) $M(T)$ -Messung bei einem Feld von 10 mT, die rote Linie markiert einen konstanten Wert, wie es für ein rein diamagnetisches Material erwartet wird. Der geringe Anstieg bei tiefen Temperaturen lässt auf paramagnetische Verunreinigungen schließen.

4.2 Probenherstellung

Nachfolgend wird der Herstellungsprozess der YIG-Dünnfilme auf dem YAG-Substrat beschrieben. Als Target dient eine polykristalline $Y_3Fe_5O_{12}$ -Tablette, die aus Pulver gepresst und gesintert wird. Sie wird durch Mischen von hochreinem (Reinheit 99,99 %) Yttrium(III)-Oxid Y_2O_3 - und Eisen(III)-Oxid Fe_2O_3 -Pulver in stöchiometrisch richtigem Verhältnis von 3:5 und anschließendem Sintern bei 1400 °C hergestellt. Die Herstellung des Targets erfolgt im Instituts-eigenen Kristalllabor von Dr. Andreas Erb.

Um reproduzierbare Schichten zu erzeugen, ist es wichtig, das Target regelmäßig abzuschleifen. Dazu wird ein Silizium-Carbid-Schleifpapier der Körnung 600 verwendet. Diese Vorbehandlung dient dazu, eventuelle Bruchstücke oder Verunreinigungen zu entfernen und sicher zu stellen, dass der Laser auf eine glatte Oberfläche schießt. Dadurch soll unter anderem das Bilden von Droplets verhindert werden. Zusätzlich wird vor jeder Abscheidung eine Vorablation des Targets mit 1000 Pulsen durchgeführt. [34]

Da YAG für die IR-Strahlung des Heizlasers nahezu durchsichtig ist, werden alle Substrate zuerst rückseitig mit einer 180 nm dicken Platinschicht besputtert. Dies garantiert, dass die IR-Strahlung absorbiert wird und sich das Substrat aufheizt.

Ausgangspunkt für die Parameter für den PLD-Prozess ist eine Vorgängerarbeit, in der YIG auf GGG abgeschieden wurde [12]. Diese Parameter werden leicht verändert. Die Abscheidung erfolgt in einer Sauerstoffatmosphäre von 25 μ bar. Es wird ein Excimerlaser mit einer Energie von (450 ± 5) mJ verwendet und eine Wiederholrate von 10 Hz gewählt. Die Energiedichte am Target beträgt bei allen Proben 2,0 J/cm². Das Substrat wird auf 500 °C erhitzt. Für die meisten YIG-Filme werden 11 970 Pulse verwendet, die in 42 Pakete zu je 285 Pulse unterteilt werden. 285 Pulse entsprechen in etwa einer Abscheidung von einer Monolage YIG, so dass 42 Pakete eine Dicke von etwa 50-55 nm ergeben. Zwischen den Pulspaketen folgt eine Pause von 30 Sekunden. Dies dient dazu, den Atomen Zeit zu geben, sich auf der Oberfläche zu einer geschlossenen, einkristallinen Schicht anzulagern. Um mögliche thermische Spannungen zu minimieren, werden die Filme nach der Ablation langsam abgekühlt. Es wird eine Abkühlrate von ca. 3 K/min eingestellt. Eine Übersicht über die wichtigsten Prozessparameter ist in Tabelle 4.2 gegeben.

Bei der Herstellung der YIG-Filme besteht die Möglichkeit den Prozess mittels RHEED zu überwachen. Aus technischen Gründen konnte nicht immer eine Überwachung mit RHEED erfolgen. Bei den Proben, bei denen RHEED zum Einsatz kam, konnten jedoch keine Oszillationen beobachtet werden. Dies bedeutet zwar, dass kein Lagen-Wachstum auftritt. Es könnte aber trotzdem ein Stufen-Wachstum stattfinden, was ebenfalls zu

Tabelle 4.2: Prozessparameter für das Wachstum von YIG Dünnschichten auf YAG-Substraten.

Prozessgas	Sauerstoff
Druck	25 μ bar
Energiedichte	2 J/cm ²
Wiederholrate	10 Hz
Substrattemperatur	500 °C

hochwertigen 2-dimensionalen Schichten führt.

Im späteren Teil der Arbeit soll mittels XMCD ein möglicher induzierter Magnetismus im Platin auf dem ferromagnetischen Isolator YIG untersucht werden. Daher wird auf den meisten Proben eine weitere Schicht aus Platin abgeschieden. Dies erfolgt mit dem Elektronenstrahlverdampfer. Die Proben werden dabei nach dem PLD-Prozess mittels Roboterarm von der PLD-Kammer über die Transferkammer in die Aufdampfanlage transportiert. So kann die Probe anschließend mit Platin bedampft werden, ohne das Vakuum zu brechen. Dabei wird der Strom der Elektronenkanone so eingestellt, dass eine Abscheiderate von ca. 1,0 Å pro Sekunde erreicht wird. Es werden Probe mit 3 nm, 7 nm, 10 nm, 15 nm und 20 nm Pt hergestellt, sowie drei Proben mit Dreilag. Bei einer wird auf den YIG-Film zuerst eine Zwischenschicht aus 10 nm Gold aufgebracht und anschließend 10 nm bzw. 3 nm Platin Schicht aufgedampft. Ein weitere Probe hat als Zwischenschicht zwischen dem YIG und dem Pt eine AlO_x-Schicht als Isolator. Die unterschiedliche Platindicken dienen dazu, ein besseres XMCD-Signal zu bekommen. Dünne Schichten führen zu einem besseren Signal bei der den XMCD-Messungen. Die Proben mit Zwischenschicht dienen dazu, zu überprüfen, inwieweit eine leitende bzw. isolierende Zwischenschicht einen Einfluss auf die mögliche Spinpolarisation (induzierter Magnetismus) im Platin hat. Bei der in der Einleitung erwähnten (siehe Kapitel 1) Entdeckung der Magnetfeldabhängigkeit des elektrischen Widerstand im Platin auf YIG, würde ebenfalls eine Abhängigkeit in Platin auf YIG mit einer Gold-Zwischenschicht festgestellt, bei einem Isolator als Zwischenschicht hingegen nicht.

Neben diesen 8 YIG-Proben werden zusätzlich Referenzproben für die XMCD Messung auf YAG-Substrat hergestellt, die keine YIG Schicht enthalten. Die Referenzproben dienen später zur Überprüfung der Ergebnisse. Wie im der Einleitung (siehe Kapitel 1) schon erwähnt, konnte in Platin-Schichten auf ferromagnetische Metalle, wie Eisen, bereits ein induzierter Magnetismus gemessen werden. Sollte also später in den YIG/Pt-Heterostrukturen kein induzierter Magnetismus messbar sein, werden die Referenzproben

gemessen. Ist bei diesen ein induzierter Magnetismus messbar, ist klar, das es wirklich kein induziertes magnetisches Moment in Platin auf ferromagnetischen Isolatoren gibt, ist jedoch bei den Referenzproben auch kein Magnetismus feststellbar, kann es auch an den Proben liegen. Die Referenzproben sind YAG-Substrate mit Eisen und Platin oder mit Gold und Platin. Eine weitere Probe besteht nur aus einer Platin-Schicht auf dem YAG-Substrat. Zu Vereinfachung werden alle Proben durchnummeriert und im folge der Arbeit werden häufig nur noch die Probennummern erwähnt. Eine Liste der relevanten Proben ist in Tabelle 4.3 gegeben. Die Nummerierung erfolgte nach der zeitlichen Reihenfolge der Herstellung. Die Dickenangaben ist dabei der eingestellte Soll-Wert.

Tabelle 4.3: Übersicht über alle hergestellten Proben, mit Angabe der gewünschten Schichtdicke.

Probennummer	magnetische Schicht (nm)	zwischen Schicht (nm)	deck Schicht (nm)
1	55 YIG	-	-
2	55 YIG	-	Pt 3
3	55 YIG	Au 10	Pt 10
4	55 YIG	Au 10	Pt 3
5	55 YIG	-	Pt 20
6	55 YIG	-	Pt 7
7	55 YIG	-	Pt 10
8	55 YIG	-	-
9	55 YIG	-	Pt 15
10	55 YIG	AlO _x	Pt 10
11	-	Fe 10	Pt 10
12	-	Au 10	Pt 10
13	-	-	Pt 10

4.3 Strukturelle und magnetische Charakterisierung

Im nächsten Abschnitt werden die Ergebnisse der strukturellen und magnetischen Charakterisierung der YIG-Dünnschichten auf YAG-Substrat vorgestellt.

4.3.1 Strukturelle Eigenschaften

Die strukturelle Charakterisierung der gewachsenen YIG-Dünnschichten auf YAG-Substraten erfolgt mit der in Kapitel 3.3 beschriebenen Röntgendiffraktometrie. Bei allen Dünnschichten werden $2\theta - \omega$ -scans von $2\theta = 10^\circ$ bis 130° durchgeführt.

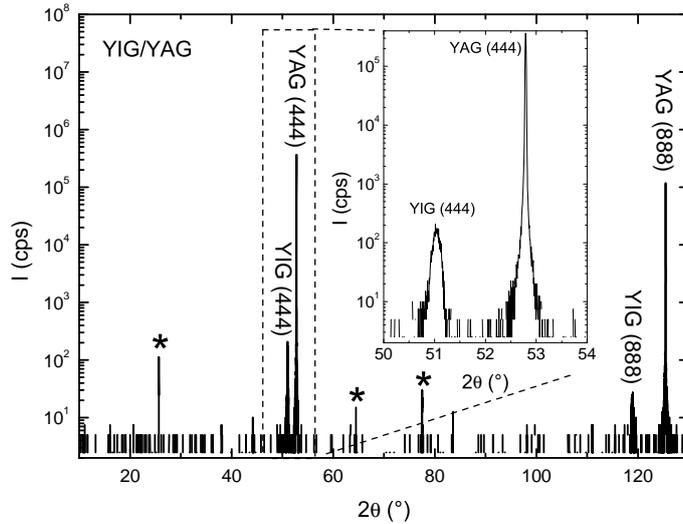


Abbildung 4.3: $2\theta - \omega$ -scan der Probe 1: (82 nm YIG auf YAG). Das Inset zeigt den Bereich um den YAG (444) und YIG (444) Reflex. Neben den zu erwartenden YIG und YAG (444)- und (888)-Reflexen, sind noch einige weitere Reflexe erkennbar, die mit einem Stern (*) gekennzeichnet sind, diese stammen von dem nicht phasenreinem Substrat.

In Abbildung 4.3 ist der $2\theta - \omega$ -scan eines reinen YIG-Dünnschicht (Probe 1) ohne Pt-Schicht von 10° bis 130° abgebildet. Neben dem (444) und dem (888) Reflex des YAG-Substrats ist jeweils links davon der (444) und der (888) Reflex des YIG-Films zu erkennen. Diese treten bei $2\theta = (51,031 \pm 0,006)^\circ$ und $2\theta = (118,951 \pm 0,006)^\circ$ auf. Das Inset zeigt einen vergrößerten Bereich um den (444)-Reflex. Neben den vier zu erwartenden Reflexen sind noch einige weitere Reflexe zu erkennen, die mit einem Stern (*) gekennzeichnet sind. Diese Reflexe können durch das nicht phasenreine YAG-Substrate erklärt werden (siehe Kapitel 4.1). Da nach der Abscheidung keine weiteren Fremdphasenreflexe auftreten, ist ein phasenreiner Film entstanden.

Im Inset von Abbildung 4.3 wird deutlich, dass keine Laueoszillationen auftreten. Dies deutet darauf hin, dass vermutlich bedingt durch die große Gitterfehlanpassung kein kohärentes Wachstum von YIG auf YAG möglich ist.

Mittels des $2\theta - \omega$ -scans können mit Hilfe der Bragg-Gleichung, die Netzebenenabstände in der Wachstumsrichtung, der [111]-Richtung, berechnet werden. Es werden die Netzebenenabstände der (444)-Ebene und der (888)-Ebene bestimmt. Für die Probe 1 er-

gibt sich $d_{444} = (0,1788 \pm 5 \cdot 10^{-4})$ nm und $d_{888} = (0,0894 \pm 5 \cdot 10^{-4})$ nm. Durch Vergleich mit den Werten eines unverspannten YIG Kristalls können Aussagen über mögliche Verspannungen des Filmes durch das epitaktische Wachstum getroffen werden. Die Netzebenenabstände eines unverspannten Kristalls, mit einer Gitterkonstante von $a = 1,2376$ nm sind $d_{444} = 0,17863$ nm und $d_{888} = 0,08932$ nm. Der aufgewachsene Film hat demnach eine Abweichung von 0,106 % für die (444)-Ebene und 0,117 % für die (888)-Ebene. In Tabelle 4.4 sind die berechneten Werte aller Proben zusammengefasst. Aufgelistet ist der θ -Winkel des (444)-Reflexes, der daraus berechnete Netzebenenabstand d_{444} , sowie die Abweichung in [111]-Richtung in %. Die Abweichung ist bei allen Filmen etwa gleich und liegt im Bereich zwischen 0,1 und 0,15 %. Lediglich Probe 5 liegt mit 0,2 % darüber.

Tabelle 4.4: θ -Winkel des YIG (444)-Reflexes, sowie die daraus berechneten Netzebenenabstände und die Abweichung in [111]-Richtung zu unverspannten YIG-Kristallen für alle YIG Dünnsfilme gewachsen auf YAG-Substrat.

Proben	θ (°)	d_{444} (nm)	Abweichung (%)
1	$25,52 \pm 0,03$	$0,1788 \pm 5 \cdot 10^{-4}$	$0,11 \pm 5 \cdot 10^{-2}$
2	$25,52 \pm 0,02$	$0,1787 \pm 3 \cdot 10^{-4}$	$0,07 \pm 3 \cdot 10^{-2}$
3	$25,50 \pm 0,005$	$0,1789 \pm 8 \cdot 10^{-5}$	$0,155 \pm 8 \cdot 10^{-3}$
4	$25,51 \pm 0,015$	$0,1789 \pm 2 \cdot 10^{-4}$	$0,13 \pm 2 \cdot 10^{-2}$
5	$25,51 \pm 0,03$	$0,1788 \pm 4 \cdot 10^{-4}$	$0,11 \pm 4 \cdot 10^{-2}$
6	$25,52 \pm 0,015$	$0,1788 \pm 2 \cdot 10^{-4}$	$0,08 \pm 2 \cdot 10^{-2}$
7	$25,49 \pm 0,015$	$0,1790 \pm 2 \cdot 10^{-4}$	$0,22 \pm 2 \cdot 10^{-2}$
8	$25,52 \pm 0,015$	$0,1788 \pm 2 \cdot 10^{-4}$	$0,09 \pm 2 \cdot 10^{-2}$
9	$25,52 \pm 0,01$	$0,1788 \pm 2 \cdot 10^{-4}$	$0,09 \pm 2 \cdot 10^{-2}$

Die Scans der Proben mit Pt Schichten zeigen keine Veränderung zu denen ohne Pt. Dies bedeutet, dass die zusätzliche Platinabscheidung die mittels PLD gewachsenen YIG-Filme nicht weiter beeinflusst.

Für Informationen des Wachstum in der Filmebene ist der $2\theta - \omega$ -scan nicht geeignet, da dieser nur Informationen in der Wachstumsrichtung liefert. Um auch die Netzebenenabstände in der Filmebene und somit auch die Verspannung in der Filmebene zu erhalten werden daher noch RSM von asymmetrischen Reflexen gemessen. Es wird exemplarisch die Probe 1 gemessen. Es wird ein scan um den (246)-Reflex durchgeführt, da er der intensitätsstärkste asymmetrische Reflex ist. Abbildung 4.4 zeigt das RSM der Probe 1. Neben dem YAG (246)-Reflex ist auch der YIG (246)-Reflex des Dünnsfilms zu erkennen. Des weiteren ist die zu erwartende Position des YIG Reflex bei vollständig relaxiertem und bei verspanntem Wachstum jeweils mit einem grünen Kreuz eingetragen. Die beiden Punkte sind mit einer Gerade verbunden, liegt der YIG-Reflex auf dieser Gerade, so hat

bereits eine Relaxation begonnen, der Film ist jedoch noch nicht vollständig relaxiert. Ist der Film in der $[111]$ -Richtung verschoben, deutet dies auf eine Veränderung des Volumens der Einheitszelle hin, was etwa durch Sauerstofffehlstellen passieren kann. Der hier gemessene YIG Reflex liegt in der Filmebene bei dem Wert des relaxiertem YIG in Wachstumsrichtung ist eine minimale Verschiebung erkennbar. Diese Verschiebung kann durch eine geringe Konzentration von Sauerstofffehlstellen begründet werden. Aus der Position des YIG Reflexes, relativ zum YAG-Reflex, kann der Netzebenenabstand in der Wachstumsrichtung, also in der $[111]$ -Richtung, wie auch in der Netzebenenabstand in der Filmebene, der $[\bar{1}01]$ -Richtung, bestimmt werden. Die entsprechenden Netzebenen sind die (444) und $(\bar{2}02)$ Ebenen. Man erhält für den Netzebenenabstand in Wachstumsrichtung $d_{444} = (0,1788 \pm 2 \cdot 10^{-4})$ nm, was im Rahmen der Messgenauigkeit mit dem Wert aus dem $2\theta - \omega$ -scan übereinstimmt. In der Filmebene kann der Netzebenenabstand zu $d_{202} = (0,4375 \pm 2 \cdot 10^{-4})$ nm bestimmt werden. Dies stimmt, im Rahmen der Messgenauigkeit, mit dem Netzebenenabstand eines unverspannten YIG-Kristalls von $d_{202} = 0,4376$ nm überein. Somit kann festgestellt werden, dass die YIG-Filme unverspannt aufwachsen. Die Einheitszelle ist vermutlich aufgrund von minimalen Sauerstoffdefekten etwas vergrößert.

Abbildung 4.5 zeigt ein RSM der symmetrischen (444) Reflexe. Der YIG Reflex liegt bei der selben Position $q_{\bar{1}01}$ wie der YAG Reflex, dies zeigt, dass der Film in Wachstumsebene nicht verkippt ist. Würde der Film verkippt aufwachsen, wäre das durch eine Verschiebung des YIG-Reflexes in die $q_{\bar{1}01}$ -Richtung erkennbar.

Wie in Kapitel 3.4 erwähnt, kann die kristalline Qualität durch ω -Scans (Rockingkurven) gemessen werden. Abbildung 4.6 zeigt die Rockingkurve um den YIG (444) -Reflex der Probe 1. Die Form erinnert an eine doppelte Gaußfunktion. Das Auftreten der schmalen Spitze lässt auf einen guten Film schließen. Die ersten Lagen wachsen noch verspannt auf. Es entstehen zahlreiche Defekte, um die Verspannung zu verringern. Je mehr Monolagen aufwachsen, desto weniger werden die Defekte und die Verspannung, die Qualität des Films nimmt zu. Der breite Untergrund in der Rockingkurve ist durch die ersten YIG Lagen verursacht. Die schmale Spitze entsteht durch die oberen, gut gewachsenen Lagen. Aufgrund dieses Subpeaks, wird ein Fit mit zwei Gaußfunktionen durchgeführt, eine Gaußfunktion, die den Untergrund anfittet, und eine, die die Spitze anfittet. Die Halbwertsbreite des Untergrunds beträgt $0,396^\circ$ und ist damit eher schlecht. Die Halbwertsbreite der Spitze ist $0,038^\circ$ und damit deutlich besser. Ab einer Halbwertsbreite von $0,04^\circ$ kann man den Film als sehr hochwertig ansehen. Der breite Untergrund und die schmale Spitze bedeuten also, dass die ersten Monolagen eine sehr schlechte Qualität

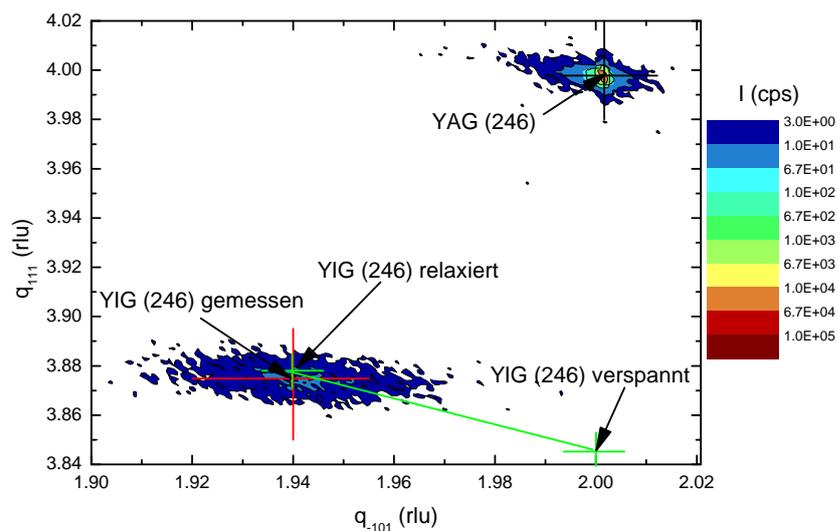


Abbildung 4.4: RSM des (246)-Reflex der Probe 1. Zu erkennen der Substratreflex und der Reflex des YIG-Films, der deutlich schwächere Intensität zeigt. Mit grünen Kreuzen ist jeweils die Position des YIG Reflex bei vollständig relaxiertem bzw. verspanntem Wachstum eingetragen. Da der hier gemessene YIG-Reflex in der Filmebene bei der selben Position liegt, wie der relaxierte Wert, ist der Film relaxiert aufgewachsen. Die Abweichung in Wachstumsrichtung kann durch eine geringe Konzentration Sauerstofffehlstellen erklärt werden.

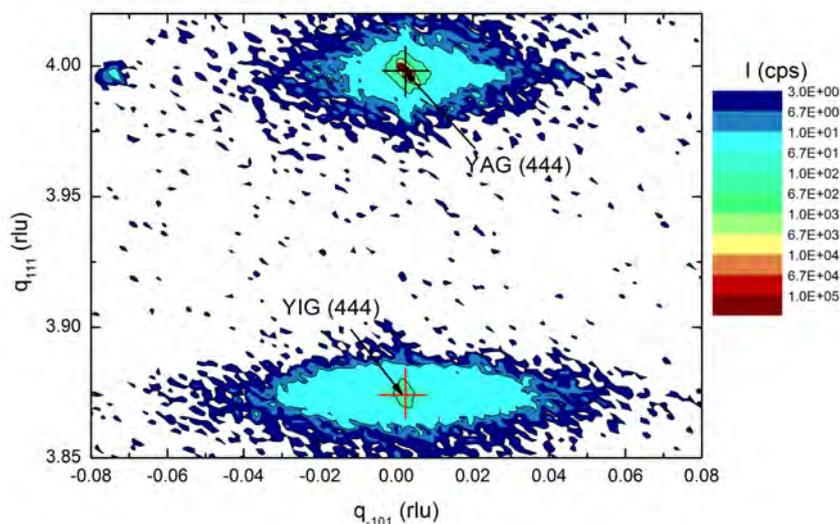


Abbildung 4.5: RSM des (444)-Reflex der Probe 1. Der YAG (444) Reflex ist mit einem schwarzen Kreuz gekennzeichnet, der YIG (444) Filmreflex darunter mit einem roten Kreuz.

besitzen, die oberen Lagen jedoch von hoher kristalliner Qualität sind. Ein weiteres Maß für die Qualität des Films, die anhand der Rockingkurven bestimmt werden kann, ist das Verhältnis der Flächen von der Spitze zum Untergrund. Je größer der Anteil des Untergrundes ist, desto größer ist der Übergangsbereich zwischen YAG-Substrat und guter YIG-Schicht. Bei der Probe 1 macht die Spitze 10,36 %, der Untergrund 89,64 % der Gesamtfläche aus. Das zeigt, dass bei den YIG auf YAG Proben der Übergangsbereich noch eine große Rolle spielt.

Ein Übersicht über die Halbwertsbreite der Rockingkurven aller Proben ist in Tabelle 4.5 geben. Die Halbwertsbreite liegen alle im selben Bereich, was auch so sein sollte, da alle mit den gleichen Wachstumsparametern hergestellt worden sind. Beim Untergrund ist die Halbwertsbreite $0,4^\circ$ bis $0,5^\circ$. Die Spitzen variieren etwas mehr. Mit aufsteigender Probennummer werden die Filme immer schlechter. Bei Probe 5 ist kaum ein Subpeak erkennbar und bei Probe 6 ist er verschwunden. Dies liegt daran, dass das Target abgenutzt wird je mehr Filme abschieden werden. Nach 6 wurde das Target ausgeschleust und abgeschliffen, weshalb Probe 7 wieder eine bessere Qualität aufweist. Probe 9 ist mit einer Halbwertsbreite von $0,077^\circ$ beim Spitzenpeak wieder eher schlechter. Hier zeigt sich, dass der Zustand des Targets einen großen Einfluss auf die Filmqualität hat.

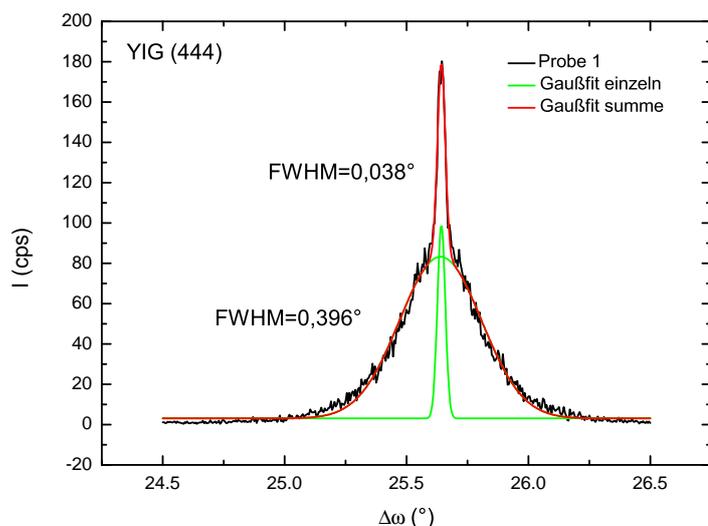


Abbildung 4.6: Rockingkurve des YIG (444)-Reflexes mit doppeltem Gaußfit. FWHM des Untergrunds $0,396^\circ$; FWHM der Spitze $0,038^\circ$.

Die Dicke der Schichten werden durch Reflektometriemessungen mit dem Röntgengerät gemessen. Neben der Dicke der Schichten bekommt man auch Informationen über die Rauigkeit des Filmes und Substrates. Besonders bei den Proben mit zwei oder mehreren Lagen ist es schwer, Informationen über die Dicke der unteren Schichten zu bekommen. Abbildung 4.7 zeigt die Messkurve der Reflektometrie der Probe 1 mit der gefitteten Kurve. Durch den Fit kann die Schichtdicke zu $(82,0 \pm 0,5)$ nm bestimmt werden. Die mittlere Rauigkeit des Films (rms: root-mean-squared roughness) wird zu $(1,1 \pm 0,1)$ nm bestimmt. Die Rauigkeit des Substrats wird mit dem Fit zu $(1,4 \pm 0,2)$ nm bestimmt.

Tabelle 4.6 enthält eine Übersicht über die Dicken der Proben. Bei vielen Proben, speziell bei denen mit drei Lagen, konnte die YIG-Schichtdicke nicht ermittelt werden. Für alle weiteren Messungen werden diese zu 64 nm angenommen. Die Rauigkeit der Filme liegt im Bereich von 1,0 nm. Die Rauigkeit des Substrates dagegen variiert stark. Sie reicht von 0,2 nm bis hin zu 1,8 nm. Dies zeigt, dass die Qualität der Substrate stark variiert und damit auch der Filme, da diese auch entscheidend von der Oberfläche des Substrats abhängt. So zeigt beispielsweise die Probe Nummer 9 eine Rauigkeit von 1,6 nm die Halbwertsbreite der Rockingkurve ist mit $0,077^\circ$ auch eher schlecht.

Vergleicht man die Dicken mit dem Sollwerten, so stellt man fest, dass die Dicke aller YIG-Dünnsfilme ca. 10 nm über den Sollwert liegt. Der Grund liegt wahrscheinlich daran,

Tabelle 4.5: Zusammenfassung der FWHM der YIG auf YAG Proben.

Proben	FWHM Untergrund (°)	FWHM Spitze (°)
1	0,39	0,038
2	0,41	0,014
3	0,461	0,013
4	0,42	0,036
5	0,44	0,044
6	0,44	
7	0,53	0,040
8	0,46	0,014
9	0,37	0,077

dass 285 Pulse doch etwas mehr als eine Monolage sind. Auffällig ist auch, dass Probe 1 mit 82 nm fast 20 nm dicker ist als die anderen Proben, obwohl dieselbe Zahl an Pulsen verwendet wurde. Eine befriedigende Erklärung kann dafür nicht gefunden werden. Bei der Dicke der mit dem Elektronenstrahlverdampfer hergestellten Schichten ist eine gute Übereinstimmung zu erkennen. Die Abweichung ist meist unter 1 nm. Außer bei Probe Nummer 9, diese sollte eine 15 nm Platinschicht haben, die Reflektometrie ergab lediglich 12,9 nm.

Tabelle 4.6: Simulierte Schichtdicken aller hergestellten YIG-Dünnschichten auf YAG-Substrat.

Proben	YIG-Schichtdicke (nm)	Zwischenschichtdicke (nm)	Platindicke 2 (nm)
1	$82,3 \pm 0,5$	-	-
2	$64,2 \pm 0,5$	-	$3,0 \pm 0,5$
3	nicht messbar	$9,3 \pm 0,5$	$9,0 \pm 0,5$
4	nicht messbar	$9,0 \pm 0,5$	$2,8 \pm 0,5$
5	nicht messbar	-	$19,8 \pm 0,5$
6	$63,3 \pm 0,5$	-	$6,7 \pm 0,5$
7	nicht messbar	-	$9,7 \pm 0,5$
8	$66,6 \pm 0,5$	-	-
9	nicht messbar	-	$12,9 \pm 0,5$
10	nicht gemessen	nicht gemessen	nicht gemessen
11	-	$9,4 \pm 0,5$	$9,9 \pm 0,5$
12	-	$9,7 \pm 0,5$	$9,7 \pm 0,5$
13	-	-	$9,6 \pm 0,5$

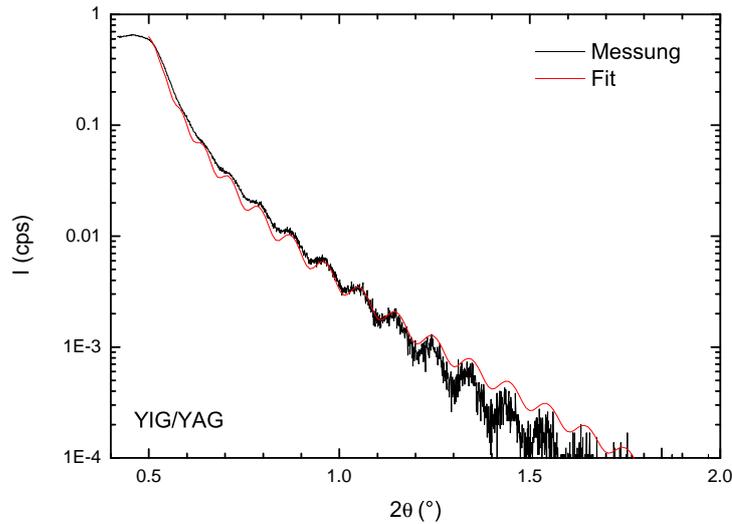


Abbildung 4.7: Reflektometrie einer 82 nm dicken YIG-Schicht auf YAG-Substrat mit Fit-Kurve.

4.3.2 Magnetische Eigenschaften

Die magnetischen Eigenschaften der hergestellten Filme werden zuerst mit SQUID-Magnetometrie bestimmt. Dabei wird die Magnetisierung \mathbf{M} in Abhängigkeit eines externen Magnetfeldes $\mu_0 \mathbf{H}$ bestimmt ($M(H)$), sowie die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung gemessen ($M(T)$). Hier werden die Ergebnisse exemplarisch, anhand der Probe 1, diskutiert. Abbildung 4.8 zeigt die $M(H)$ -Hysterese gemessen bei 300 K und 5 K. Bei diesen $M(H)$ -Kurven liegt das Magnetfeld in der Filmebene (in-plan: ip) ($\mathbf{H} \parallel [\bar{1}01]$). Das diamagnetische Signal des YAG-Substrats wurde dabei durch Subtrahieren einer Gerade herausgerechnet. Der Wert für die Sättigungsmagnetisierung bei 300 K liegt bei $M_S = (103 \pm 20)$ kA/m. Verglichen mit dem Literaturwert von YIG-Kristallen, der bei $M_S = 143$ kA/m [1] liegt, zeigt sich eine große Abweichung. Andere Arbeitsgruppen erzielten jedoch auch vergleichsweise geringe Werte. Zum Teil werden sogar geringere Werte berichtet [9, 41].

Das Koerzitivfeld liegt bei 300 K bei $(4,0 \pm 0,5)$ mT. Einige andere Arbeitsgruppen erzielten deutlich geringere Werte unter 1 mT [5, 10]. Bei anderen hingegen ist der Wert größer als 15 mT [9, 42]. Es zeigt sich eine breite Streuung des Koerzitivfeldes bei dünnen Filmen, wobei unser Wert mittig angesiedelt ist. Die Breite Streuung der magnetischen

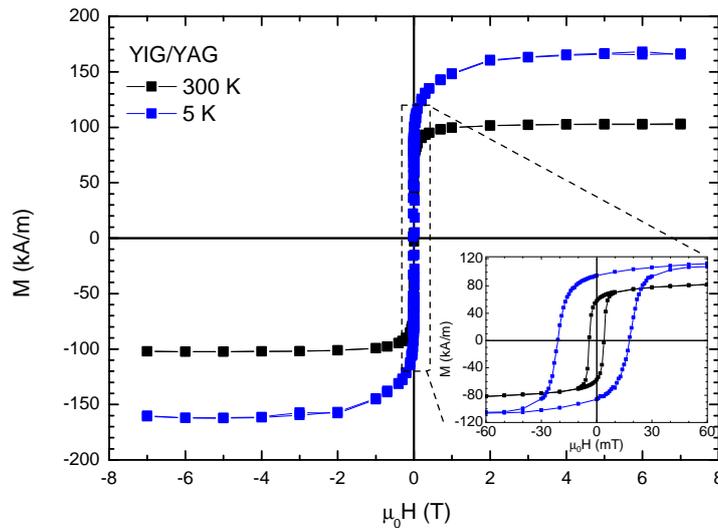


Abbildung 4.8: Hysteresekurve der Probe 1 bei 300 K (schwarz) und 5 K (blau). Im Inset ist der Bereich von -60 mT bis 60 mT vergrößert dargestellt.

Eigenschaften kann durch möglichen Verspannungen, Kristallfehler oder auch stöchiometrische Abweichungen in der dünnen Schicht erklärt werden. Auch Diffusion an der Grenzfläche zwischen dem Substrat und dem Film kann die magnetischen Eigenschaften stark beeinflussen. Das Koerzitivfeld ist dabei sehr anfällig für solche Störungen, weil es von der jeweiligen Domänenstruktur und auch kristallinen Defekten der magnetischen Schicht abhängt.

Für die Betrachtung der Eigenschaften bei tieferen Temperaturen ist in Abbildung 4.8 die Hysterese bei 5 K gezeigt. Man stellt fest, dass der Wert für die Sättigungsmagnetisierung mit sinkender Temperatur ansteigt. Bei 5 K liegt der Wert bei $M_S = (165 \pm 10)$ kA/m und bei 2 K steigt er auf $M_S = (172 \pm 10)$ kA/m. Der Theorie-Wert am absoluten Nullpunkt wäre $M_S = 195,70$ kA/m (siehe Kapitel 2.2). Damit ist der hier gemessene Wert, wie auch bei Raumtemperatur niedriger als der Theorie-Wert von YIG Volumenkristallen. Das die Sättigungsmagnetisierung bei steigender Temperatur sinkt, ist zu erwarten, da aufgrund der thermischen Energie die Unordnung der magnetischen Momente steigt und damit die Sättigungsmagnetisierung sinkt.

Bei 300 K geht die Hysteresekurve nach dem scharfen Schaltvorgang rasch in Sättigung. Bei der 5 K-Messung hingegen bleibt die Hin- und Rückkurve eine längere Zeit getrennt und es ist ein längerer geringer Anstieg erkennbar. Dies lässt auf eine zweite, harte ma-

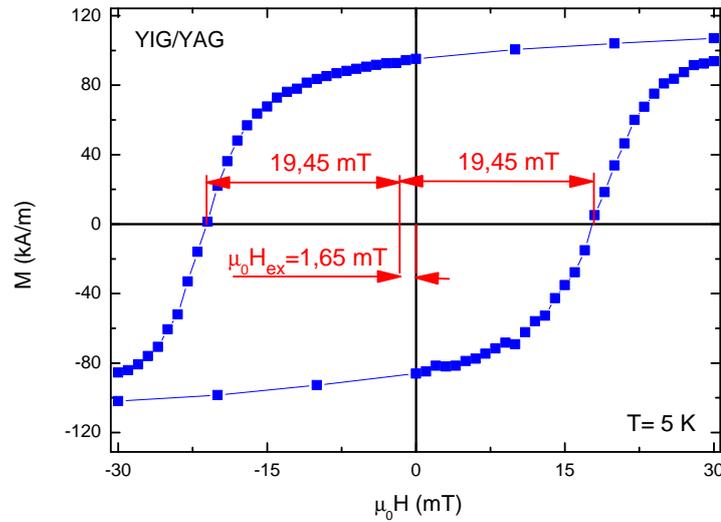


Abbildung 4.9: Hysteresekurve der Probe 1 bei 5 K, es ist zu erkennen, dass sich die Kurve in Richtung negatives Feld verschiebt.

netische Phase schließen. Dasselbe Phänomen bei YIG-Dünnfilmen auf YAG-Substrat wurde schon von Popova *et al.* festgestellt [43]. Dieser geht von einer mit Aluminium substituierten $Y_3Fe_{5-x}Al_xO_{12}$ Phase aus, welche durch Diffusion von Aluminium aus dem YAG-Substrat in die dünne YIG-Schicht entsteht.

Abbildung 4.9 zeigt den Bereich um das Koerzitivfeld bei 5 K. Es zeigt sich eine Verschiebung der Hysterese hin zu negativem Feld. Bei 5 K liegt das negative Koerzitivfeld $\mu_0 H_{C-}$ bei $(-21,1 \pm 0,5)$ mT und das positive $\mu_0 H_{C+}$ bei nur $(17,8 \pm 0,5)$ mT, somit ergibt sich eine Verschiebung $\mu_0 H_{ex}$ von $(1,65 \pm 1)$ mT hin zu negativem Feld. Eine solche Verschiebung der Hysterese wird als „exchange bias“ bezeichnet und ist typisch für die Kopplung eines Ferromagneten an einem Antiferromagneten. Dieser „exchange bias“ kann durch eine Wechselwirkung der mit Aluminium substituierten $Y_3Fe_{5-x}Al_xO_{12}$ Phase mit der reinen YIG-Phase erklärt werden [43].

In der $Y_3Fe_{5-x}Al_xO_{12}$ Phase besetzen Al^{3+} bevorzugt den Tetraederplatz [44, 45]. Der Grund liegt darin, dass der Tetraeder ein geringeres Volumen in der Granat-Einheitszelle einnimmt als der Oktaeder. Dadurch geht das im Verhältnis zum Eisenion kleine Aluminiumion bevorzugt auf diese Position. Da das resultierende magnetische Moment des YIG durch die Eisenatome auf den Tetraeder-Plätzen verursacht wird, führt ein Ersetzen der Eisenionen durch Aluminiumionen zu einer Reduzierung des magnetischen Moments.

Bei einer kritischen Al-Konzentration x_{krit} heben sich die magnetischen Momente des Eisen Tetraeder- und des Oktaeder-Untergitters gerade gegenseitig auf und es entsteht eine antiferromagnetische langreichweitige Ordnung. Bei der Annahme, dass die Al^{3+} Ionen wirklich nur den Tetraederplatz besetzten, ist die kritische Konzentration $x_{krit} = 1$. Die Wechselwirkung dieser antiferromagnetischen (AFM) Phase mit der ferrimagnetischen (FM) YIG Phase führt dann zu dem erwähnten „exchange bias“.

Der „exchange bias“ kann durch ein einfaches Zwei-Phasen-Modell erklärt werden. Hierbei soll angenommen werden, dass nur eine reine YIG und eine antiferromagnetische $Y_3Fe_{5-x_{krit}}Al_{x_{krit}}O_{12}$ Phase existieren. Bei hohen Temperaturen, hier Raumtemperatur, befindet sich die antiferromagnetische Phase in einem ungeordneten Zustand und die Hysterese der ferrimagnetischen YIG-Phase bleibt unbeeinflusst. Kühlt man die Probe bei positivem Feld ab, so kommt man in einen Bereich, in dem sich die Momente der antiferromagnetischen Schicht ausrichten. An der Grenzfläche zwischen AFM und der FM Phase richten sich die Momente der AFM Phase parallel zu der FM Phase aus, da dort eine ferromagnetische Kopplung stattfindet. Bei einer Änderung der Richtung des äußeren Feldes, ändern normalerweise auch die Momente in der FM Phase ihre Richtung, da sie dem Feld folgen. Die Momente in der AFM Phase jedoch nicht, da dort die Momente gleich in beide Richtungen angeordnet sind. Aufgrund der ferromagnetischen Kopplung an der Grenzfläche, werden nun auch die Momente in der FM Phase daran gehindert, ihre Richtung zu ändern. Ein größeres Feld ist nötig, um die FM Phase umzupolen. Bei der Rückkurve hingegen, klappen die FM-Momente früher zurück, da dann die günstige ferromagnetische Kopplung zu der AFM Phase wieder hergestellt ist [46]. Somit entsteht die Verschiebung der Hysteresekurve hin zu negativem Feld.

Abbildung 4.10 (a) zeigt die experimentell bestimmten Werte des dünnen YIG-Films für die Sättigungsmagnetisierung (schwarz) und den theoretisch berechneten Temperaturverlauf der Sättigungsmagnetisierung (rot) von YIG-Kristallen [47]. Wie schon erwähnt, steigt sowohl die Sättigungsmagnetisierung bei sinkender Temperatur. Die gemessene Werte liegt im gesamten Temperaturbereich unter dem Wert von Volumenkristall. Darüber hinaus fällt bei den gemessenen Werten ein starker Anstieg der Sättigungsmagnetisierung bei tiefen Temperaturen unter 25 K auf, der in Volumenkristallen nicht beobachtet wird. Dieser Anstieg kommt von paramagnetischen Verunreinigungen im Substrat (siehe Kapitel 4.1). Abbildung 4.10 (b) zeigt den Verlauf des negativen (grün) und positiven (blau) Koerzitivfeldes sowie der Verschiebung (violett) in Abhängigkeit der Temperatur. Auch das Koerzitivfeld steigt bei sinkender Temperatur. Lediglich von 5 K zu 2 K sinkt es, was jedoch durch Messungenauigkeiten erklärt werden kann. Die Verschiebung tritt

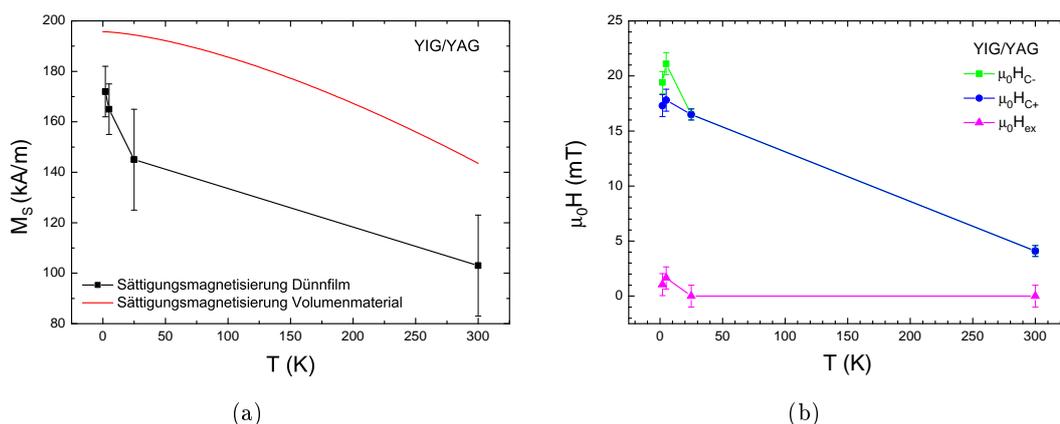


Abbildung 4.10: Temperaturabhängigkeit der Sättigungsmagnetisierung (schwarz) (a) des YIG-Dünnsfilms (Probe 1). Die Sättigungsmagnetisierung steigt bei sinkender Temperatur. Es ist ein unerwarteter Anstieg der Magnetisierung bei tiefen Temperaturen, im Vergleich zum Wert von Volumenmaterial (rot) zu erkennen, was durch paramagnetische Verunreinigungen im Substrat erklärt werden kann. Die Temperaturabhängigkeit der negativen (grün) und positiven (blau) Koezitivfeld, sowie der Wert des „exchange bias“ (violett) ist in (b) abgebildet. Auch diese Werte steigen im Rahmen der Messgenauigkeit. Die Verschiebung des Koezitivfeldes tritt erst bei 5 K auf.

erst bei sehr tiefen Temperaturen, ab 5 K auf.

Zusätzlich werden noch Messungen durchgeführt, bei denen das Feld senkrecht zur Probenoberfläche steht, also eine out-of-plane (oop) Anordnung. In Abbildung 4.11 die Hysteresekurve bei 300 K der ip-Orientierung (schwarz) sowie oop-Orientierung (rot) des Magnetfeldes gezeigt. Das scharfe Schalten der Magnetisierung am Koezitivfeld der ip-Messung deutet auf eine leichte magnetische Ache entlang $[\bar{1}01]$ -Richtung hin. In der oop-Messung ist dagegen ein kontinuierliches Schalten zu erkennen. Dies deutet auf eine kohärente Rotation der Magnetisierung entlang einer magnetisch harten Achse hin. Verantwortlich für diese harte Achse senkrecht zur Filmebene ist die Formanisotropie, die in dünnen Filmen auftritt. Diese Formanisotropie kommt daher, dass die Magnetisierung senkrecht zur Filmebene energetisch ungünstig ist. Ursache dafür sind die hohen Entmagnetisierungsfelder an den Grenzflächen. Sättigungsmagnetisierung der oop-Messung stimmt mit $M_S = (103 \pm 20)$ kA/m im Rahmen der Messgenauigkeit mit dem Wert der ip-Messung überein. Diese Formanisotropie wird später noch genauer diskutiert.

Um das Temperaturverhalten zu untersuchen, wird die Magnetisierung der Probe in

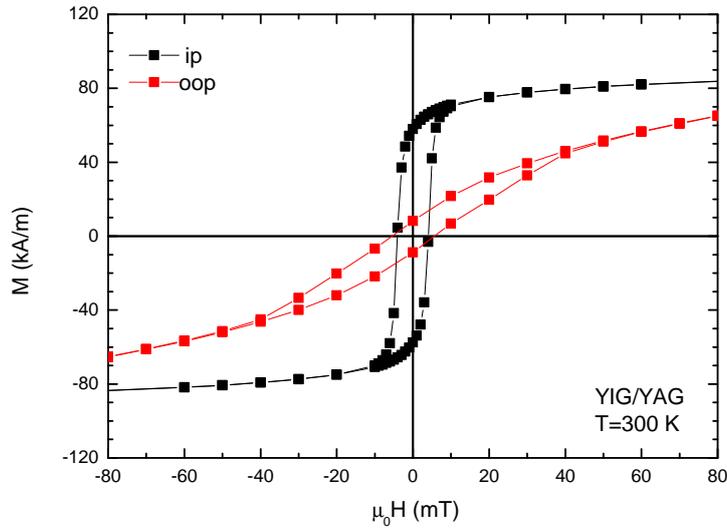


Abbildung 4.11: Hysteresekurven der Probe 1 bei 300 K. Die schwarze Kurve zeigt eine Messung mit $\mathbf{H} \parallel [\bar{1}01]$ (ip), die rote Kurve zeigt eine Messung bei $\mathbf{H} \parallel [111]$ (oop).

einem Temperaturbereich von 2 K bis 375 K gemessen. Dabei wird die Probe bei +7 T abgekühlt dann das Feld auf 0 T zurückgefahren und gemessen. Es wird die Remanenz, also die Magnetisierung bei $\mu_0\mathbf{H} = 0\text{ T}$ als Funktion der Temperatur betrachtet. Abbildung 4.12 zeigt dabei die gemessene $M(H)$ -Kurve der Probe 1. Mit einer solchen $M(H)$ -Messung können eventuelle, unerwartete Phasenübergänge oder ähnliches erkannt werden. Auch eine Erniedrigung der Curie-Temperatur, wäre durch einen abrupten Abfall der Magnetisierung erkennbar. Besonders bei tiefen Temperaturen, ab ca. 20 K ist ein stärkerer Anstieg der Magnetisierung zu erkennen. Wie vorher schon erwähnt, kommt dieser Anstieg durch die paramagnetischen Fremdphasen im YAG-Substrat. Ansonsten sind keine Besonderheiten im glatten Kurvenverlauf erkennbar, was für die Qualität der Filme spricht.

Zur Vorcharakterisierung der Proben für die Röntgenzirkulardichroismus-Messungen werden Proben mit drei verschiedenen Platindicken ebenfalls mit der SQUID-Magnetometrie untersucht. Gemessen werden bei Raumtemperatur die Proben mit 3 nm, 7 nm und 10 nm Platin. Abbildung 4.13 zeigt die Hysteresekurven dieser Proben, sowie die Messung der Probe ohne Platin. Es fällt auf, dass die Sättigungsmagnetisierung mit zunehmender Platindicke abnimmt. Eine Erklärung dafür liefert der Herstellungsprozess

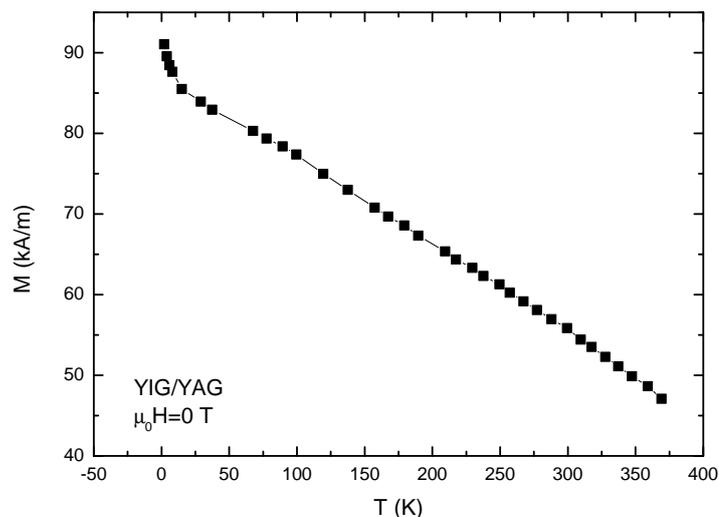


Abbildung 4.12: Remanenz in Abhängigkeit von der Temperatur der Probe 1. Die Probe wurde vorher bei $\mu_0 H = 7$ T, mit $\mathbf{H} \parallel [\bar{1}01]$ abgekühlt.

der Platinschicht. Durch die thermische Belastung der Probe während der Deposition von Platin durch Elektronenstrahlverdampfen, wird die Diffusion von Aluminium aus dem YAG-Substrat in die YIG-Schicht erhöht. Je dicker das Platin ist, desto länger erfolgt der Aufdampfvorgang und desto längere ist die thermische Belastung der Probe. Die längere thermische Belastung führt dann zu einer erhöhten Diffusion des Aluminiums und damit einer Erniedrigung der Sättigungsmagnetisierung.

Ebenfalls zur Vorcharakterisierung für den Röntgenzirkulardichroismus wird die Referenzprobe mit 10 nm Platin / 10 nm Eisen auf YAG-Substrat mit der SQUID-Magnetometrie untersucht. Gemessen wird jeweils die $M(H)$ -Hysterese. Abbildung 4.14 zeigt die gemessenen Hysteresekurven bei 300 K und 2 K. Zu erkennen ist ein geringer Anstieg der Sättigungsmagnetisierung bei sinkender Temperatur. Der Wert steigt von 1303 kA/m bei Raumtemperatur auf 1385 kA/m bei 2 K. Dieser Wert liegt unter dem Literaturwert von 1710 kA/m [1]. Der Grund liegt darin, dass es sich bei dem hier abgeschiedenen Eisen um polykristallines Material handelt, dessen Wert immer unter dem theoretischen Wert von monokristallinen Material liegt. Zudem ist eine Vergrößerung des Koerzitivfeldes zu erkennen. Der Wert steigt von 1,9 mT bei Raumtemperatur auf 6,2 mT bei 2 K.

Zusammenfassend zeigen die untersuchten und hergestellten YIG-Schichten ein sehr ähnliches magnetisches Verhalten wie in der Literatur beschriebenen YIG-Schichten. Die

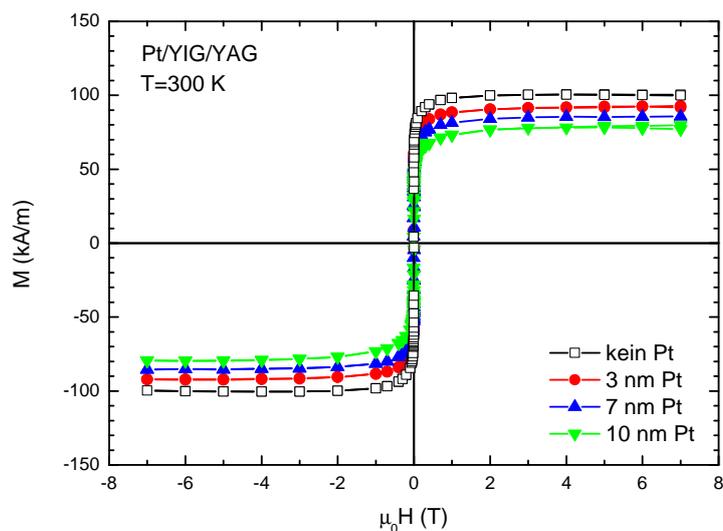


Abbildung 4.13: $M(H)$ Messungen der YIG/YAG Proben ohne Platin, mit 3 nm Platin, 7 nm Platin und 10 nm Platin. Bei der Sättigungsmagnetisierung fällt auf, dass diese mit zunehmender Platindicke abnimmt.

Ergebnisse der Messungen bei tiefen Temperaturen lassen auf eine zweite harte, antiferromagnetische Phase schließen, die vermutlich durch eine Al-Diffusion ins YIG auftritt. Ebenfalls konnte eine harte Magnetische Achse senkrecht zur Filmebene festgestellt werden. Besonders bei den Messung mit unterschiedlich dicken Platin Deckschichten fällt eine Erniedrigung der Sättigungsmagnetisierung auf, die durch eine erhöhte Al-Diffusion während der Platinabscheidung erklärt werden kann.

4.3.3 Magnetischer Röntgenzirkulardichroismus

Die YIG/YAG-Proben mit Platin-Deckschicht sind unter anderem deshalb hergestellt worden, weil untersucht werden soll, ob an der Grenzfläche zwischen dem ferromagnetischen Isolator YIG und dem normal Metall Pt ein induzierter Magnetismus in Pt zu beobachten ist. Dazu muss der Magnetismus elementspezifisch untersucht werden. Deshalb werden die Proben mit dem in Kapitel 3.6 beschriebenen XMCD (XMCD: engl.: x-ray magnetic circular dichroism) gemessen.

Um einen induzierten Magnetismus im Platin nachzuweisen wird an der Pt L_3 -Kante gemessen. Dies entspricht einem Übergang $2p_{3/2} - 5d$ mit einer Energie von 11564 eV.

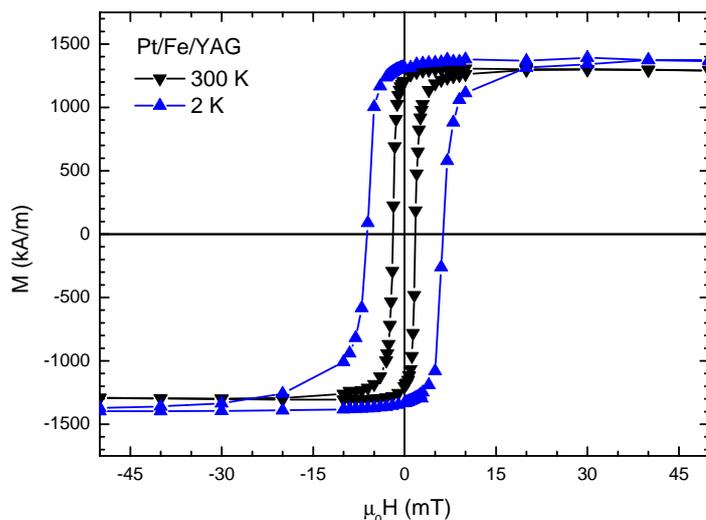


Abbildung 4.14: $M(H)$ der Referenzprobe mit Pt (10 nm) / Fe (10 nm) bei 300 K (schwarz) und 2 K (blau).

Wie im Kapitel 3.6 schon beschrieben, können XMCD-Signale sowohl durch subtrahieren der XANES-Signale bei Änderung der Polarisationsrichtung der Röntgenstrahlung, als auch bei Änderung der Magnetfeldrichtung berechnet werden. Um eine gute Rauschunterdrückung zu bekommen und um mögliche Drifteffekte herauszufiltern, wird mehrmals mit verschiedenen Konfigurationen gemessen. Also bei positivem Feld und linkszirkular polarisiertem Licht, bei positivem Feld und rechtszirkular polarisiertem Licht, bei negativem Feld und rechtszirkular polarisiertem Licht sowie negativem Feld und linkszirkular polarisiertem Licht. Bei der Messungen der Absorption wird die Röntgenphotonenenergie jeweils von 11 520 eV bis 11 620 eV durchfahren. Das angelegte Magnetfeld ist ± 60 mT. Die Messungen erfolgen durch die Detektion von Fluoreszenzphotonen, also im „fluorescence yield“ (FY)-Modus. Alle Messungen werden bei Raumtemperatur durchgeführt.

Als erstes soll die Absorption der Röntgenphotonen in Abhängigkeit von der Platindicke betrachtet werden. Abbildung 4.15 zeigt die beiden Absorptionsspektren (XANES) der Probe mit 3 nm Platin und der 20 nm Pt. Das Signal beträgt 0,035 bei 3 nm Pt und 0,185 bei 20 nm Pt. Wie erwartet steigt die Absorption mit zunehmender Schichtdicke. Die Zunahme skaliert nicht ganz mit der Dicke. Die Abweichung ist ca. 20% und kann durch Messungenauigkeiten bei der Platindicke erklärt werden.

Um ein induziertes magnetisches Moment im Platin nachzuweisen werden anschließend

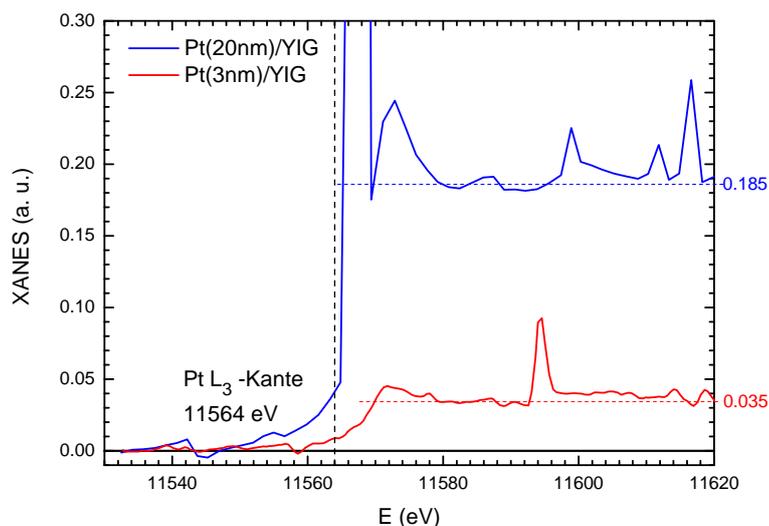


Abbildung 4.15: Röntgenabsorptionsspektren der YIG-Proben mit 3 nm Platin (rot) und 20 nm Pt (blau).

XMCD-Messungen an Proben mit unterschiedlich dicken Platin Schichten durchgeführt. Gemessen werden die Proben mit einer Dicke von 3 nm, 7 nm, und 10 nm. Die Messdaten werden normiert, so dass die Absorption vor der L_3 -Kante 0 ist und nach der Kante 1. Abbildung 4.16 (a) zeigt die Ergebnisse der Probe mit 3 nm Pt. Dabei ist die schwarze Kurve das XANES und die rote Kurve das erhaltene XMCD-Signal. Die senkrechte gestrichelte Linie markiert die L_3 -Absorptionskante bei 11564 eV. Bei Betrachtung des XANES fallen zwei störende Spitzen bei 11562 eV und 11591 eV auf, die mit einem Stern (*) gekennzeichnet sind. Diese Peaks stammen von elastisch gestreuten Photonen im YAG-Substrat. In Abbildung 4.16 (b) ist das XANES und das XMCD-Signal der Probe mit 7 nm Pt abgebildet und (c) enthält die Ergebnisse der Probe mit 10 nm Pt. Bei allen drei Proben ist in dieser Darstellung kein XMCD-Signal erkennbar. Dies bedeutet, dass kein induzierter Magnetismus im Platin existiert.

Zur Überprüfung des experimentellen Aufbaus und zum Vergleich mit Ergebnissen aus früheren XMCD-Untersuchungen an Pt/Fe-Nanopartikeln [48] wird die Referenzprobe mit 10 nm Pt auf 10 nm Fe untersucht. Abbildung 4.17 zeigt das Ergebnis. Zum Vergleich mit den Pt/YIG Proben sind nochmals die Messergebnisse des YIG-Films mit 10 nm Pt abgebildet. Beim Vergleich der beiden XANES-Spektren erkennt man keinen Unterschied. Dies bedeutet, dass keine Veränderung des Platins relativ zu der Pt/Fe-

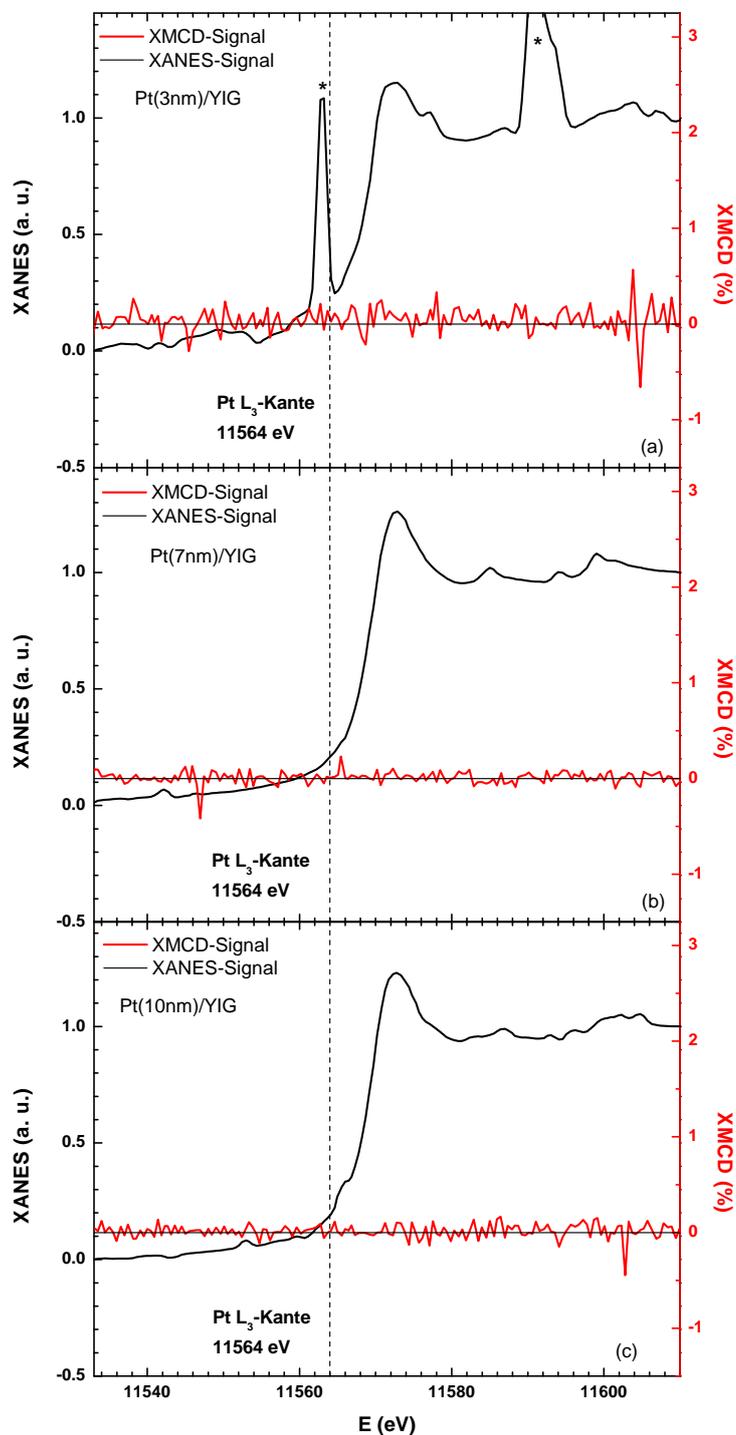


Abbildung 4.16: XANES (schwarz) und XMCD (rot) Signal der gemessenen Pt/YIG-Proben mit Platin Dicken von 3 nm (a), 7 nm (b) und 10 nm (c). Bei keiner Probe ist ein XMCD-Signal erkennbar, was darauf schließen lässt, dass kein induzierter Magnetismus im Pt auf YIG stattfindet.

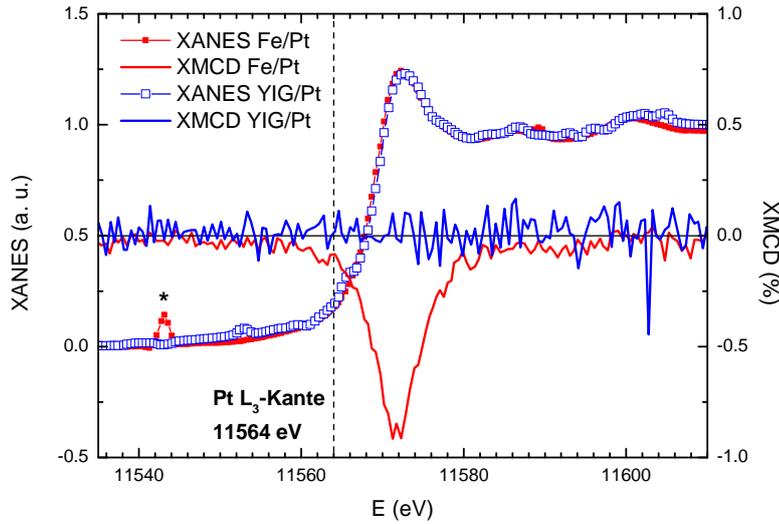


Abbildung 4.17: XANES und XMCD Messungen in Platin, einmal auf Eisen (rot) und zum Vergleich dazu auf YIG (blau). Die Absorptionsspektren der beiden Proben sind nahezu gleich. Das bedeutet, dass beide Pt-Schichten dieselbe Qualität besitzen. Während bei der YIG-Probe kein XMCD-Signal erkennbar ist, ist bei der Eisen-Probe ein deutliches XMCD-Signal erkennbar, was auf einen induzierten Magnetismus im Platin an der Grenzfläche Pt/Fe hindeutet.

Probe, wie etwa eine Oxidation, stattgefunden hat. Bei der Pt/Fe-Probe ist, im Gegensatz zur Pt/YIG-Probe ein deutliches XMCD-Signal erkennbar. Dies zeigt, dass hier ein induzierter Magnetismus im normal Metall stattfindet. Dieses Ergebnis stimmt mit früheren Messungen überein [48]. Die Berechnung des kompletten magnetischen Moments für unsere Pt/Fe-Probe erfolgt anhand der magnetooptischen Summenregeln. Dabei wird ein Verhältnis von Bahnmoment zu Spinmoment von $\mu_l/\mu_s = 0,131$ angenommen. Daraus lässt sich ein magnetisches Moment von $\mu_t = (0,0325 \pm 0.0004) \mu_B/\text{Atom}$ in Platin berechnen. [49]

Da bei diesen drei Pt-auf-YIG Proben kein XMCD-Signal erkennbar war, wird darauf verzichtet, die restlichen Proben auch noch zu vermessen. Stattdessen werden Untersuchungen an der *K*-Kante des Eisens im YIG vorgenommen. Dies ist ein Übergang vom *1s* in das *5d* Niveau. Der Übergang hat eine Energie von 7112 eV. Dadurch soll der Magnetismus des Eisens im YIG genauer betrachtet werden. Gemessen wird die Probe mit 3 nm Pt. Abbildung 4.18 zeigt die Messkurve. Schwarz ist das Absorptionsspektrum

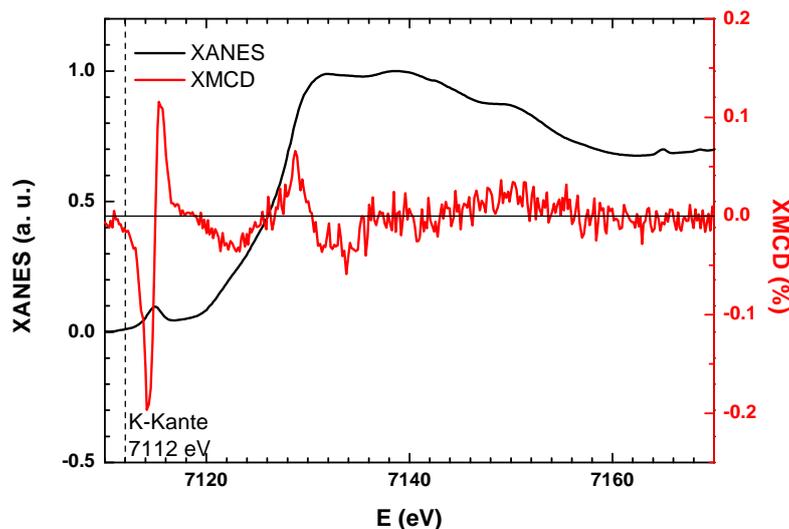


Abbildung 4.18: Normiertes XANES Spektrum (schwarze Linie) und erhaltenes XMCD-Signal (rote Linie) gemessen an der Fe *K*-Kante der YIG-Probe mit 10 nm Pt (Probe 7)

und rot das XMCD-Signal. Bei 7115 eV ist ein Vorpeak zu erkennen, ein sogenannter Pre-Edge-Peak. Die Hauptabsorptionskante ist dann bei ca. 7130 eV zu erkennen. Der Pre-Edge-Peak wird durch die Eisenionen verursacht, die auf den Tetraederplätzen sitzen. Das größte XMCD-Signal ist bei dieser Pre-Edge-Energie sichtbar. Diese Feststellung stimmt mit früheren Messungen überein [50] und zeigt die gute Qualität der YIG-Filme auch bezüglich der Koordination der Eisenatome.

Zusammengefasst kann festgestellt werden, dass die XMCD-Messungen gezeigt haben, dass im Rahmen der Auflösungsgrenze des Experiments kein Magnetismus in Platin auf dem ferromagnetischen Isolator YIG induziert wird. Im Gegensatz dazu jedoch in Platin auf einem ferromagnetischen Metall, wie etwa Eisen. Die Messungen an der *K*-Kante im Eisen zeigten, dass die hergestellten YIG-Dünnsfilme von guter Qualität sind, die Ergebnisse decken sich mit Messungen an Volumenkristallen.

4.3.4 Ferromagnetische Resonanz

Die Linienbreite der ferromagnetischen Resonanz (FMR) ist sehr empfindlich auf Defekte und stöchiometrische Zusammensetzung von der untersuchten Probe [31]. Somit

ist die FMR eine weitere gute Methode die Qualität der Filme zu bestimmen. Darüber hinaus kann mittels FMR die Anisotropie in den dünnen Filmen bestimmt werden. FMR-Messungen werden bei Raumtemperatur und einer Mikrowellenfrequenz im X-Band (9,8 GHz) durchgeführt.

Die Absorption der Mikrowellen ist gegeben durch eine Lorentzfunktion. Deshalb werden die Messdaten mit dieser Funktion gefittet. Die beiden wichtigsten Daten, die aus dem FMR-Signal herausgelesen werden können ist zum einem das Maximum, das die Position der Resonanz $\mu_0 \mathbf{H}_{res}$ angibt und die Linienbreite der Resonanzkurve (FWHM). YIG zeichnet sich besonders durch seine sehr geringe Halbwertsbreite von 0,002 mT für Volumeneinkristalle aus [3]. Beim Vergleich der Linienbreiten ist zu beachten, dass manchmal auch die „Peak-to-Peak“-Linienbreite angegeben wird. Diese ist oft durch den experimentellen Aufbau leichter zugänglich. Die „Peak-to-Peak“-Linienbreite ist um den Faktor $\sqrt{3}$ geringer als die Halbwertsbreite [51].

FMR-Messungen werden an der Probe 1 (82 nm YIG auf YAG) durchgeführt. Die Probe wird zuerst so eingebaut, dass das externe Magnetfeld $\mu_0 \mathbf{H}_0$ parallel zur Filmebene orientiert ist ($\mathbf{H}_0 \parallel [\bar{1}01]$). Dies wird als in-plane (ip) bezeichnet. Anschließend wird die Probe langsam um einen Winkel α gedreht, bis das Magnetfeld senkrecht zu Filmebene steht ($\mathbf{H}_0 \parallel [111]$), was als out-of-plane (oop) bezeichnet wird. Bei der Drehung wird alle 10° eine Messung durchgeführt. Dabei entspricht 0° und 180° der ip-Anordnung und 90° der oop-Anordnung. Gedreht wird von -10° bis 200° . Die aufgenommenen Messkurven sind in Abbildung 4.19 zusammengestellt. Aus den Lorentzfits kann eine Resonanzposition von $\mu_0 H_{res} = (271,6 \pm 0,5)$ mT für ip und $\mu_0 H_{res} = (522,0 \pm 0,5)$ mT für oop bestimmt werden. Aus diesen Werten kann mittels Gleichung (3.38) und Gleichung (3.39) die effektive uniaxiale Anisotropie $|B_u^*|$ zu 176,2 mT berechnet werden. Verglichen mit dem Wert aus [5] von $|B_u^*| = 179$ mT zeigt sich eine gute Übereinstimmung.

Die FWHM beträgt $(14,2 \pm 0,2)$ mT für ip und $(8,7 \pm 0,2)$ mT für oop. Verglichen mit Werten von YIG auf GGG von 1,38 mT [5] sind sie schlechter. Andere Arbeitsgruppen, die ebenfalls YIG auf YAG abgeschieden haben, berichten jedoch von noch größeren Werten von bis zu 22 mT [43]. Daher wird davon ausgegangen, dass aufgrund der Gitterfehlanpassung und daraus resultierender nicht perfekter Kristallinität der Filme kaum bessere Linienbreiten erzielt werden können.

Abbildung 4.20 zeigt die Position des Resonanzfeldes in Abhängigkeit vom Winkel α . Es ist eindeutig zu erkennen, dass das Resonanzfeld von ip zu oop steigt und anschließend wieder fällt. Der Grund dafür ist die Formanisotropie in dem dünnen Film. Sie kommt daher, dass die Magnetisierung senkrecht zur Filmebene eher ungünstig ist. Ursache dafür

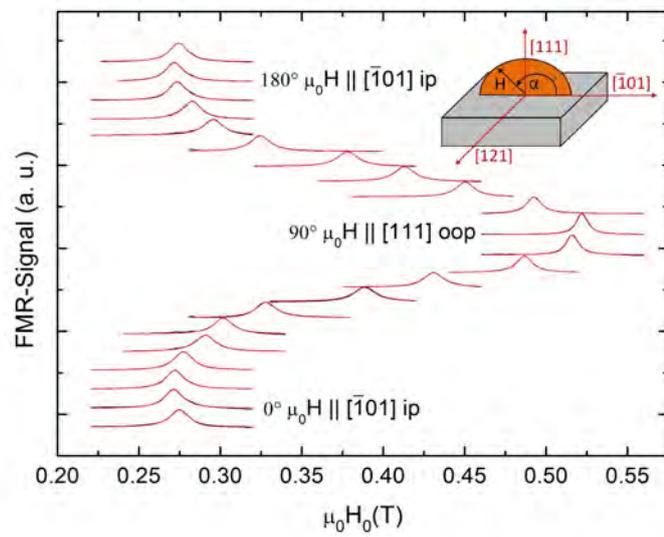


Abbildung 4.19: Winkelabhängige FMR-Messung an der Probe 1 bei 300 K bei einer Drehung des externen Magnetfeldes von ip nach oop und wieder ip. Schwarz sind die Messkurven, rot die Fits mit einer Lorentzfunktion eingezeichnet.

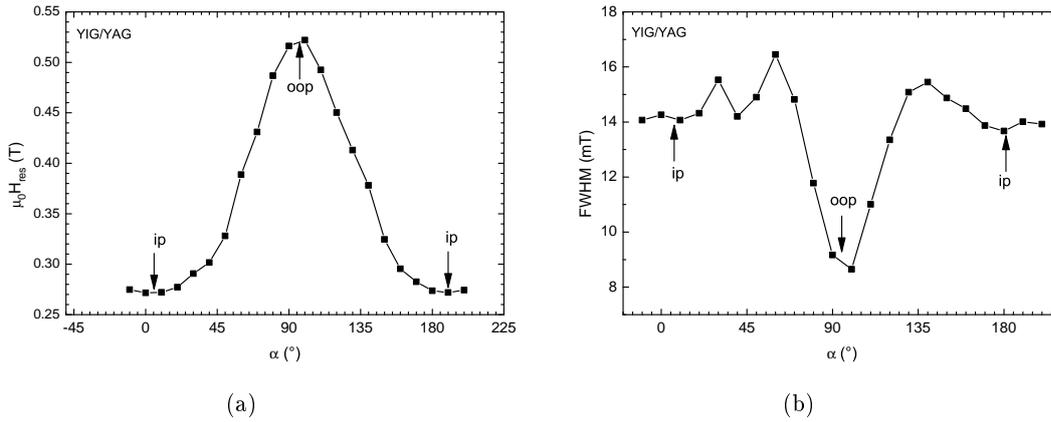


Abbildung 4.20: (a) Ferromagnetisches Resonanzfeld und (a) FMR-Linienbreite in Abhängigkeit vom Winkel α bei einer Drehung von ip zu oop.

sind die hohen Entmagnetisierungsfelder an den Grenzflächen. Diese harte Achse wurde schon bei den SQUID-Messungen festgestellt. Die Linienbreite bleibt über einen großen Winkelbereich nahezu konstant und sinkt dann bei der oop-Konfiguration schlagartig, anschließend steigt sie wieder rasch an. Besonders bei der Resonanzposition fällt auf, dass das Maximum nicht bei 90° sondern zwischen 90° und 100° liegt. Das Minimum liegt auch nicht exakt bei 0° und 180° , sondern zwischen 0° und 10° bzw. 180° und 190° . Der Grund dafür liegt im experimentellen Aufbau, bei dem es nicht möglich ist, die Probe exakt einzubauen, die Probe wurde wahrscheinlich um 5° bis 10° verdreht eingebaut.

Es werden ebenfalls Messungen durchgeführt, bei denen die Probe so eingebaut ist, dass das magnetische Feld immer in der Filmebene liegt. Bei dieser ip-Drehung soll die kubische Anisotropie bestimmt werden. Gemessen wird wieder in 10° -Schritten. Es ist keine Abhängigkeit des FMR-Signals vom Winkel zu erkennen. Es kann also keine kristalline Anisotropie in der Filmebene gemessen werden. Dies kann zum einen daran liegen, dass die Filme eine zu schlechte Qualität besitzen, zum anderen könnte auch der FMR-Messaufbau zu ungenau sein, um eine geringe Anisotropie feststellen zu können.

Jedoch ist bei der ip-Messung ein zweiter Resonanzpeak erkennbar, wie in Abbildung 4.21 gezeigt. Dabei liegt der Hauptpeak bei $(270,5 \pm 0,5)$ mT und weist eine Linienbreite von $(14,7 \pm 0,2)$ mT auf, der Nebenpeak liegt bei $(281,6 \pm 0,5)$ mT und hat eine Linienbreite von $(2,2 \pm 0,2)$ mT. Die zweite kleine Resonanzkurve stammt von der $\text{Y}_3\text{Fe}_{5-x}\text{Al}_x\text{O}_{12}$ Phase, die durch Diffusion von Al in die YIG-Schicht entsteht [43]. Diese Al-Diffusion kann neben der großen Gitterfehlanpassung auch ein Grund für die großen Linienbreiten sein.

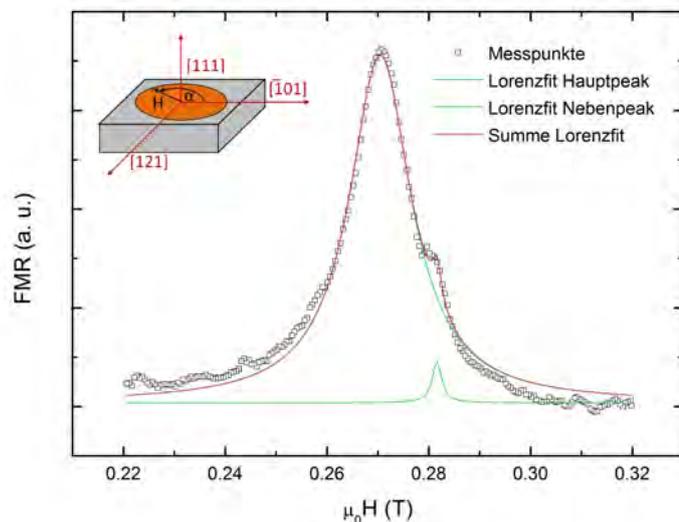


Abbildung 4.21: FMR-Kurve der Probe 1 bei einer ip-Messung bei einem Winkel von $\alpha = 20^\circ$, zu erkennen sind zwei Absorptionspeaks.

Die FMR-Messungen zeigten, dass die Dünnschichten im Vergleich zu anderen YIG-Dünnschichten auf YAG-Substrat eine geringere Linienbreite zeigen, was für die gute Qualität des Films spricht. Jedoch sind sie deutlich schlechter als YIG-Dünnschichten auf GGG-Substrat, was dadurch begründet werden kann, dass YIG zu GGG eine viel geringere Gitterfehlanpassung hat als zum YAG. Es konnte eine uniaxiale Anisotropie festgestellt werden, die vergleichbar mit Ergebnissen von anderen Arbeitsgruppen ist. Bei den ip-Messungen ist ein doppelter Resonanzpeak erkennbar, Grund dafür ist eine zweite magnetische Phase, eine mit Al-dotierte YIG-Schicht. Bei der ip-oop Drehung konnte kein zweiter Resonanzpeak bei $\alpha = 0^\circ$ festgestellt werden, da aufgrund des Messaufbaus eine exakte 0° Messung dort nicht möglich ist.

4.4 TiN-Diffusionsbarriere

Bei den in Kapitel 4.3.2 diskutierten SQUID-Magnetisierungsmessungen wurde ein „exchange bias“ bei den Hysteresekurven beobachtet. Als Ursache dafür diskutieren wir eine Aluminiumdiffusion aus dem YAG-Substrat in die YIG-Schicht hinein. Um diese Diffusion aufzuhalten, wäre eine Diffusionsbarriere zwischen YIG und YAG erforderlich. Aus diesem Grund wird versucht, eine Titanitrit-Schicht auf das YAG abzuscheiden und

anschließend darauf das YIG. TiN hat eine Gitterkonstante von $4,24 \text{ \AA}$. Das heißt, dass auf drei Einheitszellen TiN eine Einheitszelle YIG wächst, bzw. auf eine Einheitszelle YAG wachsen drei Einheitszellen TiN. Drei Einheitszellen TiN haben eine Länge von $1,272 \text{ nm}$, das bedeutet eine Gitterfehlpassung zum YAG von fast 6% und zum YIG immerhin noch $2,7 \%$.

TiN konnte schon erfolgreich auf andere Substrate, wie MgO oder Al_2O_3 abgeschieden werden. Die dort verwendeten Parameter werden übernommen. Es wird eine Temperatur von $600 \text{ }^\circ\text{C}$, eine Argon-Atmosphäre von $5 \mu\text{bar}$, eine Wiederholrate von 2 Hz sowie eine Energiedichte von 2 J/cm^2 gewählt. Da auf dem RHEED-Bild die Reflexe verschwinden, ist anzunehmen, dass TiN nicht epitaktisch auf YAG aufwächst. Trotzdem wird versucht, auf dieser polykristallinen TiN-Schicht YIG aufzuwachsen. Für den YIG-Prozess werden wieder die vorherigen Parameter verwendet, also $T = 500 \text{ }^\circ\text{C}$, Sauerstoffdruck $p = 25 \mu\text{bar}$, $\rho = 2 \text{ J/cm}^2$ und Wiederholrate $f = 10 \text{ Hz}$. Nach der YIG-Abscheidung und dem Abkühlen sind auf dem RHEED-Bild wieder schwache Reflexe zu erkennen, was auf eine anschließende Texturierung des YIG-Dünnsfilms schließen lässt.

Zur näheren Bestimmung der strukturellen Eigenschaften wird ein Röntgen $2\theta-\omega$ -Scan gemacht. Abbildung 4.22 enthält den Ausschnitt von $2\theta = 50,5^\circ$ bis $53,5^\circ$. Neben dem YAG (444) Substrat-Reflex ist auch schwach der YIG (444)-Reflex bei $51,1^\circ$ zu erkennen. Dies bedeutet, dass das YIG auf TiN eine Textur aufweist. Die geringe Intensität lässt auf eine schlechte Qualität schließen. Aufgrund der geringen Intensität des YIG-Reflexes, ist die Aufnahme einer Rockingkurve nicht möglich.

Um zu überprüfen, ob der „exchange bias“ verschwunden ist, wird diese Probe mit SQUID-Magnetometrie gemessen. Abbildung 4.23 zeigt die entsprechende Messkurve bei 2 K . Es ist keine Verschiebung des Koerzitivfeldes mehr erkennbar. Dieses Ergebnis lässt darauf schließen, dass aus dem YAG-Substrat tatsächlich Aluminium in die YIG-Schicht hinein diffundiert und dies den „exchange bias“ verursacht. Durch die Diffusionsbarriere aus TiN kann kein Al mehr ins YIG hinein diffundieren, dadurch bildet sich auch keine antiferromagnetische Phase und der „exchange bias“ verschwindet. Bei der Sättigungsmagnetisierung beträgt bei 300 K $M_S = (104 \pm 20) \text{ kA/m}$ und ist damit nahezu identisch zu den Sättigungsmagnetisierung der YIG-Probe ohne Diffusionsbarriere.

4.5 Zusammenfassung YIG-Dünnsfilme auf YAG-Substrat

Fassen wir nun nochmal kurz zusammen, was bisher erreicht wurde: Es wurden YIG-Filme mittels PLD auf YAG-Substrat aufgewachsen. Die Röntgenanalyse zeigte, dass

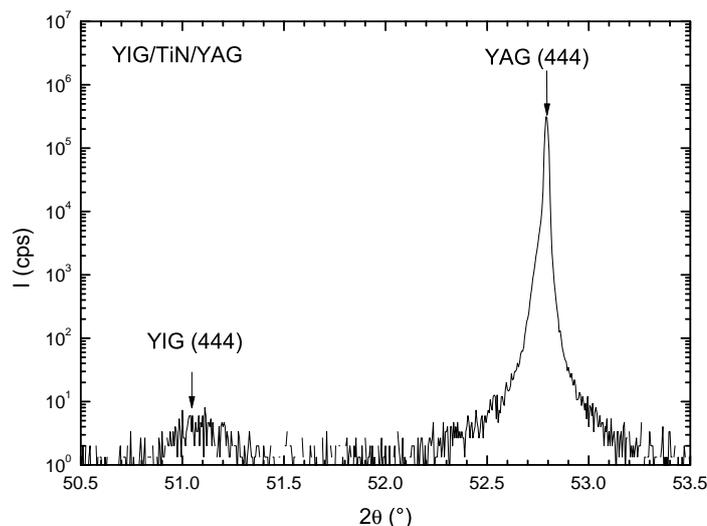


Abbildung 4.22: $2\theta - \omega$ -scan der YIG-Probe mit TiN-Diffusionsbarriere um die (444)-Reflexe, es ist eine geringe Intensität beim YIG (444)-Reflex zu erkennen, der auf eine Texturierung des YIG auf TiN hindeutet.

phasenreine Filme entstanden sind, die kaum verspannt sind. Die Kristallinität ist mit den Ergebnissen anderer Arbeiten vergleichbar.

Die magnetischen Eigenschaften zeigten eine, im Vergleich zum Volumenmaterial erniedrigte Sättigungsmagnetisierung, im Vergleich zu anderen Arbeiten jedoch durchaus zufriedenstellende Werte. Besonders bei tiefen Temperaturen zeigte sich eine Verschiebung der Hysteresekurve hin zu negativen Feldern. Dieser „exchange bias“ wird vermutlich durch eine Diffusion von Aluminium aus dem YAG-Substrat in die YIG-Schicht verursacht.

Die XMCD-Messungen in Pt/YIG/YAG ergaben, dass kein induzierter Magnetismus im Pt auf ferromagnetischen Isolatoren stattfindet. Die Messung an den Eisenionen im YIG zeigten, dass die YIG-Filme von vergleichbar guter Qualität sind im Vergleich zu YIG auf GGG und YIG Volumeneinkristallen.

Durch die FMR-Messungen konnte eine Formanisotropie der Filme bestimmt werden. Die Linienbreite der Filme ist zwar im Vergleich zu YIG-Filmen auf GGG-Substrat oder YIG-Einkristallkugeln eher schlecht, aber im Vergleich zu anderen Arbeiten gut. Zudem zeigt eine Doppelresonanz eindeutig das Vorhandensein einer zweiten magnetischen Phase, was die Vermutung einer Al-Diffusion und einer $Y_3Fe_{5-x}Al_xO_{12}$ Phase an der

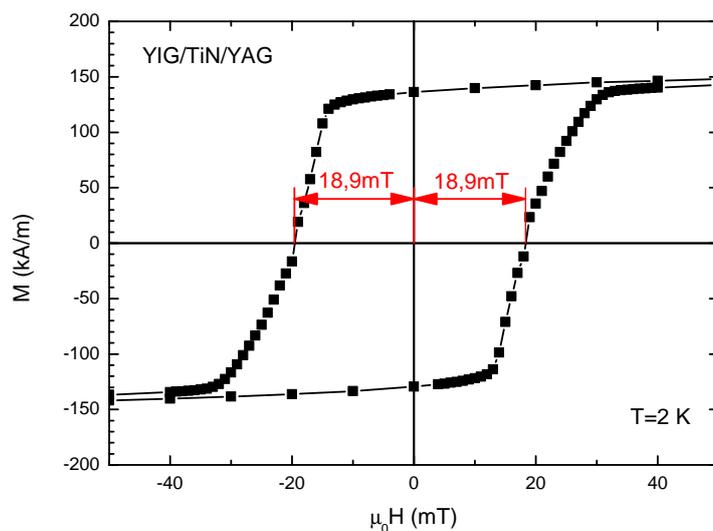


Abbildung 4.23: $M(H)$ -Messung der Probe mit TiN-Diffusionsbarriere bei tiefer Temperatur (2 K), es ist kein „exchange bias“ mehr zu beobachten.

Grenzfläche bekräftigt.

Durch eine Diffusionsbarriere aus TiN konnte die Diffusion von Al verhindert werden und es wurde kein „exchange bias“ mehr beobachtet. Da jedoch das TiN nicht kristallin auf YAG aufwächst, ist auch die Qualität der YIG-Filme schlecht.

Da YIG zu YAG eine Gitterfehlpassung von über 3 % hat, kann davon ausgegangen werden, dass kaum noch eine Verbesserung der Filmqualität durch eine Optimierung des PLD-Prozesses erzielt werden kann. Daher soll nun im zweiten Teil dieser Arbeit versucht werden, durch eine Zwischenschicht dessen Gitterkonstante zwischen dem von YAG und YIG liegt, die Qualität der YIG-Filme zu verbessern.

5 Ergebnisse YIG-Dünnschichten auf Pufferschicht

YAG hat hervorragende Eigenschaften als Substratmaterial. Aufgrund der großen Gitterfehlanpassung von YIG zu YAG ist es kaum möglich, durch eine Veränderung der Prozessparameter noch bessere Schichten zu erzeugen. Eine Zwischenschicht zwischen Substrat und Film, dessen Gitterkonstante genau dazwischen liegt, könnte Abhilfe schaffen. Deshalb wird versucht, durch eine solche Pufferschicht, engl. buffer layer genannt, die Gitterfehlanpassung zu reduzieren und die Eigenschaften der YIG-Filme zu verbessern.

Hierzu werden im folgenden Kapitel zuerst die Eigenschaften des verwendeten Puffers beschrieben. Danach wird die Prozessoptimierung des PLD-Prozesses zum Abscheiden der Pufferschicht behandelt. Im Anschluss daran werden die strukturellen und magnetischen Eigenschaften von dünnen YIG-Schichten auf dem Puffer untersucht. Dabei werden die Ergebnisse von Röntgen-, SQUID- sowie FMR-Messungen vorgestellt.

5.1 Die Pufferschicht YSAG

Ein Material das als Pufferschicht zwischen YAG und YIG verwendet werden kann, ist Yttrium-Scandium-Aluminium-Granat (YSAG: engl.: Yttrium-Scandium-Aluminium-Garnet). YSAG kristallisiert in die kubisch raumzentrierten Granatstruktur und hat die Summenformel $Y_3Sc_2Al_3O_{12}$. Die Gitterkonstante von $a = 1,2324$ nm [52] liegt zwischen der von YAG und YIG. YSAG hat somit eine Gitterfehlanpassung von 2,6 % zu YAG und nur -0,42 % zu YIG.

Scandium hat eine Elektronenkonfiguration von $[Ar] 4s^2 3d^1$. Das dreiwertige Sc^{3+} hat also eine abgeschlossene Argonhülle und demnach keine ungepaarten Elektronen. Somit ist YSAG analog zu YAG diamagnetisch (siehe Kapitel 4.1). Das Scandium-Ion geht bevorzugt auf den Oktaeder-Platz. Dies liegt daran, dass das Scandium-Ion größer ist als das Aluminium-Ion und der Oktaeder ein größeres Volumen in der Granat-Einheitszelle einnimmt als der Tetraeder [53, 52].

Bei der Pufferschicht ist es wichtig, dass sie vollständig relaxiert aufwächst. Es ist eine gewisse kritische Schichtdicke nötig, ab der der Film vollständig relaxiert ist. Nur so wird der Vorteil der größeren Gitterkonstante genutzt. Meistens wachsen die ersten Monolagen noch verspannt auf und erst mit zunehmender Schichtdicke erfolgt, durch Bildung von Defekten, eine Relaxation hin zur Gitterkonstante des Volumenmaterials.

YSAG ist nicht als einkristallines Substrat erhältlich, somit muss es als Pufferschicht zwischen YAG und YIG verwendet werden. Dazu wird zuerst YSAG auf ein YAG Substrat aufgewachsen und anschließend der YIG-Film. YSAG wird ebenfalls mit der PLD-Anlage epitaktisch abgeschieden.

Als Target dient eine polykristalline $Y_3Sc_2Al_3O_{12}$ -Tablette. Diese wird durch Mischen von Y_2O_3 -, Sc_2O_3 - und Al_2O_3 -Pulver im stöchiometrischen Verhältnis 3:2:3, gepresst und anschließend bei 1150 °C gesintert. Das YSAG-Target wird, wie auch das YIG-Target, im Kristalllabor des Walther-Meißner-Instituts hergestellt.

Um zu überprüfen, ob das YSAG-Target paramagnetische Verunreinigungen enthält, wird es mit der SQUID-Magnetometrie untersucht. In Abbildung 5.1 (a) ist die $M(H)$ -Messkurve bei Raumtemperatur abgebildet, es ist eine Gerade mit negativer Steigung erkennbar, was auf einen diamagnetischen Stoff hinweist. Abbildung 5.1 (b) zeigt die $M(H)$ -Messung bei 2 K. Die Kurve zeigt ein paramagnetisches Signal. Auch in der $M(T)$ -Messung, in Abbildung 5.2, ist ein Anstieg der Magnetisierung bei tiefen Temperaturen zu erkennen. Dieses $1/T$ -Verhalten lässt auf einen Paramagneten schließen. Würde es sich um einen rein diamagnetischen Stoff handeln, würden die $M(T)$ -Messungen einen temperaturunabhängigen konstanten Wert zeigen. Da dies nicht der Fall ist, muss das Target paramagnetische Fremdphasen enthalten.

5.2 Prozessoptimierung der Pufferschicht

In der Literatur findet sich kein Prozess zur Abscheidung von dünnen YSAG-Schichten mittels PLD. Ausgangspunkt sind daher die Prozessparameter der YIG-Abscheidung, also eine Substrattemperatur von $T = 500$ °C, eine Sauerstoffatmosphäre mit einem Druck von $p = 25$ μ bar, eine Energiedichte von $\rho = 2$ J/cm² bei einer Puls-Wiederholrate von $f = 10$ Hz. Ausgehend von diesen Werten wird zuerst eine Temperaturserie hergestellt, um die optimale Substrattemperatur zu untersuchen, danach wird der Druck variiert, um das passende Druckfenster zu finden.

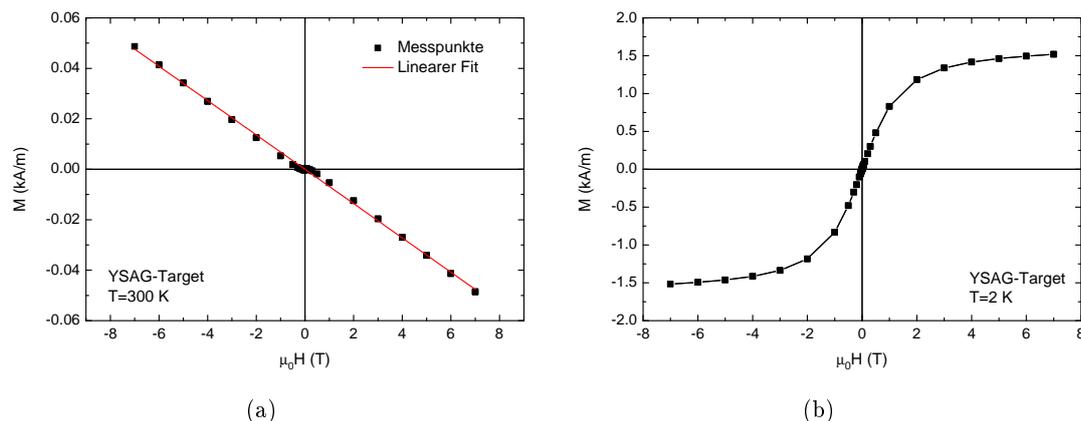


Abbildung 5.1: $M(H)$ -Verhalten des YSAG-Target. Bei 300 K (a) ist eine Gerade mit negativer Steigung erkennbar, was auf ein diamagnetischen Stoff hindeutet, bei 2 K (b) ist jedoch eindeutig ein paramagnetisches Signal zu erkennen.

5.2.1 Temperaturoptimierung

Ausgehend von den Werten des YIG-Wachstums wird zuerst eine Substrattemperaturserie von 500 °C bis zu 750 °C durchgeführt. Um zu überprüfen, ob ein kristallines Wachstum vorliegt und ob Fremdphasen auftreten, werden $2\theta - \omega$ -scans mit der Röntgenanlage durchgeführt. Bei den Proben, die bei 500 °C und 550 °C gewachsen wurden, sind keine YSAG-Reflexe zu erkennen, das heißt, es hat kein kristallines Wachstum stattgefunden. Ab einer Temperatur von 600 °C sind die YSAG (444)- und (888)-Reflexe erkennbar. Aufgrund der größeren Gitterkonstante befinden sich die beiden Reflexe bei kleineren Winkeln als die YAG (444)- und YAG (888)-Substratreflexe. Die Winkel der YSAG Reflexe sind allerdings kleiner als der theoretisch Wert. Bei einer Gitterkonstante von $a = 1,2324$ nm ist der Bragg-Winkel des (444) Reflexes bei $25,66^\circ$. Abbildung 5.3 zeigt den $2\theta - \omega$ -scan der Probe, die bei 650 °C gewachsen wurde. Die mit einem Stern (*) gekennzeichneten Reflexe stammen von Fremdphasen im Substrat. Im Inset ist vergrößert der Bereich von 50° bis 54° gezeigt. Eingetragen ist der Winkel des gemessenen YSAG (444) Reflexes bei $50,902^\circ$ und der erwarteten Winkel von $51,32^\circ$. Es ist somit eine Abweichung von über $0,4^\circ$ zu erkennen. Diese Abweichung könnte durch Sauerstofffehlstellen erklärt werden. Eine andere Erklärung ist, dass sich das Scandiumatome nicht zu 100% auf den Oktaeder-Plätzen befindet, sondern sich auf die Oktaeder- und Tetraeder-Plätze verteilt [52]. Eine Abweichung des stöchiometrischen Verhältnisses von Scandium zu Aluminium von $2:3$ kann ebenfalls eine Änderung der Gitterkonstante und damit des

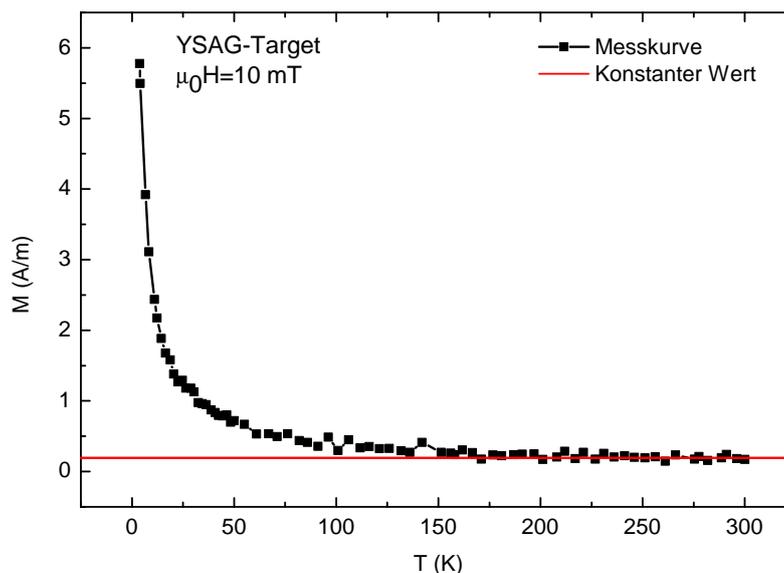


Abbildung 5.2: Temperaturverhalten der Magnetisierung des YSAG-Target, der Anstieg der Magnetisierung bei tiefen Temperaturen lässt eindeutig auf paramagnetische Verunreinigungen schließen. Die Rote Linie zeigt einen konstanten Wert, so wie es für einen diamagnetisch Stoff erwartet wird.

Bragg-Winkels hervorrufen.

Aus der Position des YSAG Reflexes, wird mittels der Bragg-Gleichung der entsprechende Netzebenenabstand berechnet. Dieser wird mit dem theoretischen Wert von YSAG-Volumenkristallen (Gitterkonstante: $a = 1,2324 \text{ nm}$ [52]) von $d_{444} = 0,17788 \text{ nm}$ für die (444)-Ebene verglichen. Tabelle 5.4 enthält die Substrattemperatur, den θ -Winkel, die daraus berechneten Netzebenenabstände und die Abweichungen zum Volumenmaterial. Die Abweichung ist bei allen Temperaturen nahezu gleich und schwankt zwischen 0,4 und 0,7%.

Anhand von RSM werden Abweichungen vom Volumenmaterial in der Filmebene und ein möglicher Temperatureinfluss untersucht. Zudem kann dadurch geklärt werden, inwieweit die Filme relaxiert sind. RSM werden vom asymmetrischen (246)-Reflex gemacht. Abbildung 5.4 zeigt das RSM der Probe mit Wachstumstemperatur $T=650 \text{ }^\circ\text{C}$. Mit einem schwarzen Kreuz ist der YAG (246)-Substratreflex gekennzeichnet, rot der gemessene YSAG (246)-Reflex. Mit dem grünen Kreuz ist die Position markiert, wo theoretische der YSAG Reflex liegen soll, bei vollständig verspannten bzw. relaxiertem Wachstum. Der Punkt für das verspannte Wachstum wurde dabei mithilfe der elastischen Verspannung

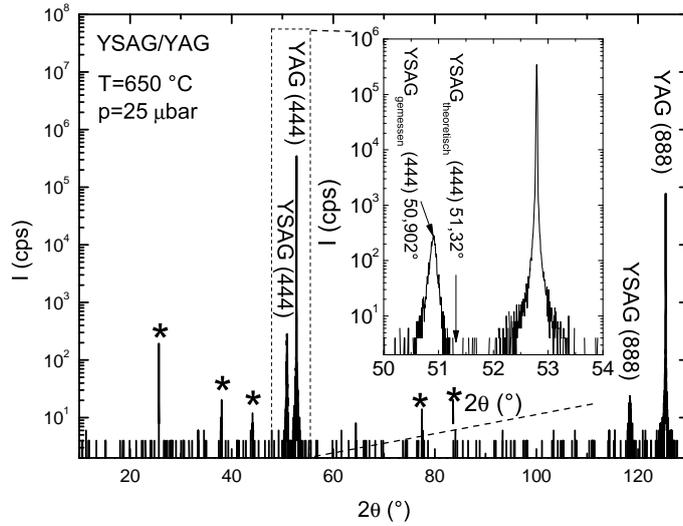


Abbildung 5.3: $2\theta - \omega$ -scan einer YSAG-Dünnschicht hergestellt bei 650 °C . Im Inset ist gezeigt, dass der gemessene YSAG-Peak im Vergleich zum erwarteten Winkel um über $0,5^\circ$ hin zu geringeren Winkeln verschoben ist. Die mit einem Stern (*) gekennzeichneten Reflexe stammen von Fremdphasen im Substrat.

und einem angenommenen Wert für die Poissonzahl von $\nu = 0,29$ berechnet [54]. Die grüne Gerade verbindet die Punkte für vollständig verspanntes Wachstum und relaxiertes Wachstum. Der hier gemessene Reflex liegt nicht auf der Gerade, sondern ist nach links unten verschoben. Er liegt aber annähernd auf einer Ursprungsgerade zum YAG (246) Reflex (blaue Gerade). Alle Punkte auf dieser Geraden beschreiben einen Kubus mit unterschiedlichen Gitterkonstanten. Dies lässt auf einen unverspannten Kubus schließen, der eine größere Gitterkonstante hat, als der Literaturwert von YSAG.

Aus der Position des YSAG-Reflexes können die Netzebenenabstände senkrecht zum Film (d_{444}) und in der Filmebene (d_{202}) bestimmt werden. Bei einem YSAG-Dünnschicht hergestellt bei einer Substrattemperatur von 650 °C ergeben sich diese zu $d_{444} = 0,1794\text{ nm}$ und $d_{202} = 0,4389\text{ nm}$. Geht man davon aus, dass das YSAG unverspannt aufwächst und deshalb eine kubische Symmetrie besitzt, können mithilfe der Netzebenenabstände d_{444} und d_{202} mittels der Gleichung

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (5.1)$$

Tabelle 5.1: Substrattemperatur, θ -Winkel, Netzebenenabstand sowie Abweichung vom Literaturwert des YSAG (444)-Reflexes.

Temperatur ($^{\circ}\text{C}$)	θ ($^{\circ}$)	d_{444} (nm)	Abweichung (%)
600	$25,47 \pm 0,03$	$0,1791 \pm 1 \cdot 10^{-4}$	$0,68 \pm 1 \cdot 10^{-2}$
625	$25,45 \pm 0,03$	$0,1792 \pm 1 \cdot 10^{-4}$	$0,77 \pm 1 \cdot 10^{-2}$
650	$25,50 \pm 0,03$	$0,1789 \pm 1 \cdot 10^{-4}$	$0,57 \pm 1 \cdot 10^{-2}$
675	$25,46 \pm 0,03$	$0,1786 \pm 1 \cdot 10^{-4}$	$0,40 \pm 1 \cdot 10^{-2}$
700	$25,50 \pm 0,03$	$0,1792 \pm 1 \cdot 10^{-4}$	$0,77 \pm 1 \cdot 10^{-2}$
750	$25,55 \pm 0,03$	$0,1792 \pm 1 \cdot 10^{-4}$	$0,73 \pm 1 \cdot 10^{-2}$

die Gitterkonstanten a und a' berechnet werden. Wobei a die Gitterkonstante in der Wachstumsrichtung ist und a' in der Filmebene. Wenn die Annahme einer kubische Symmetrie richtig ist, musste $a = a'$ sein. Man erhält jedoch einen Wert von $a = 1,2427$ nm und $a' = 1,2413$ nm. Dies bedeutet, dass kein exakter Kubus vorliegt und deshalb aber auch Gleichung (5.1) nicht anwendbar ist. Vermutlich verspannen die Filme rhomboedrisch. Eine exakte Berechnung der Gitterparameter ist dabei nicht mehr aus den gegebenen Werten möglich. Die Abweichung von einer exakten kubischen Symmetrie ist allerdings sehr gering, so dass in erster Näherung ein Kubus mit einer Kantenlänge von 1,2420 nm angenommen werden kann. In diesem pseudo-kubischen Modell ist somit die Gitterkonstante 0,01 nm größer als der Literaturwert [52]. Ein Grund für die vergrößerte Gitterkonstante könne sein, dass das Scandium und Aluminium auf falschen Gitterpositionen liegen, dies führt zu einer Vergrößerung der Gitterkonstante. Auch eine nicht stöchiometrische Zusammensetzung von YSAG kann ein Grund für eine zu große Gitterkonstante sein [52]. Des weiteren könnten Sauerstofffehlstellen eine Vergrößerung der Einheitszelle verursachen.

Um den Einfluss der Temperatur zu betrachten, werden die Werte der Netzebenenabstände senkrecht zum Film (d_{444}) und in der Filmebene (d_{202}) für alle Temperaturen betrachtet. Diese Werte werden mit den Idealwerten von $d_{444} = 0,17788$ nm und $d_{202} = 0,4357$ nm verglichen und die Abweichung davon berechnet. Eine Übersicht dieser Werte mit den dazugehörigen Substrattemperatur ist in Tabelle 5.2 gegeben. Zu erkennen ist, dass alle Werte doch signifikant von dem Literaturwert abweichen. Tendenziell scheint bei höheren Temperaturen die Abweichung geringer zu werden.

Für die Bewertung der Mosaizität der Filme werden Rockingkurven um den YSAG (444) Reflex gemessen und verglichen. Abbildung 5.5 zeigt die gemessene Rockingkurve der YSAG Dünnschicht, hergestellt bei 650 $^{\circ}\text{C}$. Es ist ein breiter Untergrund erkennbar und eine deutlich schmalere Spitze. Daher wird für den Fit der Rockingkurve eine doppel-

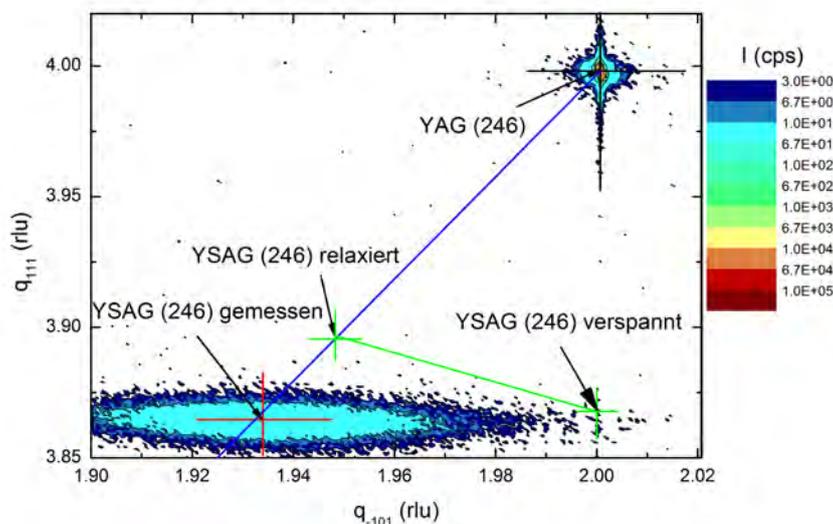


Abbildung 5.4: RSM eines YSAG-Dünnsfilms hergestellt bei 650 °C Substrattemperatur. Neben dem YAG (246) (schwarzes Kreuz) und dem gemessenen YSAG (246)-Reflex (rotes Kreuz) sind die Punkte gekennzeichnet, wo der stöchiometrische YSAG-Reflex liegen sollte, wenn der vollständig verspannt bzw. relaxiert aufwächst (grünen Kreuz) ist. Der gemessene Reflex liegt links unterhalb des erwarteten Wertes, jedoch auf der Ursprungsgerade (blaue Gerade), was auf eine Vergrößerung der Einheitszelle schließen lässt.

te Gaußfunktion verwendet. Durch den Fit kann die FWHM des Untergrunds zu 0,456° und die FWHM der Spitze zu 0,028° bestimmt werden. Wie schon bei den reinen YIG-auf-YAG-Proben entsteht der breite Untergrund durch eine Übergangsschicht zwischen Substrat und gut gewachsener Schicht. Ausgehend von der Halbwertsbreite der Spitze können die oberen Lagen des Films als sehr kristallin angesehen werden.

Die gesamten Ergebnisse der Rockingkurven der Temperaturserie sind in Tabelle 5.3 zusammengefasst. Es wird die FWHM des Untergrunds und der Spitze angegeben. Bei den meisten Proben ist ein doppelter Gaußfit möglich. Besonders bei Betrachtung der Spitze fällt auf, dass die FWHM besonders bei hohen Temperaturen sehr breit wird, bei 750 °C ist keine extra Spitze mehr erkennbar. Bei hohen Temperaturen nimmt also die kristalline Qualität ab.

Fasst man die Ergebnisse der Temperaturserie zusammen, so kann festgestellt werden, dass ein kristallines Wachstum erst ab einer Substrattemperatur von 600 °C möglich ist.

Tabelle 5.2: Nezebenenabstand d_{444} und d_{202} der YSAG-Schichten bei den verschiedenen Substrattemperatur und die Abweichung zum Literaturwert.

Temperatur (T)	d_{444} (nm)	Abweichung (%)	d_{202} (nm)	Abweichung (%)
600	0,1792	0,74	0,4385	0,64
650	0,1794	0,84	0,4389	0,73
675	0,1789	0,59	0,4372	0,34
700	0,1789	0,59	0,4370	0,30

Tabelle 5.3: FWHM der Rockingkurve gemessen an den YSAG-(444)-Reflexes der Temperaturserie.

Temperatur (T)	FWHM Untergrund (°)	FWHM Spitze (°)
600	0,495	0,028
625	0,593	0,029
650	0,456	0,028
675	0,509	0,029
700	0,299	0,034
750	0,185	–

Darüber hinaus sind die Netzebenenabstände der YSAG-Dünnschichten größer als die des Volumenmaterials. Dies könnte etwa an einer falschen Stöchiometrie von Scandium und Aluminium liegen oder durch Sauerstoffdefekte begründet sein. Die Abweichung scheint zwar, bei höheren Temperaturen geringer zu werden, jedoch zeigen die Rockingkurven bei hohen Temperaturen eine schlechtere kristalline Qualität, so dass festgestellt werden kann, dass in einem Temperaturbereich von 600 °C bis 700 °C ein gutes Wachstum stattfindet. Unterhalb von 600 °C findet kein kristallines Wachstum statt, oberhalb von 700 °C nimmt die Mosaizität stark zu.

5.2.2 Relaxation der Pufferschicht und Optimierung der Laserwiederholrate

Um die kritische Schichtdicke zu ermitteln, ab der die YSAG-Filme vollständig relaxiert sind wird im Anschluss an die Temperaturserie eine Dickenserie hergestellt. Dabei werden folgende Prozessparameter verwendet: Substrattemperatur $T = 675$ °C, Sauerstoffdruck $p = 25$ μ bar, Energiedichte $\rho = 2$ J/cm² und Laserwiederholrate $f = 10$ Hz. Es werden Filme mit jeweils 42, 20, 10, und 5 Pulspakete á 285 Pulsen hergestellt. Der Grad der Relaxation der YSAG Dünnschichten wird anhand von RSMs um den asymmetrischen (246)-Reflex ermittelt.

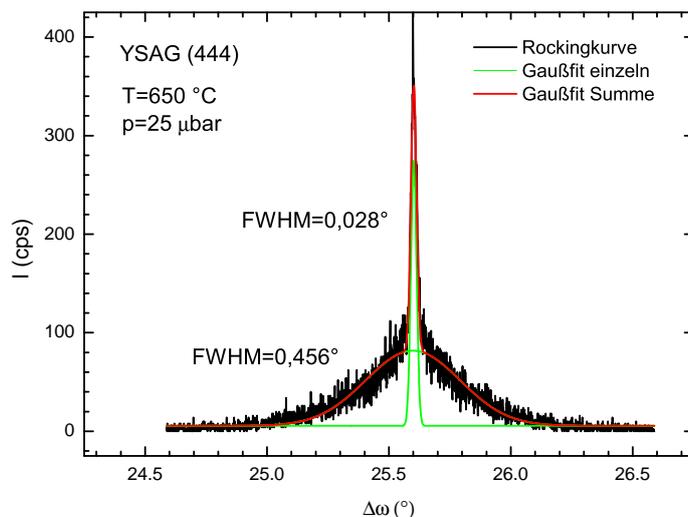
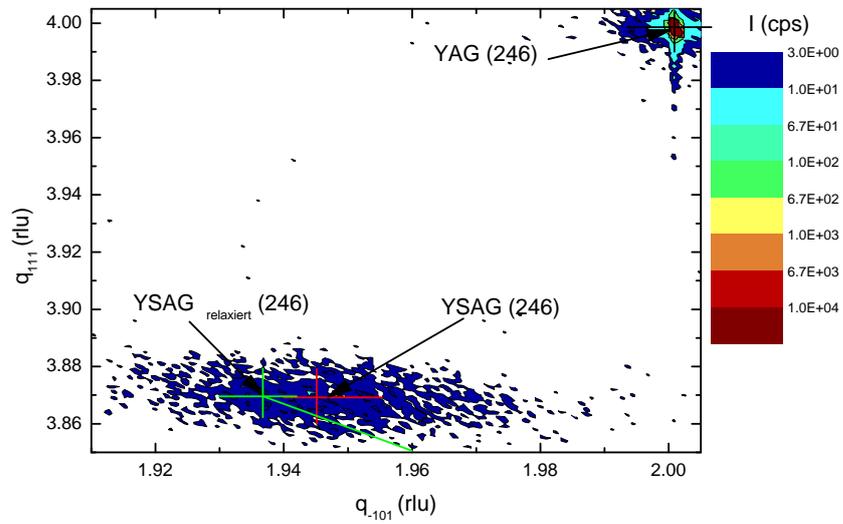
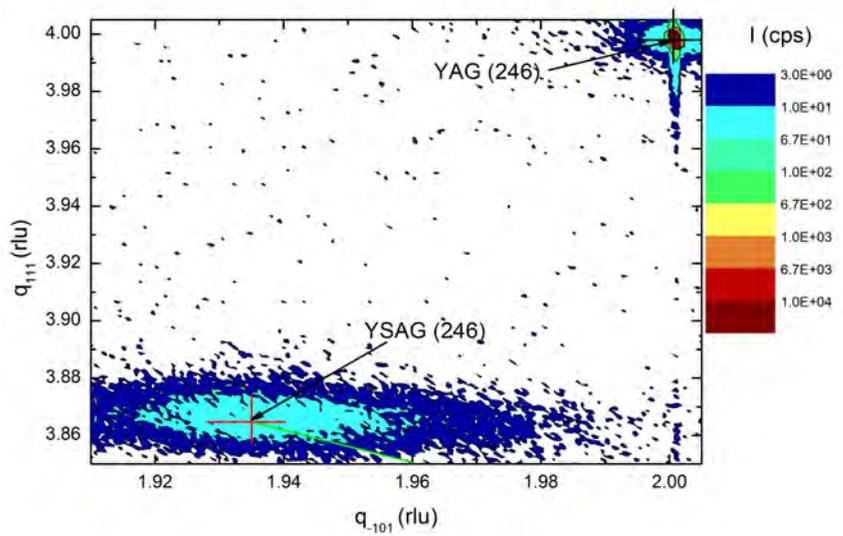


Abbildung 5.5: Rockingkurve einer YSAG Probe, die bei einer Substrattemperatur von 650 °C hergestellt wurde. Zu erkennen ist ein Doppelpeak mit breitem Untergrund und schmaler Spitze. Die Rockingkurve kann mittels einer doppelten Gaußfunktion angefitet werden.

Bei der Probe mit 5 Pulspaketen ist die Intensität des YSAG Reflexes so gering, dass er nicht mehr aufgelöst werden kann. Bei dieser Probe kann daher die epitaxiale Verpannung nicht bestimmt werden. Abbildung 5.6 (a) zeigt das RSM der Probe mit 10 Paketen und (b) das RSM der Probe mit 20 Paketen. Mit schwarzem Kreuz ist jeweils der YAG-Reflex des Substrats gekennzeichnet, mit rotem der gemessene YSAG-Reflex. Die grüne Gerade verbindet den Punkt, wo der Reflex bei vollständiger Verspannung bzw. Relaxation liegen sollte (Kubus mit $a = 1,242 \text{ nm}$). Bei der Probe mit 10 Paketen sieht man, dass der YSAG-Reflex im Gegensatz zur der Probe mit 20 Paketen in der Filmebene ($q_{\bar{1}01}$) in Richtung YAG-Reflex verschoben ist. Bei der 10er Probe beträgt der Wert von $q_{\bar{1}01} = 1,95 \text{ rlu}$, bei der 20er Probe $q_{\bar{1}01} = 1,934 \text{ rlu}$. In der q_{111} -Richtung ist keine Abweichung zu erkennen. Aus dieser Verschiebung in der Filmebene kann geschlossen werden, dass bei 10 Pulspaketen, der Film noch nicht vollständig relaxiert ist. Da er im Vergleich zu der grünen Geraden zudem in $[111]$ -Richtung verschoben ist, deutet dies auf Sauerstofffehlstellen hin. Bei den RSM der Probe mit 42 und 20 Pulspaketen kann keine Veränderung der Reflexe mehr beobachtet werden. Daher wurden 20 Pulspakete á 285 Pulse als nötige Dicke für die Pufferschicht ermittelt.



(a)



(b)

Abbildung 5.6: RSM der Probe mit 10 Paketen (a) und 20 Paketen (b) á 285 Pulsen. Vergleicht man die Position des YSAG-Reflexes, sieht man, dass der YSAG Reflex mit 10 Pakten weiter in Richtung YAG-Reflex verschoben ist als der mit 20 Paketen, also noch nicht vollständig relaxiert ist.

Um den Einfluss der Wiederholrate zu untersuchen, werden Proben mit einer Wiederholrate von 10 Hz und 2 Hz hergestellt. Ansonsten war die Temperatur 675 °C, der Druck 25 μbar und die Energiedichte 2 J/cm². Die $2\theta - \omega$ -scans zeigen kaum Unterschiede zwischen der Probe mit 10 Hz und 2 Hz. Bei Vergleich der Rockingkurven stellt man leicht bessere Filme bei einer Wiederholrate von 10 Hz fest. Dort beträgt die FWHM der Spitze nur 0,029°. Im Vergleich dazu ist die FWHM bei 2 Hz 0,043°. Auch kann ein viel geringerer Untergrund bei 10 Hz im Vergleich zu 2 Hz festgestellt werden. Hohe Pulsfolgen sind also tendenziell besser.

5.2.3 Druckoptimierung

Neben der Substrattemperatur ist der Sauerstoffdruck einer der zentralen Parameter, der das Wachstum maßgeblich bestimmt. Um ein Prozessfenster für den Druck zu finden, wurden YSAG Filme bei verschiedenen Drücken hergestellt. Drei Dünnschichten bei einer Substrattemperatur von 675 °C einer Energiedichte von 2 J/cm² und einer Wiederholrate von 2 Hz. Dabei wurde der Druck auf 5 μbar , 25 μbar und 50 μbar eingestellt. Dies wird als Druckserie 1 bezeichnet. Die Druckserie 2 wird bei einer Substrattemperatur von 650 °C, einer Wiederholrate von 10 Hz und einer Energiedichte von 2 J/cm² durchgeführt. Hierbei wurde der Druck auf 5 μbar , 25 μbar , 50 μbar und 100 μbar eingestellt.

Die $2\theta - \omega$ -scans zeigen, dass alle Proben der Druckserie 1 einkristallin aufgewachsen sind. Es sind keine Fremdphasen zu erkennen. Die YSAG-Reflexe sind, wie schon bei der Temperaturserie festgestellt, zu kleineren Winkeln hin verschoben. Eine starke Änderung der Verschiebung ist bei der Änderung des Druckes nicht zu erkennen. Aus den θ -Winkeln der YSAG (444)-Reflexe werden die Netzebenenabstände berechnet und die Abweichung zu unverspannten YSAG-Kristallen angegeben. Tabelle 5.4 enthält die Ergebnisse der Druckserie 1. Die Abweichungen sind alle fast gleich und ca. 0,5 %.

Tabelle 5.4: Prozessdruck, θ -Winkel, Netzebenenabstand sowie Abweichung des YSAG (444)-Reflexes für Druckserie 1.

Druck (μbar)	θ (°)	d_{444} (nm)	Abweichung (%)
5	$25,54 \pm 0,03$	$0,1787 \pm 1 \cdot 10^{-4}$	$0,46 \pm 1 \cdot 10^{-2}$
25	$25,52 \pm 0,03$	$0,1788 \pm 1 \cdot 10^{-4}$	$0,53 \pm 1 \cdot 10^{-2}$
50	$25,54 \pm 0,03$	$0,1786 \pm 1 \cdot 10^{-4}$	$0,42 \pm 1 \cdot 10^{-2}$

Bei der Druckserie 2 mit einer Substrattemperatur von T=650 °C sind bei den Proben mit einem Hintergrunddruck von 25 μbar , 50 μbar und 100 μbar keine Fremdphasen zu erkennen. Die Abweichungen unterscheiden sich kaum von denen der Druckserie 1, sie

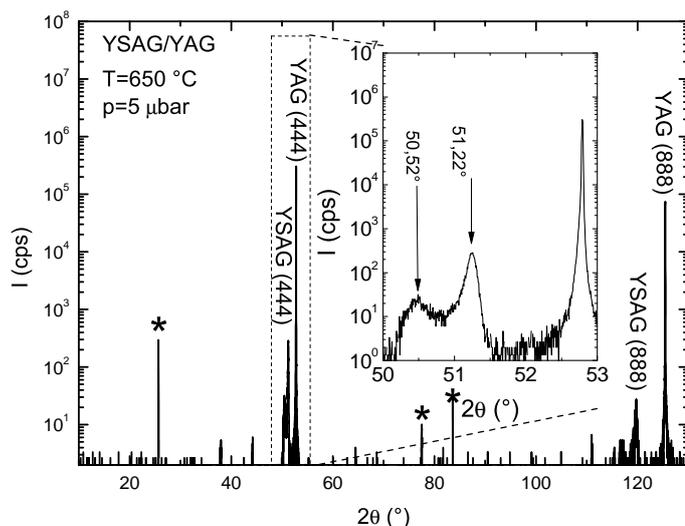


Abbildung 5.7: $2\theta - \omega$ -scan der Probe die bei $5 \mu\text{bar}$ hergestellt wurde (Druckserie 2). Im Inset ist der Bereich um die (444)-Reflexe gezeigt, dabei sind zwei verschiedene YSAG-Phasen zu erkennen, bei $50,52^\circ$ und bei $51,22^\circ$. Die anderen Reflexe, die mit einem Stern (*) gekennzeichnet sind, können dem nicht phasenreinem Substrat zugeordnet werden.

liegen auch im Bereich um 0,5 %. Bei der Probe, die bei einem Druck von $p=5 \mu\text{bar}$ gewachsen ist, ist eine zweite Phase neben dem YSAG zu erkennen. Abbildung 5.7 zeigt den Scan dieser Probe, im Inset ist vergrößert der Bereich um den (444)-Reflex gezeigt. Die zwei Phasen treten bei $2\theta=50,52^\circ$ und $51,22^\circ$ auf. Das Auftreten von zwei Phasen lässt den Schluss zu, dass der Druck zu niedrig ist. Des weiteren enthält der Scan Fremdrefflexe, die mit einem Stern (*) gekennzeichnet sind, diese können dem nicht phasenreinem Substrat zugeordnet werden.

Für die Bewertung der kristallinen Qualität der Filme werden Rockingkurven um den YSAG (444) Reflex gemessen. Eine Zusammenfassung der Ergebnisse der Druckserie 1 ist in Tabelle 5.5 und der Druckserie 2 in Tabelle 5.6 gegeben. Bei der ersten Druckserie ist der beste Wert bei einem O_2 -Druck von $25 \mu\text{bar}$ erreicht worden. Dort beträgt die FWHM der Spitze $0,027^\circ$. Bei der zweiten Druckserie liegt der beste Wert bei $0,026^\circ$, der bei $50 \mu\text{bar}$ erreicht wird. Bei $100 \mu\text{bar}$ konnte kein extra Spitze mehr aufgelöst werden.

Bei der Druckoptimierung war zum Teil der Einsatz von RHEED möglich. Bei allen hergestellten Proben sind keine Oszillationen zu erkennen, woher ein Lagen-Wachstum

Tabelle 5.5: Zusammenfassung der Rockingkurve des YSAG (444)-Reflex der Druckserie 1 die mit $T = 675\text{ }^\circ\text{C}$, $f = 2\text{ Hz}$ und $\rho = 2\text{ J/cm}^2$ hergestellt ist.

O ₂ Druck (μbar)	FWHM Untergrund ($^\circ$)	FWHM Spitze ($^\circ$)
5	0,311	0,042
25	0,532	0,027
50	0,522	0,030

Tabelle 5.6: Zusammenfassung der Rockingkurve des YSAG (444)-Reflex der Druckserie 2 die mit $T = 650\text{ }^\circ\text{C}$, $f = 10\text{ Hz}$ und $\rho = 2\text{ J/cm}^2$ hergestellt ist.

O ₂ Druck (μbar)	FWHM Untergrund ($^\circ$)	FWHM Spitze ($^\circ$)
5	-	-
25	0,499	0,029
50	0,468	0,026
100	0,21604	-

ausgeschlossen werden kann. Abbildung 5.8 enthält die Beugungsbilder nach der Abscheidung der Probe, die jeweils bei $5\text{ }\mu\text{bar}$ (a), $25\text{ }\mu\text{bar}$ (b) und $50\text{ }\mu\text{bar}$ (c) hergestellt wurden (Druckserie 2). Bei (a) ist eine deutliche Verlängerung der Reflexe zu sehen, was auf eine raue Oberfläche schließen lässt. Bei dem Bild in (b) sind zwar deutlich scharfe Reflexe zu beobachten, es treten auch vereinzelt Reflexe außerhalb des Laue-Kreises auf, was auf eine 3D-Topographie der Probe hindeutet. Bei der Probe, die bei $50\text{ }\mu\text{bar}$ (c) hergestellt wurde, sind nur Reflexe auf dem Laue-Kreis erkennbar, was auf eine 2D-Oberfläche schließen lässt.

Fasst man die Ergebnisse der Druckserie zusammen, so kann folgende Aussage getroffen werden. Zu niedrige Drücke ($< 25\text{ }\mu\text{bar}$) verursachen zwei verschiedenen Phasen. Ein zu hoher Druck ($> 50\text{ }\mu\text{bar}$) führt zu Filmen mit hoher Mosaizität. Deshalb kann das Druckfenster für das Wachstum von YSAG zwischen $25\text{ }\mu\text{bar}$ und $50\text{ }\mu\text{bar}$ angegeben werden.

Aufgrund der geringen Dichteunterschiede von YAG und YSAG, sind bei den meisten Filmen in der Röntgenreflektometrie keine Oszillationen zu beobachten und damit auch keine Dicke zu bestimmen. Lediglich bei der Probe der Druckserie 1 mit $50\text{ }\mu\text{bar}$ Hintergrunddruck können in der Reflektometrie Oszillationen beobachtet werden. Die Messkurve mit der simulierten Fit-Kurve ist in Abbildung 5.9 gezeigt. Die Simulation ergab eine Schichtdicke von $(59 \pm 1)\text{ nm}$ sowie eine rms Rauigkeit des Films von $(1,4 \pm 0,2)\text{ nm}$ und des Substrats von $(0,5 \pm 0,1)\text{ nm}$. Von diesen Werten wird davon ausgegangen, dass 42 Pulspakete á 285 Pulse eine Schichtdicke von ca. 60 nm erzeugen. Dies ergibt eine

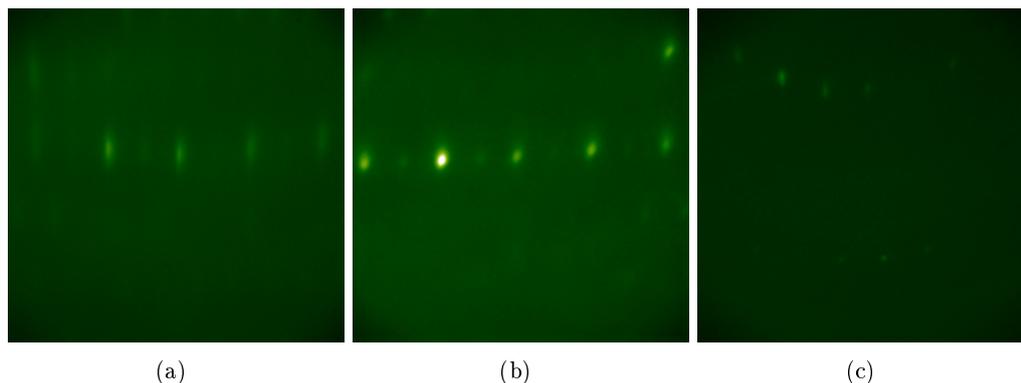


Abbildung 5.8: RHEED Aufnahmen der Probe, die bei (a) $5 \mu\text{bar}$, (b) $25 \mu\text{bar}$, und (c) $50 \mu\text{bar}$ hergestellt wurde. Bei (a) ist deutlich zu erkennen, dass die Reflexe länglich vergrößert sind, was auf eine raue Oberfläche hindeutet, (b) zeigt auch tendenziell das Bild einer 3D Oberfläche, (c) hingegen zeigt nur Reflexe des Laue-Kreis, was auf eine 2D-Oberfläche schließen lässt.

Wachstumsrate von $0,005 \text{ nm pro Puls}$.

In Hinblick auf die Prozessoptimierung des Puffers wurde festgestellt, dass in einem Temperaturbereich von $600 \text{ }^\circ\text{C}$ bis $700 \text{ }^\circ\text{C}$ Schichten von ausreichend guter Qualität hergestellt werden können. Beim Druck zeigt sich im Bereich zwischen 25 und $50 \mu\text{bar}$ ein gutes YSAG-Wachstum. Bei geringerem Druck tritt eine zweite Phase auf, bei höherem Druck nimmt die kristalline Qualität ab und die Rauigkeit stark zu. Eine hohe Wiederholrate erzeugt tendenziell Filme mit besserer kristalliner Qualität. Für die nötige Dicke des Puffers zeigt sich, dass 20 Pakete zu je 285 Pulsen ausreichen, damit der Film relaxiert. Mittels der Wachstumsrate von $0,005 \text{ nm/Puls}$ kann die kritische Schichtdicke zu 30 nm bestimmt werden. Aus Zeitgründen konnte der Einfluss der Energiedichte nicht mehr untersucht werden. Die optimalen Wachstumsparameter für die Herstellung von YSAG Filmen auf YAG Substrat sind somit: Temperatur $T = 650 \text{ }^\circ\text{C}$, Sauerstoffdruck $p = 50 \mu\text{bar}$, Wiederholrate $f = 10 \text{ Hz}$ und Energiedichte $\rho = 2 \text{ J/cm}^2$.

5.3 Charakterisierung von YIG-Dünnschichten auf YSAG-Pufferschicht

Nachdem ein Prozessfenster für die YSAG-Pufferschicht gefunden wurde, sollen im Anschluss YIG-Dünnschichten auf YSAG-Pufferschichten abgeschieden werden und die strukturellen und magnetischen Eigenschaften untersucht werden. Es werden die gleichen Pro-

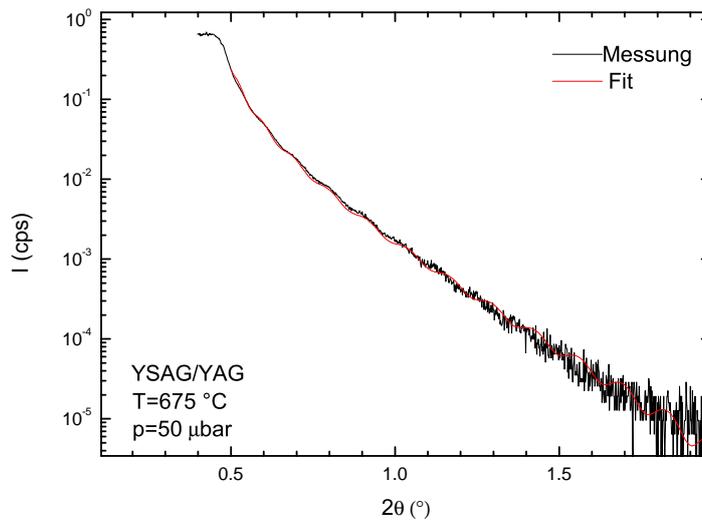


Abbildung 5.9: Reflektometrie der YSAG-Probe der Druckserie 1 bei $50\mu\text{bar}$ Sauerstoffdruck mit simulierter Fitkurve. Der Fit ergibt eine YSAG-Filmstärke von 59 nm.

zessparameter für die YIG Abscheidung verwendet, die für die Herstellung von YIG-Dünnschichten auf YAG Substrat verwendet wurden (siehe Kapitel 4.2): Substrattemperatur 500 °C Sauerstoffdruck von $25\mu\text{bar}$, Laserwiederholrate 10 Hz und Energiedichte am Target $2,0\text{ J/cm}^2$.

5.3.1 Strukturelle Eigenschaften

Mithilfe der Röntgenreflektometrie wird die Schichtdicke der YIG/YSAG/YAG-Probe bestimmt. Abbildung 5.10 zeigt die Messergebnisse mit Fitkurve. Anhand des Fits kann die Schichtdicke des YIG-Dünnschichtes zu $(63,9 \pm 0,5)\text{ nm}$ und die YIG-Filmrauigkeit zu $(1,5 \pm 0,2)\text{ nm}$ bestimmt werden. Mittels Wachstumsrate von $0,005\text{ nm/Puls}$ (siehe Kapitel 5.2.3.) kann eine Dicke der YSAG Schicht von 30 nm bestimmt werden. Die Rauigkeit der YSAG-Schicht ist $(1,7 \pm 0,2)\text{ nm}$.

Um die kristallinen Eigenschaften der gewachsenen YIG/YSAG/YAG-Filme zu untersuchen, werden $2\theta - \omega$ -scans durchgeführt. Das Ergebnis eines $2\theta - \omega$ -scans ist in Abbildung 5.11 gezeigt. Zu erkennen sind die YAG (444)- und (888)-Reflexe des Substrates, die YSAG (444)- und (888)-Reflexe der Zwischenschicht und die YIG (444)- und YIG

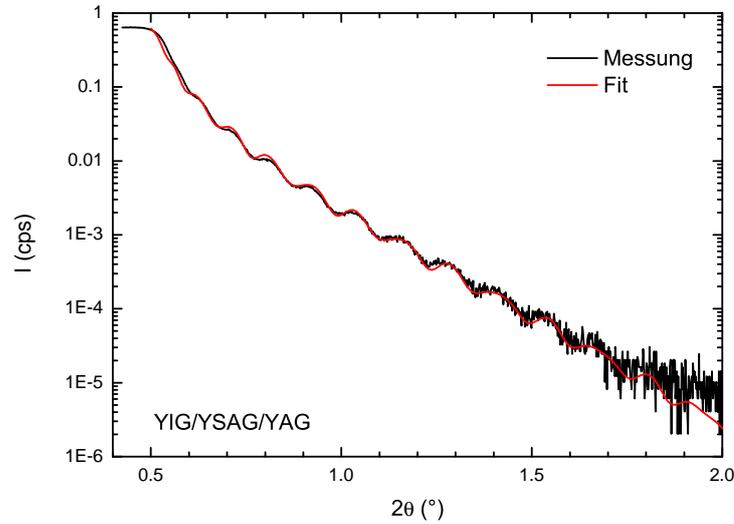


Abbildung 5.10: Reflektometrie-Messung einer YIG/YSAG/YAG-Probe mit Fit-Kurve

(888)-Reflexe der YIG-Schicht. YIG wächst somit mit den vorgegebenen Parametern einkristallin auf YSAG auf. Im Inset ist vergrößert der Bereich von $2\theta = 50^\circ$ bis 54° gezeigt. Der YSAG (444)-Reflex liegt bei $2\theta = (50,88 \pm 0,01)^\circ$ und der YIG (444)-Reflex bei $2\theta = (51,14 \pm 0,01)^\circ$. Dass der YSAG Reflex bei einem kleineren Winkel als der YIG-Reflex ist, liegt wie im Kapitel 5.2 schon erwähnt daran, dass das hier abgeschiedenen YSAG eine größere Gitterkonstante hat als der Literaturwert von [52]. Anhand des 2θ -Winkels der Reflexe wird der Netzebenenabstand von YSAG zu $d_{444} = (0,1793 \pm 4 \cdot 10^{-4})$ nm bestimmt. Verglichen mit dem reinen YSAG-Filmen zeigt sich eine gute übereinstimmt. Der Netzebenenabstand des YIG-Film beträgt $d_{444} = (0,1785 \pm 2 \cdot 10^{-4})$ nm. Dies ist 0,09 % weniger ist als bei YIG-Volumenkristallen. Es fallen zwei Fremdrefflexe auf, die mit einem Stern (*) gekennzeichnet sind, diese tratten jedoch beim Scan des YAG-Substates auch schon auf und stammen vermutlich von Fremdphasen im Substrat. Darüber hinaus sind keine weiteren Reflexe erkennbar, die auf Fremdphasen hindeuten würden, sodass von einem phasenreinen Film ausgegangen werden kann.

Anhand von RSMs der (246)-Reflexe soll das in-plane-Wachstum untersucht werden. Abbildung 5.12 zeigt ein entsprechendes RSM. Schwarz markiert ist der YAG (246)-Reflex des Substrates. Jeweils mit einem roten Kreuz sind der YSAG (246)- und YIG (246)-Reflex markiert. Grün eingetragen sind zusätzlich die Position der erwarteten YIG-

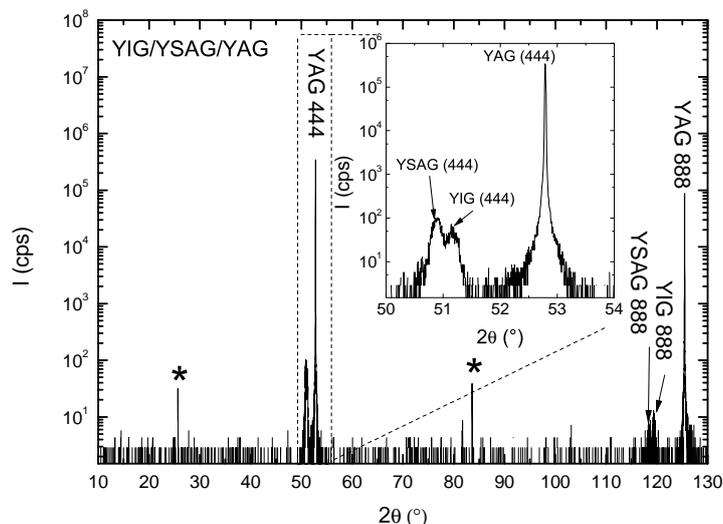


Abbildung 5.11: $2\theta - \omega$ -scan eines 63,9 nm dicken YIG-Films hergestellt auf YAG-Substrat mit YSAG-Pufferschicht, zu erkennen sind sowohl YAG-Substratreflexe, wie auch YSAG und YIG-Filmreflexe. Das Inset zeigt vergrößert den Bereich um die (444)-Reflexe. Die zwei Reflexe, die mit einem Stern (*) gekennzeichnet sind, können durch Verunreinigungen im Substrat erklärt werden.

Reflexe bei vollständig verspannten bzw. relaxiertem Wachstum, verbunden mit einer Geraden. Betrachtet man die Position des gemessenen YIG-Reflex, so sieht man, dass dieser auf der Geraden liegt. Dies bedeutet, dass schon eine Relaxation stattgefunden hat, der Film jedoch noch nicht vollständig relaxiert ist. Für YIG erhält man Netzebenenabstände von $d_{202} = (0,4390 \pm 2 \cdot 10^{-4})$ nm und $d_{111} = (0,1785 \pm 2 \cdot 10^{-4})$ nm, das entspricht einer epitaktischen Verspannung von 0,32 % in der Filmebene und von -0,09 % senkrecht zum Film. Hieraus ergibt sich eine Poissonzahl von $\nu = -\epsilon_{oop}/\epsilon_{ip} = -0,281$. Diese ist nahezu identisch dem Literaturwert von $\nu = 0,29$ [54]. Während YSAG relaxiert aufwächst, ist bei YIG die kritische Schichtdicke für eine vollständige Relaxation noch nicht erreicht.

Um ein verkipptes Aufwachsen zu untersuchen wird ein RSM um den symmetrischen (444)-Reflex gemacht (siehe Abbildung 5.13). Substrat-, Pufferschicht- und YIG-Reflex liegen alle drei bei der selben q_{101} -Position. Dies bedeutet also, dass sowohl Pufferschicht wie auch der YIG-Dünnsfilm nicht verkippt aufgewachsen sind.

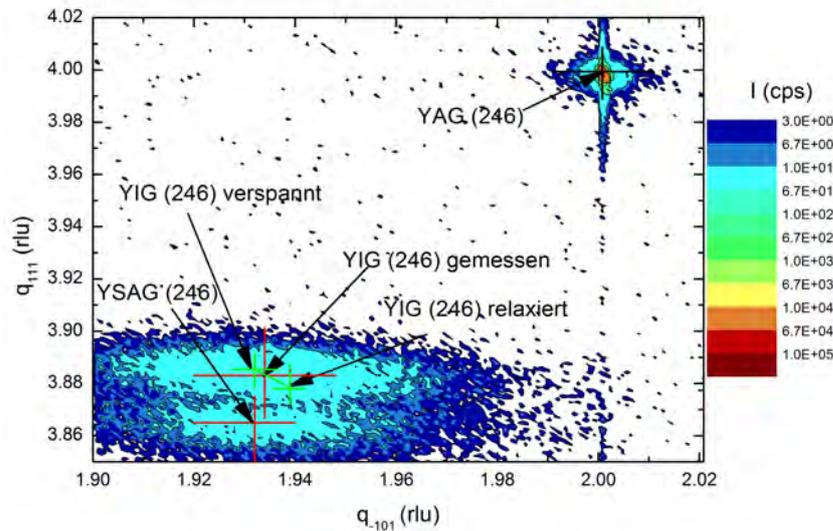


Abbildung 5.12: RSM um den (246)-Reflex einer YIG/YSAG/YAG-Probe. Mit einem schwarzen Kreuz ist der YAG-Substratreflex markiert und mit roten Kreuzen die YSAG und YIG Reflexe. Grün sind die erwarteten YIG-Reflexe bei vollständig verspanntem bzw. relaxiertem Wachstum. Der YSAG Reflex liegt auf der vollständig relaxierten Position. Der gemessene YIG Reflex liegt auf der Regressionsgerade, d. h. es hat bereits eine Relaxation begonnen, der Film ist jedoch noch nicht vollständig relaxiert.

Die Qualität der YIG-Dünnfilme wird anhand von Rockingkurven um den YIG (444)-Reflex untersucht. Die Rockingkurve einer YIG/YSAG/YAG-Probe ist in Abbildung 5.14 gezeigt. Da die Form an eine doppelte Gaußfunktion erinnert, wird die Messkurve mit zwei Gaußfunktionen gefittet. Die Halbwertsbreite des Untergrund beträgt $0,493^\circ$, die Spitze ist jedoch nur $0,030^\circ$ breit. Die Flächenanteil der Spitze beträgt 24,76 %. Im Vergleich zu YIG-Dünnfilmen auf YAG-Substrat, ist ein geringerer Anteil des breiten Untergrunds zu erkennen.

Die strukturelle Untersuchungen der YIG/YSAG/YAG-Trilayers zeigt, dass phasenreine, einkristalline YIG-Dünnfilme auf YSAG-Puffer aufwachsen. Die Kristallinität ist besser als bei YIG-Dünnfilmen auf YAG-Substrat. Jedoch wachsen die YIG-Filme noch nicht vollständig relaxiert auf der Zwischenschicht auf. Besonders die hohe Oberflächenrauigkeit der Pufferschicht ist kritisch zu beurteilen.

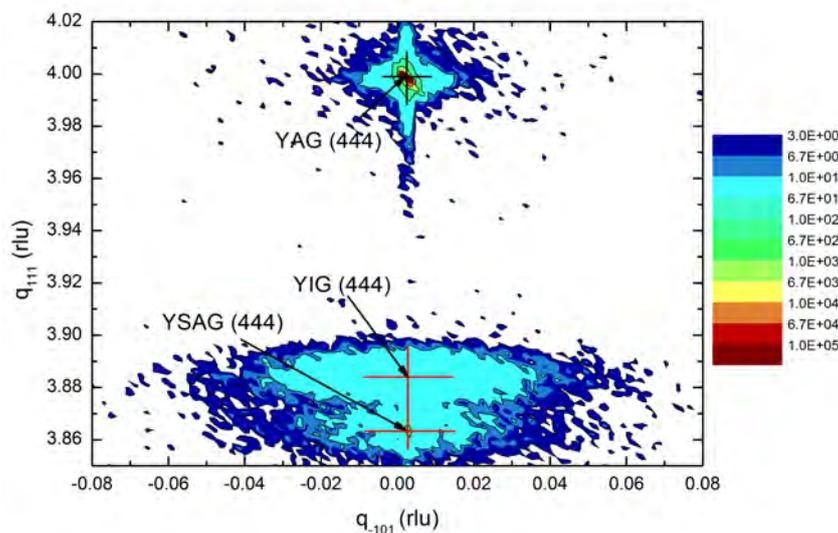


Abbildung 5.13: RSM vom (444)-Reflex eines 63,9 nm dicken YIG-Films auf YAG-Substrat mit YSAG-Pufferschicht. Da alle drei Reflexe bei der selben q_{101} Positionen liegen, sind die Filme nicht verkippt aufgewachsen.

5.3.2 Magnetische Eigenschaften

Die magnetische Charakterisierung erfolgt mit SQUID-Magnetometrie. Als erstes diskutieren wir die $M(H)$ -Messkurven bei einer ip-Anordnung ($\mathbf{H} \parallel [\bar{1}01]$). Abbildung 5.15 zeigt die Hysteresekurven bei Temperaturen von $T = 300$ K und $T = 5$ K. Bei 300 K beträgt die Sättigungsmagnetisierung $M_S = (108 \pm 20)$ kA/m. Das Koerzitivfeld liegt bei $(3 \pm 0,5)$ mT. Sowohl Sättigungsmagnetisierung als auch Koerzitivfeld liegen im selben Bereich wie bei der Probe ohne Pufferschicht (siehe Kapitel 4.3.2).

Bei der 5 K Hysterese beträgt die Sättigungsmagnetisierung $M_S = (168 \pm 20)$ kA/m und ist damit wieder vergleichbar mit der Probe ohne Zwischenschicht. Das Koerzitivfeld liegt bei $\mu_0 H_{C+} = (26,3 \pm 0,5)$ mT und $\mu_0 H_{C-} = -(22,3 \pm 0,5)$ mT, weist also eine Verschiebung von $\mu_0 H_{ex} = (2 \pm 1)$ mT in Richtung zu negativem Feld auf. Dies deutet auf einen „exchange bias“ hin (siehe Kapitel 4.3.2). Dies ist einleuchtend, da der YSAG-Puffer auch Aluminium enthält, was ins YIG hinein diffundieren kann und somit wieder eine antiferromagnetische $Y_3Fe_{5-x}Al_xO_{12}$ Phase erzeugt, die für den „exchange bias“ verantwortlich ist. Das Sättigungsfeld der Hysterese gemessen bei 5 K ist ebenfalls erhöht. Dies deutet auf eine zweite magnetisch harte Phase hin.

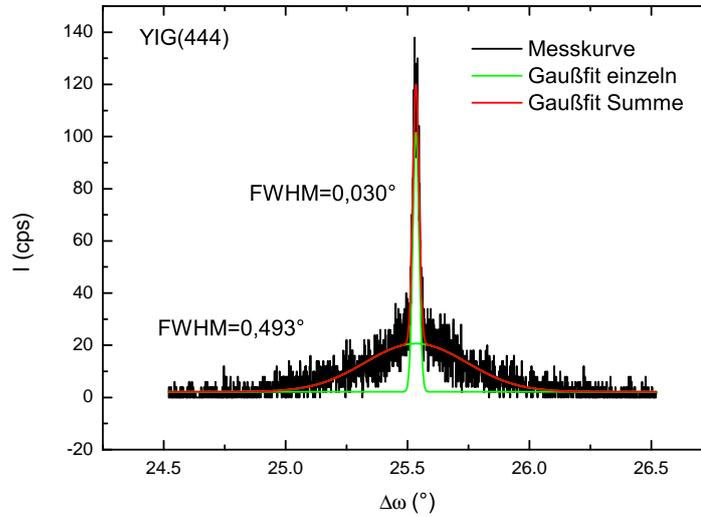


Abbildung 5.14: Rockingkrurve des YIG (444)-Reflexes mit doppeltem Gaußfit. FWHM des Untergrunds 0,493°; FWHM der Spitze 0,030°.

Ebenfalls mit SQUID-Messungen soll eine Formanisotropie im dünnen YIG-Film überprüft werden. Dazu wird die Probe oop eingebaut, so dass das Magnetfeld senkrecht zur Filmebene steht ($\mathbf{H} \parallel [111]$). Ein Vergleich der Messergebnisse von ip und oop Messung ist in Abbildung 5.17 dargestellt, dabei ist die schwarze Kurve die ip-Messung und die rote Kurve die oop-Messung. Wie schon bei der Probe ohne Zwischenschicht (siehe Kapitel 4.3.2) ist eine weiche magnetische Ebene in der ip-Messung und eine harte Achse in der oop-Messung zu erkennen. Der Grund dafür ist die Formanisotropie in dem dünnen Film. Diese Formanisotropie wird später mittels FMR näher untersucht.

Die $M(T)$ -Messung ist in Abbildung 5.18 gezeigt. Dabei wird die Probe in ip-Anordnung bei +7 T auf 2 K abgekühlt und anschließend bei 0 T auf 300 K erwärmt. Es wird also die Temperaturabhängigkeit der Remanenz gemessen. Es ist ein starker Anstieg der Magnetisierung bei tiefen Temperaturen ($T < 20$ K) zu beobachten. Dieser Anstieg lässt sich durch paramagnetische Verunreinigungen im YAG-Substrat und auch in der YSAG-Pufferschicht erklären. Ansonsten sind keine weiteren Besonderheiten, wie beispielsweise unerwartete Phasenübergänge zu erkennen, was für die Qualität der Filme spricht.

Zusammengefasst haben sich die magnetischen Eigenschaften der YIG-Dünnschichten auf YSAG zu denen auf YAG nicht verschlechtert, jedoch zeigten sie auch keine eindeutige Verbesserung. Da der YSAG-Puffer Aluminium enthält, könnte weiterhin eine Al ins YIG

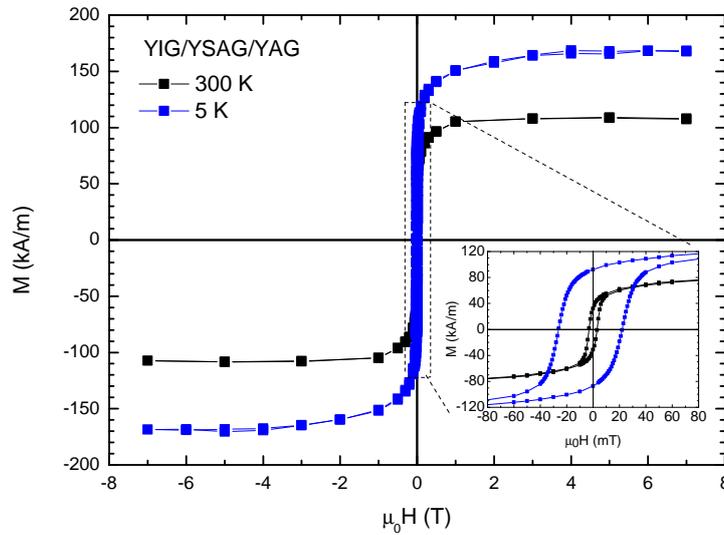


Abbildung 5.15: Hystereseurve eines 63,9 nm dicken YIG-Films hergestellt auf YAG-Substrat mit YSAG-Pufferschicht bei 300 K (schwarz) und 5 K (blau). Im Inset ist der Bereich von -80 mT bis 80 mT vergrößert dargestellt.

diffundieren was den „exchange bias“ erklären kann.

5.3.3 Ferromagnetische Resonanz

Die dynamischen magnetischen Eigenschaften, sowie die magnetische Anisotropie der YIG/YSAG/YAG Probe werden mittels FMR untersucht. Dabei wird die Probe so eingebaut, dass das statische Magnetfeld zuerst ip orientiert ist ($\mathbf{H}||[\bar{1}01]$) und dann gedreht, bis das Magnetfeld senkrecht zur Filmebene orientiert ist ($\mathbf{H}||[111]$). Anschließend wird wieder weiter gedreht bis das Magnetfeld wieder ip orientiert ist. Bei dieser ip nach oop nach ip Drehung wird alle 10° eine FMR Messung durchgeführt. Die Messkurven werden mit einer Lorentzfunktion gefittet. Aus den Werten des Fits wird das Resonanzfeld $\mu_0 H_{res}$ zu 291 mT für ip und 442 mT für oop bestimmt. In Abbildung 5.3.3 ist die Resonanzposition in Abhängigkeit des Drehwinkels α aufgetragen. Daraus lässt sich mithilfe der Gleichungen (3.38) und (3.39) die effektive uniaxiale Anisotropie zu $|B_u^*| = 113,6$ mT bestimmen. Dies ist geringer als der Wert bei der Probe ohne Zwischenschicht (siehe Kapitel 4.3.4) bei dem ein Wert von 176,2 mT festgestellt wurde (siehe Kapitel 4.3.3).

Ebenfalls aus den Fitdaten wird die Linienbreite bestimmt. Diese beträgt bei allen Win-

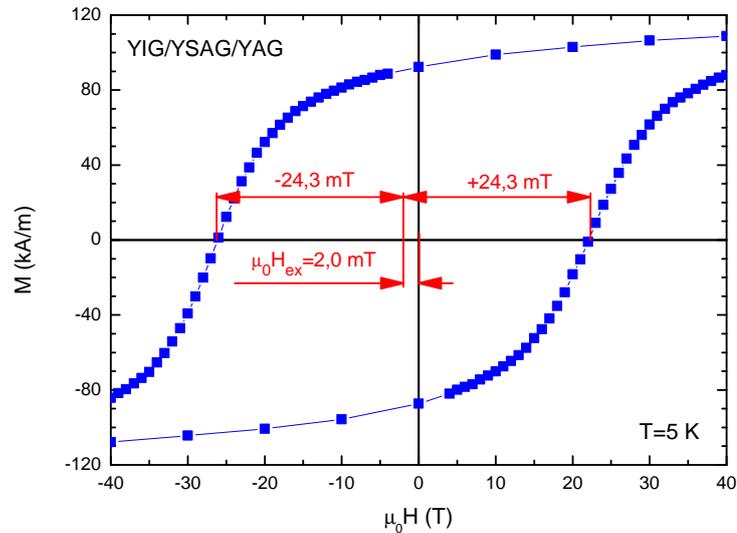


Abbildung 5.16: Hysteresekurve eines 63,9 nm dicken YIG-Films hergestellt auf YAG-Substrat mit YSAG-Pufferschicht bei 5 K. Es kann ein „exchange bias“ beobachtet werden.

keln 22 mT. Diese ist im Vergleich zu der Probe ohne Pufferschicht schlechter, dort wurde die Linienbreite zu 12 mT bestimmt. Die Linienbreite ist auch größer als der Literaturwert für YIG-Volumenkristalle von 0,02 mT [3]. Es scheint also, dass hier die Pufferschicht eine Verschlechterung der Qualität verursacht hat. Grund für die schlechteren Ergebnisse kann das verspannte Wachstum des YIG-Dünnsfilms auf der Pufferschicht sein. Auf reinen YAG-Substraten wurde ein vollständig relaxiertes Wachstum beobachtet. Auch die starke Rauigkeit der YSAG-Pufferschicht könnte die Ursache für die Verschlechterung sein.

5.4 Zusammenfassung YIG-Dünnsfilme auf YSAG-Pufferschicht

Es konnte erfolgreich ein Prozessfenster für die Abscheidung von YSAG auf YAG gefunden werden. Die abgeschiedenen YSAG Filme zeigen eine vergrößerte Gitterkonstante als YSAG-Volumenmaterial. Dies lässt auf eine falsche Besetzung der Tetraeder- und Oktaeder-Plätze durch Scandium- und Aluminiumionen schließen und/oder eine falsche stöchiometrische Zusammensetzung der Schicht. Die YSAG-Filme in dieser Arbeit haben

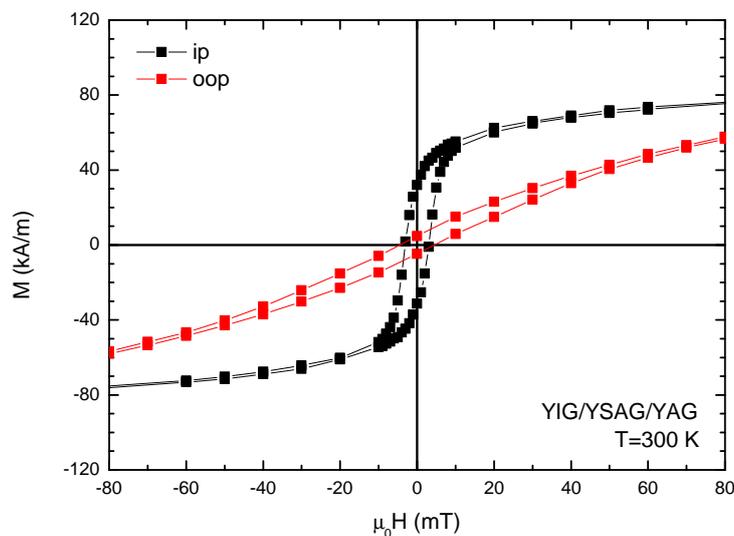


Abbildung 5.17: Hysteresekurven eines 63,9 nm dicken YIG-Films auf YAG-Substrat mit YSAG-Pufferschicht bei 300 K. Die schwarze Kurve zeigt eine Messung mit $\mathbf{H} \parallel [\bar{1}01]$ (ip), die rote Kurve zeigt eine Messung bei $\mathbf{H} \parallel [111]$ (oop).

näherungsweise eine Gitterkonstante von ca. 1,242 nm, welche größer als die von YIG mit 1,2376 nm ist. Die Gitterfehlانpassung von YIG zu diesen YSAG-Filmen ist mit 0,2 % aber auch sehr gering.

YIG könnte auf YSAG einkristallin aufgewachsen werden. Es zeigte sich ein nicht vollständig relaxiertes Wachstum. Die kristalline Qualität ist jedoch im Vergleich zu YIG/YAG-Filmen besser. Aber besonders die hohe Oberflächenrauigkeit der YSAG-Zwischenschicht wirkt sich schlecht auf die YIG-Dünnschichten aus.

Die SQUID-Messungen zeigten, dass die magnetischen Eigenschaften der hergestellten YIG-Schicht auf Pufferschicht vergleichbar mit denen der YIG-Dünnschichten auf YAG-Substrat ist. Es zeigt sich kaum eine Veränderung. Es ist weiterhin ein „exchange bias“ zu beobachten, was vermutlich an dem Aluminium im YSAG liegt.

Die Linienbreite der FMR-Messungen sind größer als bei Proben ohne Pufferschicht. Die FMR-Resultate können zum einen durch das verspannte Aufwachsen des YIG-Dünnschichten auf der YSAG-Pufferschicht erklärt werden oder durch die hohe Oberflächenrauigkeit der YSAG-Pufferschicht.

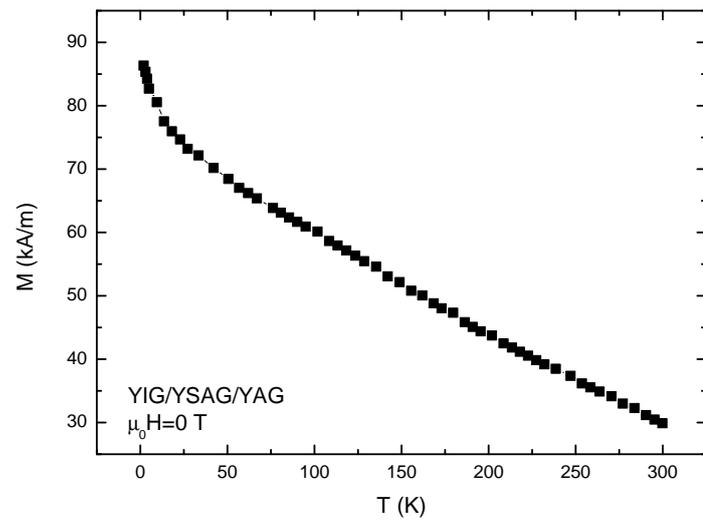


Abbildung 5.18: Temperaturabhängigkeit der Remanenz eines 63,9 nm dicken YIG-Films hergestellt auf YAG-Substrat mit YSAG-Pufferschicht. Es ist ein Anstieg der Magnetisierung bei tiefen Temperaturen zu erkennen, der durch paramagnetischen Verunreinigungen des Substrats und der Pufferschicht erklärt werden kann.

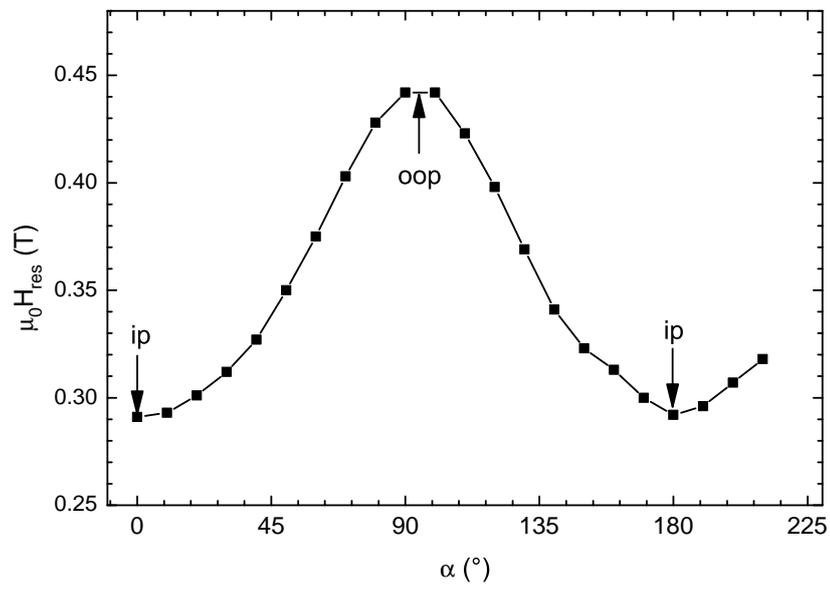


Abbildung 5.19: Ferromagnetisches Resonanzfeld in Abhängigkeit vom Winkel α bei einer Drehung von ip zu oop.

6 Zusammenfassung und Ausblick

Ziel dieser Masterarbeit war die Herstellung und Charakterisierung von dünnen Yttrium-Eisen-Granat-Schichten ($\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$). YIG ist aufgrund seiner Eigenschaften als ferromagnetischer Isolator von großem Interesse bei der aktuellen Erforschung geeigneter Materialien für die Spintronik. Besonderes Augenmerk liegt dabei auf der Untersuchung eines möglichen induzierten Magnetismus in einem normal Metall in Kontakt zu YIG, wie er in normal Metallen auf ferromagnetischen Metallen schon beobachtet wurde.

Die YIG-Dünnschichten wurden mittels PLD (PLD: engl.: Pulsed Laser Deposition) hergestellt. Die Abscheidung von normal Metallen als Zwischen- und Deckschicht für weitere Untersuchungen erfolgte mit einem Elektronenstrahlverdampfer. Die Untersuchung der strukturellen Eigenschaften der Dünnschichten erfolgte während des Wachstums *in situ* durch RHEED und anschließend durch Röntgendiffraktometrie mit einem 4-Kreis-Röntgendiffraktometer. Die Charakterisierung der magnetischen Eigenschaften erfolgte zum einen anhand von $M(H)$ und $M(T)$ -Messungen durch SQUID-Magnetometrie und durch Messungen der ferromagnetischen Resonanz (FMR). Um zu überprüfen, ob ein induzierter Magnetismus in Platin auf YIG auftritt, wurden Messungen des Röntgenzirkulardichroismus (XMCD: engl.: x-ray magnetic circular dichroism) durchgeführt.

Zuerst wurden YIG-Dünnschichten auf Yttrium-Aluminium-Granat-Substraten (YAG) abgeschieden. Die $2\theta - \omega$ -scans zeigten, dass einphasige, einkristalline YIG-Filme entstanden sind. Anhand von RSMs wurde festgestellt, dass die Filme relaxiert aufwachsen und die richtige stöchiometrische Zusammensetzung haben. Es wurde nur eine minimale Konzentration von Sauerstofffehlstellen detektiert. Die Mosaizität der Filme ist fast durchweg gut. Die Rockingkurven zeigten, dass die ersten Lagen YIG noch von geringer Kristallinität sind. Dies liegt an der Vielzahl von Defekten, die entstehen, um die große Gitterfehlpassung von 3% anzupassen. Die oberen YIG-Lagen besitzen jedoch eine hohe Kristallinität.

Die SQUID-Magnetometrie ergab, dass die Sättigungsmagnetisierung vergleichbar mit Werten von YIG-Dünnschichten anderer Arbeitsgruppen ist. Im Vergleich zum Volumenmaterial ist der Wert aber gut 30% geringer. Die Messungen bei tiefen Temperaturen

zeigten, dass ein „exchange bias“ auftritt. Diese Verschiebung der Hysteresekurve entsteht durch die Wechselwirkung der ferrimagnetischen YIG-Phase mit einer zweiten antiferromagnetischen Phase, die durch Diffusion von Aluminium aus dem YAG-Substrat in die YIG-Schicht entstehen kann.

XMCD-Messungen wurden an der Platin L_3 -Kante und an der Eisen K -Kante durchgeführt. Bei den Messungen im Platin sollte ein induzierter Magnetismus im Platin auf dem YIG überprüft werden. Im Rahmen der Auflösungsgenauigkeit konnte kein induzierter Magnetismus im Platin nachgewiesen werden. Anhand der Messungen an der Eisen K -Kante sollten die für den magnetischen Austausch verantwortlichen Fe^{3+} -Ionen in der oktaedrischen und tetraedrischen Umgebung untersucht werden. Diese Messungen zeigten, dass die Eisen-Ionen richtig mit Sauerstoff koordiniert sind, was für die Qualität der Filme spricht.

Durch die FMR-Messungen konnte eine Formanisotropie in den YIG-Dünnschichten festgestellt werden. Eine kubische Anisotropie in der Filmebene, wie sie im Volumenmaterial zu beobachten ist, konnte nicht gemessen werden. Die Linienbreite der dünnen Filme ist besser als bei anderen YIG-Dünnschichten auf YAG-Substraten, jedoch im Vergleich zu YIG-Dünnschichten auf GGG-Substraten oder YIG-Einkristallen schlechter.

Besonders die niedrige Sättigungsmagnetisierung und die große Linienbreite in der FMR kommt von der großen Gitterfehlanpassung zwischen YIG und YAG. Deshalb wurde im zweiten Teil dieser Arbeit versucht, durch das Aufwachsen einer Zwischenschicht zwischen dem YAG-Substrat und dem YIG-Dünnschicht, die Gitterfehlanpassung zu reduzieren und die Qualität der YIG-Filme zu verbessern.

Als Zwischenschicht eignet sich Yttrium-Scandium-Aluminium-Granat (YSAG), dessen Summenformel lautet $\text{Y}_3\text{Sc}_2\text{Al}_3\text{O}_{12}$. Es sollte theoretisch eine Gitterkonstante haben, die in etwa zwischen der von YAG und YIG liegt. Um ein Prozessfenster für die Abscheidung von YSAG zu finden, wurde der Einfluss der Temperatur, des Sauerstoffdruckes und der Laserwiederholrate untersucht und ein optimales Prozessfenster definiert. Es zeigte sich, dass bei einer Temperatur von $T = 650^\circ\text{C}$, einem Druck von $p = 50 \mu\text{bar}$ und einer Wiederholrate von $f = 10 \text{ Hz}$ das beste kristalline Wachstum erzielt werden kann. Darüber hinaus wurde untersucht, ab welcher Dicke die YSAG-Filme relaxieren. Dabei stellte sich heraus, dass 20 Pakete zu je 285 Pulsen ausreichen, was in etwa einer Schichtdicke von 30 nm entspricht.

Zuletzt wurden noch YIG-Dünnschichten auf YSAG-Pufferschicht gewachsen und ebenfalls mittels Röntgendiffraktometrie, SQUID-Magnetometrie und FMR charakterisiert. Bei den strukturellen Analysen zeigte sich, dass die YIG-Dünnschichten nicht relaxieren,

sondern verspannt auf der Pufferschicht aufwachsen. Die Mosaizität ist im Vergleich zu den YIG-Dünnfilmen ohne Zwischenschicht etwas besser. Die SQUID-Messungen ergaben jedoch keine Verbesserung gegenüber der Schichten ohne Pufferschicht. Da das YSAG auch Aluminium enthält, ist eine Diffusion von Al in die YIG-Schicht möglich. Die sehr große Linienbreite in der FMR zeigt, dass die YIG-Filme auf YSAG schlechtere magnetische Eigenschaften besitzen als diejenigen ohne Pufferschicht. Der Grund liegt vermutlich darin, dass die YIG-Dünnfilme auf YSAG verspannt aufwachsen, während die YIG-Dünnfilme auf YAG-Substrat relaxiert aufgewachsen sind. Auch zeigten die YSAG-Zwischenschichten eine hohe Oberflächenrauigkeit, was auch die Qualität der darauf abgeschiedenen YIG-Dünnfilme beeinflusst.

Da die XMCD-Messungen gezeigt haben, dass es keine induzierten magnetischen Momente in der Pt-Schicht auf YIG gibt, müssen alternative Erklärungen gefunden werden, weshalb eine Magnetfeldabhängigkeit des elektrischen Widerstand messbar ist. Eine mögliche Erklärung ist der sogenannte „Spin-Hall-Magnetwiderstand“, der erst kürzlich theoretisch formuliert wurde [55].

Um die Vorteile der Zwischenschicht in Zukunft ausnützen zu können, muss auch der PLD-Prozess der YIG-Abscheidung auf der YSAG-Pufferschicht in Hinblick auf Temperatur und Druck noch optimiert werden. Des weiteren legt der in dieser Arbeit beobachtete „exchange bias“ nahe, dass in den YIG-Filmen durch Diffusion von Aluminium aus dem YAG Substrat bzw. der YSAG Pufferschicht eine $Y_3Fe_{5-x}Al_xO_{12}$ -Phase entsteht, die die Eigenschaften der YIG-Dünnfilme beeinflusst. Durch die Abscheidung einer TiN-Diffusionsbarriere konnte die Diffusion gestoppt werden. Jedoch ist TiN nicht sehr gut geeignet, da es eine große Gitterfehlpassung zu YIG besitzt und daher YIG-Dünnfilme hergestellt auf TiN eine große Mosaizität aufweisen. Eine Alternative wäre eine Aluminium-freie Pufferschicht wie etwa Ytterbium-Scandium-Gallium-Granat ($Yb_3Sc_2Ga_3O_{12}$). Mit einer Gitterkonstante von $a = 1,23746$ nm [56] hätte es eine Gitterfehlpassung zum YIG von nur 0,01 % und wäre eine sehr gute Alternative zu YSAG als Zwischenschicht.

Literaturverzeichnis

- [1] COEY, J. M. D.: *Magnetism and Magnetic Materials*. Cambridge University Press, Cambridge, (2010).
- [2] GOMI, M., K. SATOH und M. ABE: *Giant Faraday Rotation of Ce-Substituted YIG-Films Epitaxially Grown by RF-Sputtering*. Jpn. J. Appl. Phys., **27**(8):1536–1538, (1997).
- [3] KITTEL, C.: *Einführung in die Festkörperphysik*. Oldenbourg Wissenschaftsverlag, München, 14 Auflage, (2006).
- [4] MEINKE, H. H. und F. W. GUNDLACHL: *Taschenbuch der Hochfrequenztechnik Band 2: Komponenten*. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 5 Auflage, (1992).
- [5] MANUILOV, S. A., R. FÖRS, S. I. KHARTSEV und A. M. GRISHIN: *Submicron $Y_3Fe_5O_{12}$ Film Magnetostatic Wave Band Pass Filters*. J. Appl. Phys., **105**:033917, (2009).
- [6] KANG, Y. M., A. N. ULYANOV und S. I. YOO: *FMR linewidths of YIG films fabricated by ex situ post-annealing of amorphous films deposited by rf magnetron sputtering*. Phys. stat. sol., **204**(3):763–767, (2007).
- [7] YAMAMOTO, S., H. KUNIKI, H. KURISU, M. MATSUURA und P. JANG: *Post-annealing effect of YIG ferrite thin-films epitaxially grown by reactive sputtering*. Phys. stat. sol., **201**(8):1810–1814, (2004).
- [8] Q.-H. YANG, H.-W. ZHANG, Q.-Y. WEN Y.-L. LIU und J. Q. XIAO: *Tuning magnetic properties of yttrium iron garnet film with pressure in sputtering and annealing process*. J. Appl. Phys., **105**:07A501, (2009).
- [9] KROCKENBERGER, Y., H. MATSUI, T. HASEGAWA, M. KAWASAKI und Y. TOKURA: *Solid phase epitaxy of ferrimagnetic $Y_3Fe_5O_{12}$ garnet thin films*. Appl. Phys. Lett., **93**:092505, (2008).

- [10] KAHL, S. und A. M. GRISHIN: *Pulsed laser deposition of $Y_3Fe_5O_{12}$ and $Bi_3Fe_5O_{12}$ films on garnet substrates*. J. Appl. Phys., **93**(10):6945–6947, (2003).
- [11] IBRAHIM, N. B., C. EDWARDS und S. B. PALMER: *Pulsed laser ablation deposition of yttrium iron garnet and cerium-substituted YIG films*. J. Magn. Magn. Mater., **220**:183–194, (2000).
- [12] WAGNER, M. S.: *Epitaktisches Wachstum dünner, ferromagnetischer Schichten aus $Y_3Fe_5O_{12}$ mittels gepulster Laserdeposition*, Bachelorarbeit, TU München, (2011).
- [13] ALTHAMMER, M.: *Spin Transport Phenomena in Metals, Semiconductors, and Insulators*. Doktorarbeit, TU München, unveröffentlicht, (2012).
- [14] WILHELM, F., P. POULOPOULOS, G. CEBALLOS, H. WENDE, K. BABERSCHKE, P. SRIVASTAVA, D. BENEÀ, H. EBERT, M. ANGELAKERIS, N. K. FLEVARIS, D. NIARCHOS, A. ROGALEV und N. B. BROOKES: *Layer-Resolved Magnetic Moments in Ni/Pt Multilayers*. Phys. Rev. Lett., **85**(2):413–416, (2000).
- [15] WILHELM, F., M. ANGELAKERIS, N. JAOUEN, P. POULOPOULOS, E. PAPAIOANNOU, CH. MUELLER, P. FUMAGALLI, A. ROGALEV und N. K. FLEVARIS: *Magnetic moment of Au at Au/Co interfaces: A direct experimental determination*. Phys. Rev. B, **69**(22):220404, (2004).
- [16] WILHELM, F., P. POULOPOULOS, H. WENDE, A. SCHERZ, K. BABERSCHKE, M. ANGELAKERIS, N. K. FLEVARIS und A. ROGALEV: *Systematics of the Induced Magnetic Moments in 5d Layers and the Violation of the Third Hund's Rule*. Phys. Rev. Lett., **87**(20):207202, (2001).
- [17] KLEBER, W., H.-J. BAUTSCH, J. BOHM und D. KLIMM (Herausgeber): *Einführung in die Kristallographie*. Oldenbourg Wissenschaftsverlag, München, 19. Auflage, (2010).
- [18] PAOLETTI, A.: *Physics of magnetic garnets*. North-Holland Pub. Co., Amsterdam, New York, Oxford, (1978).
- [19] SUCHOMSKI, C.: *Strukturelle, optische und magnetische Eigenschaften von Nanokristallinen Metalloxid-Dünnschichten mit Mesoporöser Morphologie*. Doktorarbeit, Justus Liebig Universität Gießen, (2012).
- [20] GELLER, S. und M. A. GILLES: *The crystal structure and ferrimagnetism of Yttrium-Iron-Granat $Y_3Fe_2(FeO_4)_3$* . J. Phys. Chem. Solids, **3**:30–36, (1957).

- [21] GILLES, M. A. und S. GELLER: *Magnetic and Crystallographic Properties of Substituted Yttrium-Iron Garnet*, $3\text{Y}_2\text{O}_3 \cdot x\text{M}_2\text{O}_3 \cdot (5-x)\text{Fe}_2\text{O}_3$. Phys. Rev., **110**(1):73–78, (1958).
- [22] HEINRICH, A.: *Magnetooptische Materialien und magnetooptische Untersuchungen an Supraleitern*, Habilitationsschrift, Augsburg, (2012).
- [23] OPEL, M.: *Magnetismus*. Vorlesungsskript TU München, (2005).
- [24] EASON, R. (Herausgeber): *Pulsed Laser Deposition of Thin Film*. Wiley-Interscience, Hoboken, (2007).
- [25] NIELSEN, K.-W.: *Ursache der magnetischen Kopplung in Kobalt-dotiertem ZnO*. Doktorarbeit, TU München, (2008).
- [26] NIELSEN, A.: *Magnetit - ein Material für die Spinelektronik*. Doktorarbeit, TU München, (2009).
- [27] MAJEWISKI, P.: *Magnetischer Austauschmechanismus und Magnetotransport in ferromagnetischen Doppelperowskiten $A_2\text{BB}'\text{O}_6$* . Doktorarbeit, TU München, (2006).
- [28] REISINGER, D.: *Magnetit in ultradünnen, epitaktischen Schichtsystemen für die Spinelektronik*. Doktorarbeit, TU München, (2004).
- [29] HENZLER, M. und W. GÖPEL (Herausgeber): *Oberflächenphysik der Festkörper*. Teubner-Verlag, Stuttgart, (1994).
- [30] CULLITY, B.D.: *Elements of X-RAY Diffraction*. BiblioBazaar, Philippines, (1978).
- [31] BRANDLMAIER, A.: *Magnetische Anisotropie in dünnen Schichten aus Magnetit*, Diplomarbeit, TU München, (2006).
- [32] KÖRNER, T.: *Integration magnetooptisch aktiver Granate auf Nicht-Granat-Substraten*. Doktorarbeit, Universität Augsburg, (2004).
- [33] FERNANDO, GAYANATH W.: *Chapter 3: Thin Epitaxial Films: Insights from Theory and Experiment*. In: FERNANDO, G. W. (Herausgeber): *Metallic Multilayers and their Applications Theory, Experiments, and Applications related to Thin Metallic Multilayers*, Band 4 der Reihe *Handbook of Metal Physics*. Elsevier, (2008).
- [34] KLEIN, J.: *Epitaktische Heterostrukturen aus dotierten Manganaten*. Doktorarbeit, Universität Köln, (2001).

- [35] BUCKEL, W. und R. KLEINER (Herausgeber): *Supraleitung*. VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim, 6 Auflage, (1994).
- [36] MCELFRISH, M.: *Fundamentals of Magnetism and Magnetic Measurements Featuring Quantum Design's Magnetic Property Measurement System*. Purdue University, (1994).
- [37] THOLE, B. T., P. CARRA und F. SETTE und G. VAN DER LAAN: *X-Ray Circular Dichroism as a Probe of Orbital Magnetization*. Phys. Rev. Lett., **68**(12):1943–1946, (1992).
- [38] CARRA, P., B. T. THOLE, M. ALTARELLI und X. WANG: *X-Ray Circular Dichroism and Local Magnetic Fields*. Phys. Rev. Lett., **70**(5):694–697, (1993).
- [39] LINDNER, J.: *Ferromagnetische Resonanz an ultradünnen magnetischen Einfach- und Mehrfachlagen der 3d-Übergangsmetalle - Statik und Dynamik*. Doktorarbeit, Freie Universität Berlin, (2002).
- [40] MANUILOV, S. A., S. I. KHARTSEV und A. M. GRISHIN: *Pulsed laser deposited $Y_3Fe_5O_{12}$ films: Nature of magnetic anisotropy I*. J. Appl. Phys., **106**:123917, (2009).
- [41] KROCKENBERGER, Y., J. J. LEE, D. OKUYAMA, H. NAKAO, Y. MURAKAMI, M. KAWASAKI und Y. TOKURA: *Granet superlattice as a transparent above-room-temperature polar magnet*. Phys. Rev. B, **83**:214414, (2011).
- [42] KROCKENBERGER, Y., K.-S. YUN, T. HATANO, S. ARISAWA, M. KAWASAKI und Y. TOKURA: *Layer-by-layer growth and magnetic properties of $Y_3Fe_5O_{12}$ thin films on $Gd_3Ga_5O_{12}$* . J. Appl. Phys., **106**:123811, (2009).
- [43] POPOVA, E., N. KELLER, F. JOMARD, L. THOMAS, M.-C. BRIANSO, F. GENDRON, M. GUYOT und M. TESSIER: *Exchange coupling in ultrathin epitaxial yttrium iron garnet films*. Eur. Phys. J. B, **31**:69–74, (2003).
- [44] THONGMEE, S., P. WINOTAI und I. M. TANG: *Local field fluctuations in the substituted aluminium iron garnets $Y_3Fe_{5-x}Al_xO_{12}$* . Solid State Commun., **109**:471–476, (1999).
- [45] KIM, C. S., B. K. MIN, S. J. KIM und S. R. YOON: *Crysallographic and magnetic properties of $Y_3Fe_{5-x}Al_xO_{12}$* . J. Magn. Magn. Mater., **254**:553–555, (2003).

- [46] NOGUES, J. und I. K. SCHULLER: *Exchange bias*. J. Magn. Magn. Mater., **192**:203–232, (1999).
- [47] HANSEN, P., P. RÖSCHMANN und W. TOLKSDORF: *Saturation magnetization of galliumsubstituted yttrium iron garnet*. J. Appl. Phys., **45**(6):2728–2732, (1974).
- [48] ANTONIAK, C., J. LINDNER, N. SPASOVA, D. SUDFELD, M. ACET, M. FARLE, K. FAUTH, U. WIEDWALD, H.-G. BOYEN, P. ZIEMANN, F. WILHELM, A. ROGALEV und S. SUN: *Enhanced Orbital Magnetism in Fe₅₀Pt₅₀ Nanoparticles*. Phys. Rev. Lett., **97**(11):117201, (2006).
- [49] GEPRÄGS, S., S. MEYER, S. ALTMANNSHOFER, M. OPEL, F. WILHELM, A. ROGALEV, R. GROSS und S. T. B. GOENNENWEIN: *Investigation of induced Pt magnetic polarization in Pt/Y₃Fe₅O₁₂ bilayers*. eingereicht bei Applied Physics Letters, (2012).
- [50] ROGALEV, A., J. GOULON, F. WILHELM, CH. BROUDER, A. YARESKO und J. BEN YOUSSEFAND M.V. INDENBOM: *Element selective X-ray magnetic circular and linear dichroisms in ferrimagnetic yttrium iron garnet films*. J. Magn. Magn. Mater., **321**(23):3945–3962, (2009).
- [51] SCHWARZ, M. J.: *Aufbau und Charakterisierung eines FMR-Spektrometers für X- und K-Band*, Diplomarbeit, TU München, (2006).
- [52] KOKTA, M.: *Solubility enhancement of Nd³⁺ in scandium-substituted rare earth-aluminum garnets*. J. Solid State Chem., **8**:39–42, (1973).
- [53] ALLIK, T. H., C. A. MORRISON, J. B. GRUBER und M. R. KOKTA: *Crystallography, spectroscopic analysis, and lasing properties of Nd³⁺:Y₃Sc₂Al₃O₁₂*. Phys. Rev. B, **41**(1):21–30, (1990).
- [54] TROPF, W. J., M. E. THOMAS und T. J. HARRIS: *Handbook of Optics*. McGraw-Hill, New York, (1995).
- [55] NAKAYAMA, H., M. ALTHAMMER, Y.-T. CHEN, K. UCHIDA, Y. KAJIWARA, D. KIKUCHI, T. OHTANI, S. GEPRÄGS, M. OPEL, S. TAKAHASHI, R. GROSS, G. E. W. BAUER, S. T. B. GOENNENWEIN und E. SAITOH: *Spin Hall Magnetoresistance*. eingereicht bei Nature, (2012).
- [56] BRANDLE, C. D. und R. L. BARNS: *Crystal Stoichiometry and Growth of Rare-Earth Garnets Containing Scandium*. J. Cryst. Growth, **20**:1–5, (1973).

Danksagung

Zum Schluss möchte ich mich noch bei all denen bedanken, die mir geholfen und mich unterstützt haben und ohne deren Hilfe die Arbeit nicht so erfolgreich verlaufen wäre.

Besonderer Dank geht an Prof. Dr. Christina Schindler, für die Übernahme der Betreuung.

Prof. Rudolf Gross, Direktor des Walther-Meißner Instituts möchte ich danken, dass er mir die einzigartige Chance ermöglicht hat, die Arbeit am Walther-Meißner-Institut anzufertigen.

Dr. Matthias Opel und besonders Dr. Stephan Geprägs möchte ich für die gute Betreuung am Institut danken. Für Ihre ständige Unterstützung, die zahlreichen Diskussionen und dass sie für jede erdenkliche Frage immer ein offenes Ohr hatten.

Sibylle Meyer für die Erklärung der experimentellen Anlagen, insbesondere der PLD-Anlage, sowie die damit einhergehenden Diskussionen.

Thomas Brenninger für die vielen Hilfen und schnellen Reparaturen der Vakuumanlagen, die mehr als einmal nötig waren.

Johannes Lotze und Philipp Ross für die Einweisung in die FMR-Anlage.

Des weiteren alle anderen Diplomanden, Doktoranden und sonstigen Mitarbeiter des Walther-Meißner-Instituts, die ich noch nicht erwähnt habe, für Ihre Unterstützung.

Zu guter Letzt möchte ich mich natürlich auch bei meiner Familie und Freunde bedanken, die mich immer tatkräftig unterstützen und ohne deren Hilfe und Rückhalt ich das Studium nicht so erfolgreich geschafft hätte. Besonderer Dank gilt meiner Steilkameradin Stefanie Schechtl, die mich bei so mancher Klettertour auf andere Gedanken brachte und mir Zeit zum Entspannen gab.

Erklärung

Hiermit erkläre ich, die vorliegende Arbeit selbständig und ausschließlich unter Verwendung der angegebenen Quellen und Hilfsmittel verfasst zu habe, sowie wörtlich und sinn-gemäße Zitate als solche gekennzeichnet zu haben. Die Arbeit wurde bisher in gleicher oder ähnlicher Form weder einer anderen Prüfungsbehörde vorgelegt noch veröffentlicht.

München, 15.10.2012

Stephan Altmannshofer