



Institut für Festkörperforschung

Charakterisierung magnetischer Materialien mit X-PEEM

Bernd Heitkamp

Charakterisierung magnetischer Materialien mit X-PEEM

Bernd Heitkamp

Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 4068
ISSN 0944-2952
Institut für Festkörperforschung Jül-4068

Zu beziehen durch: Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek
D-52425 Jülich · Bundesrepublik Deutschland
☎ 02461/61-5220 · Telefax: 02461/61-6103 · e-mail: zb-publikation@fz-juelich.de

Kurzfassung

Charakterisierung magnetischer Materialien mit X-PEEM

An mikro- und nanostrukturierten Proben wird orts aufgelöste Photoelektronen-emissionsspektroskopie (PEEM) unter Ausnutzung des Röntgenzirkulardichroismus (XMCD= magnet x-ray circular dichroism) durchgeführt.

Untersucht werden zuerst NiFe-Mikrostrukturen, aus denen man zwei Quadrate mit einer Kantenlänge von 20 μm und 60 μm auswählt. Bei der Charakterisierung der Morphologie kann die Ortsauflösung zu ungefähr 200 nm bestimmt werden, die eine präzise Abbildung der magnetischen Domänen bis unter die Domänenwandbreite ermöglicht. Ähnlich hohe Auflösungen werden auch bei in-situ angelegten Magnetfeldern erreicht.

Im zweiten Teil wird die Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$ untersucht. Eine Analyse der chemischen Homogenität zeigt, dass Chrom sich zu einem geringen Anteil auf bestimmten Bereichen der Probe anreichert und Kobalt dort substituiert. Es werden orts aufgelöste XAS-Spektren (XAS = x-ray absorption spectroscopy) diskutiert, die auf einige hundert Nanometer große Domänen hindeuten. Die einzelnen Domänen sind zueinander relativ willkürlich geordnet. Auf größerer Skala im Bereich einiger Mikrometer zeigt sich eine schwache ferromagnetische Kopplung der einzelnen Domänen.

Abstract

Characterization of magnetic materials with X-PEEM

The combination of photoelectron emission microscopy (PEEM) and x-ray magnetic circular dichroism is used to study micro- and nanostructured magnetic materials.

From a microstructured NiFe-Sampe, two squares with side lengths of 20 μm and 60 μm are choosen. From morphology investigations a spatial resolution of around 200 nm can be determined. This makes it possible to resolve magnetic domains with a resolution below the size of the domain walls, which are determined to be in the range of 1 μm . The resolution hardly changes by in-situ applying of a magnetic field.

The second part concentrates on the investigation of the Heusler alloy $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$. By determing the chemical homogeneity of the sampe, it can be seen that there are small islands with an enrichment of chromium by the expense of cobalt. Spatially-resolved XAS-spectra (XAS= x-ray absorption spectroscopy) give rise to nanometre-sized magnetic domains with almost arbitrary direction in respect to the neighboured magnetic domains. On a micrometre-scale a weak ferromagnetic couplung between the singe domains can be seen.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
2	Theoretische Grundlagen	5
2.1	Festkörpermagnetismus	5
2.2	Domänenbildung	7
2.3	Photoabsorption und Photoemission	9
2.4	Der magnetische Zirkulardichroismus	11
3	Experiment	17
3.1	Erzeugung von weicher Röntgenstrahlung	17
3.2	Das Weichröntgen-Strahlrohr	19
3.3	Das Photoelektronenemissionsmikroskop	21
3.3.1	Bild- und Kontrastentstehung	21
3.3.2	Auflösungsvermögen	25
4	Ergebnisse und Diskussion	29
4.1	Magnetische Domänenbildung von Nickel-Eisen-Mikrostrukturen	29
4.1.1	Chemische Zusammensetzung und Morphologie	30
4.1.2	Magnetische Domänenabbildung	35
4.1.3	Zusammenfassung und Ausblick	42
4.2	Magnetismus in Heuslerlegierungen	44
4.2.1	Chemische Zusammensetzung	46
4.2.2	Magnetische Domänenabbildung	50
4.2.3	Magnetische Spektromikroskopie	52
4.2.4	Diskussion	61
4.2.5	Zusammenfassung und Ausblick	65
5	Zusammenfassung	67
A	NiFe-Strukturen: zusätzliche Bilder	69
B	Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$: zusätzliche Daten	73
	Literaturverzeichnis	77

Kapitel 1

Einleitung

Seit einigen Jahren ist man in der Lage, das Wachstum komplizierter Schichten und Legierungen zu kontrollieren. Mit MBE (=molecular beam epitaxy) ist es beispielsweise möglich, atomar geordnete Schichten und Legierungen bis hin zu atomaren Dicken mit hoher Reinheit auf ein Substrat aufzubringen. Solche künstlichen Schichtfolgen und Legierungen zeigen interessante und neue Phänomene wie den Riesenmagnetwiderstand (GMR = giant magneto resistance) und den kolossalen Magnetwiderstand (CMR = colossal magneto resistance). Das technologische Interesse ist enorm, GMR-Elemente sind heute schon in vielen High-Tech-Geräten zu finden. In Festplattenleseköpfen werden sie zum Beispiel zur Detektion des magnetischen Streufeldes der magnetisch eingeschriebenen „Bits“ genutzt. Die Forderung nach immer höheren Speicherdichten erfordert eine Erhöhung der Sensitivität. Neue Materialien stehen da im Vordergrund. Bestimmte Heuslerlegierungen - Legierungen aus Übergangsmetallen - geben eine Alternative zum herkömmlichen GMR-Schichtsystem aus Ferromagnet-Metall-Ferromagnet. So ist in einer dieser Legierungen kürzlich ein Magnetwiderstand von 25% bestimmt worden. Auch für die Spinelektronik, wo der Spin des Elektrons Informationsträger ist, sind Heuslerlegierungen interessant, da sie Bandstrukturrechnungen zufolge eine 100%ige Spinpolarisation an der Fermikante aufweisen.

In dieser Arbeit werden zum einen eine Heuslerlegierung und zum anderen mikrostrukturierte Nickel-Eisen-Proben mit weicher Röntgenstrahlung in einem Photoelektronenemissionsmikroskop (PEEM) charakterisiert. Dazu werden mit der Röntgenstrahlung Elektronen aus dem Festkörper ins Vakuum angeregt, deren örtliche Verteilung mit dem PEEM einige tausendfach vergrößert auf einem Schirm abgebildet wird. Aus der Intensitätsverteilung bei unterschiedlicher Polarisation und Energie der Röntgenstrahlung können magnetische Eigenschaften der zu Grunde liegenden Legierung untersucht werden. So können Richtung und Größe der magnetischen Momente sowie die magnetische Domänenverteilung angegeben werden. Die Auswahl der Anregungsenergie erlaubt eine elementsensitive Untersuchung der Legierung. Mit dem PEEM wird eine Ortsauflösung bis in den Sub-Mikrometerbereich erreicht.

Im folgenden Kapitel werden die theoretischen Grundlagen zum Experiment erläutert. Neben einer Beschreibung des Magnetismus in Übergangsmetallen wird die Photoabsorption und -emission von zirkular polarisierter Strahlung in Festkörpern dargelegt. Damit sind die Grundlagen gegeben, um die eigentliche Untersuchungsmethode, den magnetischen Zirkulardichroismus, zu erörtern.

Kapitel 3 beschreibt den experimentellen Aufbau. Dazu gehören die Erzeugung und die Eigenschaften der weichen Röntgenstrahlung, sowie eine Beschreibung des Photoelektronenemissionsmikroskopes.

In Kapitel 4 werden die Messungen erläutert und diskutiert. Im ersten Teil des Kapitels werden mikrostrukturierte Nickel-Eisen-Proben untersucht. Für diese Proben werden die Domänen abgebildet und das Verhalten bei angelegten Magnetfeldern studiert. Der zweite Teil beschäftigt sich mit dem Magnetismus von Heuslerlegierungen. Für eine bestimmte Heuslerlegierung wird zuerst die chemische Homogenität erforscht. Danach werden mit Hilfe von orts aufgelöstem Zirkulardichroismus magnetische Domänen bis in den Nanometerbereich aufgelöst.

Die Diplomarbeit endet mit einer Zusammenfassung und einem Ausblick auf zukünftige Messungen.

Kapitel 2

Theoretische Grundlagen

2.1 Festkörpermagnetismus

Atomarer Magnetismus hat seine Ursache darin, dass die Elektronenschalen zuerst mit Elektronen einer Spinrichtung aufgefüllt werden. Dies ist als 1. Hund'sche Regel bekannt. Die physikalische Begründung dafür ist, dass für Elektronen das Pauli-Prinzip gilt. Das besagt, dass Fermionen - Teilchen mit halbzahligem Spin wie Elektronen - durch eine total antisymmetrische Wellenfunktion beschrieben werden müssen. Nun stoßen sich Elektronen durch die Coulombwechselwirkung ab und streben daher einen maximalen Abstand zueinander an, also eine maximale Antisymmetrie in der Ortswellenfunktion. Die Wellenfunktion der Elektronen besteht aber sowohl aus Spin- als auch aus Ortswellenfunktion. Daher muss für die Spinwellenfunktion maximale Symmetrie gelten. Eine parallele Orientierung der Elektronenspins ist somit energetisch günstiger. Daher sind fast alle freien Atome magnetisch.

Festkörper sind aber nur selten magnetisch. Welche weitere Wechselwirkung muss also noch berücksichtigt werden? - Im Festkörper überlappen die Wellenfunktionen der einzelnen Atome. In metallischen Festkörpern sind dadurch die Valenzelektronen nicht mehr fest an den Atomrumpf gebunden und im Atomverband frei beweglich. Im Extremfall kann man von einem freien Elektronengas sprechen. Physikalisch wird das freie Elektronengas durch die beiden folgenden Gleichungen beschrieben:

$$k_F = (3\pi^2 n)^{1/3} \quad (2.1)$$

$$E_F = N \frac{\hbar^2 k_F^2}{2m} \quad (2.2)$$

Dabei bezeichnet n die Elektronendichte, N die Gesamtzahl der Elektronen und k_F und E_F die Obergrenzen für Impuls und Energie, bis zu denen die elektronischen Zustände besetzt sind. Im unmagnetischen Fall sind die Plätze doppelt

belegt. Werden die Plätze zunehmend einfach belegt und somit unkompenzierte magnetische Momente zugelassen, erhöht sich die Gesamtenergie. Bei einer dauerhaften magnetischen Ausrichtung muss diese Erhöhung durch eine zusätzliche Wechselwirkung kompensiert werden. Diese Wechselwirkung ist rein quantenmechanischer Natur (Bohr-van Leeuwen-Theorem) und wird als Austauschwechselwirkung bezeichnet. Bei magnetischen Materialien ist diese Wechselwirkung besonders groß, so dass makroskopisch die langreichweitige magnetische Ordnung auftritt.

Eine Beschreibung der Austauschwechselwirkung erfolgt oft nach dem Heisenberg-Modell, wonach die magnetische Austauschwechselwirkung durch folgenden Operator dargestellt werden kann [1]:

$$H_H = -\frac{1}{2} \sum_{ij} I_{ij} \mathbf{S}_i \mathbf{S}_j \quad (2.3)$$

Dabei bezeichnen die I_{ij} die so genannten Austauschintegrale, das heißt die Größe der Austauschwechselwirkung, und die $\mathbf{S}_i, \mathbf{S}_j$ die Elektronenspins an den Gitterplätzen i und j . Das Modell beschreibt daher den Fall magnetischer Isolatoren wie zum Beispiel EuO. Für 3d-Übergangsmetalle ist dieser Zusatzterm des Hamiltonian nicht geeignet, da das Heisenberg-Modell durch die $\mathbf{S}_i, \mathbf{S}_j$ lokalisierte magnetische Momente voraussetzt.

Bei 3d-Metallen wie Eisen, Kobalt und Nickel tragen die d-Elektronen sowohl zum Magnetismus als auch zur elektrischen Leitfähigkeit bei. Die Elektronen sind daher nicht mehr stark lokalisiert. Jedoch ist die Delokalisation nicht so groß wie im freien Elektronengas. Der Energiebereich der 3d-Bänder ist sehr klein, der Überlapp der Wellenfunktionen folglich nicht sehr gross.

Die einfachste Möglichkeit Austauschwechselwirkung und elektrische Leitung in schmalen Energiebändern in einem Modell zu vereinen, führt zum Stoner-Modell. Im Stoner-Modell geht man von einer identischen Zustandsdichte für beide Spinrichtungen aus. Die Austauschwechselwirkung wird dadurch berücksichtigt, dass die d-Bänder um einen konstanten Betrag verschoben werden (vgl. Abbildung 2.1a). Da die Fermi-Energie als thermodynamische Zustandsgröße für beide Spinrichtungen identisch ist, führt das zu einer Nettomagnetisierung. Der Betrag um den die Bänder verschoben sind wird als Stoneraustauschenergie bezeichnet. Bei starken Ferromagneten ist das Majoritätsband vollständig gefüllt. Starke Ferromagneten sind zum Beispiel Kobalt und Nickel. Bei Eisen ist das Majoritätsband nicht vollständig gefüllt. Eisen wird deshalb als schwacher Ferromagnet bezeichnet. In Abbildung 2.1b ist die Bandstruktur von Kobalt dargestellt. Wie die Abbildung zeigt, ist das Kriterium für dieses Element relativ gut erfüllt.

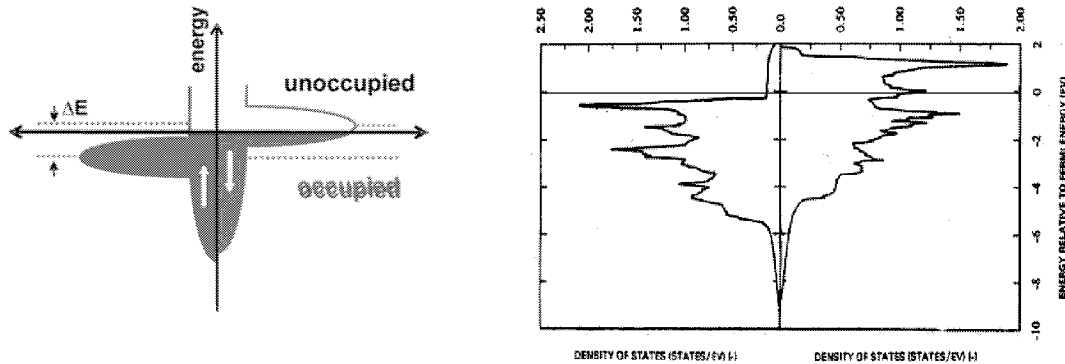


Abbildung 2.1: Modell und tatsächliche Zustandsdichten im Vergleich. a) Schematisches Stoner-Modell mit verschobenen d-Bändern b) Spinaufgelöste Zustandsdichte von Co nach Spindichtefunktionaltheorie-Rechnungen (aus [2])

2.2 Domänenbildung

Neben der Austauschwechselwirkung gibt es noch weitere Faktoren, die die magnetischen Eigenschaften eines Festkörpers festlegen. Dazu gehören im wesentlichen noch die magnetische Streufeldenergie, ein eventuell angelegtes äußeres Feld und Vorzugsrichtungen der Magnetisierung (Anisotropien). Die Ursachen sind der folgenden Zusammenstellung zu entnehmen:

Streufeldenergie Existieren Magnetisierungskomponenten senkrecht zu den Begrenzungen des Festkörpers wird dadurch ein Streufeld $\mathbf{H}_d$ hervorgerufen. Das Streufeld wirkt durch die Dipol-Dipol-Wechselwirkung mit äußeren oder inneren magnetischen Momenten entmagnetisierend. Ein vorhandenes Streufeld führt zu einer Erhöhung der Gesamtenergie eines magnetischen Festkörpers.

angelegtes Feld Eine Ausrichtung der einzelnen magnetischen Momente parallel zu einem äußeren magnetischen Feld ist energetisch günstiger. Durch ein angelegtes Feld wird dadurch ebenfalls auf die Gesamtenergie des Festkörpers Einfluss genommen.

Anisotropien Ursache des Magnetismus ist eine bestimmte Vorzugsrichtung der Magnetisierung, die zum Beispiel durch Kristallstruktur, Form (Quadrat, Kreis, Ellipse) und Schichtdicke gegeben ist. Eine Abweichung von der magnetischen Vorzugsrichtung erhöht die Gesamtenergie.

Diese Energiebeiträge folgen aus der Magnetostatik und können daher mit Hilfe der Maxwellgleichungen beschrieben werden. Dazu wird eine mesoskopische Formulierung benutzt. Jedem Punkt der Probe ist ein Magnetisierungsvektor $\mathbf{J}(\mathbf{r})$

zugeordnet. Dieser Magnetisierungsvektor beschreibt die Magnetisierung in einem kleinen Bereich. Sind diese kleinen Bereiche homogen magnetisiert, kann die Magnetisierung als $\mathbf{J}(\mathbf{r}) = J_S \mathbf{m}(\mathbf{r})$ formuliert werden. Der Betrag J_S entspricht der Sättigungsmagnetisierung, der Einheitsvektor $\mathbf{m}(\mathbf{r})$ gibt die Richtung der Magnetisierung an. Für atomare Dimensionen verliert diese Art der Formulierung natürlich ihren Sinn. Die Gesamtenergie des Systems lässt sich damit schreiben als [3]

$$E_{tot} = \int d^3r \left[\underbrace{A (\text{grad } \mathbf{m})^2}_{\text{Austausch}} + \underbrace{F(\mathbf{m})}_{\text{Anisotropien}} - \underbrace{\mathbf{H}_{ex} \cdot \mathbf{J}}_{\text{externes Feld}} - \underbrace{\frac{1}{2} \mu_0 \mathbf{H}_d \cdot \mathbf{J}}_{\text{Streu Feld}} \right]. \quad (2.4)$$

Die Magnetisierung eines Festkörpers wird durch das Minimum der Gesamtenergie E_{tot} bestimmt. Die Gleichung 2.4 beschreibt damit mit den Gleichungen zur Bestimmung des Streufeldes $\mathbf{H}_d$

$$\text{div} (\mu_0 \mathbf{H}_d + \mathbf{J}) = 0 \quad \text{rot } \mathbf{H}_d = 0 \quad (2.5)$$

und mit $\mathbf{m}^2 = 1$ die Magnetisierung. Die einzelnen Bereiche sind voneinander abhängig, so dass die Rechnungen sehr kompliziert und rechenintensiv sind. Üblicherweise werden Variationsverfahren oder selbstkonsistente Verfahren mit physikalisch sinnvollen Startwerten für die Magnetisierung benutzt.

Insgesamt ist zu beobachten, dass sich Gebiete unterschiedlicher Magnetisierung ausbilden. Diese Bereiche nennt man Domänen. Statik und Dynamik von Domänen besitzen ein hohes Anwendungspotenzial. Für die magnetische Speicherung ist zum Beispiel von Interesse, wie Form, Schichtdicke und Material das magnetische „Aussehen“ bestimmen oder wie stabil eine bestimmte Konfiguration ist. Die Dynamik ist ebenso wichtig, da man genauso Kenntnisse über das Schaltverhalten benötigt. So zeigt sich nach wiederholtem Ummagnetisieren eines Festkörpers oftmals eine gewisse Irreversibilität in der Bildung der Domänenstruktur. Mikroskopisch treten kleine Domänen auf, die durch das angelegte Magnetfeld nicht mehr beeinflussbar sind. Makroskopisch wird dadurch die Magnetisierung verkleinert. Diese „Ermüdungserscheinungen“ sind im allgemeinen unerwünscht und müssen daher vermieden werden. Die Dynamik von Domänen wird seit kurzem zur Warensicherung genutzt. Dort wird das Verhalten von Domänen in elektromagnetischen Wechselfeldern ausgewertet. Eine bestimmte Domänenkonfiguration zeigt ein charakteristisches elektromagnetisches Spektrum. Ein Domänenbild solch eines (aktivierten) Warenetiketts zeigt Abbildung 2.2.

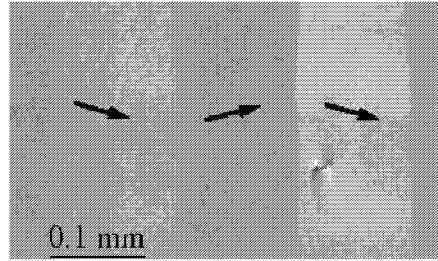


Abbildung 2.2: Domänenstruktur eines aktivierten Warenetiketts mit eingezeichneter Magnetisierungsrichtung aufgenommen mit einem Kerrmikroskop [4]

2.3 Photoabsorption und Photoemission

Photoabsorption und Photoemission basieren auf dem photoelektrischen Effekt. In der Erklärung von Einstein aus dem Jahr 1905 [5] absorbiert dabei - entsprechend der Quantennatur des Lichts - ein Elektron ein Photon vollständig. Ist die aufgenommene Energie größer als die Summe aus Bindungsenergie des Elektrons E_B und Austrittsarbeit des Festkörpers Φ , so kann das Elektron den Festkörper verlassen. In diesem Fall spricht man von Photoemission. Die kinetische Energie E_{kin} des freigesetzten Elektrons lässt sich dann schreiben als

$$E_{kin} = h\nu - E_B - \Phi. \quad (2.6)$$

Dabei beschreibt der Term $h\nu$ die Energie des absorbierten Photons mit der Frequenz ν . Neben der Energie muss aber auch der Impuls erhalten bleiben. Das bedeutet zum Beispiel, dass an einem freien Elektron mit Impuls $\mathbf{p}_{el}$ und kinetischer Energie $E_i = \frac{\mathbf{p}_{el}^2}{2m}$ (siehe Abbildung 2.3a), wobei m die Masse des Elektrons darstellt, kein Photoeffekt stattfinden kann. Im Festkörper dagegen kann Impuls über das Gitter ausgetauscht werden. Die Abbildung 2.3 mit den Dispersionsrelationen für ein freies Elektron a) und in der Näherung des quasifreien Elektrons b) verdeutlicht die Situation.

Normalerweise ist

$$\mathbf{p}_{el} \gg \mathbf{p}_{ph} = \hbar \mathbf{q}, \quad (2.7)$$

wobei $\mathbf{q}$ der Wellenvektor des Photons ist. Die Übergänge sind somit direkt. Im ersten Fall kann keine Absorption erfolgen, da keine Endzustände zur Verfügung stehen. Im Festkörper dagegen stehen Endzustände zur Verfügung. Der fehlende Impuls wird durch einen reziproken Gittervektor $\mathbf{G}$ zur Verfügung gestellt [6]:

$$\mathbf{k}_f = \mathbf{k}_i \pm \mathbf{G} \quad (2.8)$$

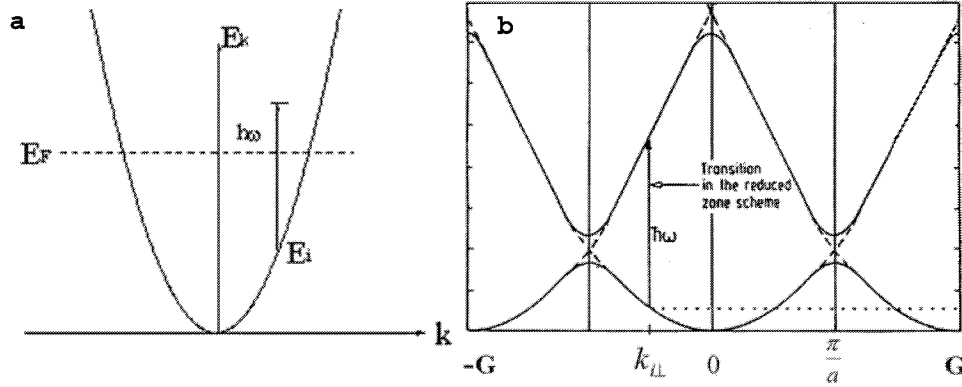


Abbildung 2.3: a) Dispersionsrelation für ein freies Elektron b) Dispersionsrelation für ein „fast“ freies Elektron

Der Übergang eines Elektrons vom Anfangszustand $|i\rangle$ in den Endzustand $\langle f|$ kann in erster Ordnung Störungstheorie berechnet werden. Man erhält für die Übergangswahrscheinlichkeit [7]

$$W \propto |\langle f | \mathbf{p}_{el} \cdot \mathbf{A} | i \rangle|^2 \delta(E_f - E_i - \hbar\nu). \quad (2.9)$$

$\mathbf{A}$ bezeichnet das Vektorpotenzial der elektromagnetischen Welle, $\mathbf{p}_{el}$ den Impuls des Elektrons und E_i und E_f die Energien des Anfangs- und Endzustandes. Durch die Deltafunktion ist sichergestellt, dass die Energie erhalten bleibt. Gleichung 2.9 ist als „Fermis Goldene Regel“ bekannt.

Bei der Absorption polarisierter Strahlung sind zusätzlich noch die Auswahlregeln zu beachten. Für Dipolübergänge, die am häufigsten sind, lauten diese [8]:

$$\begin{aligned} \Delta l &= 1 \\ \Delta m_l &= 0, \pm 1 \end{aligned} \quad (2.10)$$

Die Drehimpulsquantenzahl l muss sich immer um den Wert 1 ändern, die magnetische Quantenzahl bei linear polarisierter Strahlung um den Wert 0, bei linkszirkular polarisierter Strahlung um den Wert +1, bei rechtszirkular polarisierter Strahlung um den Wert -1.

Im Folgenden interessiert besonders die Anregung aus Rumpfniveaus durch Photonen im Röntgenbereich. Das dabei entstehende Innerschalenloch kann unter Aussendung eines Photons durch ein Valenzelektron zerfallen (fluoreszenter Zerfall). Andererseits kann in einem Auger-Prozess die Energie auf ein weiteres Elektron übertragen werden, was dann den Festkörper verlassen kann. Die Anzahl der Auger-Elektronen ist proportional zur Anzahl der Photoabsorptionsereignisse.

Die Detektion dieser Sekundärelektronen ist äußerst effektiv, da eine hochenergetische Anregung ein Vielfaches an niederenergetischen Elektronen bewirkt. In Abbildung 2.4 ist ein typisches Sekundärelektronenspektrum wiedergegeben. Die Energiebreite des inelastisch gestreuten Teils der Elektronen beträgt bei den meisten Materialien mehrere Elektronenvolt [9]. Der Stromfluss aus dem Festkörper wird durch einen Stromfluss von der Erde zur Probe wieder kompensiert und ist dadurch detektierbar.

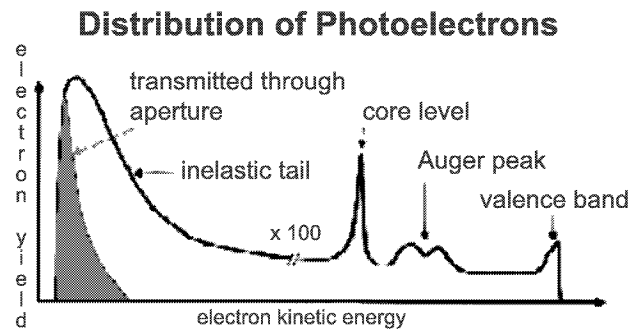


Abbildung 2.4: Typisches Sekundärelektronenspektrum nach Anregung eines kernnahen Niveaus (aus [10]). Im Photoelektronenemissionsmikroskop trägt nur der dunkel markierte Teil der Elektronen zum Bild bei (siehe Kapitel 3.3).

2.4 Der magnetische Zirkulardichroismus

Bei Transmission oder Reflexion von linear polarisiertem Licht an magnetischen Materialien ändert sich die Polarisationsrichtung. Dieser Effekt ist schon seit dem vorletzten Jahrhundert als Faraday- beziehungsweise Kerr-Effekt bekannt. Qualitativ können beide Effekte im Bändermodell verstanden werden, wenn sichtbares (Laser-)Licht zur Anregung benutzt wird (siehe Abbildung 2.5a). Linear polarisiertes Licht kann als kohärente Summe von links und rechts zirkular polarisiertem Licht dargestellt werden. Durch die Absorption werden Elektronen aus besetzten Valenzzuständen in unbesetzte Valenzzustände angeregt. Die unterschiedlichen Auswahlregeln für links und rechts zirkular polarisiertes Licht ($\Delta m_l = -1, \Delta m_l = +1$) ergeben bei magnetisch geordneten Materialien eine unterschiedliche Absorption. Das Ungleichgewicht spiegelt sich dann im reflektierten oder transmittierten Anteil in einer Polarisationsänderung des Lichts wider. Wird in Transmission gemessen, spricht man vom Faraday-Effekt, bei Messung in Reflexion vom Kerr-Effekt. Der Betrag der Drehung der Polarisation ist ein Maß für die Magnetisierung der Probe.

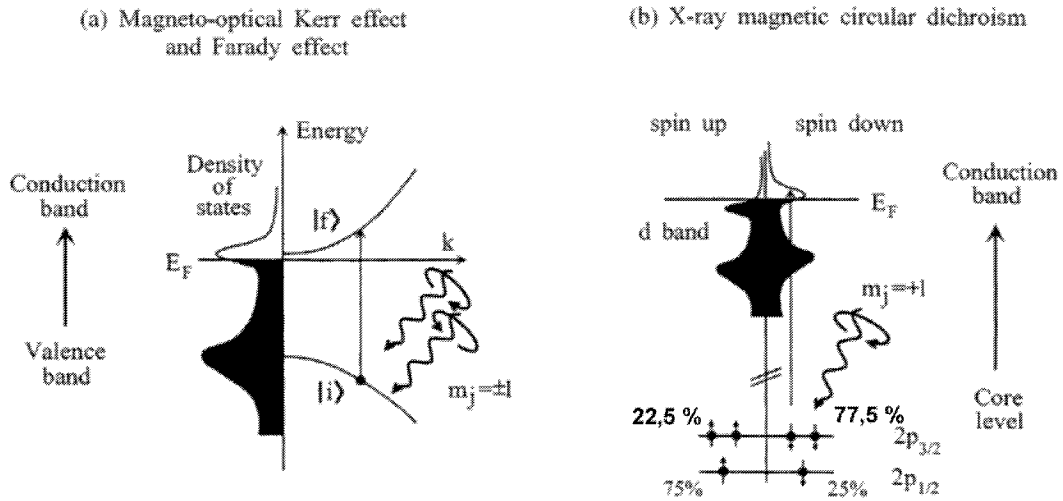


Abbildung 2.5: Elektronenverteilung und elektronische Übergänge beim a) magneto-optischen Kerr- und Faraday-Effekt und beim b) magnetischen Zirkulardichroismus (aus [11])

Das hochenergetische Analogon im Röntgenbereich zum Faraday- und Kerr-Effekt wird als magnetischer Zirkulardichroismus (MXCD = magnetic x-ray circular dichroism) bezeichnet. 1975 wurde von Erskine und Stern [12] berechnet, dass die Absorption zirkular polarisierter Strahlung an den Nickel 2p-Rumpfniveaus abhängig von der Magnetisierung ist. Der experimentelle Beweis wurde 1986 von Schütz et. al. geliefert [13]. In Abbildung 2.5b ist das Prinzip erkennbar. Aus den Auswahlregeln folgt, dass bei rechts zirkular polarisierter Strahlung an der L_3 -Kante, also bei einer Anregung aus dem $2p_{3/2}$ -Rumpfniveau, mehr Elektronen mit „Spin up“ angeregt werden als mit „Spin down“. An der L_2 -Kante ($2p_{1/2}$ -Rumpfniveau) werden mehr Elektronen mit „Spin down“ angeregt. Wird links zirkular polarisierte Strahlung benutzt, kehrt sich das Verhalten gerade um. Bei austauschungsgepaltenen 3d-Valenzzuständen ergibt sich dadurch eine unterschiedliche Absorption für die beiden Photonenhelizitäten.

Die Anregungsenergien von Rumpfniveaus sind unterschiedlich für die einzelnen Elemente, daher erlaubt der MXCD eine elementsensitive Untersuchung des magnetischen Verhaltens. Mit dem MXCD lässt sich sowohl die magnetische Vorzugsrichtung angeben, als auch eine quantitative Analyse vornehmen und das magnetische Moment in Spin- und Bahnanteil aufspalten.

In der folgenden Abbildung ist ein MXCD-Spektrum von selbstorganisierten Kobaltclustern auf einer Au(111)-Oberfläche zu sehen [14]. Das Spektrum wurde für eine Helizität und unterschiedliche Clustermagnetisierungsrichtungen aufgenommen. Dies ist äquivalent zu einer Änderung der Helizität bei gleicher Magne-

tisierung. Als Maß für die Absorption wurde das Fluoreszenzsignal gemessen. Im unteren Teil der Abbildung ist die Differenz aus beiden Einzelspektren zu sehen.

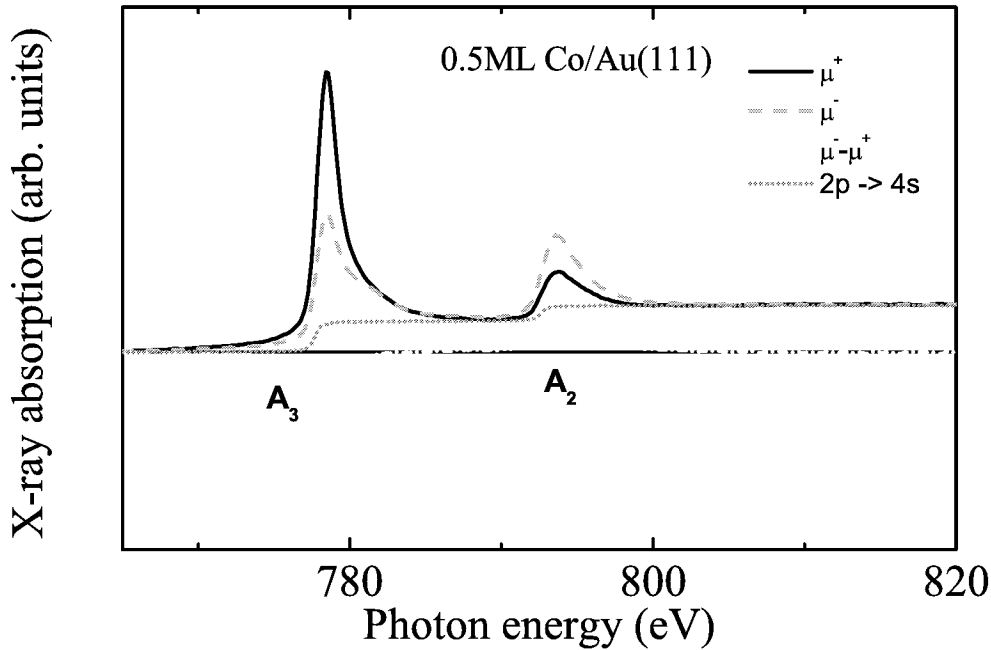


Abbildung 2.6: Beispiel von MXCD-Messungen an selbstorganisierten Co-Clustern auf einer Au(111)-Oberfläche. Die Spektren sind für Magnetisierungsrichtung parallel und antiparallel zum Strahlungseinfall aufgenommen. Im unteren Teil sieht man die Differenz der Spektren von μ^- und μ^+ (nach [14]).

Für eine quantitative Beschreibung des MXCD-Signals kann man als Näherung ein atomares Modell benutzen. Das Modell geht auf Erskine und Stern zurück und berücksichtigt nur die Spin-Bahn-Wechselwirkung der Rumpfniveaus [12]. Es wird angenommen, dass das 3d-Band jeweils einen Platz für „Spin up“ und „Spin down“ zur Verfügung hat. Außerdem werden keine Übergänge von $2p \rightarrow 4s$ berücksichtigt, die nach den Auswahlregeln auch erlaubt sind. Abbildung 2.7 zeigt die möglichen Übergänge und Übergangswahrscheinlichkeiten aus den Spin-Bahn aufgespaltenen 2p-Rumpfniveaus in unbesetzte 3d-Zustände. Formell beschreibt die Annihilation des Photons eine Addition der Drehimpulse des Elektrons und Photonenspin zu einem neuen Gesamtdrehimpuls. In der Summation stellen die Clebsch-Gordan-Koeffizienten die Übergangswahrscheinlichkeit des einzelnen Übergangs dar. Multipliziert man diesen Wert noch mit der Wahrscheinlichkeit des Anfangszustandes, kann man die Gesamtwahrscheinlichkeit für den Übergang angeben. Aus diesen lässt sich dann angeben, wie groß das Verhältnis von „Spin up“- zu „Spin down“-Anregung ist (siehe Abbildung 2.7).

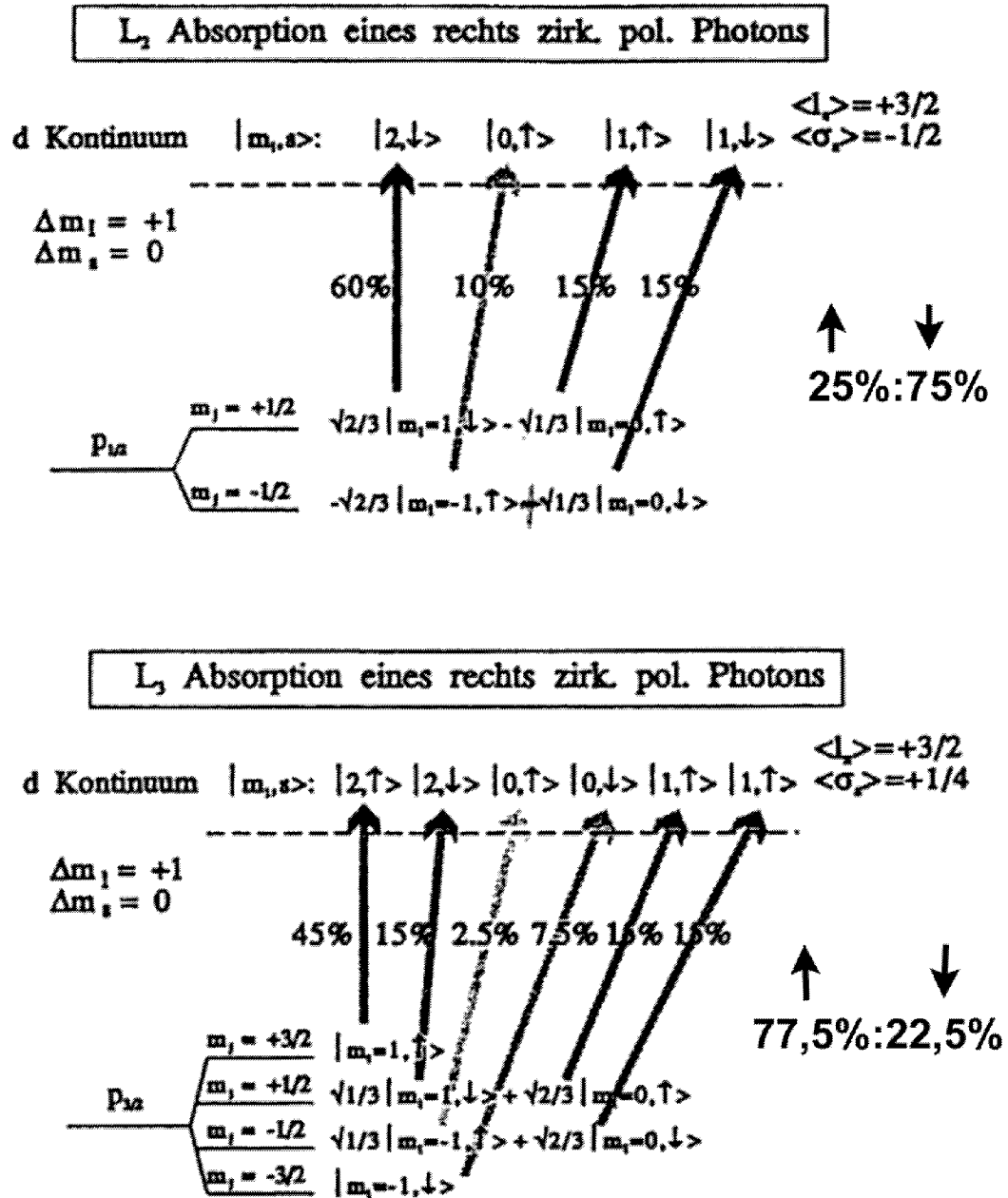


Abbildung 2.7: Übergangswahrscheinlichkeiten von den 2p-Rumpfniveaus nach Absorption eines rechts zirkular polarisierten Photons (aus [15])

Zusammen mit dem unterschiedlichen Angebot an freien Zuständen im Endzustand für „Spin up“ und „Spin down“ ergibt sich dadurch eine unterschiedlich starke Absorption der beiden Helizitäten.

Aus Spektren wie Abbildung 2.6 lassen sich mit Hilfe von Summenregeln Spin- und Bahnmoment bestimmen. Die Summenregeln benötigen zwei Spektren (μ^+ und μ^-) für unterschiedliche Helizitäten oder Magnetisierungsrichtungen. Aus ihnen bildet man die Integrale A_3 , A_2 und A_{iso} :

$$\begin{aligned} A_3 &= \int_{L_3} (\mu^+ - \mu^-) dE \\ A_2 &= \int_{L_2} (\mu^+ - \mu^-) dE \\ A_{iso} &= \frac{3}{2} \int_{L_3+L_2} (\mu^+ + \mu^-) dE \end{aligned} \quad (2.11)$$

Zur Berechnung von A_{iso} müssen aus den einzelnen Spektren μ^+ und μ^- die Übergänge $2p \rightarrow 4s$ subtrahiert werden. Dazu kann man in sehr guter Näherung von einer konstanten $4s$ -Zustandsdichte ausgehen, so dass die Übergänge an der L_2 - und L_3 -Kante durch Stufenfunktionen beschrieben werden können. Der $2p_{3/2}$ -Grundzustand ist mit vier Elektronen besetzt, der $2p_{1/2}$ -Grundzustand nur mit zwei Elektronen, die Übergangsrate und damit die Höhe der Stufenfunktion ist daher an der L_3 -Kante doppelt so gross. Meistens benutzt man eine leicht „geglättete“ Stufenfunktion, die zum Beispiel durch eine angepasste Arkustangensfunktion beschrieben werden kann (vgl. Abbildung 2.6). In den Gleichungen 2.11 gibt der Index am Integralzeichen den Integrationsbereich an. Mit diesen Integralen lassen sich nach [16, 17] Spin- und Bahnmoment bestimmen:

$$\begin{aligned} m_L &= -2(10 - n_{3d}) \frac{A_3 - A_2}{A_{iso}} \\ m_S + 7 \langle T_z \rangle &= -3(10 - n_{3d}) \frac{A_3 + 2A_2}{A_{iso}} \end{aligned} \quad (2.12)$$

n_{3d} ist die Anzahl der besetzten Zustände im $3d$ -Band. Während für Kobaltatome der Wert 7 beträgt, berechnet man für hcp-Co einen Wert von $n_{3d} = 7.45$ [18]. $\langle T_z \rangle$ ist der Erwartungswert des magnetischen Dipolterms. Er stellt im wesentlichen den asphärischen Charakter der Spin- und Ladungsverteilung dar. Beispielsweise für hcp-Co ist der Wert von $7 \langle T_z \rangle > 8\%$ von m_S und kann deshalb meist vernachlässigt werden. Synchrotronstrahlung ist nicht vollständig zirkular polarisiert, dass heißt der Grad der Polarisation P ist kleiner als 1. Außerdem ist der Winkel zwischen Magnetisierung der Probe und Synchrotronstrahlung α nicht Null. Die beiden Gleichungen 2.12 müssen aus diesem Grund noch durch die effektive Polarisation $P_{eff} = P \cos \alpha$ geteilt werden.

Kapitel 3

Experiment

3.1 Erzeugung von weicher Röntgenstrahlung

Die magnetischen Untersuchungen benutzen den magnetischen Zirkulardichroismus. Dazu braucht man links und rechts zirkular polarisierte Röntgenstrahlung in einem Energiebereich von 100 eV bis 1000 eV, dem so genannten weichen Röntgenbereich. Die weiche Röntgenstrahlung beruht auf der Tatsache, dass beschleunigte Ladungen Energie verlieren. Ein einfach geladenes Teilchen der Masse M_0 mit der Energie E und nahezu Lichtgeschwindigkeit c erleidet einen Energieverlust pro Umlauf auf einer Kreisbahn mit Radius R von [19]

$$\delta E = \frac{4\pi}{3} \cdot \frac{e^2}{R} \frac{E^4}{(M_0 c^2)}. \quad (3.1)$$

Die Energie wird in Form elektromagnetischer Wellen abgestrahlt. Das Wellenlängenspektrum reicht vom Infrarot- bis in den Röntgenbereich. Bei solch hohen Teilchengeschwindigkeiten ist die Abstrahlung stark in Bewegungsrichtung gerichtet [20]. Der Öffnungswinkel beträgt etwa $\frac{M_0 c^2}{E}$ vom Teilchenstrahl aus gesehen, was eine hohe Bündelung und damit eine hohe Strahlungsenergie pro Fläche bedeutet (vgl. Abbildung 3.1). In Bahnebene sieht man eine oszillierende Ladung, der Strahl ist daher wie bei einem oszillierenden Dipol in dieser Ebene linear polarisiert. Ober- und unterhalb erhält man entsprechend elliptisch polarisierte Strahlung mit linker und rechter Vorzugsrichtung.

In einem Synchrotron werden Elektronen in Pakete (bunches) auf beinahe Lichtgeschwindigkeit beschleunigt. Sie durchlaufen eine nahezu kreisförmige Bahn. Die Bewegungsrichtung wird mit Hilfe von Ablenkmagneten geändert. An einem Synchrotron wurde diese Art der Strahlung erstmals beobachtet und wird daher als Synchrotronstrahlung bezeichnet. Die Intensität der Strahlung hängt neben dem Ablenkradius der Elektronen auch von deren Anzahl ab. Der durch die Elektronen gebildete Strom wird als „Ringstrom“ bezeichnet. In modernen Elektronenbeschleunigern wie BESSY II werden die Elektronen in einem Synchrotron

auf die Endenergie beschleunigt und dann in einen Speicherring injiziert. Im Speicherring werden nur noch die Strahlungsverluste durch die Ablenkungen durch elektrische Beschleunigungsstrecken ausgeglichen.

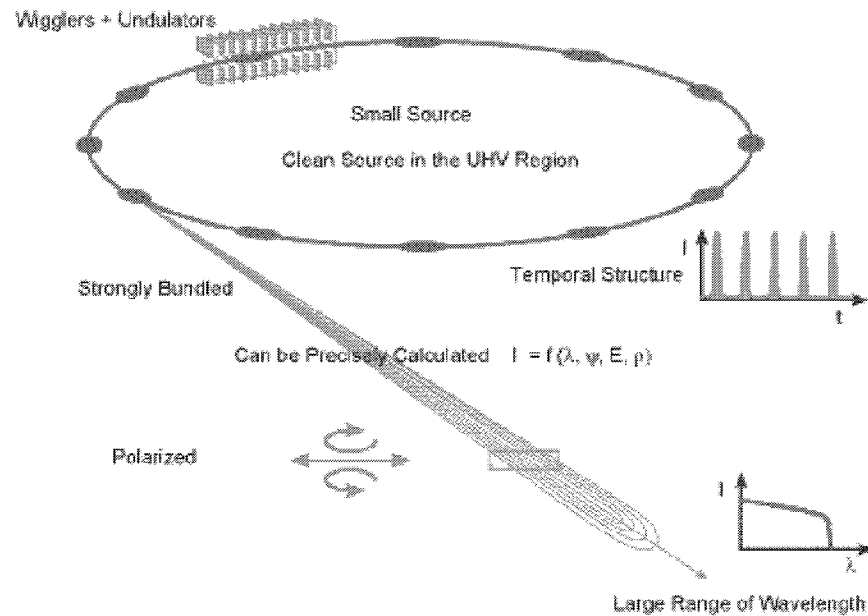


Abbildung 3.1: Prinzip eines Synchrotrons mit Strahlcharakteristik und Wellenlängenbereich eines Ablenkmagneten und Zeitstruktur der Elektronenpakete [21]

Eine höhere Strahlungsausbeute wird durch periodische Anordnung mehrerer Magnete erreicht, die in ein gerades Teilstück zwischen zwei Ablenkmagnete in den Speicherring eingebaut werden können. Eine solche Anordnung zwingt die Elektronen auf sinusförmige Bahnen, wodurch sich die Strahlungsintensitäten einzelner Perioden überlagern. Die Magnetstrukturen werden je nach Typ als Undulator oder Wiggler bezeichnet. Abbildung 3.2a zeigt einen Undulator in seiner Grundkonfiguration. Bei Undulatoren ist die maximale Winkelablenkung kleiner als die örtliche Strahlbreite, die Strahlung überlagert sich kohärent bis zu einer n^2 -fachen Intensität (n = Anzahl der Ablenkungen)¹. Die Strahlung ist durch die Interferenz auf einen engen Energiebereich begrenzt. Auch höhere Ordnungen können emittiert werden. Durch Variation des Abstandes zwischen den beiden Polen - das Gap - kann die Stärke des Magnetfeldes und damit die Energie der Strahlung gewählt werden.

Undulatoren haben den weiteren Vorteil, dass sich die Elektronenstrahlführung und damit die Polarisation der Synchrotronstrahlung sehr präzise einstellen lässt.

¹Bei Wigglern überlagert sich die Strahlung inkohärent, daher erreicht man höchstens $2n$ -fache Intensität. Ansonsten gilt das für Undulatoren gesagte auch für Wiggler-Magnete

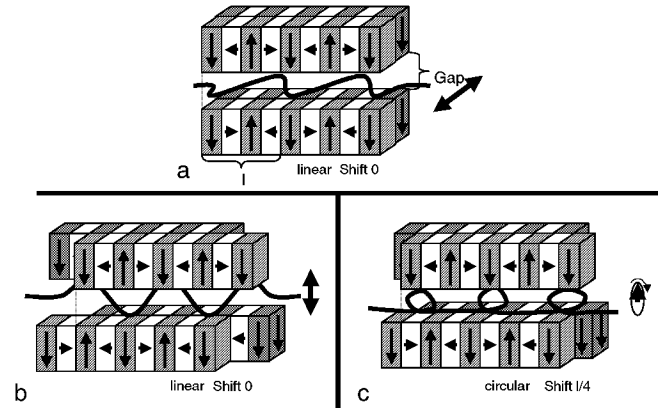


Abbildung 3.2: Betriebsarten eines Undulators: a) linear in Speicherringebene polarisiert b) linear senkrecht zur Speicherringebene polarisiert c) rechts zirkular polarisiert

Dazu werden die einzelnen Magnetstrukturen gegeneinander verschoben. Verschiebt man die Magnetstrukturen wie in Abbildung 3.2b um eine halbe Periodenlänge, so kippt der Elektronenstrahl aus der Speicherringebene heraus und oszilliert senkrecht dazu. Die Strahlung ist somit wieder linear polarisiert, aber jetzt senkrecht zur Speicherringebene. Zirkular polarisiertes Licht wird erzeugt, wenn die Magnetstrukturen um eine viertel Periodenlänge gegeneinander verschoben werden (Abbildung 3.2c). Die Elektronen durchlaufen dann eine Helixbahn senkrecht zur Speicherringebene. Je nach Drehrichtung stellt sich 100%ig links oder rechts zirkular polarisierte Strahlung ein.

Weiche Röntgenstrahlung wird sehr schnell in Luft absorbiert, daher befinden sich Strahlführung und Messanordnung unter Ultrahochvakuum.

3.2 Das Weichröntgen-Strahlrohr

Trotz kohärenter Überlagerung hat Undulatorstrahlung immer noch eine Energiebandbreite von mehreren Elektronenvolt. Sie muss daher noch monochromatisiert werden. Dies geschieht in einem Strahlrohr zwischen Undulator und Experiment. Dort befindet sich ein Monochromator, an dem die gewünschte Wellenlänge herausgebeugt wird. Der Typ des verwendeten Strahlrohrs wird als „dragon soft-x-ray beamline“ bezeichnet [22]. Ein erster Vorspiegel fokussiert die Undulatorstrahlung in der horizontalen Ebene auf die Probe. Ein zweiter Vorspiegel bildet die Undulatorstrahlung in der Vertikalen auf den Eintrittsspalt ab. Der Monochromator, ein sphärisches Gitter, zerlegt das einfallende Spektrum und fokussiert wiederum in der Vertikalen auf den Austrittsspalt. Am Ein- und Austrittsspalt befinden sich größenverstellbare Blenden. Durch einen letzten Spiegel wird die

gesamte Strahlung in der Vertikalen auf die Probe fokussiert. Die Größe des Brennflecks auf der Probe beträgt in unserem Fall etwa $100\ \mu\text{m} \times 200\ \mu\text{m}$.

Die Spiegel werden aufgrund der verwendeten Wellenlänge alle im streifenförmigen Einfall benutzt. Das hat zur Folge, dass nicht mehr zu vernachlässigende Abbildungsfehler auftreten. Somit bestimmt nicht nur das Gitter die Energieauflösung, sondern auch die Geometrie der Strahlführung. Eine analytische Behandlung zeigt, dass die Energiedispersion im Strahl minimal wird, wenn Eintrittsspalt, Gitter und Austrittsspalt auf dem Rowland-Kreis liegen. In der Praxis ist es schwierig alle Größen anzupassen, da sich die gesamte Geometrie der Strahlführung ändern muss.

Das Experiment wurde am Strahlrohr UE56-1 (SGM) des Forschungszentrums Jülich bei BESSY II durchgeführt. Durch ein sphärisches Gitter wird am Ort des Austrittsspalt eine Energiedispersion in der Vertikalen erzeugt. Für das Strahlrohr wurde eine Kalibration der Energiedispersion bereits vorgenommen. Somit lässt sich direkt für eine bestimmte Spaltbreite die zugehörige Energiedispersion ablesen. Die Experimente wurden mit einer Spaltbreite von $150\text{--}200\ \mu\text{m}$ vorgenommen, das entspricht einer Energiedispersion von $200\ \text{meV}$ über den gesamten Brennfleck. Die Größe des Brennflecks beträgt etwa $100\ \mu\text{m} \times 200\ \mu\text{m}$. Für ein typisches Gesichtsfeld von $20\ \mu\text{m}$ beträgt die Energiedispersion daher $50\ \text{meV}$.

Zwischen Monochromator und Refokussierspiegel befindet sich normalerweise ein Goldnetz, durch das ein Teil der Strahlung absorbiert wird. Gold hat im weichen Röntgenbereich keine starken Absorptionskanten, daher ist diese Absorption proportional zum Gesamtphotonenfluss. Während der Messzeit konnte der Gesamtphotonenfluss nicht bestimmt werden, da der elektrische Kontakt fehlerhaft war und keine Zeit blieb, um das Goldnetz zu reparieren.

Die unterschiedliche Helizität wird durch ein extrem genaues Positionieren der Undulatormagnete eingestellt. Kleinste Abweichen von der Optimalposition bedeuten schon unterschiedlich starke Intensität beider Helizitäten. Um herauszufinden wie gross die Asymmetrie ist, wurden die mittleren Intensitäten auf einem kleinen Bereich auf (unmagnetischem) Siliziumoxid bestimmt (vgl. Abbildung 4.9 auf Seite 41). Die Intensitäten stimmen exzellent überein, der Quotient der Intensität aus links und rechts zirkular polarisierter Strahlung beträgt 0.998 .

3.3 Das Photoelektronenemissionsmikroskop

Basis des Experiments bildet das Photoelektronenemissionsmikroskop (PEEM), mit dem es möglich ist, die Verteilung der Photoelektronen mit hoher Ortsauflösung zu bestimmen.

Das benutzte PEEM stammt von der Firma FOCUS und besteht aus drei elektrostatischen Linsen. Durch die Synchrotronstrahlung, die in einem Winkel von 20-30° relativ zur Oberfläche auf die Probe fällt, werden die Photoelektronen ins Vakuum angeregt. Deren örtliche Verteilung wird durch die elektrostatischen Linsen einige 1000fach vergrößert. Mikrokanalplatten verstärken das Elektronensignal, das anschließend mit einem YAG-Kristall in optische Lichtpulse gewandelt wird. Die Lichtpulse werden mit einer CCD-Kamera aufgenommen und stehen dann für digitale Weiterverarbeitung zur Verfügung. Der schematische Versuchsaufbau ist in Abbildung 3.3 dargestellt.

Der wichtigste Teil des PEEMs ist die Immersions- oder Objektivlinse (in Abbildung 3.3 ganz oben). Sie besteht aus drei Elektroden (Extraktor/ Focus/ Column). Diese erste Linse bestimmt das Auflösungsvermögen des PEEMs. In der ersten Brennebene befindet sich eine Aperturblende (Contrast Aperture). Es können Blenden unterschiedlicher Größen (1500 μm , 500 μm , 300 μm , 70 μm und 30 μm) ausgewählt werden, die neben der Schärfentiefe auch den Energiebereich der akzeptierten Photoelektronen bestimmt. In der ersten Brennebene werden Elektronen gleicher Energie an gleichen Orten fokussiert, wobei höhere Energien weiter außerhalb der optischen Achse liegen. Mit einer kleinen Blende können diese dann quasi herausgeschnitten werden. Abbildung 3.4 zeigt dies in einer Simulation [23]. Die Blende hat also die Funktion eines Tiefpasses. Dadurch wird aus dem gesamten Photoelektronenspektrum nur ein kleiner Teil ausgewählt (siehe Abbildung 2.4, Seite 11). Die Blendenplatte ist piezobetrieben und wird mit einer Art „Joystick“ feinfühlig positioniert.

Vor der ersten Bildebene befinden sich noch Elektroden für eine feine Ablenkung des Bildes (Stigmator/Deflector). Damit lässt sich ein Probenbereich ohne Änderung der Probenposition (Sample Stage) auswählen. Der Wirkungsbereich dieser elektrischen Deflektoren ist jedoch begrenzt. Im allgemeinen wird zur Auswahl die Probe versetzt, die ebenfalls mit einem „Joystick“ elektronisch positioniert werden kann. In den Deflektoren sind auch Stigmatoren integriert. Mit ihnen lässt sich der Astigmatismus der elektrostatischen Linsen korrigieren. Dies ist bei hochauflösenden Abbildungen unerlässlich. Da Elektronen und weiche Röntgenstrahlung sehr schnell in Luft absorbiert wird, befindet sich das ganze System unter Ultrahochvakuum bei einem Druck von etwa $1 \cdot 10^{-9}$ mbar.

3.3.1 Bild- und Kontrastentstehung

Mit elektrostatischen Linsen lässt sich die Photoelektronenverteilung einer durch elektromagnetische Strahlung angeregten Probenstelle abbilden und vergrößern

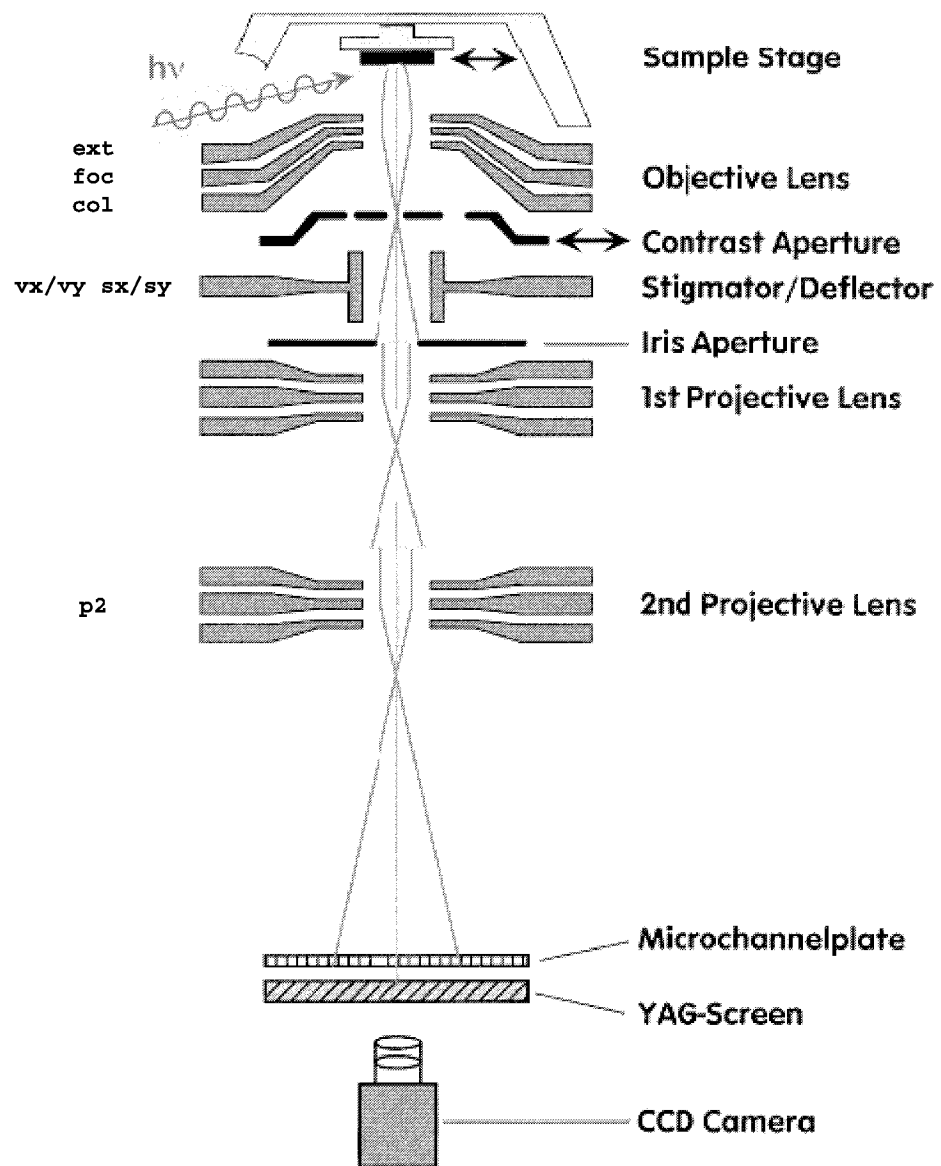


Abbildung 3.3: Schemazeichnung des FOCUS IS-PEEM. An der rechten Seite stehen die Erklärungen, an der linken Seite die Bezeichnungen, die im Steuergerät verwendet werden.

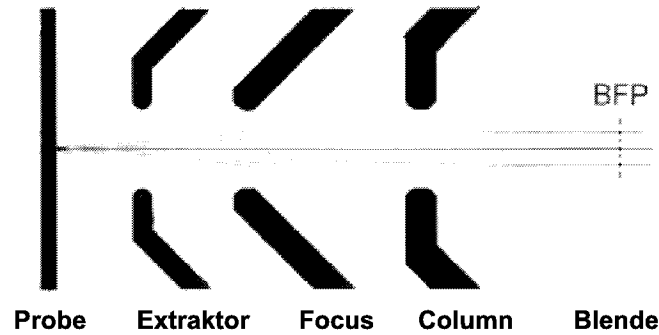


Abbildung 3.4: Funktionsweise des Tiefpasses: Elektronen unterschiedlicher Startenergie sammeln sich in unterschiedlichen Punkten in der Brennebene (BFP). Parameter der Elektronentrajektorien: $E_0 = 100 \text{ eV}$ $\alpha_0 = 0^\circ, \pm 20^\circ$ (aus [23]).

ähnlich wie in der Optik Linsen zur vergrößerten Abbildung von Gegenständen benutzt werden. In der Optik werden Lichtstrahlen durch unterschiedliche Brechungskoeffizienten mit klaren Trennflächen (Linsen) gebrochen, aber auch durch einen kontinuierlichen Gradienten, wodurch man abends noch die Sonne sehen kann, obwohl sie schon lange unter den Horizont verschwunden ist. Bei elektrostatischen Linsen treten anstelle der Lichtstrahlen die Elektronen und anstelle der optischen Brechungskoeffizienten das elektrische Potential.

In Abbildung 3.5 ist die erste elektrostatische Linse des PEEM dargestellt. Die Linse ist rotationssymmetrisch um die Mittelachse.

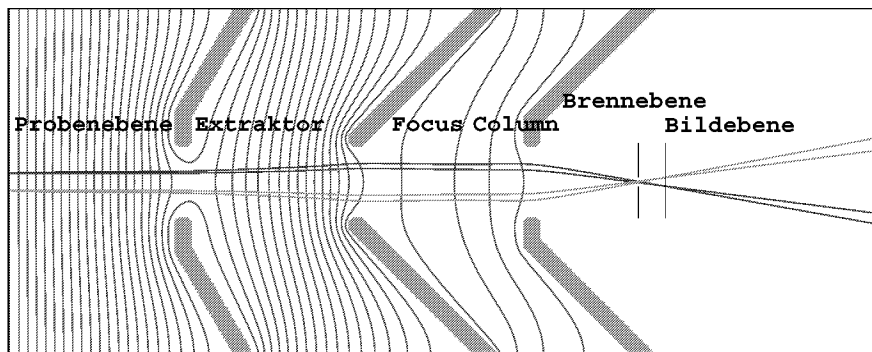


Abbildung 3.5: Immersionslinse des PEEM mit berechneten Elektronentrajektorien für zwei Punkte. Startparameter oben: Energie: 1 eV, Startwinkel: $0^\circ, +30^\circ$. Startparameter unten: Energie: 1 eV, Startwinkel: $0^\circ, -30^\circ$. Die Potentiale der einzelnen Linsen betragen: Extraktor: 15 kV, Focus: 2 kV, Column: 0,4 kV

In der Abbildung bestimmen die Probe und die ersten drei Elektroden (Extrak-

tor/ Focus/ Column) das elektrische Feld und damit die Abbildungseigenschaften der Linse. Zusätzlich zu den Potenziallinien sind Elektronentrajektorien von unterschiedlichen Startpunkten und Startwinkeln eingezeichnet, die auf der rechten Seite der Abbildung ein reelles Bild geben. Mit nachfolgenden Linsen wird das erste Bild dann weiter vergrößert und letztendlich auf einen Schirm abgebildet. Die Abbildung wurde mit dem Programm SIMION 3D erstellt [24].

Der elektrostatischen Linse entspricht im Optischen eine Sammellinse mit einem Immersionstropfen zwischen Probe und Linse, daher spricht man auch in der Elektronenoptik bei diesem Typ Linse von einer Immersionslinse.

Neben der Vergrößerung der Photoelektronenverteilung bestimmt auch die Intensität das endgültige Bild. Es entsteht ein Kontrast durch unterschiedliche Elektronenintensitäten, die von verschiedenen Orten der Probe emittiert werden. Die verschiedenen Kontrastarten, die beim Betrieb mit Röntgenstrahlung auftreten, werden hier dargestellt.

Austrittsarbeitskontrast

Eine laterale Variation in der Austrittsarbeit bewirkt eine unterschiedliche Photointensität. Dabei ist die Energiebandbreite in der Austrittsarbeit, die etwa 2 eV beträgt, viel geringer als die Energiebandbreite des Sekundärelektronenspektrums (siehe Abbildung 2.4 auf Seite 11). Der Kontrast ist daher nicht sehr stark ausgeprägt.

Topographiekontrast

Die Topographie der Probenoberfläche spiegelt sich in der Intensität wider. So führen die Höhenunterschiede zu Verzerrungen des Potentials in Probennähe und damit zu einer Veränderung der Elektronentrajektorien [25]. Außerdem kommt es durch die Beleuchtung aus einem Winkel von 20 - 30° zur Oberfläche zu einem dreidimensionalen Effekt mit stärkerer „Beleuchtung“ auf der dem Licht zugewandten Seite und Schattenwurf auf der abgewandten Seite. Größere Höhenunterschiede im Mikrometerbereich führen zusätzlich zu einer Verzerrung des Bildes, so dass Struktur- und Bildgröße nicht mehr proportional sind [26]. Der Topographiekontrast eignet sich sehr gut um das Bild auf Kratzern oder Defekten scharfzustellen.

chemischer Kontrast

Bei Verwendung von Röntgenstrahlung sind elementspezifische Untersuchungen durch die Wahl der Photonenenergie möglich. In der Nähe von Absorptionskanten ist der Wirkungsquerschnitt stark abhängig von der Photonenergie. Damit lässt sich die laterale chemische Zusammensetzung der Probe untersuchen.

magnetischer Kontrast

Wie in Kapitel 2.4 erläutert, ist bei Ausnutzung des magnetischen Zirkulardichroismus die Intensität der emittierten Photoelektronen abhängig von der Magnetisierung und der Helizität der Röntgenstrahlung. Orte unterschiedlicher Magnetisierung zeigen deshalb unterschiedlich starke Photoemissionsintensität. Im Bild ist der Unterschied als Kontrast zu erkennen. Vom chemischen Kontrast lässt sich der magnetische Kontrast trennen, wenn man die Differenz der Aufnahmen von links und rechts zirkular polarisierter Strahlung bildet.

Die folgende Abbildung 3.6 zeigt ein Bild von 3 μm breiten Palladiumstreifen auf Siliziumoxid aufgenommen bei einer Energie von 765 eV. Die Energie entspricht keiner resonanten Anregung. Wie am Linienscan zu erkennen ist, fällt das Licht von links auf die Probe. Die Distanz zwischen den Streifen beträgt ebenfalls 3 μm . Im Linienscan ist zu sehen, dass Streifen und Gräben nicht gleich breit sind [25]. Der scharfe Kantenhub, der auf der rechten Seite der Struktur auftritt, ist nicht durch die Auflösung bedingt. Bei Laseranregung, bei der das Auflösungsvermögen des PEEM wesentlich höher ist, wurde an der gleichen Struktur der gleiche Kantenhub gemessen [27].

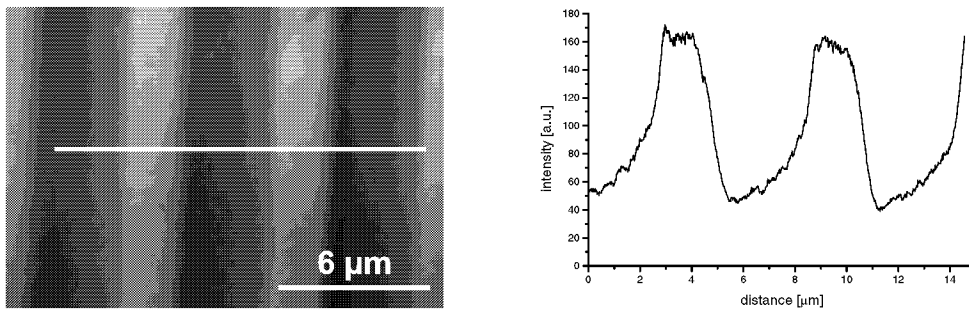


Abbildung 3.6: Palladiumstreifen auf Siliziumoxid. Die Breite der Streifen und der Abstand dazwischen beträgt 3 μm . a) Bild mit Beleuchtung von links b) Linienscan entlang der angedeuteten Linie

3.3.2 Auflösungsvermögen

Die Auflösung des PEEMs ist durch die Abbildungsfehler der Immersionslinse (Extraktor/ Focus/ Column) bestimmt, weil die Elektronen mit unterschiedlichen Austrittswinkeln und Startenergien die Linse passieren müssen.

Nach Recknagel et al. [28, 29] haben das Feld zwischen Probe und Extraktor und die Energiebandbreite der Elektronen den größten Einfluss auf das Auflösungsvermögen. In einer einfachen Faustformel bestimmt man die minimal auflösbare Strukturbreite zu

$$\delta_B \approx \sqrt{2} \frac{\Delta E}{e F}. \quad (3.2)$$

F ist die Feldstärke zwischen Probe und Extraktor, ΔE die Energiebandbreite der Elektronen und e die Elementarladung.

Es sollte daher eine möglichst große Extraktorspannung gewählt werden. Vom Steuergerät her ist sie auf 15 kV beschränkt, die aber im Dauerbetrieb nicht erreicht wurden, da es gelegentlich zu elektrischen Überschlügen kam. Bei üblichen Experimentbedingungen (Extraktorspannung 12 kV, Abstand Probe-Extraktor 2 mm, Energiebandbreite 2 eV) ergibt sich damit ein Auflösungsvermögen von 500 μm . Eine die Energieverteilung begrenzende Aperturblende muss also unbedingt verwendet werden.

Gleichung 3.2 gibt nur eine obere Schranke für die Summe aller Abbildungsfehler der Immersionslinse an. Im allgemeinen unterscheidet man bei elektrostatischen wie bei optischen Linsen Abbildungsfehler durch chromatische und sphärische Aberration [30].

Chromatische Aberration

Mit chromatischer Aberration bezeichnet man die Abbildungsfehler, die dadurch entstehen, dass Elektronen unterschiedlicher Startenergie in unterschiedlichen Punkten fokussiert werden. Für die Größe des Bildpunktes gilt:

$$\delta_c = C_c \alpha_0 \Delta E \sqrt{\frac{\Delta E}{(\Delta E + eU_{\text{Extraktor}})^3}} \quad (3.3)$$

Der Faktor C_c ist abhängig von der Form der Linse und für diese spezifisch. Er wird meist aus Simulationen (z. B. mit [24]) gewonnen.

Die Energiebandbreite ist beim Betrieb mit Synchrotronstrahlung sehr groß, typischerweise etwa 2 eV [23]. Es zeigt sich, dass die chromatische Aberration dominierend ist und alle anderen Linsenfehler dagegen zu vernachlässigen sind. Die Blende muss also mit Bezug auf die Intensität und Qualität der Aufnahme minimal gewählt werden.

Sphärische Aberration

Wie in der Optik werden Elektronen mit größerem Abstand zur Symmetrieachse stärker gebrochen als achsnahe Elektronen. Damit verringert sich auch die Auflösung. Außerdem werden Elektronen mit kleinen Winkel zur Achse anders fokussiert. Das führt zu einer Kontrastminderung des Bildes und wird alles unter sphärischen Aberrationen zusammengefasst:

$$\delta_s = C_s \alpha_0^3 \left(\frac{\Delta E}{\Delta E + eU_{\text{Extraktor}}} \right)^{\frac{3}{2}} \quad (3.4)$$

α_0 ist dabei der Winkel zur Symmetrieachse, die das Pendant zur optischen Achse bei optischen Systemen ist; C_s bezeichnet einen linsensystemabhängigen Koeffizienten.

Bei kleinen Aperturblenden muss weiterhin noch die Beugung der Elektronen an der Blende selbst berücksichtigt werden. Der daraus resultierende Fehler berechnet sich wie folgt:

$$\delta_d = \frac{0.61\lambda}{\alpha_0} \sqrt{1 + \frac{eU_{\text{Extraktor}}}{\Delta E}} \quad (3.5)$$

λ_e ist die de Broglie-Wellenlänge des Elektrons.

Das Gesamtauflösungsvermögen berechnet sich in erster Näherung nach [31] aus der Summe aller Beträge:

$$\delta_{\text{tot}} = \sqrt{\delta_c^2 + \delta_s^2 + \delta_d^2} \quad (3.6)$$

Die Auflösung im Experiment bestimmen damit im wesentlichen zwei einstellbare Parameter. Zum einen die Höhe der Spannung der Extraktorelektrode, die die Feldstärke zwischen Probe und Linse festlegt und zum anderen die Größe und Position der Aperturblende, mit der Intensität und Energiebandbreite und bei den kleinen Blenden (70 μm und 30 μm) auch noch die Emissionswinkel der Photoelektronen gewählt werden.

Die maximale Extraktorspannung wird durch die Oberfläche der Probe bestimmt, da kleinste Rauigkeiten schon zum elektrischen Durchschlag führen können. Die mit dem PEEM maximal mögliche Spannung von 15 kV konnte daher im Dauerbetrieb nicht erreicht werden. Die Messungen wurden mit Extraktorspannungen von 11-12,5 kV vorgenommen. Es wurde jeweils die maximale Spannung gewählt, die ein langfristiges Arbeiten ermöglichte. Eine Extraktorspannung von 12,5 kV entspricht einer Feldstärke von etwa 5,7 kV mm^{-1} .

Als zweites muss die Blende gewählt werden. Bei großen Blenden ist die Transmission wesentlich größer, die Schärfentiefe andererseits aber kleiner. Kleine Blenden (70 μm und 30 μm) lassen sich demnach nur bei hohen Intensitäten verwenden, die aber fast immer vorhanden waren. Der Nachteil von kleinen Blenden ist aber die notwendige sehr genaue Positionierung. Schon kleine Abweichungen von der optimalen Position führen zu einer Verzerrung der Abbildung. Wenn die Blende nicht symmetrisch zur Symmetrieachse des elektrischen Linsensystems gesetzt wird, werden bestimmte Startwinkel der Photoelektronen bevorzugt [27]. Der Effekt kommt nur bei kleinen Blenden zum Tragen, weil dort nur noch ein sehr kleines Energieintervall die Blende passieren kann.

Mit Photoelektronenemissionsmikroskopen können, wenn sie mit Energiefiltern ausgestattet sind, Auflösungen um 20 nm erreicht werden [32]. Rechnungen zeigen, dass bei zusätzlicher Verwendung spezieller Linsen zur Korrektur der sphärischen Aberrationen eine Auflösung von 2 nm erreicht werden kann [33].

Mit dem bei den Messungen verwendeten PEEM wurde bei Schwellenanregung mit einem 6 eV-Lasersystem eine Auflösung von 30 nm erreicht. Bei Laseranregung mit Photonenenergien nur etwas größer als die Austrittsarbeit (Schwellen-Photoemission) ist die Energiebandbreite sehr gering und damit sowohl die chromatische als auch die sphärische Aberration minimal. Abbildung 3.7 zeigt ein

Bild von CoPt-Strukturen auf Siliziumoxid. Die einzelnen hellen Punkte sind $200\text{ nm} \times 200\text{ nm}$ gross, die Höhe der Strukturen beträgt 100 nm . Der Abstand zwischen den Strukturen beträgt 100 nm . Auf der rechten Seite sieht man einen Linienscan. Der Linienscan beschreibt in diesem Fall eine Faltung zwischen Topographie und bevorzugter lateraler Photoemission.

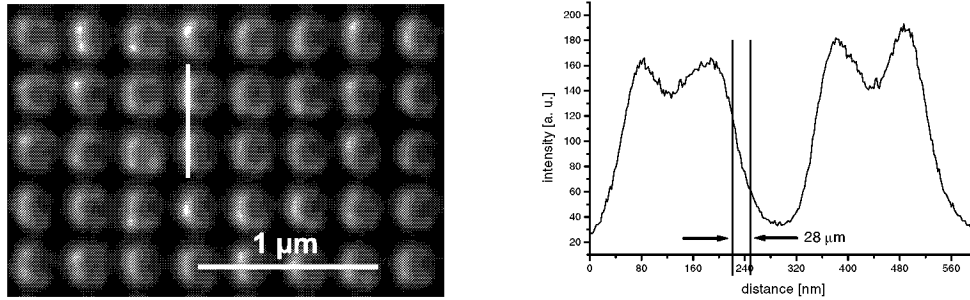


Abbildung 3.7: Auflösung des PEEM a) Aufnahme der CoPt-Nanostruktur mit $2 \times 3\text{ eV}$ Photonenergie über Zwei-Photonen-Photoemission. ($\Delta E \approx 1\text{ eV}$, Extraktorspannung 14 kV , Blende $30\text{ }\mu\text{m}$) b) Linienscan entlang der im linken Bild eingezeichneten Linie

Kapitel 4

Ergebnisse und Diskussion

4.1 Magnetische Domänenbildung von Nickel-Eisen-Mikrostrukturen

Magnetische Sensoren werden für viele Anwendungen benutzt. Mit ihnen lassen sich von mechanisch bewegten Teilen Drehzahl, Position, Drehwinkel und vieles mehr bestimmen. Sie sind überall dort anwendbar, wo das Magnetfeld als Informationsträger dienen kann. Durch Entdeckung des GMR-Effekts [34] (GMR = giant magneto resistance) sind die Anwendungen erheblich erweitert worden. Die Hauptanwendung liegt derzeit in Festplattenleseköpfen. Etwa fünfzehn Jahre nach der Entdeckung befindet sich ein GMR-Sensor in jeder modernen Festplatte. Der Markt ist also riesig.

In der folgenden Abbildung 4.1 ist ein schematischer GMR-Sensor zu sehen, der zur Detektion von magnetischen Streufeldern benutzt wird.

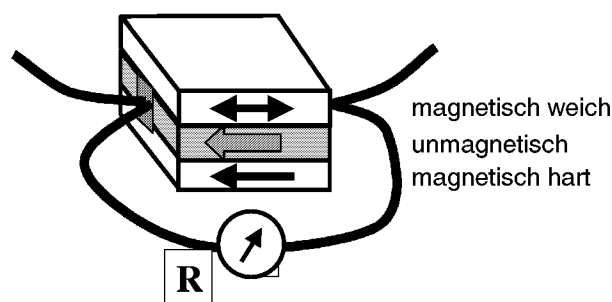


Abbildung 4.1: Schematischer Aufbau eines GMR-Sensors bestehend aus drei Schichten. Oben eine ferromagnetisch weiche Schicht, die sich dem äußeren Streufeld anpasst. In der Mitte sieht man eine unmagnetische metallische Schicht, unten eine ferromagnetisch harte Schicht.

In den GMR-Sensoren wird die relative Orientierung von hartmagnetischer und weichmagnetischer Schicht gemessen. Diese, als „Spin-Ventile“ (= spin valves) bezeichneten Systeme, nutzen den spinabhängigen Elektronentransport aus, der sich als Änderung im Widerstand bei unterschiedlichen Orientierungen der magnetischen Schichten niederschlägt. Im Beispiel von Abbildung 4.1 ist die untere magnetische Schicht fixiert, zum Beispiel auf Grund einer starken magnetischen Anisotropie, die obere Schicht passt sich dem Streufeld an.

Für Anwendungen müssen derartige Schichtsysteme mikrostrukturiert werden. Die obere weichmagnetische Schicht zerfällt dann leicht in Domänen, da die Beiträge zur Gesamtenergie durch die Streufeldenergie und Formanisotropie bei kleinen Strukturen größer werden. Der Zerfall in Domänen ist natürlich unerwünscht, da sich dadurch die Widerstandsänderung stark verringern kann. Im folgenden Kapitel werden die magnetischen Domänen mikrostrukturierter NiFe-Schichten abgebildet und das Verhalten bei angelegten äußeren Feldern untersucht. NiFe ist ein typisches weichmagnetisches Material.

4.1.1 Chemische Zusammensetzung und Morphologie

Die verwendeten Proben besteht aus einer 20 nm dicken NiFe-Schicht auf einem oxidierten Siliziumwafer, die mit optischer Lithographie strukturiert wurde (Abbildung 4.2). Die Probe wurde von S. Stein aus der Arbeitsgruppe von H. Kohlstedt vom Institut für Elektrokeramische Materialien des Instituts für Festkörperforschung zur Verfügung gestellt. Es wurden auf der Probe zwei unterschiedliche große Quadrate mit 20 μm und 60 μm Kantenlänge untersucht. Die Oberfläche der NiFe-Strukturen ist durch eine natürliche Oxidschicht passiviert.

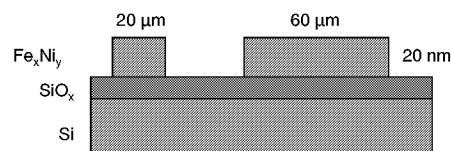


Abbildung 4.2: Schematischer Aufbau der NiFe-Strukturen.

Chemische Zusammensetzung

Zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung sind ortsintegrierte XAS-Messungen (XAS = x-ray absorption spectroscopy) für die L-Kanten von Nickel und Eisen vorgenommen worden. Aus den L_3 - oder L_2 -Kantenhöhen der beiden Elemente kann das Verhältnis der atomaren Fe/Ni-Konzentration bestimmt werden.

Als Maß für die Absorption wurde der Elektronenstrom gemessen, der von der Erde zur Probe bei Strahlungseinfall fließt. Die Größe des Stromes entspricht der Gesamtzahl der emittierten Elektronen pro Sekunde. Der Strom betrug bei einer Energieposition von $h\nu = 700$ eV, also abseits der Eisen und Nickel Absorptionskanten, etwa ein Nanoampere. Gemessen wurde der Strom mit einem Keithley-Elektrometer.

In der folgenden Abbildung 4.3 sind zwei XAS-Messungen an den NiFe-Strukturen über die Eisen- und Nickelkanten jeweils für linear polarisierte Strahlung dargestellt.

Normalerweise wird die energieabhängige Transmission des Strahlrohrs berücksichtigt, in dem man die Absorption an einem Goldnetz parallel zur XAS-Messung mitmisst. Während der Strahlzeit war der Kontakt zum Goldnetz jedoch fehlerhaft und konnte nicht repariert werden. Stattdessen wurden beide Spektren auf den energieabhängigen Gesamtphotonenfluß des Strahlrohrs normiert. Für das XAS-Spektrum von Eisen ist diese Normierung gut, wie man in Abbildung 4.3 oben sieht. Das XAS-Spektrum von Nickel lässt sich im Bereich zwischen der L_3 - und L_2 -Absorptionskante nicht ganz so gut rekonstruieren. Das Verhältnis lässt sich daher am besten näherungsweise aus der Größe der Kantenhuben an den $L_{3,2}$ -Absorptionskanten bestimmen. Für Eisen bestimmt man an der L_3 -Kante einen Kantenhub von 3,20 Einheiten, an der L_2 -Kante einen Kantenhub von 0,980 Einheiten. Für Nickel entnimmt man an der L_3 -Kante ein Hub von 0,943 Einheiten, an der L_2 -Kante von 0,265 Einheiten.

Die Größe des Kantenhubes muss noch auf die Anzahl der freien Endzustände, also die Anzahl der Löcher in der 3d-Schale, normiert werden. Als Näherungswerte kann man die Volumenwerte von fcc-Ni ($n_H^{Ni} = 1,4$) und bcc-Fe ($n_H^{Fe} = 3,39$) benutzen (aus [35]).

Zu berücksichtigen ist außerdem noch, dass die Wirkungsquerschnitte bei Wechselwirkung mit Synchrotronstrahlung für Nickel und Eisen nicht gleich sind, da das Übergangsmatrixelement entsprechend „Fermis Goldener Regel“ auf Seite 10 unterschiedlich ist für die beiden Elemente. Ein Maß für die Stärke der Wechselwirkung bekommt man, wenn man die Wirkungsquerschnitte für die Übergänge vom 3d-Niveau ins Vakuum vergleicht. Für 800 eV beträgt der Wirkungsquerschnitt für Eisen 0,02084 Mb/Atom, für Nickel 0,04608 Mb/Atom (aus [36]). Für einen Bereich von mehr als 200 eV um 800 eV verändert sich der Quotient dieser beiden Werte kaum.

Insgesamt berechnet man dann aus dem Kantenhub an der L_3 -Kante und als Vergleich aus dem Kantenhub an der L_2 -Kante ein atomares Verhältnis in der Eisen-Nickel-Legierung von $Ni_{24\pm1}Fe_{76\mp1}$. Die Berücksichtigung der unterschiedlichen Wirkungsquerschnitte macht dabei einen Unterschied von etwa 20 % im Nickelgehalt.

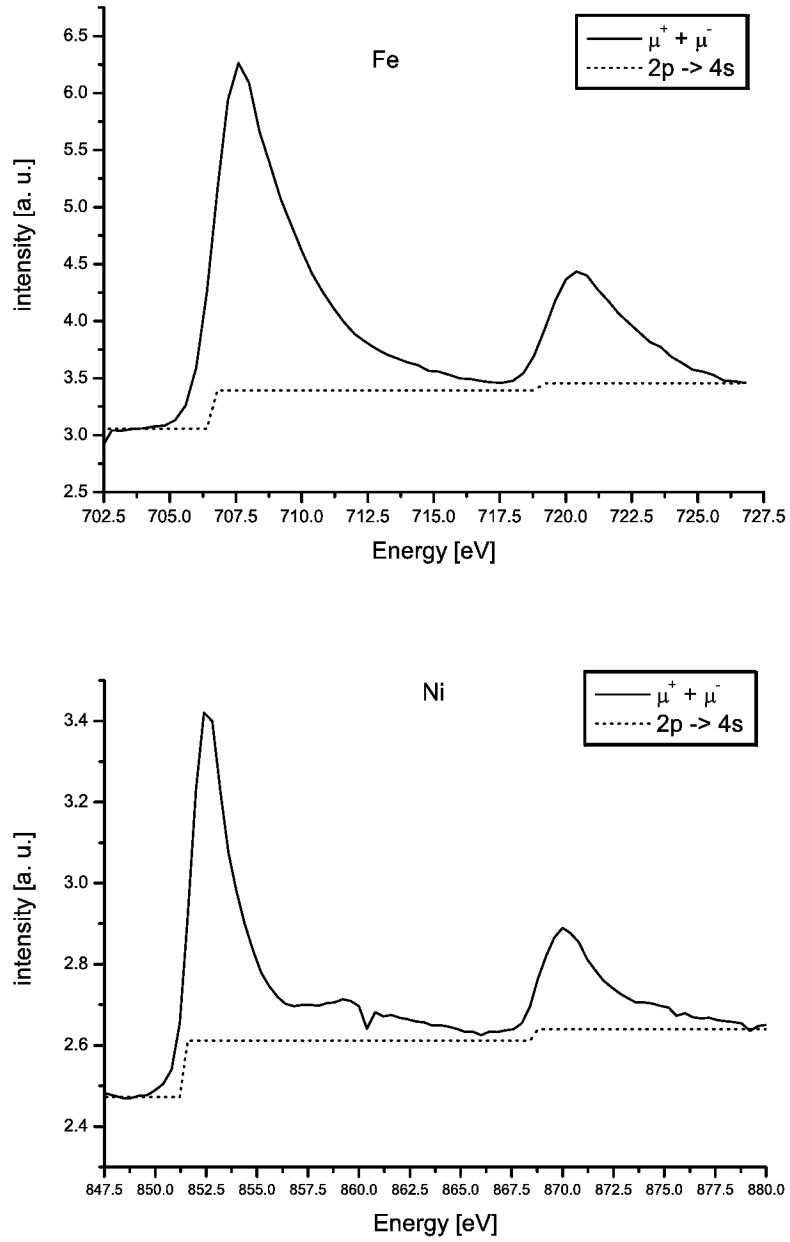


Abbildung 4.3: XAS-Messungen an NiFe-Strukturen mit linear polarisierter Strahlung
oben: XAS über Eisen L_3 - und L_2 -Kante. unten: XAS über Nickel L_3 - und L_2 -Kante.

Morphologie

In der folgenden Abbildung 4.4 sind zwei quadratische NiFe-Strukturen unterschiedlicher Seitenlänge zu sehen. Die beiden Bilder zeigen die Summenintensitäten aus links und rechts zirkular polarisierter Strahlung. Die Bilder sind bei einer Photonenenergie von 720,4 eV (Eisen L_3 -Kante) aufgenommen. Das obere Bild zeigt ein Quadrat mit 60 μm Kantenlänge. Im unteren Bild ist ein Quadrat mit 20 μm Kantenlänge zu sehen. Die Aufnahmen der NiFe-Strukturen für die Eisen L_3 -Kanten befinden sich im Anhang (A.1 auf Seite 70). In den Summenbildern ist keine Information über den Magnetismus vorhanden.

Die Aufnahmen wurden bei einer Extraktorspannung von 12,5 kV aufgenommen. Die Aperturblendengröße betrug 70 μm . Für die nächstkleinere Blende von 30 μm konnte keine Verbesserung der Bildqualität erzielt werden. Die Strahlung fällt von links parallel zu den Bildkanten unter einem Winkel von 20-30° relativ zur Probenoberfläche auf die Probe. Die Belichtungszeit betrug bei der oberen Aufnahme 7 s, bei der unteren Aufnahme 10 s.

Die beiden Mikrostrukturen heben sich durch die resonante Anregung deutlich vom Untergrund (SiO_x) ab. In der Mitte ist im oberen Bild ein heller Fleck, ein so genannter „Hot-Spot“ erkennbar. Der Hot-Spot bildet sich aus dem Teil der hochenergetischen Elektronen, deren Energie so hoch ist, dass sie nur eine geringe Ablenkung durch die Linsen erfahren. Im unteren Teil konnte der Hot-Spot durch die Irisblende und die Deflektoren (vergleiche Abbildung 3.3 auf Seite 22) herausgeschnitten werden.

Auf beiden Strukturen sind einige Defekte zu sehen, bei denen die Photoemissionsintensität deutlich geringer ist. Anhand der Defekte lässt sich die Geräteauflösung sehr gut demonstrieren. In der folgenden Abbildung ist ein Linienscan über einen Defekt dargestellt. Der Linienscan gibt die Intensität als Funktion der lateralen Ausdehnung, also eine Faltung aus Topographie, chemischem Kontrast und der Auflösung wieder. Die Stelle des Defektes ist in Abbildung 4.5 markiert. Die Auflösung wird anhand der Flankenbreite eines scharfen Intensitätsabfalls am Rand des Defekts quantifiziert. Da die Auflösung die minimale Flankenbreite bestimmt, gibt dieser Wert eine obere Schranke für die Auflösung. Für die Auflösung wird die laterale Distanz angegeben, auf dem die Intensität zu 80% zwischen zwei homogenen Bereichen abfällt. Die Auflösung wird zu 0.2 μm bestimmt.

In Abbildung 4.4 oben ist auf der 60 μm -Struktur ganz schwach ein Wellenmuster in der Intensität zu erkennen. Zur Verdeutlichung wurde senkrecht zu den Wellenfronten eine Linie gelegt. In Abbildung 4.6 ist der dazugehörige Linienscan zu sehen. Die beobachtete Intensitätsmodulation ist nicht eine Eigenschaft der Probenmorphologie. Bei leichter Verschiebung der Probenposition bleibt das beobachtete Wellenmuster fest. Die Modulation ist also vielmehr dem Strahlprofil am Ort der Probe zuzuordnen. Das Wellenmuster wurde auch an anderen Strahlrohren beobachtet [37]. Die genaue Ursache ist noch unklar. Man vermutet, dass

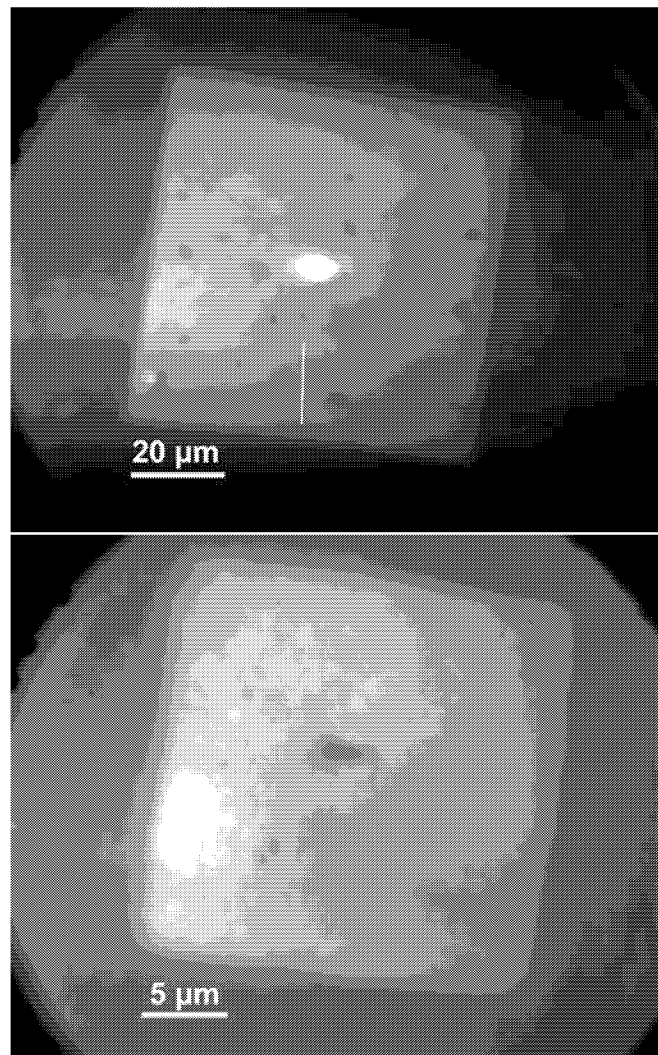


Abbildung 4.4: PEEM-Abbildungen von zwei NiFe-Strukturen. Gezeigt ist die Summe aus Einzelbildern, die mit links und rechts zirkular polarisierter Strahlung bei einer Photonenenergie von 720,4 eV (Eisen L_2 -Kante) aufgenommen wurden. oben: 60 μm NiFe-Struktur. unten: 20 μm NiFe-Struktur. Die Intensitätsverteilung entlang der im oberen Bild eingezeichneten Linie ist in Abbildung 4.6 dargestellt.

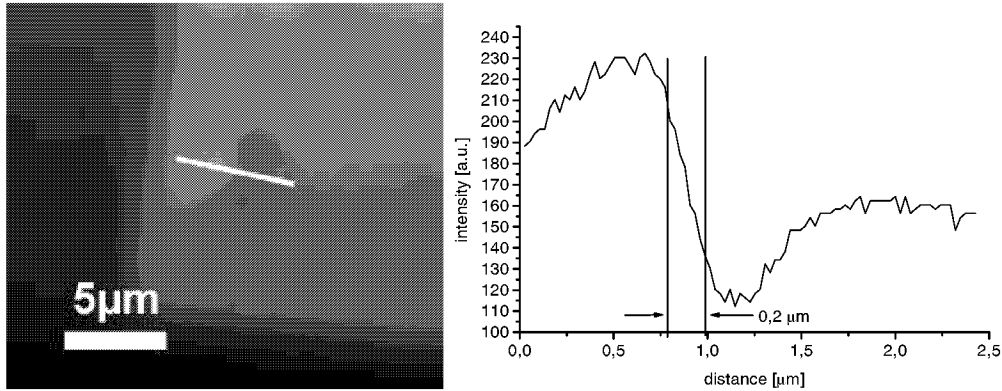


Abbildung 4.5: Linien-scan über einen Defekt zur Demonstration der Auflösung. a) vergrößerter Ausschnitt aus Abbildung A.1 mit Markierung. b) Linien-scan mit Auflösung.

die Rauigkeit des Refokussierspiegels für diesen Effekt verantwortlich ist. Der Effekt tritt dann auf, wenn der Lichteinfall nahezu parallel ist. Dies ist für den horizontalen Fokus erfüllt. Derartige Wellenmuster wurden beispielsweise an anderen Strahlrohren mit stärkerer horizontaler Fokussierung nicht beobachtet. Bei den einzelnen Bildern fällt das Wellenmuster kaum ins Gewicht, da die Unterschiede von den Minima zu den Maxima der Bildhelligkeit sehr klein sind. Wenn jedoch zur Untersuchung des Magnetismus Differenzen von Bildern ausgewertet werden müssen, stört das Wellenmuster sehr. Das ist im nächsten Abschnitt zu erkennen, in der es um die Abbildung von Domänen geht.

4.1.2 Magnetische Domänenabbildung

Um den magnetischen Effekt herauszuarbeiten, bildet man die Differenz in der Intensität von links und rechts zirkular polarisierter Strahlung für jeden Bildpunkt. Damit lassen sich die in Kapitel 3.3.1 beschriebenen Kontrastmechanismen abtrennen. Negative Werte entsprechen in den Differenzbildern dunklen Bereichen, kein oder ein sehr kleiner Unterschied grauen Bereichen und eine positive Differenz hellen Bereichen. Wenn im Bild große Intensitätsunterschiede zu sehen sind, die auf das Strahlprofil des Undulators zurückgeführt werden können, muss eine Normierung auf die Intensitätssumme der beiden Helizitäten erfolgen. In den Messungen ist der Bildausschnitt immer genügend klein, so dass die Normierung auf die Summe nicht notwendig ist.

Entsprechend Kapitel 2.4 lässt sich der Intensität die Magnetisierungskomponente in Richtung des Strahlungseinfalls zuordnen. Eine maximale positive Komponente entspricht damit einem schwarzen Bereich, eine maximale negative Kom-

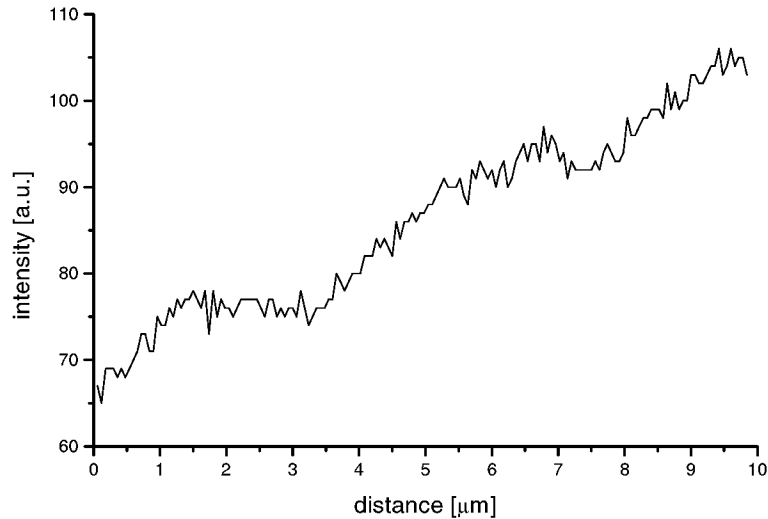


Abbildung 4.6: Intensitätsverteilung der emittierten Sekundärelektronen entlang der in Abbildung 4.4 gezeigten Linie.

ponente einem weißen Bereich, ein mittleres grau einer senkrechten Magnetisierung oder gar keiner Komponente entlang des Strahlungseinfalls. Die Skalierung erfolgt mit dem Kosinus des eingeschlossenen Winkels zwischen Magnetisierung und Strahlungseinfall.

Abschlussdomänen in 20 μm -Struktur

In der folgenden Abbildung 4.7 sieht man die Differenz der Aufnahmen bei einer Photonenenergie von 707,4 eV (Eisen L_3 -Kante) und bei einer Photonenenergie von 720,4 eV (Eisen L_2 -Kante) für die 20 μm -Struktur. Die Rohdaten zur Photonenenergie 707,4 eV befinden sich im Anhang (Abbildung A.2 auf Seite 71). Beim Vergleich beider Bilder ist erkennbar, wie sich der Kontrast umkehrt. Dies ist typisch für magnetischen Dichroismus (siehe Kapitel 2.4).

Im Differenzbild bei einer Photonenenergie von 720,4 eV (Eisen L_2 -Kante) ist das Wellenmuster sehr gut zu sehen. Die Ursache liegt vermutlich in der Differenzbildung selbst. Der Dichroismus ist ein schwacher Effekt, der hier nur etwa ein Achtel der Gesamtintensität bei einer Photonenenergie von 707,4 eV (Eisen L_3 -Kante) ausmacht. Auf diesen kleinen Bereich werden alle Graustufen gelegt. Kleine - eventuell in der Messtoleranz liegende Differenzen - führen dann schon zu einem sichtbaren Unterschied. Nun sind links und rechts zirkular polarisierte Strahlung in der Intensität nahezu identisch, in der Messung aber fehlerbehaftet.

tet. Die Differenz ist damit auch fehlerbehaftet, wobei der relative Fehler sehr groß werden kann. Das Wellenmuster bildet sich deshalb wiederum ab. Der Dichroismus ist an der L_2 -Kante nur etwa halb so groß, damit sollte sich dort das Wellenmuster besonders deutlich abbilden. Das ist auch der Fall, wie in Abbildung 4.7 unten zu sehen ist.

Erkennbar ist eine Aufteilung in nur drei unterschiedliche Graustufen (schwarz, weiß, grau). Aus mikromagnetischen Rechnungen ist bekannt, dass bei dieser Strukturgröße und Schichtdicke Formanisotropie und Streufeldminimierung die dominanten Beiträge zur Magnetisierung entsprechend Gleichung 2.4 sind [3]. Die Formanisotropie bevorzugt eine Magnetisierung parallel zu den Seiten des Quadrats. Das Streufeld wird minimal, wenn die grauen Bereiche zu einem geschlossenen Fluss ergänzt werden. In Abbildung 4.8 sind die daraus folgenden Magnetisierungsrichtungen eingezeichnet. Wie man sieht, sind die Domänen so angeordnet, dass der magnetische Fluss weitgehend in der Struktur eingeschlossen ist. Eine genaue Zuordnung der Magnetisierung ist jedoch nur möglich, wenn zwei verschiedene Einfallsrichtungen in Bezug auf die Magnetisierung gemessen werden.

In der Abbildung ist zu erkennen, dass die schwarze und weiße Domäne etwas mehr Platz im Quadrat beanspruchen, als die beiden grauen Domänen. Das ist vermutlich auf den Sputterprozeß zurückzuführen. Es ist bekannt, dass selbst kleine Magnetfelder während des Sputterprozesses trotz der extrem kleinen Körner des aufgetragenen Materials zu einer Anisotropie führen. Im Domänenbild ergibt sich dadurch eine leichte Vergrößerung der Domänen mit entsprechenden magnetischen Vorzugsrichtungen.

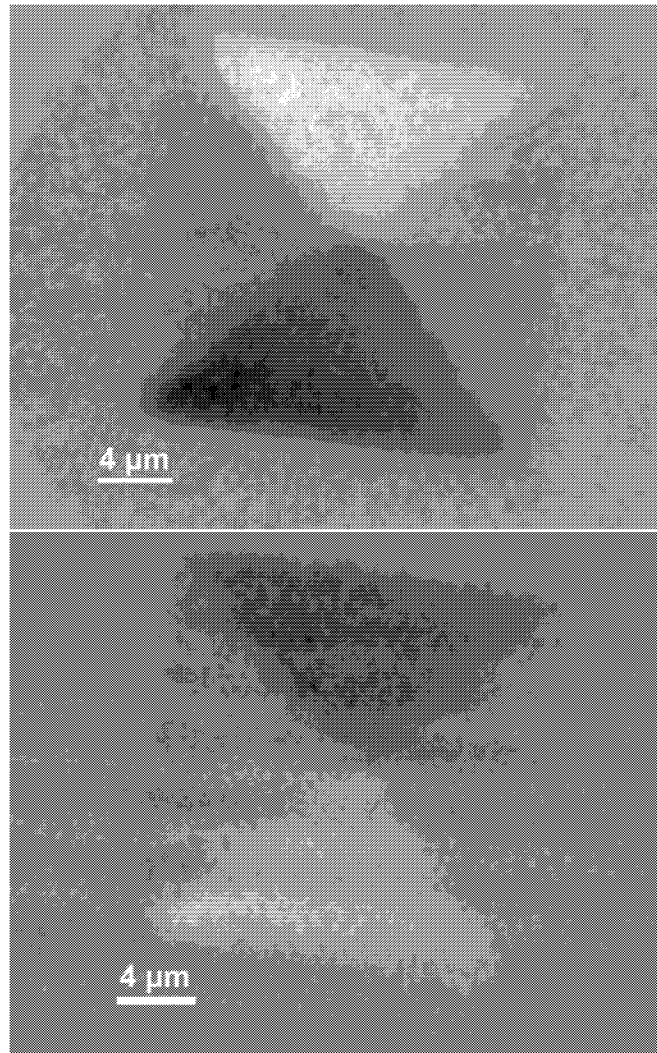


Abbildung 4.7: Differenzbilder der 20 μm -Struktur. oben: Differenz für eine Photonenenergie von 707,4 eV (Eisen L_3 -Kante). unten: Differenz für eine Photonenenergie von 720,4 eV (Eisen L_2 -Kante).

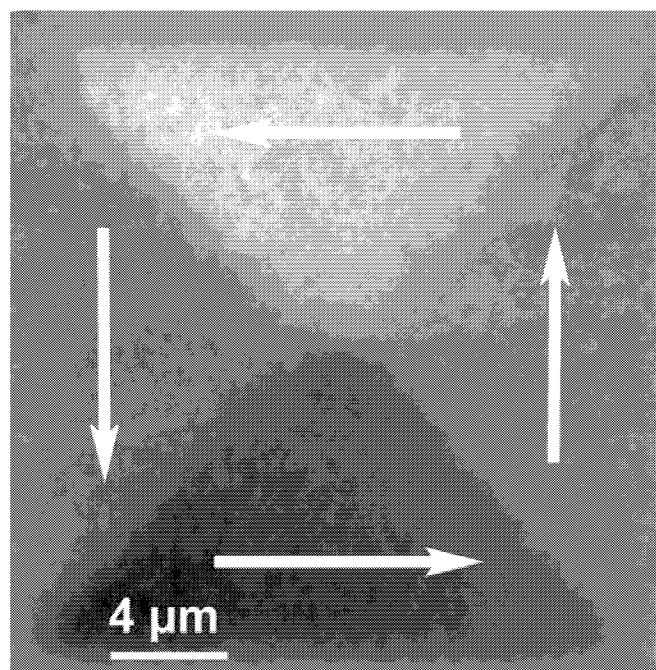


Abbildung 4.8: 20 μm -Struktur: Zu einem geschlossenen Fluss ergänzte Magnetisierungsrichtungen. Erkennbar ist außerdem, dass die grauen Domänen etwas kleiner sind als die schwarze und die weiße Domäne.

Domänenstruktur des 60 μm -Quadrats

Die folgende Abbildung 4.9 zeigt die Differenz der Aufnahmen von links und rechts zirkular polarisierter Strahlung bei einer Photonenenergie von 707,4 eV (Eisen L_3 -Kante), sowie bei einer Photonenenergie von 720,4 eV (Eisen L_2 -Kante) des 60 μm -Quadrats. Das Wellenmuster zeichnet sich hier sehr deutlich ab, besonders an der L_2 -Kante. Dies erschwert leider die Identifikation der magnetischen Domänen.

Die Abbildung zeigt mehrere Domänen, die durch relativ geradlinige Wände voneinander getrennt sind. Wie auch bei der 20 μm -Struktur haben Formanisotropie und Minimierung des Streufeldes den größten Einfluss auf die Magnetisierung. Die einzelnen Grauwerte quantifizieren die Magnetisierungskomponente in Richtung des Strahlungseinfalls. Das Wellenmuster ist sehr störend, so dass eine genaue Zuordnung nicht möglich ist. An der oberen Kante des Quadrates ist es wahrscheinlich, dass die Magnetisierung auf Grund der Formanisotropie parallel zur Strukturkante ist, jedoch kontinuierlich zur unteren rechten Ecke der Struktur hin variiert, mit einer immer größer werdenden senkrechten Komponente. An der Unterseite kann man ebenso eine Magnetisierung parallel zur Strukturkante vermuten, mit entgegengesetzter Magnetisierung. Auch hier ist es möglich, dass sich die Magnetisierung zur linken Strukturkante hin kontinuierlich bis zu einer Magnetisierung senkrecht zum Strahlungseinfall ändert.

Es stellt sich die Frage, ob die Domänenwandbreite messbar ist. Im allgemeinen wird zwischen Bloch- und Neel-Domänenwänden unterscheiden, je nachdem ob die Magnetisierungsumkehr in der Strukturebene verläuft oder senkrecht dazu. Für die in Abbildung 4.9 eingezeichnete Linie zwischen zwei nahezu entgegengesetzt magnetisierten Domänen erwartet man jedoch für beide Fälle einen monotonen Intensitätsverlauf zwischen schwarzen und weißen Intensitätsstufen. Der entsprechende Linienscan ist in Abbildung 4.10 gezeigt. Man erkennt deutlich, dass die beobachtete Domänenwandbreite von etwa 1 μm deutlich größer ist als die experimentelle Auflösung von etwa 0,2 μm (siehe Abbildung 4.5). Die relativ große Domänenwandbreite ist in guter qualitativer Übereinstimmung mit der niedrigen magnetischen Anisotropie der weichmagnetischen NiFe-Legierung.

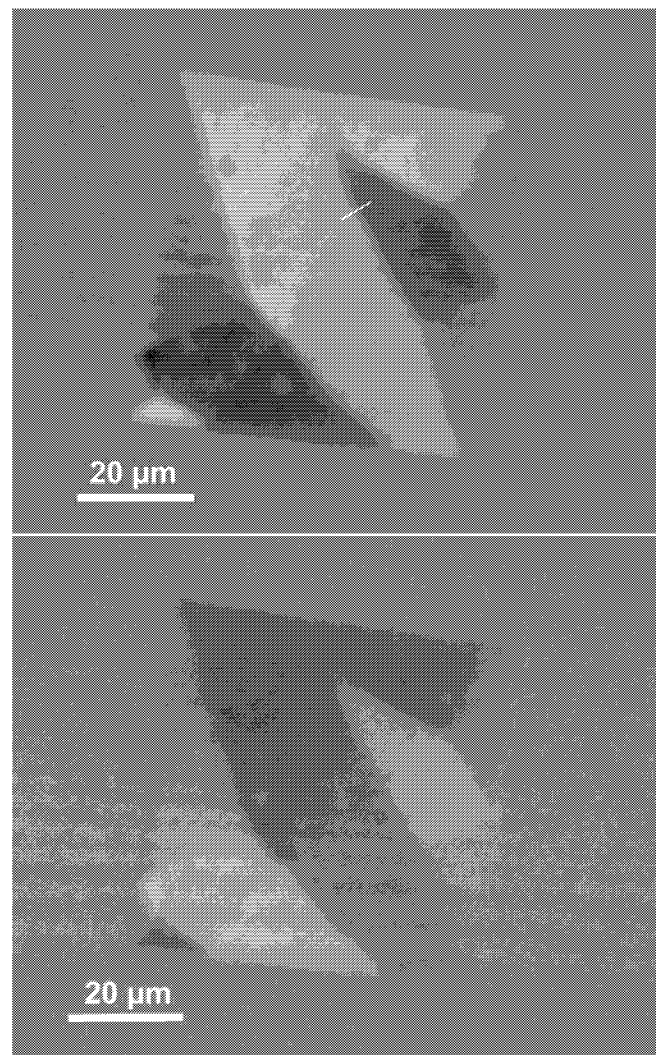


Abbildung 4.9: Differenzbild der 60 μm -Struktur. oben: Differenz für eine Photonenenergie von 707,4 eV (Eisen L_3 -Kante). In der rechten oberen Ecke ist Stelle des Linienscans zur Bestimmung der Domänenwandbreite markiert. unten: Differenz für eine Photonenenergie von 720,4 eV (Eisen L_2 -Kante).

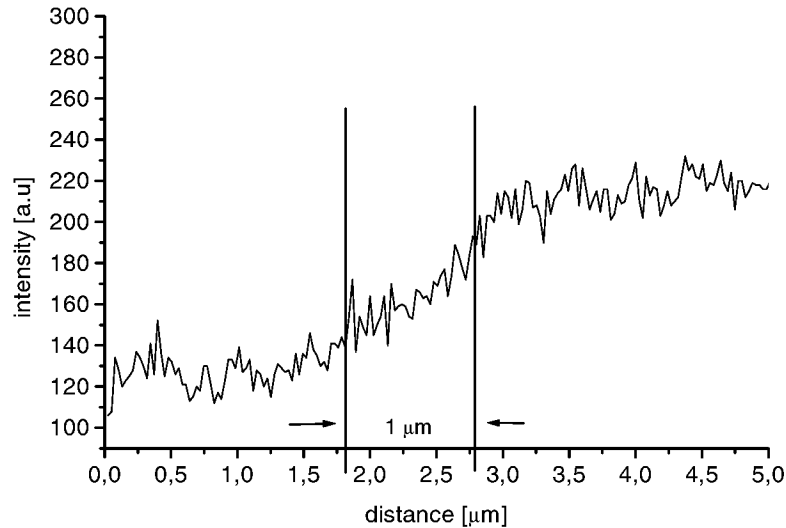


Abbildung 4.10: Vergleich vom Intensitätsabfall am Defekt der Breite der Domänenwand

Messungen bei angelegtem Magnetfeld

An den Seiten des Probenhalters sind zwei Spulen angebracht, mit denen es möglich ist, ein kleines Magnetfeld in Probenebene parallel oder antiparallel zum Strahlungseinfall anzulegen. Bei angelegtem Magnetfeld ändern sich die Elektronentrajektorien stark, da die zunächst langsamen Elektronen sehr empfindlich auf Magnetfelder reagieren. Der beobachtete Bereich verschwindet unmittelbar aus dem Gesichtsfeld. Mit der bisherigen Anordnung können Feldstärken um 10 Oe erreicht werden, die mit den Deflektoren (siehe Kapitel 3.3) wieder korrigierbar sind.

Abbildung 4.11 zeigt die gleiche Struktur wie Abbildung 4.9, jedoch nun mit einem angelegtem Magnetfeld von etwa 10 Oe am Ort der Struktur. Die Abbildung ist jetzt leicht verzerrt. Wie man allerdings deutlich sieht, vergrößern sich die Domänen mit magnetischer Vorzugsrichtung in Magnetfeldrichtung. Das Magnetfeld allerdings reicht nicht aus, einen eindomänigen Zustand herzustellen.

4.1.3 Zusammenfassung und Ausblick

In diesem Kapitel wurde die hohe laterale Auflösung des PEEM benutzt, die Morphologie sowie die magnetischen Domänen von zwei NiFe-Mikrostrukturen unterschiedlicher Größe abzubilden. Dabei wurde festgestellt, dass ein Inten-

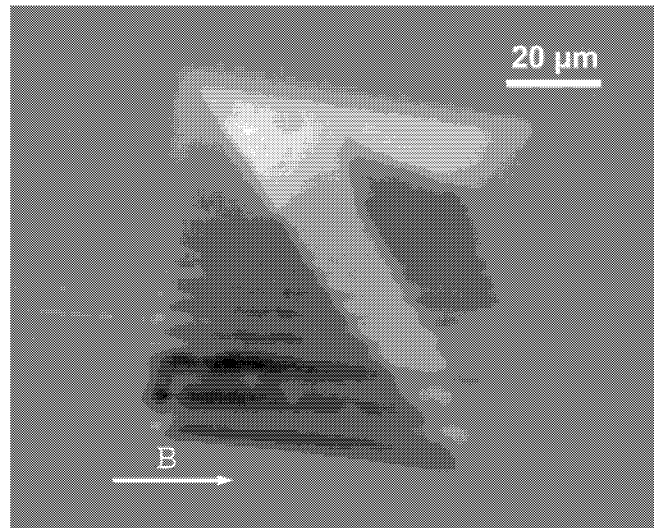


Abbildung 4.11: 60 μm -Struktur: Differenzbild bei einer Photonenenergie von 707,4 eV (Eisen L_3 -Kante) und einem angelegten Magnetfeld von etwa 10 Oe. Deutlich ist das Anwachsen der schwarzen Domäne zu sehen.

sitätswellenmuster dem eigentlich Intensitätsprofil der weichen Röntgenstrahlung überlagert ist. Das Wellenmuster hat sich im weiteren Verlauf bei der Abbildung des magnetischen Verhaltens als sehr störend erwiesen. Für die beiden Mikrostrukturen wurden die magnetischen Domänen abgebildet. Die hohe Auflösung des PEEMs ermöglichte eine Auflösung bis unter die Domänenwandbreite der NiFe-Mikrostrukturen. Für weitere Messungen wäre es von Vorteil, wenn die Probe in-situ gedreht werden könnte. Damit ließen sich dann direkt zwei zueinander orthogonale Magnetisierungsrichtungen bestimmen, mit denen sich dann die Magnetisierung eindeutig zuordnen lässt. Im letzten Teil des Kapitels konnte gezeigt werden, dass das PEEM auch bei angelegten Magnetfeldern benutzt werden kann. Um höhere Feldstärken bei gleichem Streufeld zu erreichen ist es dann erstrebenswert, mit einem Eisenjoch das Magnetfeld gezielter an den Probenort zu bringen. Damit lassen sich dann in weiteren Messungen Umschaltprozesse an weiteren mikro- und nanostrukturierten Proben untersuchen.

4.2 Magnetismus in Heuslerlegierungen

Große Magnetwiderstände sind seit der Entdeckung des GMR-Effektes in Schichtsystem im Jahr 1989 bekannt. Sie sind von erheblicher Bedeutung für technische Anwendungen. Der hauptsächliche Markt liegt in Sensoren, die auf dem GMR-Effekt basieren. Heute sind solche GMR-Sensoren in jedem Festplattenlesekopf zu finden. Dort wird das Streufeld der in ein magnetisches Trägermaterial eingeschriebenen Information gelesen. GMR-Sensoren müssen daher möglichst empfindlich auf ein Streufeld reagieren. Dazu wird der Magnetwiderstand detektiert. Der Magnetwiderstand eines Materials bezeichnet die relative Änderung des Widerstands in einem äußeren Magnetfeld zum Widerstand ohne Magnetfeld. Der Magnetwiderstand von GMR-Sensoren in typischen Anwendungen beträgt etwa 10% für äußere Magnetfelder von etwa 10 mT. Aber nicht nur in Schichtsystemen sind große Magnetwiderstände gefunden worden. 1993 hat man in Manganiten einen wesentlich höheren Magnetwiderstand entdeckt [38]. Dieser Effekt wird als kolossaler Magnetwiderstand (CMR = colossal magneto resistance) bezeichnet. Die erreichten Magnetwiderstände sind um ein Vielfaches höher, allerdings sind dazu Felder im Teslabereich nötig. Vor kurzer Zeit wurde von C. Felser von der Universität Mainz in einer Heuslerlegierung ein relativ großer Magnetwiderstand von bis zu 25 % entdeckt, bei gleichzeitig relativ kleinen Feldern [39].

Als Heuslerlegierung bezeichnet man intermetallische Legierungen der allgemeinen Zusammensetzung X_2YZ , wobei X und Y Übergangsmetalle sind und Z entweder ein nichtmagnetisches Metall oder auch ein Nichtmetall darstellt. In seltenen Fällen kann Y auch ein Seltenerdelement sein. Heuslerlegierungen kristallisieren in der Cu_2MnAl -Struktur (Raumgruppe Nr. 225). In Abbildung 4.12 ist die Kristallstruktur schematisch dargestellt.

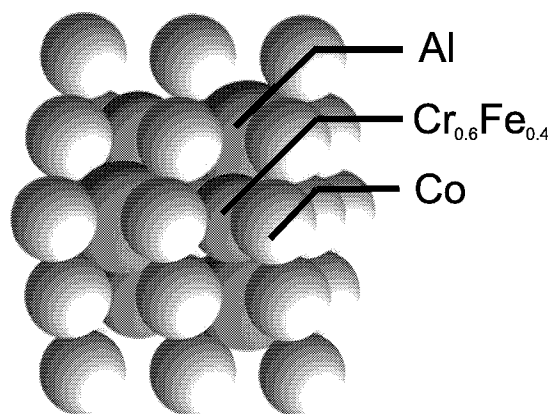


Abbildung 4.12: Kristallstruktur einer Heuslerlegierung. Sie lässt sich als vier interpretierende fcc-Gitter darstellen.

Heuslerlegierungen sind je nach Präparationsbedingung und Dotierung entweder metallisch oder halbleitend mit einer Bandlücke um 1 eV [40]. Für die Heuslerlegierung Co_2CrAl wurde nach Substitution von Chrom mit Eisen zu $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$ der relativ große Magnetwiderstand von bis zu 25 % bei Raumtemperatur gefunden.

In Abbildung 4.13 ist Messung des Magnetwiderstandes in Abhängigkeit des äußeren Feldes dargestellt. Die Abbildung zeigt eine Hysterese einschließlich der sogenannten Neukurve, also dem ersten Anlegen eines Feldes nach der Entmagnetisierung. In der rechten oberen Ecke in der Abbildung ist die Magnetwiderstandsmessung für einen größeren Bereich dargestellt. Aus diesem ist zu entnehmen, dass der Magnetwiderstand bei etwa 2 T sättigt.

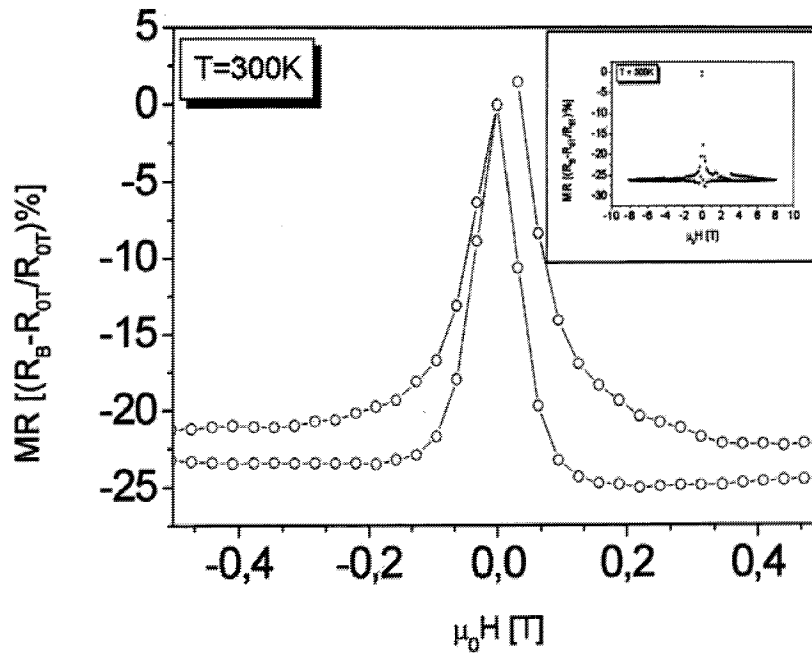


Abbildung 4.13: Magnetwiderstand von dotiertem Co_2CrAl bei Raumtemperatur (aus [39]).

In Magnetisierungsmessungen erkennt man ein extrem weichmagnetisches, fast paramagnetisches Verhalten mit einer Sättigungsmagnetisierung von $3,3 \mu_B/\text{Einheitszelle}$ bei einem Feld von etwa 0,5 T. Die Remanenzmagnetisierung ist mit weniger als 10% der Sättigungsmagnetisierung sehr gering, die Koerzitivfeldstärke beträgt etwa 1 mT. Bandstrukturrechnungen zeigen außerdem, dass diese dotierte Heuslerlegierung ein halbmetallischer Ferromagnet ist [39]. Halbmetallische Ferromagneten weisen an der Fermikante 100%ige Spinpolarisation auf. Das macht sie interessant für die Spinelektronik. Die Curietemperatur die-

ser Legierung liegt etwa bei 650 K. Diese Heuslerlegierung ist gesintert. Man erwartet daher Korngrößen im Bereich mehrerer hundert Nanometer. Das halbmimetallische Verhalten und der große Magnetwiderstand lassen vermuten, dass ein spinabhängiger Transport zwischen den einzelnen Körnern stattfindet. Um das herauszufinden, werden im Folgenden die chemische Homogenität und die magnetische Domänenstruktur untersucht.

4.2.1 Chemische Zusammensetzung

Da der Magnetwiderstand sehr stark abhängig von der Dotierung ist, wurde zunächst die chemische Homogenität der Probe überprüft. Dazu wurden elementspezifische PEEM-Abbildungen an den $L_{2,3}$ -Absorptionskanten von Kobalt, Chrom und Eisen durchgeführt. Die PEEM-Abbildungen derselben Probenstelle, aufgenommen an den L_3 -Kanten von Eisen, Chrom und Kobalt für links zirkular polarisierte Strahlung sind in den Abbildung 4.14-4.16 gezeigt. Die Belichtungszeit betrug zwischen 40 und 65 s und wurde an die Intensität der beobachteten Sekundärelektronen angepasst. Es wurde eine Stelle ausgesucht, die keinen topographischen Kontrast zeigte, um den magnetischen und chemischen Kontrast optimal abzutrennen.

Die Probe ist nach dem Sintern geschnitten und poliert worden. Da die Oberfläche sehr glatt ist, sind auf der Probe Kratzer hinzugefügt worden, auf denen das PEEM zunächst fokussiert wurde. Das Bild ist aber noch nicht perfekt, da die Kratzer bis zu einige Mikrometer tief sind. Nach dieser ersten Optimierung lässt sich die Abbildung jedoch weiter auf Defekte oder kleinere Topographieunterschiede in der Oberfläche optimieren, die anfangs nicht sichtbar waren. Die Bildeinstellung war bei der Probe äußerst zeitintensiv und schwierig, da die Unebenheiten und auch die Emissionsintensitäten sehr gering waren. Die Blendengröße betrug $70\text{ }\mu\text{m}$. Alle Bilder sind bei einer Extraktorspannung von 12 kV aufgenommen worden.

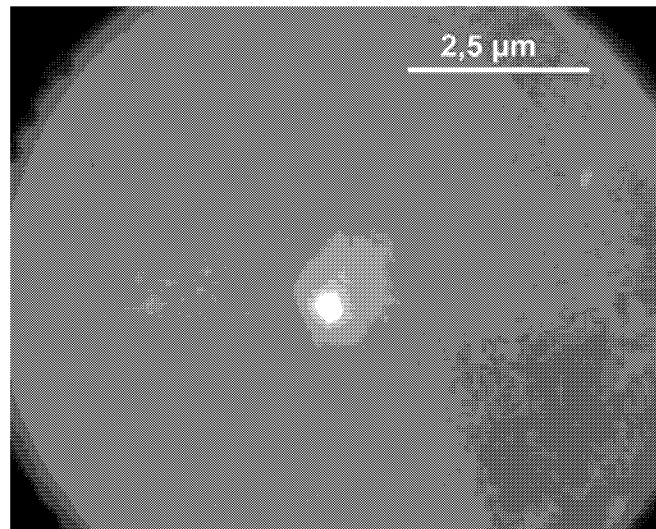


Abbildung 4.14: Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$: Bild bei einer Photonenenergie von 707,5 eV (Eisen L_3 -Kante) und links zirkular polarisierter Strahlung.

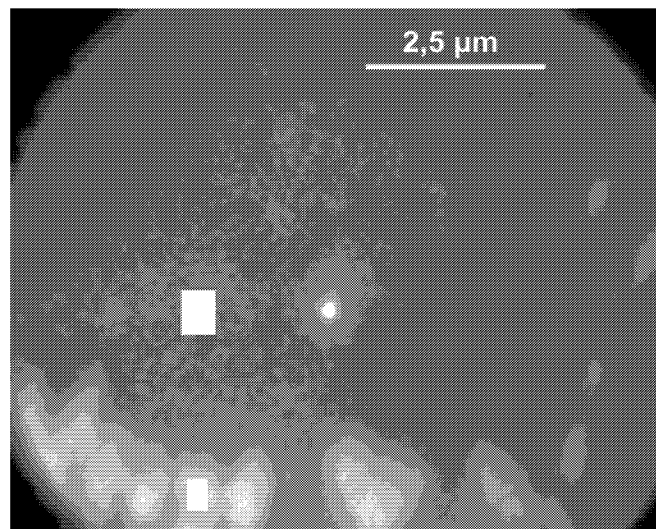


Abbildung 4.15: Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$: Bild bei einer Photonenenergie von 577,2 eV (Chrom L_3 -Kante) und links zirkular polarisierter Strahlung. Es sind die Bereiche markiert, an denen die einzelnen gemittelten Intensitäten berechnet worden sind.

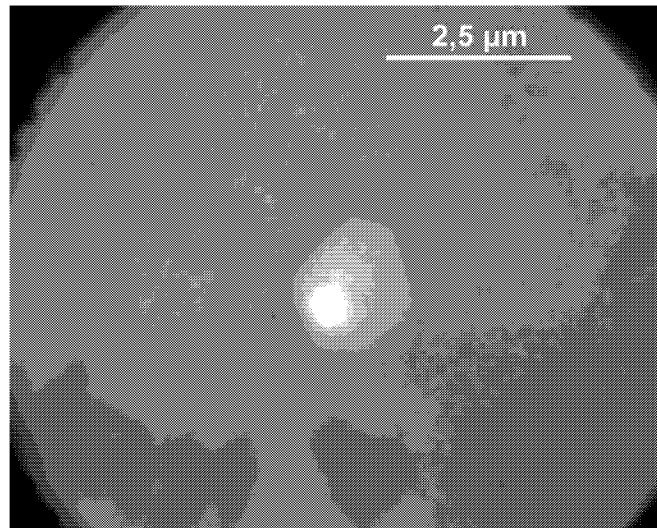


Abbildung 4.16: Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$: Bild bei einer Photonenenergie von 778,0 eV (Kobalt L_3 -Kante) und links zirkular polarisierter Strahlung.

Auf den Abbildungen fällt zunächst der „Hot-Spot“ auf, der auf zwei Bildern von einer sechseckigen Korona umgeben ist. Die Korona ist ein Bild der Öffnung der Irisblende, die in der ersten Bildebene eingefügt ist (vgl. Abbildung 3.3 auf Seite 22), um einen kleinen Bereich aus dem Gesichtsfeld auszuwählen. Das Bild der inneren Öffnung der Irisblende wird von hochenergetischen Elektronen gebildet, deren Energie so hoch ist, dass sie nicht mehr durch die Tiefpasswirkung der Aperturblende herausgebeugt werden.

Die Abbildung 4.14 von der Eisen L_3 -Kante ist weitgehend strukturlos, dass heißt Eisen ist homogen über den abgebildeten Probenbereich verteilt. Vergleicht man die Abbildungen an der Chromkante und an der Kobaltkante miteinander (Abbildungen 4.15 und 4.16), kann man erkennen, dass sich Chrom in einzelnen Bereichen angesammelt hat. Genau in den gleichen Bereichen herrscht dann ein Mangel an Kobalt. Ansonsten sind Chrom und Kobalt homogen über den Rest der abgebildeten Probenstelle verteilt. Der Eisenanteil ist von den Anomalitäten im Kobalt- und Chromgehalt unbeeinflusst.

Aus den Bildern lässt sich näherungsweise das Verhältnis des Chrom- und Kobaltgehaltes von den Inseln zum Rest der Probe bestimmen. Dazu benötigt man die Intensitäten in beiden Bereichen vor und an den L-Absorptionskanten von Kobalt und Chrom. Zusätzlich zu den in den Abbildungen 4.14-4.16 gezeigten Energien wurde noch ein Bild bei einer Photonenenergie von 765 eV, also vor den Kobalt L-Absorptionskanten, aufgenommen. Für eine Energie unterhalb der Chrom L-Absorptionskanten wurde kein Bild aufgenommen. Hier kann aber der Untergrund für die Energie 572,5 eV aus einem ortsintegrierten XAS-Spektrum

bestimmt werden, das für die Chrom L-Absorptionskanten mit aufgezeichnet wurden. Im ortsintegrierten XAS-Spektrum bestimmt man einen L_3 -Kantenhub von 1,98. Nimmt man an, dass der gleiche Kantenhub auch an den großen homogenen Bereichen auftritt, kann man damit den Untergrund vor der Chrom L_3 -Absorptionskante für die Bilder bestimmen. Der Untergrund ist sowohl für die Inseln als auch für den homogenen Bereich in etwa gleich groß, weil die Energie der L-Absorptionskanten von Chrom kleiner ist als die der L-Absorptionskanten von Kobalt und Eisen. Der ermittelte Untergrund für die Energie 572,5 eV beträgt 0,0780.

Für die anderen Energien wurde jeweils die Intensität in einem kleinen Bereich im Inneren eine der Inseln gemittelt und der gemittelten Intensität eines kleinen Bereiches auf dem Rest der Probe gegenübergestellt. In Tabelle 4.1 sind diese Werte aufgelistet. Die Orte, an denen die Intensitätswerte für die beiden Elemente bestimmt worden sind, sind in Abbildung 4.15 markiert.

Energie [eV]	I_R	I_I
572,5	0,0780	0,0780
Cr L_3 : 577,2	0,1545	0,2909
765,0	0,0703	0,0785
Co L_3 : 793,2	0,1521	0,1017

Tabelle 4.1: Gemittelte Intensitäten in einem kleinen Bereich auf dem homogenen Rest der Probe (I_R) und in einer der chromreichen Inseln (I_I)

Nach Abzug des Untergrundes erhält man

$$\frac{N_I^{Cr}}{N_R^{Cr}} = 2,78 \quad \frac{N_I^{Co}}{N_R^{Co}} = 0,28 \quad (4.1)$$

Dabei bezeichnen die verschiedenen N den Gehalt des Elements in den Inseln oder auf dem homogenen Rest der Probe. Die relative Änderung $\frac{N_I - N_R}{N_R}$ des Chrom- und Kobaltgehaltes auf den Inseln sind 1,78 und -0,72. Nimmt man an, dass außerhalb des Inselbereichs die nominalen Chrom- und Kobaltkonzentration von 0,6 beziehungsweise 2 vorliegen, so ergibt sich eine Zunahme des Chromgehaltes um etwa 1,7 Atome pro Einheitszelle, also fast eine Verdreifachung. Der Kobaltgehalt nimmt dagegen um fast 1,5 Atome ab. Dieses einfache Zahlenbeispiel zeigt also eine mögliche Substitution von Kobalt- und Chromatomen.

Um den Einfluss dieser Prozesse auf die magnetischen Eigenschaften der Probe zu untersuchen, werden im folgenden Abschnitt magnetische Domänenabbildungen vorgestellt.

4.2.2 Magnetische Domänenabbildung

Um den Magnetismus herauszuarbeiten, werden die mit links und rechts polarisierter Strahlung gemessenen Bildintensitäten Punkt für Punkt voneinander abgezogen. In den folgenden Abbildungen 4.17-4.19 sind diese Differenzen für Photonenenergien von 778,0 eV, 707,5 eV und 577,2 eV berechnet worden, das entspricht den L_3 -Kanten von Kobalt, Eisen und Chrom. Die Bilder sind wiederum auf maximalen Hell-Dunkel-Kontrast normiert. Die Differenzen an den L_2 -Kanten sind so gering, dass sie im Druck nicht darzustellen sind. Das Wellenmuster in der Intensität (vgl. Abbildung 4.7 unten) stört hier nicht so sehr, da zum einen der Bildausschnitt kleiner ist und andererseits die Aufnahmen weiter am Rand der Synchrotronspots aufgenommen wurden, wo das Wellenmuster nicht so stark ausgeprägt ist. Die Größe des Gesichtsfeldes beträgt hier nur etwa $20\text{ }\mu\text{m}$.

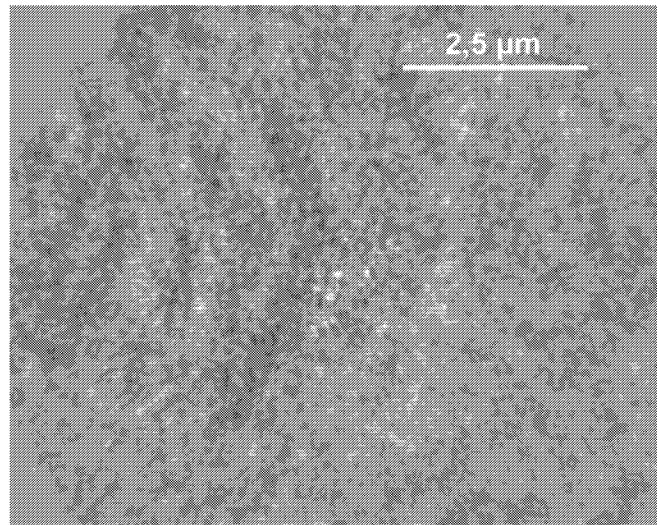


Abbildung 4.17: Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$: Differenzbild gemessen mit links und rechts zirkular polarisierter Strahlung bei einer Photonenenergie von 778 eV (Kobalt L_3 -Kante).

Im Differenzbild für Kobalt (Abbildung 4.17) sieht man besonders im linken oberen Teil des Bildes streifenförmige helle und dunkle Gebiete. Der Vergleich mit dem Differenzbild an der L_2 -Kante zeigt, dass es sich um magnetischen Kontrast handelt. Die Streifen deuten daher auf eine magnetische Vorzugsrichtung hin. Der Kontrast ist jedoch viel kleiner als im Fall der NiFe-Strukturen (siehe Kapitel 4.1).

Im Differenzbild von Eisen (Abbildung 4.18) kann man ähnliche Hell-Dunkel-Gebiete erkennen, die an identischen Stellen wie im Differenzbild der Kobaltkante (Abbildung 4.17) zu sehen sind. Durch Vergleich mit dem Differenzbild gemessen

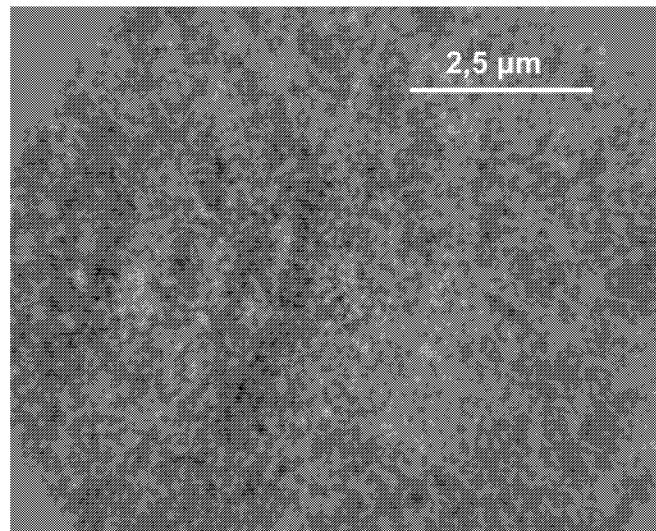


Abbildung 4.18: Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$: Differenzbild gemessen mit links und rechts zirkular polarisierter Strahlung bei einer Photonenenergie von 707,5 eV (Eisen L_3 -Kante).

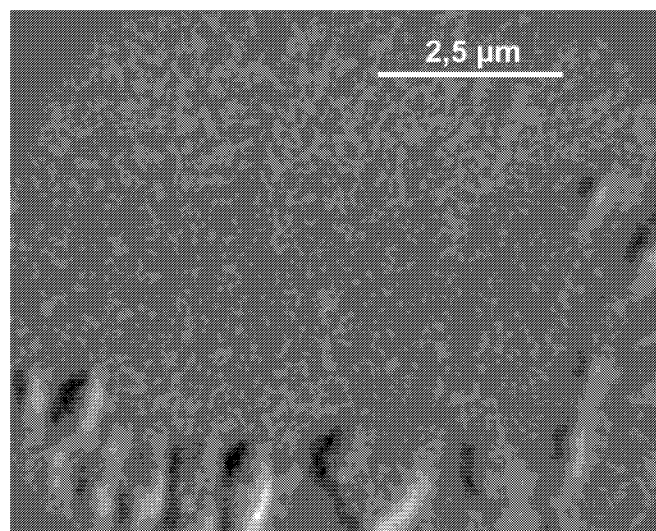


Abbildung 4.19: Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$: Differenzbild gemessen mit links und rechts zirkular polarisierter Strahlung bei einer Photonenenergie von 577,2 eV (Chrom L_3 -Kante).

an der L_2 -Kante erkennt man auch an diesen Stellen magnetische Gebiete. Der Vergleich mit dem Differenzbild für Kobalt zeigt, dass dunkle magnetische Gebiete im Differenzbild von Eisen dunklen magnetischen Bereichen im Differenzbild von Kobalt entsprechen. Das deutet auf eine identische magnetische Ausrichtung und auf eine ferromagnetische Kopplung zwischen Eisen und Kobalt hin.

Weder im Differenzbild von Eisen, noch im Differenzbild von Kobalt kann man ähnliche streifenförmige Gebiete im unteren Bildteil ausmachen. Dort existieren chromreiche und kobaltarme Regionen (siehe Abbildungen 4.15 und 4.16).

Im Differenzbild von Chrom (Abbildung 4.19) erkennt man an den chromreichen Regionen einen großen Kontrast, der auf eine Drift der Probenposition zwischen diesen zeitlich relativ weit auseinanderliegenden Aufnahmen zurückzuführen ist. Zum Vergleich ist im Anhang das Differenzbild an der L_2 -Kante von Chrom aufgeführt, das den gleichen Kontrast zeigt (Abbildung B.1 auf Seite 73). Demzufolge ist magnetischer Kontrast als Ursache auszuschließen.

In den Bildern, besonders bei denen an den Eisen und an den Kobaltkanten, ist eine granulare Struktur zu erkennen. Die Größe einzelner Körner entspricht in etwa 500 nm. Bei gesinterten Proben erwartet man in diesem Bereich die Korngröße. Es stellt sich die Frage, ob die granulare Struktur auf magnetische Domänen zurückzuführen sind. Dies soll im folgenden Kapitel behandelt werden.

4.2.3 Magnetische Spektromikroskopie

Eine Stärke des PEEMs ist die hohe laterale Auflösung. In Bezug auf den Magnetismus wurde bisher nur die unterschiedliche Emission an den Kantenenergien bei entgegengesetzten Polarisierungen untersucht, die dann im wesentlichen ein Abbild der Domänen gibt. Da das PEEM aber quantitativ die Emission niederenergetischer Elektronen bei hoher Ortsauflösung in unterschiedlichen Bildhelligkeiten festhält, kann man Bildpunkt für Bildpunkt Spektren wie bei XAS aufnehmen. Dazu muss nur für jede Photonenenergie und beide Polarisierungen jeweils ein Bild aufgenommen werden. Einer bestimmten Bildhelligkeit („Grauwert“) entspricht dann eine bestimmte Sekundärelektronenemission niederenergetischer Elektronen an diesem Ort. Die örtliche Sekundärelektronenemission und damit der Röntgenabsorptionsquerschnitt kann dann gegen die Energie aufgetragen werden und man erhält ein Spektrum wie Abbildung 2.6 auf Seite 13 mit dem Unterschied, dass das Spektrum den lokalen Magnetismus probt. Für unseren Fall sollten daher orts aufgelöste Spektren von Kobalt aufgenommen werden. Zum einen ist der Dichroismus dort größer als beim Eisen, zum anderen lässt sich damit klären, ob die Chrominseln trotz des geringeren Kobaltgehalts noch magnetisch sind.

Um ein Spektrum aufzunehmen, müssen Strahlrohrsteuerung und Kamerasoftware aufeinander angepasst werden. In der folgenden Abbildung 4.20 ist die Messanordnung skizziert. An der Strahlrohrsteuerung werden Start- und Endenergie, Schrittweite und Belichtungszeit angegeben. Sind die Sollwerte von Undulator

und Monochromator eingestellt, wird ein Triggerimpuls zur Kamera geführt, der den Auslöser der Kamera betätigt und das Bild aufnimmt. Das Bild wird an den Computer übermittelt und gespeichert.

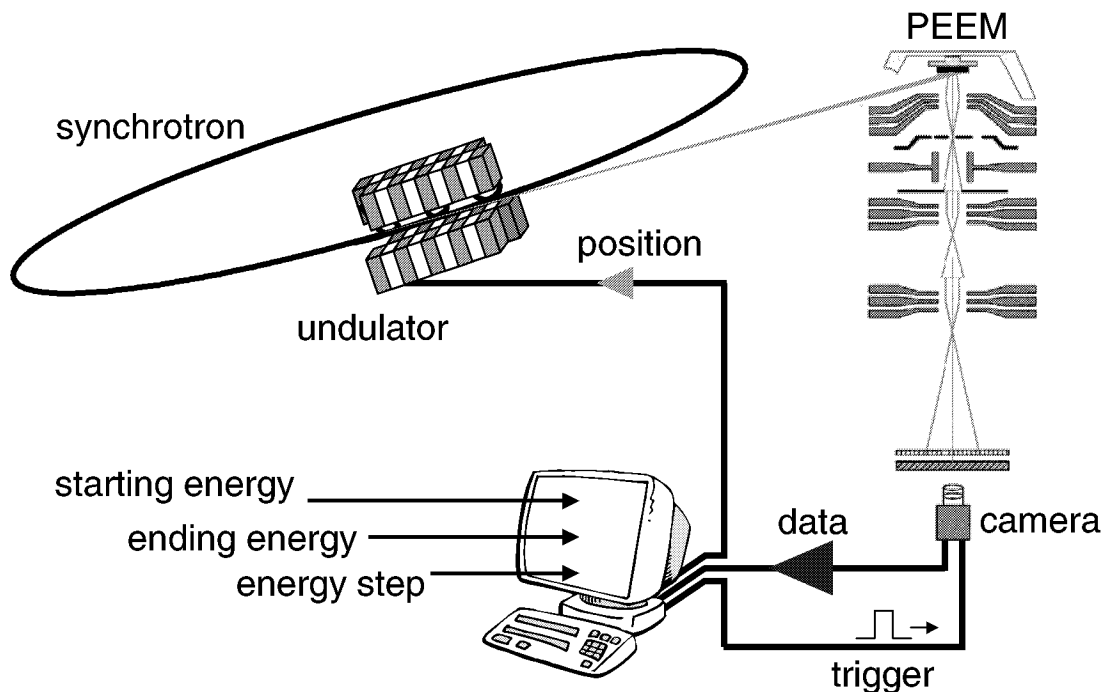


Abbildung 4.20: Experimenteller Aufbau für die Aufnahme eines orts aufgelösten MXCD-Spektrums. Aus Gründen der Übersichtlichkeit fehlt der Monochromator zwischen Undulator und Experiment.

Pro Bild fallen 2,6 MB Daten an. Für eine typische XAS-Messung werden je nach Energieauflösung zwischen 100 und 500 Einzelbilder pro Helizität benötigt. Die entstehende Datenmenge ist also riesig. In der jetzigen apparativen Ausstattung kann deshalb nur eine einzige Bilderserie aufgenommen werden. Für die Messung wurde eine neue Probenstelle ausgewählt, die sowohl Bereiche mit Chromüberschuss als auch einige kleine Kratzer in der Topographie zeigt. Die Spektrenserie wurde für beide Helizitäten aufgenommen. Die Startenergie betrug 770 eV, die Endenergie 800 eV. Als Schrittweite wurde 200 meV als Kompromiss zwischen Auflösung und Datenmenge gewählt. Die Belichtungszeit pro Bild betrug 12 s. Die Dauer für die Aufnahme beider Spektren zusammen betrug etwa 1,5 h. Während dieser Zeit fiel der Ringstrom um etwa 20%. Der Ringstrom wurde deswegen parallel mit aufgezeichnet.

Die folgende Abbildung 4.21 zeigt die Probenstelle an der L_3 -Kante bei links zirkular polarisierter Strahlung. Das Gesichtsfeld beträgt $20\ \mu\text{m}$. In der Mitte sieht man wiederum den „Hot-Spot“ hochenergetischer Elektronen. Auf der linken

Bildseite sind mehrere dunkle Stellen zu sehen. Diese Stellen sind Bereiche mit Kobalt-Defizit in chromreichen Inseln. An der rechten Seite sieht man einige leichte Kratzer in der Oberfläche. Diese Kratzer und die Stellen mit Kobaltarmut lassen sich gut benutzen, um das PEEM zu fokussieren.

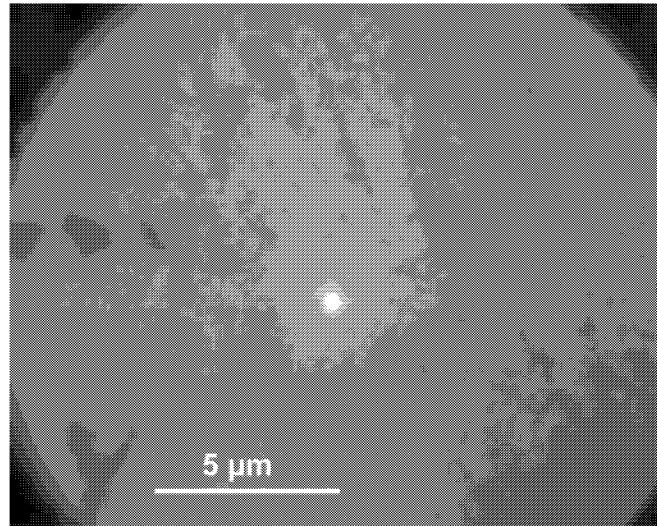


Abbildung 4.21: Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$: Bild der Probenstelle aufgenommen bei einer Photonenenergie von 778,0 eV (Kobalt L_3 -Kante). Die dunklen Stellen an der linken Seite sind Chrominseln.

Ziel der Auswertung muss es unter anderem sein, die angefallene Datenmenge von 1,0 GByte sinnvoll zu komprimieren. Dazu wurde zunächst die Information mehrerer Pixel der CCD-Kamera zusammengefasst um das Signal zu Rauschen-Verhältnis zu verbessern. Dazu wurde ein Computerprogramm geschrieben, mit dem es möglich ist, einzelne Regionen auszuwählen, für die dann ein gemittelttes Absorptionsspektrum erstellt wird. Der Hauptteil des Programms befindet sich im Anhang auf Seite 74. Das Computerprogramm erfordert als Eingabeparameter den Ringstrom, beliebig viele Bereiche, die visuell gewählt werden können, sowie optional einen weiteren Parameter zum Angleichen der Intensitätsunterschiede der Strahlung für beide Helizitäten. Der Abfall der Photonenintensität an der Probe während der Messung kann durch Normierung auf den Ringstrom berücksichtigt werden. Schwieriger ist es, die von der Energie abhängige Transmission des Strahlrohrs zu berücksichtigen. Hierbei kann man ausnutzen, dass makroskopisch, also über den gesamten Brennfleck gemittelt, kein Dichroismus beobachtet wurde. Ähnlich dazu wurde für einen Großteil des $20\text{ }\mu\text{m}$ Gesichtsfeldes in Abbildung 4.21 die Intensitäten für rechts und links zirkular polarisierte Strahlung angeglichen.

Um genauere Kenntnis über den Magnetismus in den kobaltarmen Stellen zu

erhalten, wurden für 10 verschiedene Bereiche XAS-Spektren erstellt. Die Intensität ist sehr gering, daher wurden die einzelnen Spektren zu einem einzigen zusammengefasst. In Abbildung 4.22 ist das normierte Summenspektrum zu sehen. Das Signal zu Untergrund-Verhältnis ist etwa 2,7. Die Stellen sind an Kobalt verarmt, die Summe aus allen kobaltarmen Stellen ist jedoch noch schwach magnetisch geordnet. Auch hier kann natürlich nur die Komponente in Strahlungseinfall bestimmt werden.

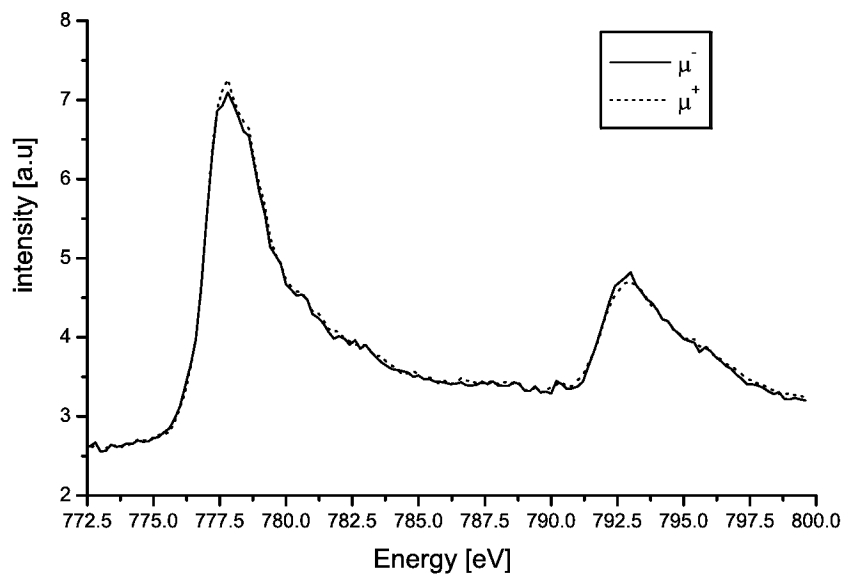


Abbildung 4.22: Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$: Ortsaufgelöste XAS-Spektren für die kobaltarmen Stellen. Es liegt eine ganz schwache Magnetisierung vor.

Die folgende Abbildung 4.23 zeigt das Differenzbild gemessen mit links und rechts zirkular polarisierter Strahlung bei einer Photonenergie von 778 eV (Kobalt L_3 -Kante). Die einzelnen Abbildungen wurden auf den Ringstrom normiert und die Gesamtphotonenintensität angeglichen, wie oben beschrieben wurde. Wie in Abbildung 4.17 erkennt man auch hier viele streifenförmige helle und dunkle Bereiche, besonders im rechten oberen Teil des Bildes. Ein Vergleich mit der L_2 -Kante zeigt, dass es sich um magnetischen Kontrast handelt. Für weitere Untersuchungen wurde ein Ausschnitt aus der rechten oberen Ecke ausgewählt. An dieser Stelle ist der Kontrast besonders hoch. Der ausgewählte Ausschnitt ist in der Abbildung mit einem Rechteck markiert.

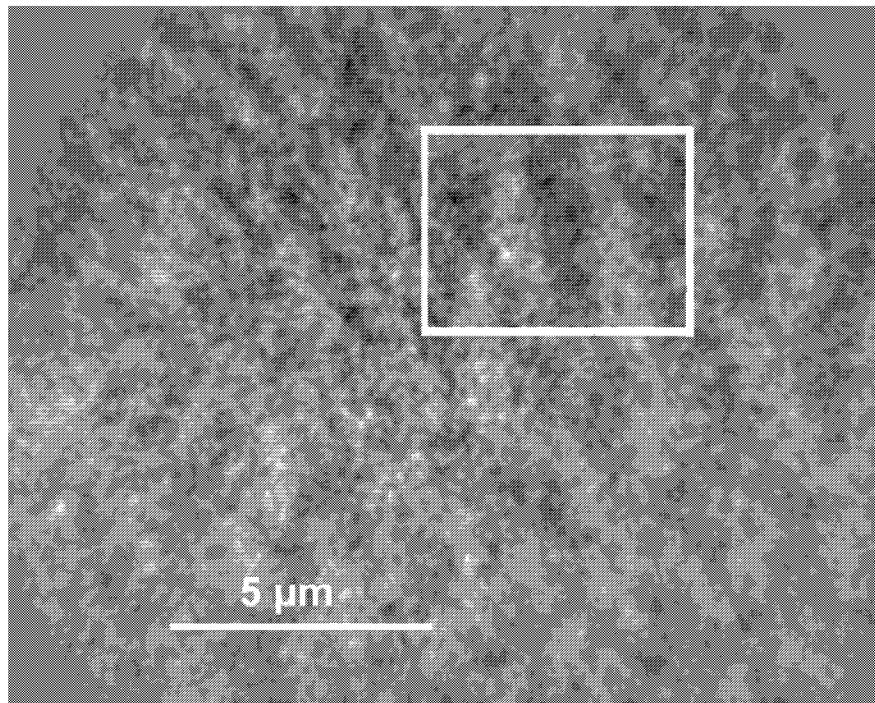


Abbildung 4.23: Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$: Differenzbild gemessen mit links und rechts zirkular polarisierter Strahlung bei einer Photonenergie von 778 eV (Kobalt L_3 -Kante). In der rechten oberen Ecke ist der Kontrast besonders hoch (siehe Rechteck).

In der folgenden Abbildung 4.24 ist eine Vergrößerung des markierten Bereichs aus Abbildung 4.23 zu sehen. Oben ist das Differenzbild gemessen mit links und rechts zirkular polarisierter Strahlung von der L_3 -Kante zu sehen, im unteren Bild das entsprechende Differenzbild von der L_2 -Kante.

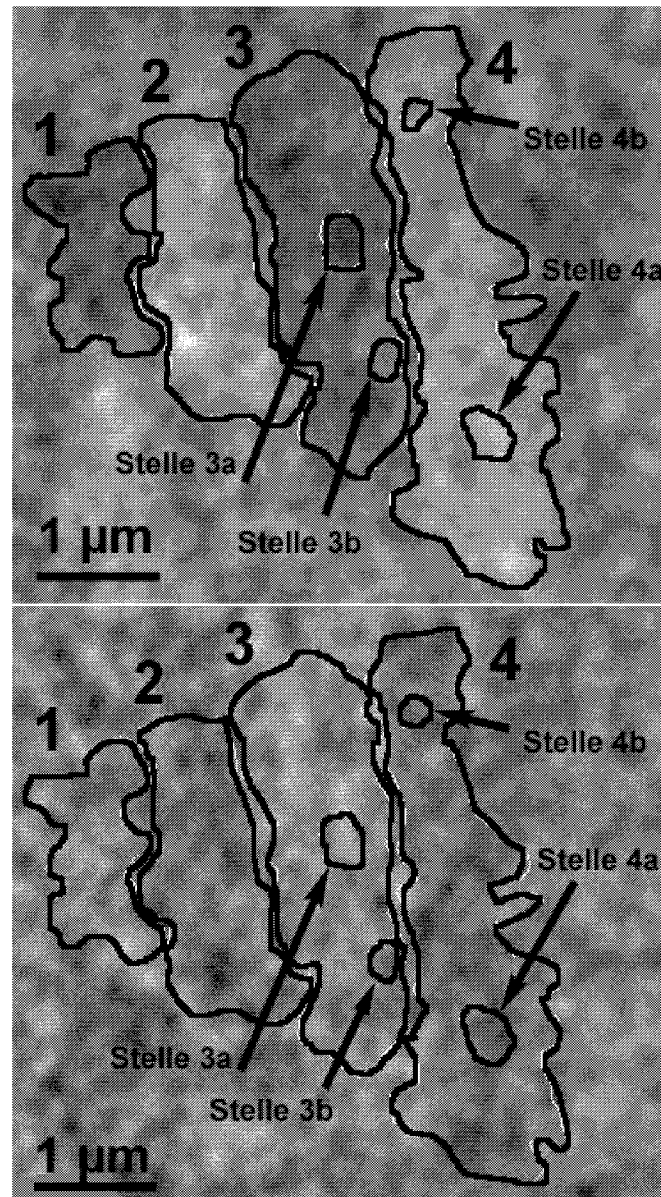


Abbildung 4.24: Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$: Ausschnitt aus den Differenzbildern aus links und rechts zirkular polarisierter Strahlung. oben: Aufnahme bei einer Photonenenergie von 778 eV (Kobalt L_3 -Kante). unten: Aufnahme bei einer Photonenenergie von 793,2 eV (Kobalt L_2 -Kante).

In der Abbildung sind vier Gebiete zu erkennen, deren Ränder durch schwarze Linien hervorgehoben worden sind. Die einzelnen Gebiete sind mit arabischen Ziffern numeriert (1-4). Die Gebiete Nr. 1 und Nr. 3 sind dunkler als die Gebiete Nr. 2 und Nr. 3. Innerhalb der einzelnen Gebiete sieht man die granulare Struktur sehr deutlich. In den Gebieten Nr. 3 und Nr. 4 sind zusätzlich noch jeweils zwei Stellen markiert. In der folgenden Abbildung 4.25 sind die XAS-Spektren für die Gebiete Nr. 3 und Nr. 4 dargestellt. In beiden Gebieten ist Dichroismus zu sehen. Das Verhalten ist bei beiden Gebieten gerade umgekehrt, wie es für den Fall zweier entgegengesetzter Magnetisierungsrichtung sein muss (siehe Kapitel 2.4). Auch die ersten beiden Gebiete zeigen Dichroismus. Die zugehörigen Spektren sind im Anhang zu finden (Abbildung B.3 auf Seite 75).

In den Gebieten Nr. 3 und 4 sind zwei weitere Bereiche markiert, deren Größen in etwa den granularen Körnern entsprechen. Innerhalb dieser Stellen 3a,b und 4a,b ist die jeweils vorliegende Graustufe nahezu konstant, wie durch direkten Vergleich der Abbildung von der L_3 - und L_2 -Kante (Abbildung 4.24) zu sehen ist. Für diese Stellen wurden ebenso XAS-Spektren erstellt. In Abbildung 4.26 sind die XAS-Spektren für die Stellen 3a und 3b aus dem Gebiet Nr. 3 dargestellt. Qualitativ ist erkennbar, dass der Dichroismus für die dunkle Stelle 3a größer ist, als der Dichroismus im ganzen Gebiet Nr. 3. Für Stelle 3b, einem grauen Bereich, ist fast kein Dichroismus vorhanden. Die XAS-Spektren für die Stellen 4a und 4b befinden sich im Anhang (Abbildung B.4 auf Seite 76).

Die Größe des Dichroismus kann quantifiziert werden, in dem die relative Änderung des Kantenhubes

$$D = \frac{\mu_{L_3}^+ - \mu_{L_3}^-}{\mu_{L_3}^- - \mu_{\text{Untergrund}}} \quad (4.2)$$

bestimmt wird. Zur Bestimmung des statistischen Fehlers von D muss der Fehler der Einzelmesspunkte $\mu_{L_3}^{-,+}$ abgeschätzt werden. Näherungsweise kann man den statistischen Fehler an den Punkten mit dem statistischen Fehler im Spektrum zwischen 787,4 eV und 790 eV gleichsetzen, der aus einem Fit in erster Ordnung ermittelt werden kann. Der Gesamtfehler ist dann mit Hilfe des Gaußschen Fehlerfortpflanzungsgesetzes berechenbar. Der mit Gleichung 4.2 berechnete Dichroismus ist für die Gebiete Nr.1-4 und die Stellen 3a,b und 4a,b in der folgenden Tabelle 4.2 zusammengestellt.

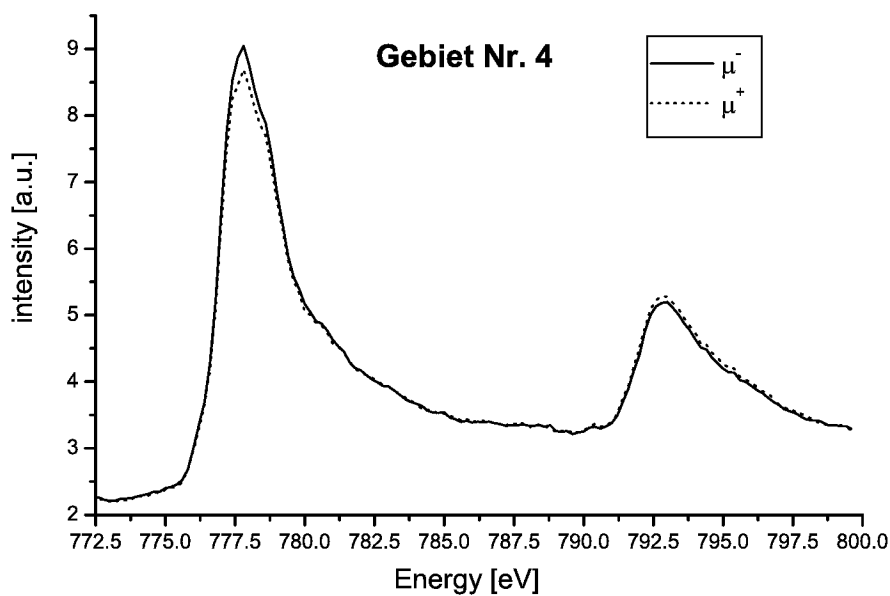
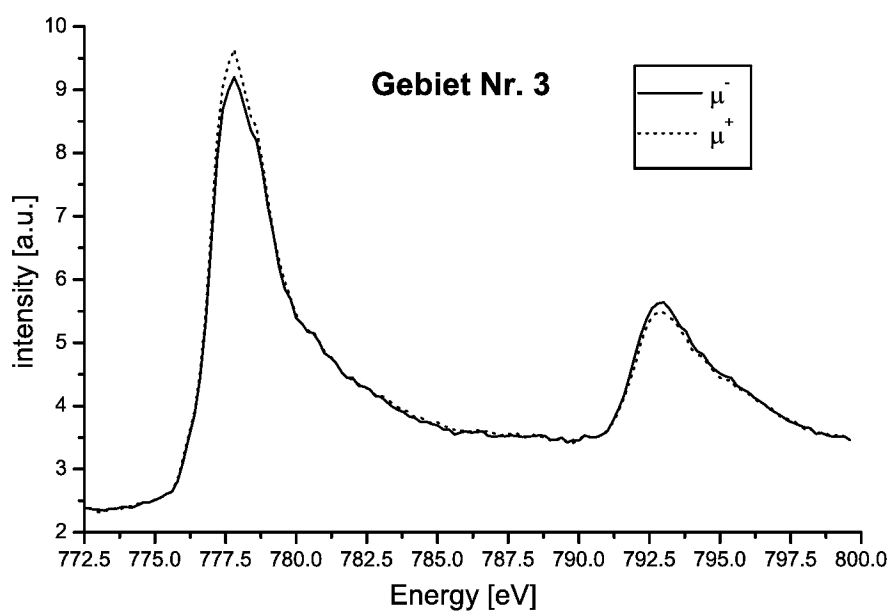


Abbildung 4.25: Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$: oben: XAS-Spektrum für Gebiet Nr. 3 unten: XAS-Spektrum für Gebiet Nr. 4 (siehe Abbildung 4.24)

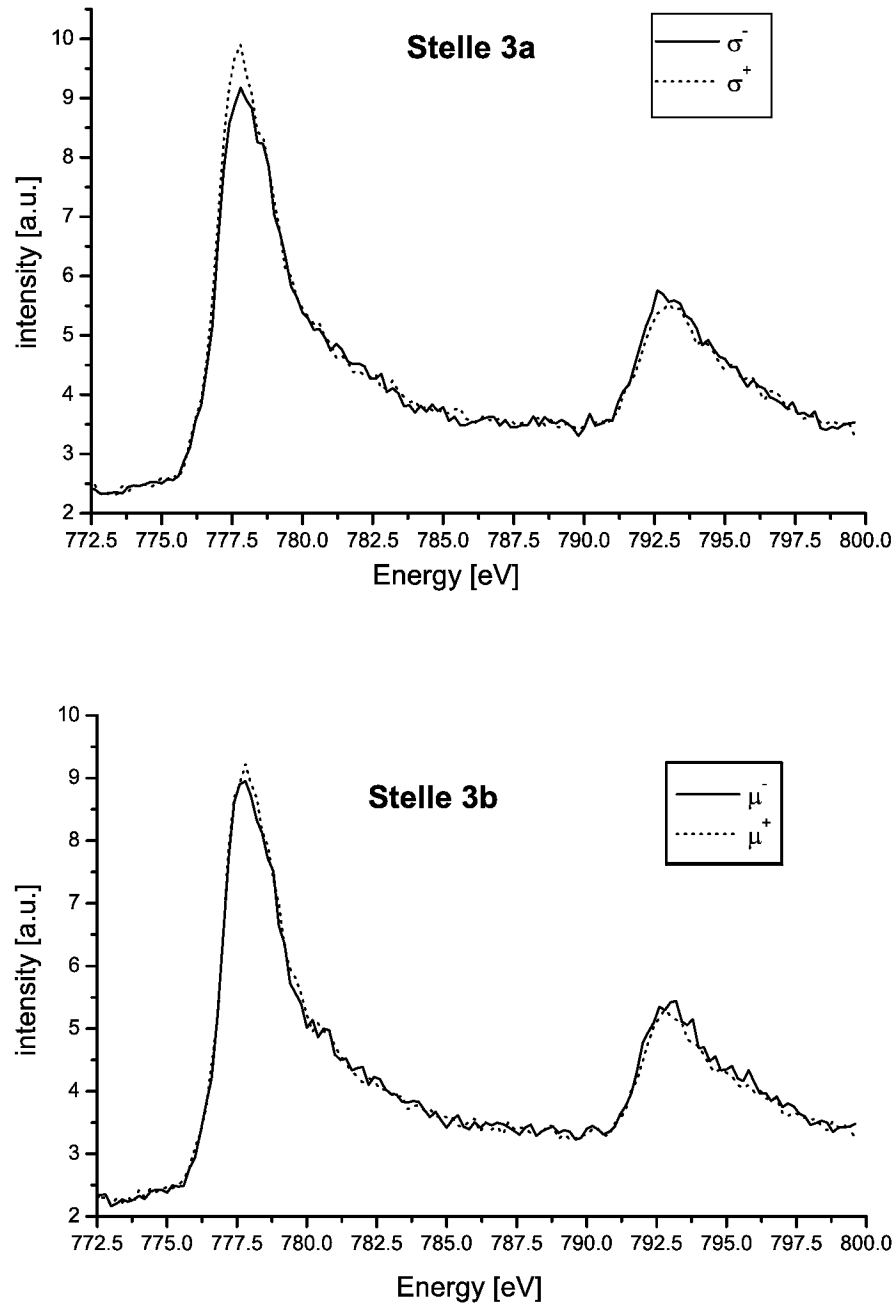


Abbildung 4.26: Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$: oben: XAS-Spektrum für Stelle 3a
unten: XAS-Spektrum für Stelle 3b (siehe Abbildung 4.24)

Gebiet / Stelle	D
1	$0,04 \pm 0,01$
2	$-0,04 \pm 0,01$
3	$0,06 \pm 0,01$
3a	$0,11 \pm 0,01$
3b	$0,01 \pm 0,01$
4	$-0,05 \pm 0,01$
4a	$-0,06 \pm 0,02$
4b	$-0,02 \pm 0,01$

Tabelle 4.2: Auflistung des relativen Kantenhubs bei den einzelnen Gebieten und Stellen

4.2.4 Diskussion

Insgesamt zeigen die XAS-Spektren mit Nanometer-Auflösung eine Dichroismusvariation als Funktion der lateralen Position auf der Probe und als Funktion eines gemittelten Bereichs auf einer Mikrometerskala. Dieser lässt sich einmal durch Tabelle 4.2 quantifizieren, aber vor allem durch die Summenregeln (siehe Kapitel 2.4), aus denen sich Spin- und Bahnmoment bestimmen lassen. Da der Dichroismus sehr klein ist, ist es sinnvoll nur für die Bereiche Spin- und Bahnmoment zu berechnen, bei denen das Signal-Rausch-Verhältnis groß genug ist. Ein gutes Verfahren zur Berechnung der Momente liefert [35]. Ein Vorteil dieser Vorgehensweise ist, dass man zusätzlich noch Informationen über die Qualität der Ergebnisse bekommt. In der folgenden Abbildung 4.27 sind das isotrope XAS-Spektrum und das XMCD-Spektrum für das Gebiet Nr. 4 zu sehen. Zusätzlich sind noch die jeweiligen Integrale dieser Spektren eingetragen, die man zur Berechnung von Spin- und Bahnmoment benötigt (vgl. Abbildung 2.6, Seite 13 und Gleichung 2.11, Seite 15 in Kapitel 2.4). Mit den Werten p , q und r lassen sich dann die Summenregeln ausdrücken als

$$\begin{aligned}
m_L &= -\frac{4q(10 - n_{3d})}{3r} \\
m_S &= -\frac{(6p - 4q)(10 - n_{3d})}{r}.
\end{aligned} \tag{4.3}$$

Der magnetische Dipolterm wurde hier vernachlässigt.

Im XMCD-Spektrum von Gebiet Nr. 4 (Abbildung 4.27 unten) ist zu sehen, dass der Dichroismus großen statistischen Fluktuationen unterliegt. Im Integralpektrum folgt daraus eine Unsicherheit in der Bestimmung des p und des q . Aus der Unsicherheit in der Bestimmung dieser beiden Werte kann dann der Fehler in der Bestimmung des Spin- und des Bahnmomentes abgeschätzt werden.

In Abbildung 4.28 sind XAS- und XMCD-Spektrum sowie die zugehörigen Integrale für die Stelle 4a dargestellt. Die Statistik für die diese Stelle ist sehr viel schlechter als im vorherigen Fall, weil der Bereich wesentlich kleiner ist. Es ist in diesem Fall schwierig, sinnvolle Werte für p und q zu bestimmen, was zu wesentlich größeren Fehlern in der Bestimmung von Spin- und Bahnmoment führt. Auch für Stelle 3a konnte man die Momente bestimmen. Bei allen anderen Bereichen war das Signal-Rausch-Verhältnis zu gering. Die für diese drei Bereiche berechneten Werte für Spin- und Bahnmoment sind in der folgenden Tabelle aufgelistet.

Gebiet / Stelle	m_S	m_L
3a	$0,17 \pm 0,04$	$0,03 \pm 0,02$
4	$-0,14 \pm 0,03$	$-0,02 \pm 0,01$
4a	$-0,16 \pm 0,04$	$-0,06 \pm 0,01$

Tabelle 4.3: Spin- und Bahnmoment

Die Volumenwerte von hcp-Kobalt betragen $m_S = 1,57 \mu_B$ und $m_l = 0,09 \mu_B$. Auch für hcp-Kobalt ist der Betrag des Bahnmoment wesentlich geringer als der des Spinmoments [41, 42], wie man das für 3d-Metalle erwartet. Der hier für die Heuslerlegierung bestimmte Wert des Spinmoments ist aber viel geringer. Für die untersuchte Heuslerlegierung ist in first-principles-Rechnungen ein Gesamtmoment von ungefähr $3 \mu_B$ berechnet worden [43], die auch in Magnetisierungsmessungen, bei denen man $3,3 \mu_B$ bestimmt hat, recht gut bestätigt werden konnten. Von den etwa $3 \mu_B$ entfallen ungefähr $1 \mu_B$ auf Kobalt. Zum oben ermittelten Wert besteht aber immer noch ein Faktor von Sechs. Teilweise oder vollständig oxidiertes Kobalt zeigt ein stark verringertes bis kein magnetisches Gesamtmoment. Oxidation ist im XAS-Spektrum aber sehr gut durch eine Schulter an der L_3 -Kante zu erkennen [44], die hier nicht ausgeprägt ist. Eine weitere Veränderung des Spinmoments ergibt sich, wenn der Wert von $n_{3d} = 7,45$, der für den Festkörper bestimmt worden ist, an der Oberfläche leicht verschieden davon ist. Auch kann der magnetische Dipolterm, der im allgemeinen nur eine Veränderung des Spinmoments von nicht mehr als 5 % ausmacht [41, 42], hier einen größeren Einfluss haben. Letztendlich ist es möglich, dass die chemische Zusammensetzung an der Oberfläche nicht identisch mit der im Inneren ist. Hier sind weitere Untersuchungen zum Beispiel mit XPS notwendig. Möglich wäre auch, dass die Magnetisierung innerhalb der granularen Struktur nicht konstant ist, sondern weitere kleine Domänen enthält.

Obwohl die orts aufgelösten XAS-Spektren bisher nur an den Kobalt $L_{2,3}$ -Kanten aufgenommen wurden, zeigen die PEEM-Bilder an der Eisen L_3 -Kante (siehe Abbildung 4.18) ein ähnliches Verhalten von Eisen. Beide Elemente zeigen die granulare magnetische Struktur. PEEM und orts aufgelöstes XAS deuten

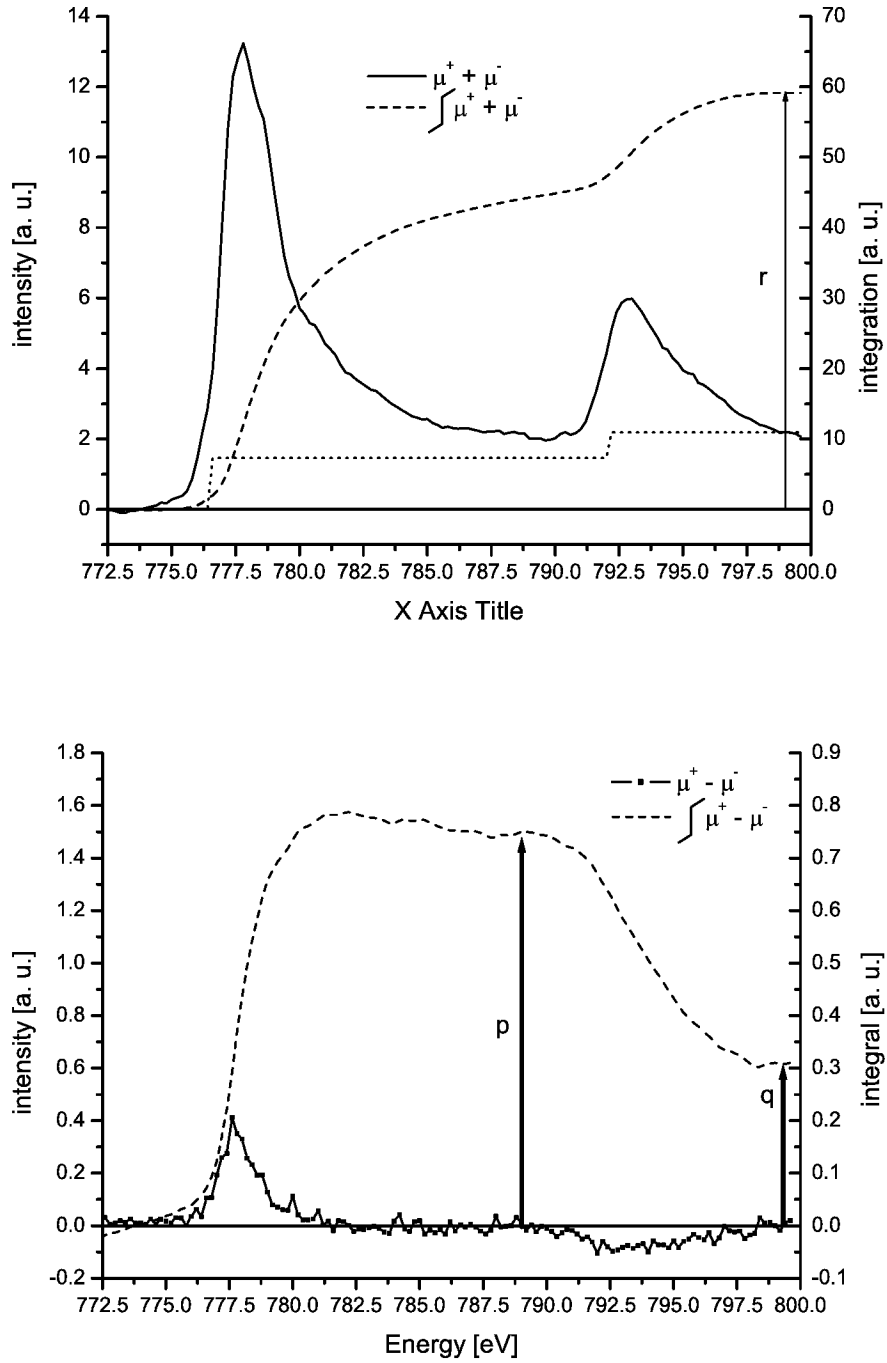


Abbildung 4.27: Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$: XAS- und XMCD-Spektrum für Gebiet Nr. 4 zur Berechnung von Spin- und Bahnmoment nach [35] oben: XAS-Spektrum unten: XMCD-Spektrum

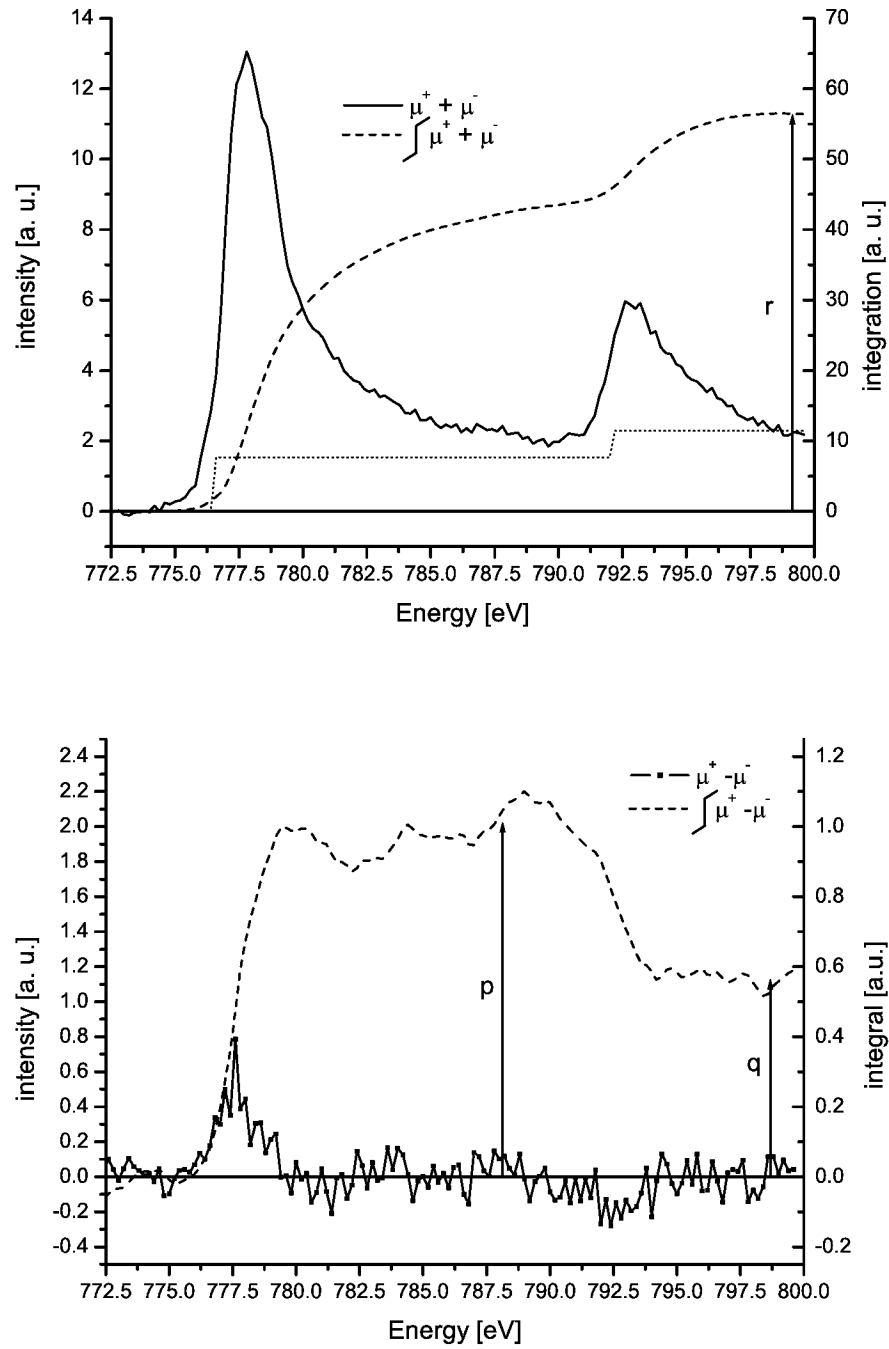


Abbildung 4.28: Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$: XAS- und XMCD-Spektrum für Stelle 4a zur Berechnung von Spin- und Bahnmoment nach [35] oben: XAS-Spektrum unten: XMCD-Spektrum

daher auf ≈ 500 nm große Domänen hin, deren Magnetisierungsrichtung auf Sub-Mikrometerskala stark variiert. Auf etwas größerer Längenskala im Bereich weniger Mikrometer sieht man eine schwache magnetische Kopplung zwischen den einzelnen Domänen (siehe streifenförmige Strukturen in den Abbildungen 4.17 und 4.18). Diese „langreichweitige“ Kopplung ist eventuell durch die magnetische Dipolwechselwirkung zwischen den einzelnen magnetischen Körnern bedingt.

4.2.5 Zusammenfassung und Ausblick

In diesem Kapitel wurde die ferromagnetische Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$ charakterisiert, die einen Magnetwiderstand von bis 25% zeigt. Eine Untersuchung der chemischen Homogenität zeigt, dass sich ein Teil des Chrom an einigen Stellen anreichert und dort teilweise das Kobalt substituiert.

Ortsaufgelöste XAS-Messungen an den Kobalt $L_{2,3}$ -Kanten deuten auf ungefähr 500 nm große Domänen hin, die zueinander relativ willkürlich orientiert sind. Auf einer Mikrometerskala erkennt man eine schwache langreichweitige magnetische Kopplung zwischen den einzelnen Domänen zu streifenförmigen Mustern. PEEM-Abbildungen an den Eisen $L_{2,3}$ -Kanten zeigen ein ähnliches Verhalten. Auch dort tritt eine magnetische Struktur im Nanometerbereich und eine zum Kobalt ferromagnetische Ausbildung zu streifenförmigen Mustern auf. An den Chrom $L_{2,3}$ -Kanten konnte keine Magnetisierung gemessen werden.

Für zukünftige Messungen kann die demonstrierte hohe laterale Auflösung ausgenutzt werden, um eine eindeutige Identifizierung der magnetischen Domänen vorzunehmen. Diese ließe sich gegebenenfalls verbessern, zum Beispiel durch Verringern der chromatischen Aberration mit einem geeigneten Energiefilter. Abbildungserhaltende Energiefilter sind allerdings erst im Entwicklungsstadium.

Weiterhin sollten nicht nur für Kobalt, sondern auch für Eisen und Chrom ortsaufgelöste Spektrenserien aufgenommen werden. Aus diesen ließe sich dann das elementspezifische Verhalten bestimmen. Eine weitere Möglichkeit geben Messungen bei angelegten Magnetfeldern, um den Einfluss auf die Domänenstruktur und die langreichweitige Kopplung der einzelnen Domänen zu untersuchen.

Kapitel 5

Zusammenfassung

In dieser Diplomarbeit wurden verschiedene mikro- und nanostrukturierte magnetische Materialien charakterisiert. Die Messungen wurden durch Photoelektronenspektroskopie mit elektromagnetischer Strahlung im weichen Röntgenbereich durchgeführt. Mit einem Photoelektronenemissionsmikroskop (PEEM) wird eine hohe laterale Auflösung erreicht. Durch resonante Anregung mit polarisierter Röntgenstrahlung ist es möglich, Legierungen elementsensitiv zu untersuchen. Magnetische Sensitivität erreicht man durch den magnetischen Zirkulardichroismus (MXCD = magnet x-ray circular dichroism), der sich durch eine magnetisierungsabhängige Absorption zirkularer polarisierter Röntgenstrahlung ausdrückt.

Während der Arbeit wurde zum ersten Mal mit dem in der Arbeitsgruppe existierenden PEEM am Synchrotron gemessen. Dadurch konnte ein weiterer Beitrag zur Charakterisierung des Strahlrohrs des Forschungszentrums Jülich gegeben werden. Es hat sich gezeigt, dass im Fokus der Strahlung ein Wellenmuster in der Intensität auftritt, das dem eigentlichen Intensitätsprofil überlagert ist. Bei großen Gesichtsfeldern hat sich das als sehr störend erwiesen.

Im ersten Teil wurden Messungen an NiFe-Mikrostrukturen vorgenommen. Dort wurden zwei Quadrate mit 20 μm und 60 μm -Kantenlänge untersucht. Bei der Charakterisierung der Morphologie konnte die Ortsauflösung der PEEM zu ungefähr 200 nm bestimmt werden. Diese hohe Ortsauflösung erlaubte eine präzise Abbildung der magnetischen Domänen, die für beide Strukturen abgebildet wurden. Die hohe laterale Empfindlichkeit gestattete eine Auflösung bis unter Domänenwandbreite, die zu 1 μm bestimmt werden konnte. Es konnte gezeigt werden, dass eine ähnlich hohe Ortsauflösung auch bei in-situ angelegten Magnetfeldern erreicht wird. Damit lassen sich zukünftig magnetische Umschaltprozesse von weiteren Mikro- und Nanostrukturen untersuchen.

Im zweiten Teil der Arbeit wurde die Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$ untersucht. Eine Analyse der chemischen Homogenität zeigt, dass Chrom sich zu einem geringen Anteil auf bestimmten Bereichen der Probe anreichert und Kobalt dort substituiert. Es werden ortsaufgelöste XAS-Spektren (XAS = x-ray absorption spectroscopy) diskutiert, die auf einige hundert Nanometer große Domänen

in Korngröße des gesinterten Materials hindeuten. Die einzelnen Domänen sind zueinander relativ willkürlich geordnet. Auf größerer Skala im Bereich einiger Mikrometer zeigt sich eine schwache ferromagnetische Kopplung der einzelnen Domänen.

Mit diesen ersten Messungen ist ein Ansatz vorgestellt worden, der es ermöglicht, den Magnetismus von Legierungen elementsensitiv und auf einer Nanometerskala orts aufgelöst zu untersuchen.

Anhang A

NiFe-Strukturen: zusätzliche Bilder

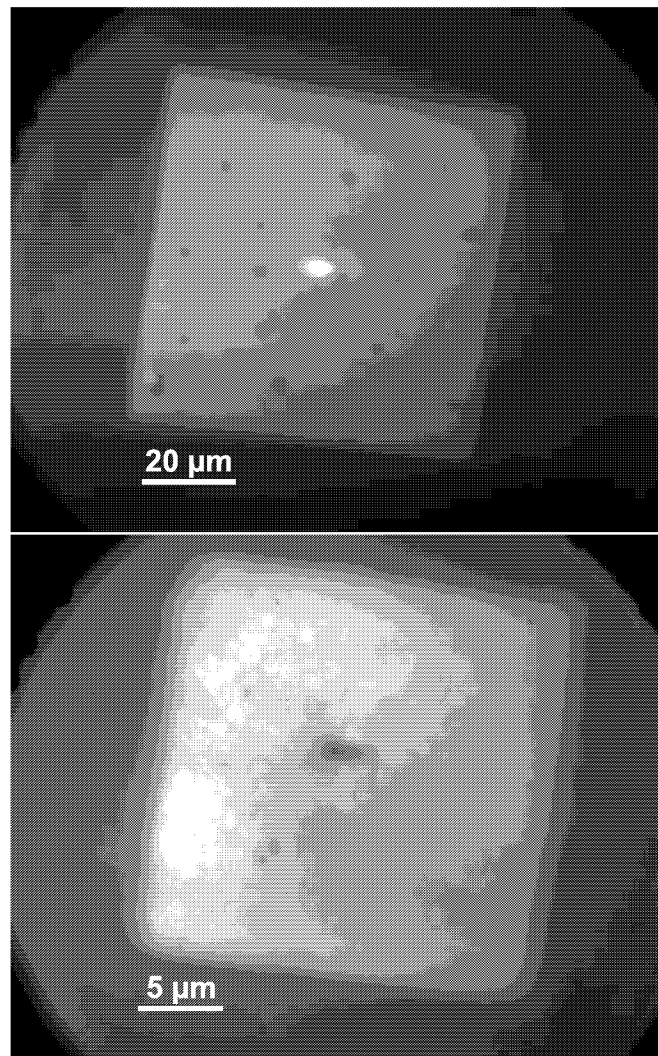


Abbildung A.1: PEEM-Abbildungen von zwei NiFe-Strukturen. Gezeigt ist die Summe aus Einzelbildern, die mit links und rechts zirkular polarisierter Strahlung bei einer Photonenenergie von 707,4 eV (Eisen L_3 -Kante) aufgenommen wurden. oben: 60 μm NiFe-Struktur. unten: 20 μm NiFe-Struktur.

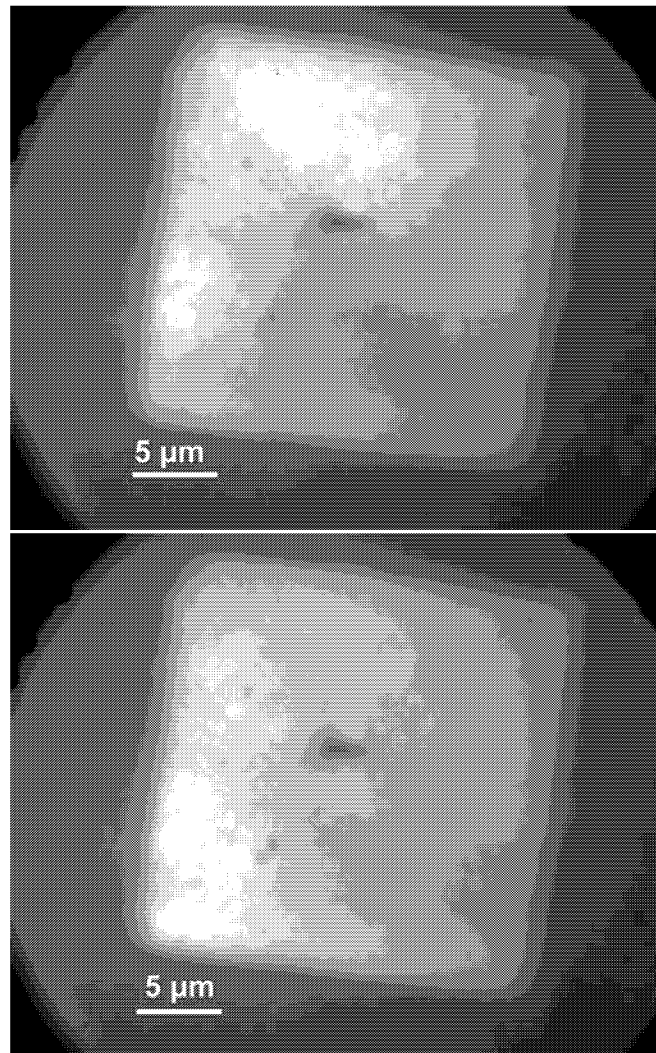


Abbildung A.2: 20 μm NiFe-Struktur bei einer Photonenenergie von 707,4 eV (Eisen L_3 -Kante). Belichtungszeit 10 s. oben: Aufnahme mit links zirkular polarisierte Strahlung. unten: Aufnahme mit rechts zirkular polarisierte Strahlung.

Anhang B

Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$: zusätzliche Daten

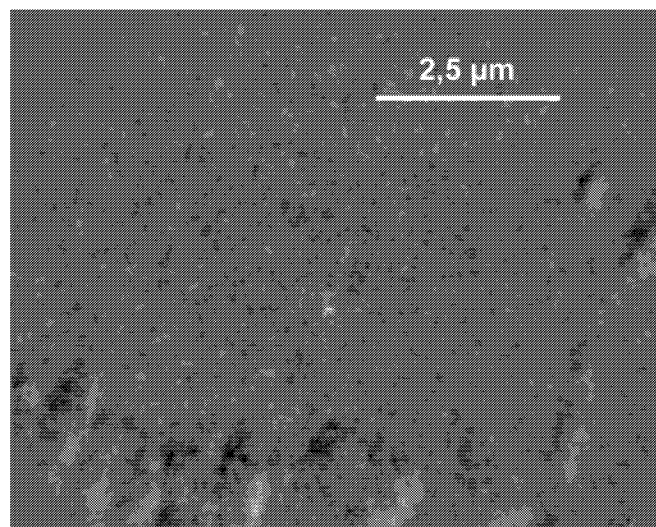


Abbildung B.1: Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$: Differenzbild aus links und rechts zirkular polarisierter Strahlung bei einer Photonenenergie von 585,1 eV (Chrom L_2 -Kante)

```

% Absorptionsspektrum fuer Heusler-Probe
% =====
%
% Matrix spec enthaelt alle Daten
%
% spec(:,1)  Energien
% spec(:,2)  Mittelwert eines grossen Bereichs zur Normierung  lcp
% spec(:,3)                                     rcp
% spec(:,4*n+4)  norm. Mittelwert ROI Nr. n lcp
% spec(:,4*n+5)                                     rcp
% spec(:,4*n+6)  arithm. Fehler des MW Nr. n lcp
% spec(:,4*n+7)                                     rcp

% Fürs Absorptionsspektrum Platz schaffen
spec=zeros(149,4*n+1);
flaeche=zeros(n,1);      % Flaeche der einzelnen ROIs

% ROIs laden
load roi_oa
for i=1:n
    eval(strcat('im',num2str(i),'=roipoly(a,x',num2str(i),'y',num2str(i),'');));
    eval(strcat('clear x',num2str(i),' y',num2str(i),'');));
    eval(strcat('flaeche(i)=sum(sum(im',num2str(i),'');));));
end

% Energien eintragen
spec(:,1)=(770:0.2:799.6)';

for i=1:149
    templ=loadb16(strcat('satz_2/heusler_sl_0',num2str(i),'.b16'),16);    % lcp
    temp2=loadb16(strcat('satz_1/heusler_sl_0',num2str(i),'.b16'),16);    % rcp

    % auf Beamcurrent normieren
    templ=templ/satz2_y(i);
    temp2=temp2/satz1_y(i);

    anzahl_punkte=sum(sum(im_gb));

    mittelw_l=sum(sum(templ.*im_gb))/anzahl_punkte;
    mittelw_r=sum(sum(temp2.*im_gb))/anzahl_punkte;

    spec(i,2)=mittelw_l;    % Normierung speichern
    spec(i,3)=mittelw_r;

    for k=0:(n-1)
        im=eval(strcat('im',int2str(k+1)));    % ROI

        anzahl_punkte=sum(sum(im));
        mittelw_l=sum(sum(templ.*double(im)))/anzahl_punkte;
        mittelw_r=sum(sum(temp2.*double(im)))/anzahl_punkte;

        % stabw berechnen
        temp=(templ-mittelw_l).*(templ-mittelw_l);    % Mittelwert abziehen
        temp=temp.*double(im);    % auf ROI beschaenken = Fehler^2
        fehlersum=sum(sum(temp));
        stabw_l=sqrt(fehlersum/(anzahl_punkte-1));

        temp=(temp2-mittelw_r).*(temp2-mittelw_r);    % Mittelwert abziehen
        temp=temp.*double(im);    % auf ROI beschaenken = Fehler^2
        fehlersum=sum(sum(temp));
        stabw_r=sqrt(fehlersum/(anzahl_punkte-1));

        spec(i,4*k+4)=mittelw_l/spec(i,2)*spec(i,3);    % angeglicherer Mittelwert lcp
        spec(i,4*k+5)=mittelw_r;    % Mittelwert rcp
        spec(i,4*k+6)=stabw_l/sqrt(anzahl_punkte);    % arithm. Fehler des MW l
        spec(i,4*k+7)=stabw_r/sqrt(anzahl_punkte);
    end
end
end

```

Abbildung B.2: Auszug aus dem Computerprogramm zur Erstellung der XAS-Spektren

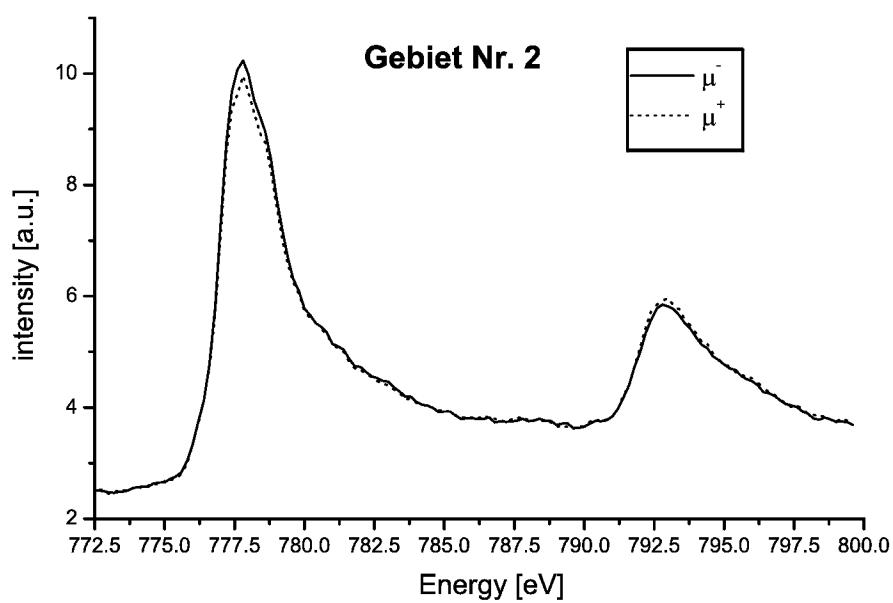
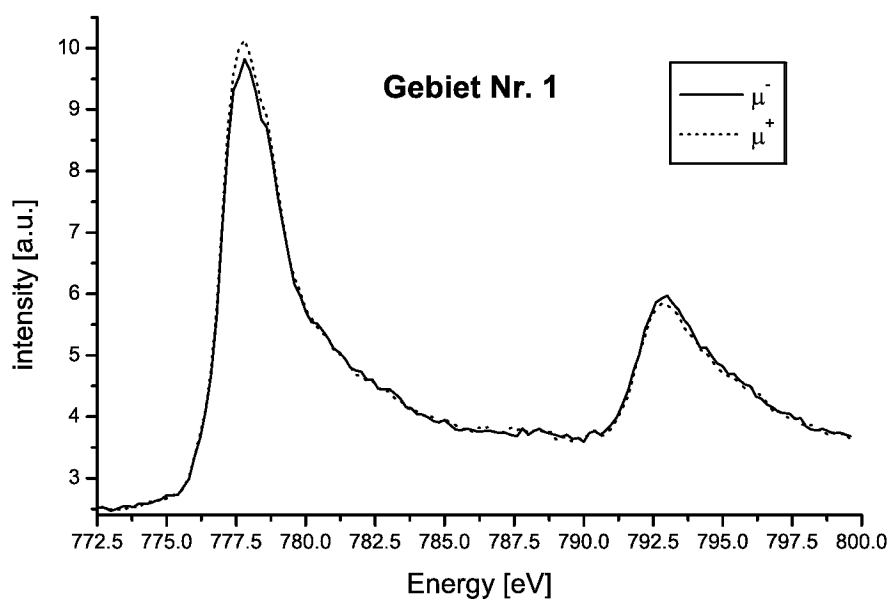


Abbildung B.3: Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$: XAS für Gebiet Nr. 1 unten: XAS für Gebiet Nr. 2 (siehe Abbildung 4.24)

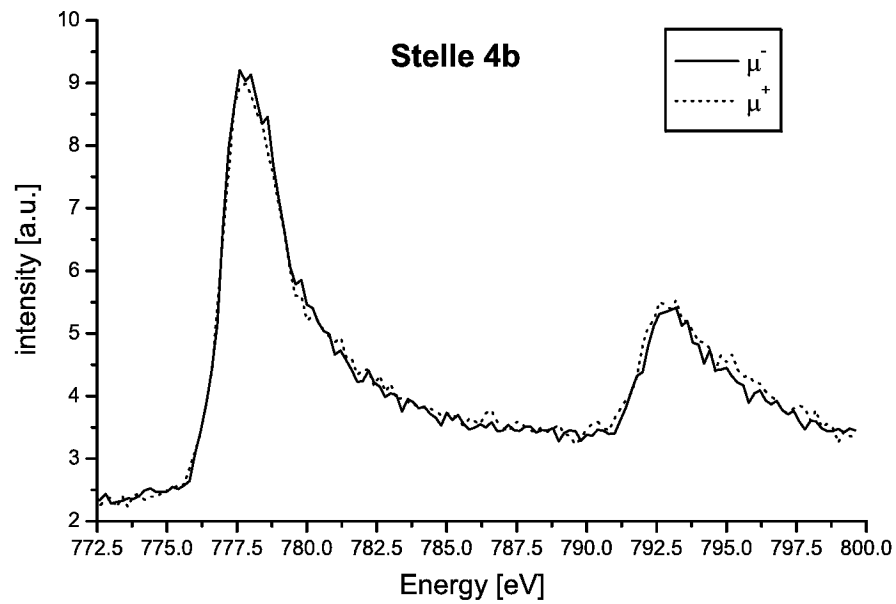
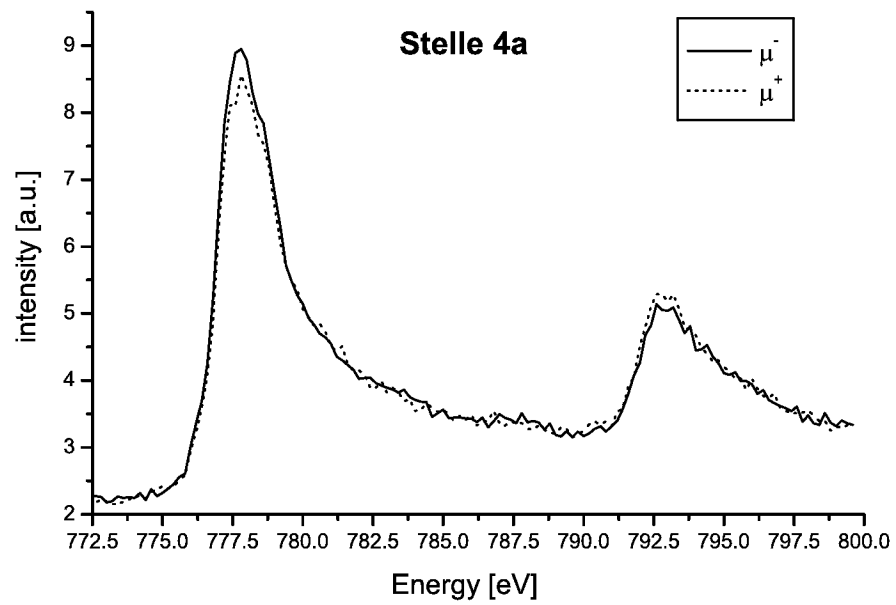


Abbildung B.4: Heuslerlegierung $\text{Co}_2\text{Cr}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{Al}$: oben: XAS für Stelle 4a unten: XAS für Stelle 4b (siehe Abbildung 4.24)

Literaturverzeichnis

- [1] W. Nolting, „Quantentheorie des Magnetismus Band 2“, Teubner (1986)
- [2] V. L. Moruzzi, J. F. Janak, A. R. Williams, „Calculated Electronic Properties of Metals“, Pergamon Press, New York (1978)
- [3] A. Hubert und R. Schäfer, „Magnetic Domains. The analysis of magnetic microstructures“, Springer Verlag (1998)
- [4] R. Schäfer, „Magnetische Mikrostrukturen in Heraeus-Ferienkurs: Komplexe magnetische Phänomene in Festkörpern“, TU Dresden (2001)
- [5] A. Einstein, „Über einen die Erzeugung und Verwandlung des Lichtes betreffenden Gesichtspunkt“, Ann. Physik **17** (1905)
- [6] L. Baumgarten, „Winkelaufgelöste Photoemission zur Bandstrukturbestimmung in Festkörpern“, 30. Ferienkurs des Forschungszentrums Jülich GmbH (1999)
- [7] Claude Cohen-Tannoudji, Bernard Diu, Franck Laloë, „Quantenmechanik“, de Gruyter, Berlin, New York
- [8] G. Otter und R. Honecker, „Atome - Moleküle - Kerne Band 1“, Teubner (1993)
- [9] B. L. Henke, J. A. Smith und D. A. Atwood, J. Appl. Phys. **48**, 1852 (1977)
- [10] J. Stöhr, H. A. Padmore, S. Anders, T. Stammler, M. R. Scheinfein, Surface Reviews and Letters **5,6**, 1297 (1998)
- [11] A. Dallmeyer „Magnetism in thin films and quantum wires“, Doktorarbeit, Universität zu Köln (2001)
- [12] J. L. Erskine und E. A. Stern, Phys. Rev. B. **12**, 5016 (1975)
- [13] G. Schütz, W. Wagner, W. Wilhelm, P. Kienle, R. Zeller, R. Frahm, and G. Materlik, Phys. Rev. Lett. **58**, 737 (1987)

- [14] H. A. Dürr, S. S. Dhesi, E. Dudzik, D. Knabben, G. van der Laan, J. B. Goedkoop, and F. U. Hillebrecht, Phys. Rev. B. **59**, 701 (1999)
- [15] G. Schütz „Zirkularer magnetischer Röntgenschroismus“, 24. Ferienkurs des Forschungszentrums Jülich, Kapitel 22 (1993)
- [16] B. T. Thole, P. Carra, F. Sette und G. van der Laan, Phys. Rev. Lett. **68**, 1943 (1992)
- [17] P. Carra, B. T. Thole, M. Altarelli und X. Wang, Phys. Rev. Lett. **70**, 694 (1993)
- [18] R. Wu, D. Wang und A. J. Freeman, Phys. Rev. Lett. **71**, 3581 (1993)
- [19] V. Saile, „Properties of Synchrotron Radiation“, 23. Ferienkurs des Forschungszentrums Jülich, Kapitel 1 (1992)
- [20] D. H. Thomboulia und P. L Hartman, Phys. Rev. **102**, 1423 (1956)
- [21] E. Weschke „Magnetische Streuung von Synchrotronstrahlung“, Heraeus-Ferienkurs TU Dresden, (2001)
- [22] C.T. Chen, Rev. Sci. Instr. **60** (7), 1616 (1989)
- [23] G. Schönhense „Imaging of magnetic structures by photoemission electron microscopy“, J. Phys.:Condens. Matter **11** 9517 (1999)
- [24] D. Dahl, „SIMION 3D Version 6.0 User’s Manual“, Idaho National Engineering Laboratory
- [25] S. A. Nepijko, N. N. Sedov und G. Schoenhense, J. of Microscopy **202**, 1 (2001)
- [26] S. A. Nepijko, N. N. Sedov, O. Schmidt, G. Schoenhense, X. Baos und W. Huang, J. of Microscopy **202**, 480 (2001)
- [27] F. Kronast, „Spinaufgelöste Photoelektronen-Emissions-Mikroskopie an magnetischen Nanostrukturen“, Diplomarbeit, Universität zu Köln (2001)
- [28] A. Recknagel, Z. Phys. **117** 689 (1941)
- [29] A. Recknagel, „Das Auflösungsvermögen des Elektronenmikroskops für Selbststrahler“, Z. Phys. **120** 331 (1943)
- [30] D W O Heddel, „Electrostatic Lens Systems“, IoP (2000)
- [31] Glaser W., „Grundlagen der Elektronenoptik“, Springer Berlin (1952)

- [32] C. M. Schneider, K. Holldack, M. Kinzler, M. Grunze, H. P. Oepen, F. Schafers, H. Petersen, K. Meinel, and J. Kirschner, *Appl. Phys. Lett.* **63**, 2432 (1993)
- [33] R. Fink, M. R. Weiss, E. Umbach, D. Preikszas, H. Rose, R. Spehr, P. Hartel, W. Engel, R. Degenhardt, R. Wichtendahl, H. Kuhlenbeck, W. Erlebach, K. Ihmann, R. Schlögl, H.-J. Freund, A. M. Bradshaw, G. Lilienkamp, Th. Schmidt, E. Bauer, and G. Brenner, *J. Electron Spectrosc. Rel. Phenom.* **84**, 231 (1997)
- [34] G. Binasch and P. Grünberg and F. Saurenbach and W. Zinn, *Phys. Rev. B* **39** (1989)
- [35] C. T. Chen, Y. U. Idzerda, H.-J. Lin, N. V. Smith, G. Meigs, E. Chaban, G. H. Ho, E. Pellegrin und F. Sette, *Phys. Rev. Lett.* **75**, 152 (1995)
- [36] J.-J. Yeh, *Atomic Calculations of Photoionization Cross Sections and Asymmetry Parameters* (Gordon and Breach, Langhorne, PA, 1993)
- [37] F. Senf, private Mitteilung
- [38] R. von Helmolt, J. Wecker, B. Holzapfel, L. Schultz und K. Samwer, *Phys. Rev. Lett.* **71**, 2331 (1991)
- [39] T. Block, C. Felser, G. Jakob, G. Schönhense, J. Ensling, B. Mühling, P. Gütlich und R. J. Cava, zur Veröffentlichung eingereicht (2002)
- [40] S. Ogut and K. M. Rabe, *Phys. Rev. B* **51**, 10443 (1995)
- [41] P. Söderlind, O. Eriksson, B. Johansson, R. C. Albers and A. M. Boring, *Phys. Rev. B* **45**, 12911 (1992)
- [42] O. Eriksson, B. Johansson, R. C. Albers, A. M. Boring and M. S. S. Brooks, *Phys. Rev. B* **42**, 2707 (1990)
- [43] C. Felser, mündl. Mitteilung
- [44] T. J. Regan, H. Ohldag, C. Stamm, F. Nolting, J. Lüning, J. Stöhr and R. L. White, *Phys. Rev. B* **64**, 214422 (2001)

Danksagung

Diese Arbeit wurde zu gleichen Teilen im Institut für elektronische Eigenschaften (IEE) des Instituts für Festkörperforschung im Forschungszentrum Jülich und bei der Berliner Speicherring-Gesellschaft für Synchrotronstrahlung (BESSY) angefertigt. Allen Mitarbeitern beider Institute möchte ich ganz herzlich für die freundliche und anregende Arbeitsatmosphäre danken.

Ich bedanke mich bei den Direktoren Prof. Dr. Th. Brückel und Prof. Dr. W. Eberhardt, die es mir ermöglicht haben diese Arbeit dort anzufertigen.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Dr. Hermann A. Dürr, der mich betreut hat und mich immer tatkräftig unterstützte.

Bedanken muss ich mich auch bei Florian Kronast, der mich in das Experiment eingewiesen hat und immer eine erste Anlaufstelle war. Von ihm habe ich im vergangenen Jahr eine Menge gelernt.

I would also like to thank our collaborators from the University of Mainz Andrei Gloskovskii, Dr. Dmitrii Valdaitsev, Prof. Dr. Sergeij Nepijko and Dr. Claudia Felser. Also I don't want to forget to thank Dr. St. Cramm from the Forschungszentrum Jülich for his help with the beamline.

Für die NiFe-Probe bedanke ich mich bei Simon Stein vom Institut für elektrokeramische Materialien.

Auch bei Hyoungh-Seub Rhie und Dr. Niko Pontius möchte ich mich für die vielen Hilfestellungen bedanken.

Desweiteren danke ich den „Jülichern“ Heinz Pfeiffer, Jürgen Lauer, Konrad Bickmann und Bernd Küpper für ihre unkomplizierte Hilfe bei Elektro-, Software- und Vakuump Problemen. Auch den „Berlinern“ Gerd Meyer und Helmut Pfau ein Dankeschön.

In besonderer Weise möchte ich mich bei meinen Eltern und meinen vier Geschwistern Barbara, Theo, Felix und Christine bedanken, die mir (jeder auf seine Weise) ermöglicht haben, mein Studium erfolgreich zu absolvieren.

Forschungszentrum Jülich
in der Helmholtz-Gemeinschaft



Jül-4068
Juni 2003
ISSN 0944-2952