

2-Dimensionaler Magnetismus von Eisen-Monolagen in Palladium

von

Daniel Schumacher

Diplomarbeit in Physik

vorgelegt der

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

im

September 2008

angefertigt am

Institut für Streumethoden (IFF-4)
Forschungszentrum Jülich

Prof. Dr. Th. Brückel

Dr. U. Rücker

Zusammenfassung

In dieser Arbeit werden die Eigenschaften von Schichtsystemen bestehend aus wenigen Monolagen dicken Eisenschichten in Palladium untersucht. Wesentlicher Bestandteil ist zunächst die Präparation der Schichtsysteme durch Molekularstrahlepitaxie. Die Gitterfehlpassung zwischen $\sqrt{2}$ mal des kubischen Gitterparameters von Eisen und des kubischen Gitterparameter von Palladium beträgt nur 5 %. Dadurch ist epitaktisches Wachstum eines um 45° in $[001]$ Ebene gedrehten Eisenkristallgitters auf (001) orientiertem Palladium möglich. Palladium selbst kann seinerseits auf einem (001) orientierten GaAs-Substrat mit einer (001) Silber-Pufferschicht aufwachsen, da die Gitterfehlpassung auch hier nur etwa 5 % beträgt.

Durch Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES) und Low Energy Electron Diffraction (LEED) wird ein Aufdampfverfahren mit variabler Aufdampftemperatur entwickelt, durch das epitaktische, reine Palladiumschichten mit guter Oberflächenqualität auf Silber hergestellt werden können. Anschließend wird durch AES die Stabilität weniger Monolagen dicker Eisenschichten auf Palladium nachgewiesen. Durch abwechselndes Deponieren weiterer Palladium- und Eisenschichten werden epitaktische $(150 \text{ \AA Pd} / x \text{ \AA Fe})_{\times 10} / 150 \text{ \AA Pd}$ Multilayerschichtsysteme mit zwischen $x = 10 \text{ \AA}$ und $x = 1 \text{ \AA}$ dicken Eisenschichten präpariert. Das Herstellen von Multilayersystemen ist nötig, um möglichst intensitätsstarke Bragg-Peaks in den Reflektometriemessungen zu erhalten.

Die makroskopischen magnetischen Eigenschaften der Proben werden ex-situ durch temperaturabhängige SQUID-Messungen zwischen 2 K und 350 K charakterisiert. Ein ähnlich starker Einfluss des Eisens auf das Palladium wie in mit Eisen verunreinigtem bulk-Palladium (Giant Moments) konnte nicht beobachtet werden. Vielmehr können die gemessenen magnetischen Eigenschaften allein schon durch das enthaltene Eisen erklärt werden. Für den Multilayer mit $1 \text{ \AA}$ dicken Eisenschichten wird ein Absinken der Curie-Temperatur auf etwa 300 K gemessen und somit das erwartete Verhalten im Übergang zu zweidimensionalen Systemen beobachtet.

Der strukturelle Aufbau der Schichtsysteme wird durch Röntgenreflektometrie analysiert. Eine Zunahme der Grenzflächenrauigkeiten mit ansteigender Periode wird gezeigt. Außerdem kann das Ausbilden einer Interdiffusionsschicht zwischen den Eisen- und den darüber deponierten Palladiumschichten belegt werden.

Mit polarisierter Neutronenstreuung unter streifendem Einfall werden zum einen die Ergebnisse der Strukturanalyse aus der Röntgenreflektometrie bestätigt, zum anderen wird die magnetische Struktur der Proben untersucht. Es werden sowohl magnetfeldabhängige Messungen bei Sättigungs- und remanenter Magnetisierung, als auch temperaturabhängige Messungen bei 6 K und Raumtemperatur durchgeführt. Die Eisenschichten weisen mit den bulk-Eigenschaften vergleichbare Magnetisierungen auf. In den Interdiffusionsschichten kann eine verminderte Magnetisierung ermittelt werden, die durch das enthaltene Eisen verursacht werden kann. Die Ergebnisse stimmen somit mit den makroskopischen Eigenschaften überein und können keine signifikante Magnetisierung des Palladiums nachweisen.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	7
2	Theoretischer Hintergrund	9
2.1	Magnetismus	9
2.1.1	Grundlagen des Magnetismus	9
2.1.2	Atomarer Magnetismus	10
2.1.3	Bandmagnetismus	12
2.1.4	Magnetismus in dünnen Schichten	14
2.2	Streumethoden	16
2.2.1	Neutronenstreuung	17
2.2.2	Röntgenstreuung	21
2.2.3	Streuung unter streifendem Einfall an Schichtsystemen	21
2.2.4	Polarisierte Neutronenstreuung unter streifendem Einfall	25
3	Experimentelle Methoden	27
3.1	Molekularstrahlepitaxie (MBE)	27
3.2	In-situ Charakterisierung der Proben	29
3.2.1	LEED	29
3.2.2	AES	29
3.3	Rasterkraftmikroskopie (AFM)	30
3.4	Superconducting Quantum Interference Device (SQUID)	30
3.5	Röntgenreflektometrie	31
3.6	Neutronenreflektometrie	32
4	Probenpräparation	35
4.1	Wahl und Präparation des Substrates	35
4.2	Deposition der ersten Palladium Schicht	37
4.3	Deposition der ersten Eisen-Schicht	40
4.4	Deposition der weiteren Schichten	40
5	Ergebnisse und Auswertung der Probencharakterisierung	45
5.1	Rasterkraftmikroskopie	45
5.2	SQUID Messungen	46
5.3	Reflektometriemessungen unter streifendem Einfall	50
5.3.1	Auswertung der Proben Pd22 und Pd30	51
5.3.2	Auswertung der Proben Pd13 und Pd14	57
5.3.3	Auswertung der Proben Pd26 und Pd27	63
6	Zusammenfassung und Fazit	69
	Danksagung	70
	Literaturverzeichnis	71

A	Eingabedateien der Reflektometriesimulationen	75
A.1	Röntgenreflektometrie	75
A.2	Neutronenreflektometrie	79
B.	Abbildungsverzeichnis	93
C.	Verwendete Symbole	97

1 Einleitung

Die möglichen Anwendungsgebiete magnetischer Schichtsysteme sind aktuell bereits sehr vielfältig und nehmen stetig zu. Bekannteste Beispiele sind sicherlich die Ausnutzung magnetoresistiver Effekte (z.B. des GMR [1] [2]) in Massenspeichergeräten oder MRAMs. Die zugrunde liegenden Kopplungsphänomene zwischen den einzelnen Schichten sind in ihrer Komplexität bei weitem noch nicht vollständig verstanden. In dieser Arbeit werden deshalb zwei sehr grundlegende Phänomene in magnetischen Schichtsystemen untersucht: Zum einen der Einfluss extrem dünner ferromagnetischer Schichten auf umgebendes paramagnetisches Material, zum anderen inwieweit der Übergang von dreidimensionalem zu zweidimensionalem magnetischen Verhalten bei Reduzierung der ferromagnetischen Schichtdicke beobachtbar ist.

Palladium ist das Element, das nach den drei ferromagnetischen Metallen Eisen, Kobalt und Nickel den größten Stonerparameter aufweist. Es ist somit von den paramagnetischen Metallen dem Ferromagnetismus am nächsten. Daher ist es von großem Interesse, ob geringe Mengen eines ferromagnetischen Materials ausreichen, um das angrenzende Palladium zu magnetisieren.

Es ist bereits vor einiger Zeit nachgewiesen worden, dass Eisenkonzentrationen von weniger als 2 % in bulk-Palladium ausreichen, um ein magnetisches Gesamtmoment zu erzeugen, das bis zu dreimal größer ist als es allein durch die Eisenatome verursacht werden könnte (Giant Magnetic Moments [3]). Es konnte zudem gezeigt werden, dass jedes einzelne Eisenatom umliegendes Palladium in bis zu 50 Å Abstand beeinflusst. Es gibt außerdem einige Untersuchungen wie sich die Gesamtmagnetisierung einer Probe verändert, wenn nach und nach einzelne Monolagen Palladium auf ihnen deponiert werden [4] [5] [6]. Die Experimente zeigten, dass Palladium sowohl auf Eisen als auch auf Kobalt als auch auf Nickel polarisiert wird. Zwar konnten die Messungen nur einen recht geringen Einfluss auf die ersten Monolagen Palladium nachweisen, jedoch gab es einige Hinweise, dass der Einfluss stark von der Schichtqualität der Palladiumschicht abzuhängen scheint, da die größte Reichweite des magnetischen Einflusses bei den Schichten auftrat, bei denen zumindest teilweise Lagenwachstum beobachtet werden konnte.

Ziel dieser Arbeit ist es daher epitaktische Palladium-Eisen-Schichtsysteme mit sehr gut definierten Grenzflächen herzustellen und anschließend zu analysieren, ob in solchen Schichtsystemen ähnlich große Effekte wie im bulk-Palladium auftreten. Die Dicke der Eisenschichten soll dabei so weit wie möglich bis auf einzelne Monolagen reduziert werden, um die Reduzierung der Dimensionalität und damit verbundene Effekte beobachten zu können.

Wichtiger Bestandteil dieser Arbeit ist daher zunächst die Optimierung der für die Probenpräparation durch Molekularstrahlepitaxie wichtigen Prozessparameter. Dies geschieht hauptsächlich durch in-situ Charakterisierungsmethoden während des Herstellungsprozesses. Anschließend werden die Schichtsysteme ex-situ durch verschiedene Methoden charakterisiert. Die makroskopischen magnetischen Eigenschaften werden durch temperatur- und feldabhängige SQUID-Messungen ermittelt. Anschließend werden Reflektometrienmessungen unter streifendem Einfall zum einen auf einem Röntgenreflektometer, zum anderen am Neutronenreflektometer TREFF am Forschungsreaktor München II (FRM II) in Garching durchgeführt. Diese Methoden haben den großen Vorteil, dass sie die räumliche Struktur der Probe nicht nur in oberflächennahen Bereichen, sondern die jeder einzelnen Schicht im Innern der Probe analysieren können, ohne diese

zu zerstören. Zusätzlich dazu ist es durch Verwendung von polarisierten Neutronen am TREFF möglich, die magnetische Struktur der Schichtsysteme zu charakterisieren.

2 Theoretischer Hintergrund

2.1 Magnetismus

In diesem Abschnitt werden die theoretischen Grundlagen und Ursachen des Magnetismus kurz zusammengefasst. Nach einer Einführung der Grundgleichungen und -größen zur Beschreibung des Magnetismus wird anschließend ausgehend vom Magnetismus einzelner Atome, mit dem sich bereits para- und diamagnetische Eigenschaften erklären lassen, das Konzept der Dichtefunktionaltheorie (DFT) vorgestellt. Sie ist unter anderem dafür geeignet, Übergangsmetalle theoretisch zu behandeln und z.B. das Vorhanden- oder Nichtvorhandensein von Ferromagnetismus bei diesen Materialien korrekt zu beschreiben. Zuletzt werden dann die in magnetischen Dünnschichtsystemen auftretenden Effekte behandelt.

2.1.1 Grundlagen des Magnetismus

Die Grundgleichungen des Elektromagnetismus sind die vier Maxwellgleichungen. Im SI-System lauten sie (zur genauen Erläuterung der Symbole siehe Anhang):

$$\nabla \cdot \vec{D} = \rho \quad (2.1)$$

$$\nabla \times \vec{H} = \vec{j} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} \quad (2.2)$$

$$\nabla \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \quad (2.3)$$

$$\nabla \cdot \vec{B} = 0 \quad (2.4)$$

Die zur Beschreibung der magnetischen Phänomene wichtigen Größen sind dabei die magnetische Feldstärke $\vec{H}$, die magnetische Induktion $\vec{B}$ und die Magnetisierung $\vec{M}$. $\vec{M} = \frac{\sum_i \vec{m}_i}{V}$ ist dabei die makroskopische Magnetisierung und gibt die Dichte der magnetischen Momente in einem Volumen an. Alle drei Größen sind über die zusätzliche Gleichung

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{M}) \quad (2.5)$$

miteinander verknüpft. Für kleine Felder und nicht ferromagnetische Materialien ist darüber hinaus die Feldstärke $\vec{H}$ proportional zur Magnetisierung $\vec{M}$:

$$\vec{M} = \chi \vec{H} \quad (2.6)$$

χ ist die magnetische Suszeptibilität und enthält somit die Information über die Magnetisierbarkeit des Materials. Und somit:

$$\vec{B} = \mu_0(1 + \chi)\vec{H} := \mu_0\mu_r\vec{H}^1 \quad (2.7)$$

Aus den Maxwellgleichungen lassen sich direkt einige wichtige Schlüsse ziehen: Aus der Quelfreiheit des magnetischen Feldes (Gleichung 2.4) folgt, dass sich die magnetische Induktion immer durch ein Vektorpotential $\vec{A}$ darstellen lässt, das die folgende Bedingung erfüllt:

$$\vec{B} = \nabla \times \vec{A} \quad (2.8)$$

Darüber hinaus hat man außerdem noch die Möglichkeit $\nabla \vec{A}$ frei zu wählen (Eichfreiheit). Je nach Anforderung gibt es dafür unterschiedliche sinnvolle Möglichkeiten. Die dritte Maxwellgleichung (Gleichung 2.3) lässt sich auch in integraler Form darstellen:

$$U_{ind}[L] = \oint_L \vec{E} \cdot d\vec{l} = \frac{d}{dt} \int_A \vec{B} \cdot d\vec{a} = -\frac{d}{dt} \Phi[A] \quad (2.9)$$

Als wichtiges Ergebnis erhält man also, dass in einer geschlossenen Leiterschleife L eine Spannung U induziert wird, die der negativen zeitlichen Änderung des magnetischen Flusses Φ durch die von der Leiterschleife umschlossenen Fläche A entspricht.

2.1.2 Atomarer Magnetismus

Im folgenden Kapitel soll ein angelegtes Magnetfeld $\vec{B}$ stets parallel zur z-Richtung anliegen und soll durch ein Vektorpotential $\vec{A}(\vec{r}) = -\frac{1}{2}(\vec{r} \times \vec{B})$ mit der Eichung $\nabla \cdot \vec{A} = 0$ beschrieben werden.

Der Magnetismus einzelner Atome ist ein rein quantenmechanischer Effekt. Deswegen muss zur korrekten Beschreibung der Hamiltonoperator, der das System beschreibt, aufgestellt und im Anschluß die Schrödingergleichung gelöst werden. Schon für Atome mit mehreren Elektronen ist diese allerdings nicht mehr exakt lösbar. Es ist jedoch möglich, mit einigen wenigen Näherungen Ergebnisse zu erzielen, die die Eigenschaften einzelner Atome sehr gut beschreiben. Der Hamiltonoperator für ein Atom mit Z Elektronen im Magnetfeld lautet:

$$\mathcal{H} = \sum_i \frac{1}{2m} (\vec{p}_i + \frac{e}{c} \vec{A}(\vec{r}_i))^2 + \sum_i \frac{-Ze^2}{r_i} + \frac{1}{2} \sum_{i \neq j} \frac{e^2}{|\vec{r}_i - \vec{r}_j|} - \sum_i \vec{m}_i \vec{B} \quad (2.10)$$

Dabei ist $\vec{m}_i = -2\mu_B \vec{s}_i$ das magnetische Moment des Spins $\hbar \vec{s}_i$ des Elektrons, $\mu_B = \frac{e\hbar}{2m_e}$ das Bohr'sche Magneton. Da die magnetischen Energien relativ zur Coulomb-Wechselwirkung klein sind, ist es zweckmäßig, Gleichung 2.10 in einen magnetfeldunabhängigen Teil $\mathcal{H}^{(0)}$ und einen magnetfeldabhängigen Teil $\mathcal{H}^{(1)}$ zu zerlegen:

$$\mathcal{H} = \mathcal{H}^{(0)} + \mathcal{H}^{(1)} \quad (2.11)$$

$$\mathcal{H}^{(0)} = \sum_i \left(\frac{1}{2m} \vec{p}_i^2 - \frac{Ze^2}{r_i} \right) + \frac{1}{2} \sum_{i \neq j} \frac{e^2}{|\vec{r}_i - \vec{r}_j|} \quad (2.12)$$

$$\mathcal{H}^{(1)} = \mu_B \vec{B} \sum_i (\vec{l}_i + 2\vec{s}_i) + \frac{e^2}{8mc^2} B^2 \sum_i (x_i^2 + y_i^2) \quad (2.13)$$

¹analog gilt auch $\vec{D} = \epsilon_0 \epsilon_r \vec{E}$

Hierbei wurde $\vec{r}_i \times \vec{p}_i = \hbar \vec{l}_i$ benutzt. $\mathcal{H}^{(0)}$ entspricht genau dem Hamiltonoperator des Atoms, wenn kein Magnetfeld anliegt. $\mathcal{H}^{(1)}$ kann dann als kleine Störung von $\mathcal{H}^{(0)}$ behandelt werden kann. Aus der Störungsrechnung bis zur 2. Ordnung folgt daraus für die Grundzustandsenergie des Atoms im Magnetfeld

$$E_0 = E_0^{(0)} + \mu_B \vec{B} \langle 0 | (\vec{L} + 2\vec{S}) | 0 \rangle \quad (2.14)$$

$$+ \frac{e^2}{8mc^2} B^2 \langle 0 | \sum_i (x_i^2 + y_i^2) | 0 \rangle \quad (2.15)$$

$$+ \mu_B^2 B^2 \sum_{n \neq 0} \frac{|\langle 0 | \vec{L}_z + 2\vec{S}_z | n \rangle|^2}{E_0^{(0)} - E_n^{(0)}} \quad (2.16)$$

mit der Grundzustandsenergie $E_0^{(0)}$ des Atoms ohne anliegendes Magnetfeld.

Das durch den zu B proportionalen Zusatzterm induzierte magnetische Moment richtet sich parallel zu $\vec{B}$ aus (Paramagnetismus). Die Energien der anderen beiden Terme proportional zu B^2 sind wesentlich kleiner und fallen nur dann ins Gewicht, wenn der erste Term verschwindet. Dies trifft nur für die Atome zu, bei denen alle (Sub-) Schalen vollständig gefüllt sind. In diesem Fall beschreibt der zweite Term den Diamagnetismus der Atome, d.h. das hieraus resultierende Moment steht antiparallel zu $\vec{B}$. Der letzte Summand ist schließlich wieder ein paramagnetischer Anteil (Van-Fleck-Paramagnetismus).

In vielen Fällen, in denen der zu $\vec{B}$ proportionale Term nicht verschwindet, können diese letzten beiden Beiträge vernachlässigt werden. Dann lässt sich das magnetische Moment im Grundzustand, das als Ableitung der Grundzustandsenergie nach dem Feld definiert ist, aus den Erwartungswerten des Gesamtdrehimpulses und des Gesamtspins berechnen:

$$\vec{M}_0 = -\nabla_{\vec{B}} E_0(\vec{B}) = -\mu_B \langle 0 | (\vec{L} + 2\vec{S}) | 0 \rangle \quad (2.17)$$

Hieraus folgt nach kurzer Rechnung, die hier nicht ausgeführt wird (siehe z.B. [7]), das bekannte Curie-Gesetz $\langle M \rangle_T = \chi B$ mit $\chi = \frac{C}{T}$.

Der Hamiltonoperator in der Form 2.13² vertauscht mit den Operatoren für den Gesamtdrehimpuls ($\vec{L}^2$ und L_z) und den Gesamtspin ($\vec{S}^2$ und S_z). Deshalb können die zugehörigen Wellenfunktionen Ψ als Funktionen der Eigenwerte dieser Operatoren angesehen werden:

$$\Psi = \Psi_{E,(L,M_L),(S,M_S)}(\vec{r}_1, \vec{s}_1; \dots; \vec{r}_n, \vec{s}_n) \quad (2.18)$$

Für den Fall, dass kein Magnetfeld anliegt und somit der Hamiltonoperator feldunabhängig ist, lassen sich diese Funktionen als Produkt einer Orts- und einer Spinwellenfunktion faktorisieren:

$$\Psi_{E,(L,M_L),(S,M_S)}(\vec{r}_1, \vec{s}_1; \dots; \vec{r}_n, \vec{s}_n) = \Phi(\vec{r}_1, \dots, \vec{r}_n) \chi(\vec{s}_1, \dots, \vec{s}_n) \quad (2.19)$$

Das Pauliprinzip verlangt nun eine antisymmetrische Gesamtwellenfunktion für das System aus ununterscheidbaren Elektronen in einem Atom, d.h. für jede Vertauschung zweier beliebiger Elektronen i und j muss entweder der Ortsanteil der Wellenfunktion symmetrisch und der Spinanteil antisymmetrisch sein oder umgekehrt. Haben die beiden Elektronen i und j parallelen Spin (bleibt der Spinanteil bei Vertauschung also unverändert), so muss die Ortswellenfunktion in diesem Fall antisymmetrisch sein, was wegen $\phi(|\vec{r}_i - \vec{r}_j| \rightarrow 0) = 0$ zu einer verminderten Aufenthaltswahrscheinlichkeit des Elektrons j in der Umgebung von Elektron i führt (Austauschloch). Für den Fall antiparalleler Spins und daraus resultierendem symmetrischen Ortsanteil gibt es keine

²wobei die in B quadratischen Terme, wie gesagt, vernachlässigt werden sollen

Einschränkungen an die Aufenthaltsorte. Das Resultat dieser Betrachtung ist, dass die parallele Ausrichtung der Spins wegen des größeren mittleren Abstandes zwischen den Elektronen und der dadurch verminderten Coulombabstoßung energetisch begünstigt ist. Dieser Umstand macht die erste Hund'sche Regel (Der Gesamtspin S ist maximal) plausibel. Mit einem entsprechenden Argument kann auch die zweite Regel, dass nämlich der Gesamtdrehimpuls L maximal ist³, erklärt werden: Maximale Bahndrehimpulse resultieren in maximal voneinander entfernten Elektronen, wodurch die Coulomb Wechselwirkung minimiert wird. Einzig die dritte Hund'sche Regel lässt sich mit diesem einfachen Modell nicht ableiten. Sie besagt, dass der Gesamtimpuls $J = |L - S|$ bei bis zu halb gefüllten Schalen minimal, bei mehr als halb gefüllten Schalen maximal ist.

Abschließend lässt sich festhalten, dass sich ausgehend von einer störungstheoretischen Behandlung eines Atoms im Magnetfeld sowohl die Phänomene Para- und Diamagnetismus als auch die Elektronenkonfiguration der Atome im Grundzustand verstehen lassen.

2.1.3 Bandmagnetismus

Um das Auftreten von Ferromagnetismus zu erklären, reicht eine Betrachtung einzelner Atome nicht mehr aus, da dieser nur aufgrund interatomarer Wechselwirkung zustande kommen kann, infolge dessen sich die magnetischen Momente der einzelnen Atome zumindest über größere Bezirke (Weiss'sche Bezirke) hinweg parallel zueinander anordnen. Ein sehr erfolgreiches Konzept, um diese Effekte zu beschreiben, stellt die Dichte-Funktionaltheorie (DFT) dar.

Vor der Entwicklung der DFT ist immer wieder versucht worden, das Vielteilchenproblem mehrerer Atome auf Einteilchenwellenfunktionen $\phi_\alpha(\vec{r})$ zurückzuführen. Das Problem sollte also stets auf Schrödingergleichungen der Form

$$\left[-\frac{\hbar^2 \nabla^2}{2m} + V(\vec{r}) - \epsilon_\alpha \right] \phi_\alpha(\vec{r}) = 0 \quad (2.20)$$

reduziert werden, die dann gelöst werden können. Ohne Näherungen war dies allerdings nicht mehr möglich. Es wurden dadurch zwar immer noch sehr gute Ergebnisse erzielt⁴, jedoch musste immer die Elektron-Elektron-Wechselwirkung vernachlässigt werden, da eine Einbeziehung die Rechnungen zu kompliziert gemacht hätte. Um diese jetzt aber auch berücksichtigen zu können, wird die Grundzustandsenergie nicht mehr, wie zuvor, als eindeutiges Funktional von Einteilchenwellenfunktionen, sondern der Elektronendichte $n_0(\vec{r})$ aufgefasst:

$$E[n(\mathbf{r})] = T_s[n(\mathbf{r})] + \int d^3r V_{ext}(\mathbf{r})n(\mathbf{r}) + \frac{e^2}{2} \iint d^3r d^3r' \frac{n(\mathbf{r})n(\mathbf{r}')}{|\mathbf{r} - \mathbf{r}'|} + E_{xc}[n(\mathbf{r})] \quad (2.21)$$

Hierbei beschreibt der zweite Term das durch die Atomkerne verursachte äußere Potential und der dritte die Coulombwechselwirkung zwischen den Elektronen. Der erste Term soll die kinetische Energie der Elektronen berücksichtigen. Um hierfür eine konkrete Ersetzung machen zu können, wird für $T_s[n(\mathbf{r})]$ der für nicht wechselwirkende Elektronen bekannte Ausdruck

$$T_s[n(\mathbf{r})] = \sum_\alpha \int d^3r \phi_\alpha^*(\vec{r}) \left(-\frac{\hbar^2 \nabla^2}{2m} \right) \phi_\alpha(\vec{r}) \quad (2.22)$$

verwendet. Dieser hängt über die Beziehung $n(\vec{r}) = \sum_\alpha |\phi_\alpha(\vec{r})|^2$ von der Elektronendichte ab. Da aber gerade die Wechselwirkung zwischen den Elektronen jetzt berücksichtigt werden soll,

³soweit dies mit Regel eins vereinbar ist

⁴z.B. ließ sich das Auftreten des Austauschloches theoretisch durch die Hartree-Fock-Gleichungen erklären

muss der Fehler, der durch diese Vereinfachung gemacht wird, zusätzlich zur Beschreibung der Austauschwechselwirkung durch den letzten Term aufgefangen werden⁵. Mit folgender Definition eines effektiven Potentials, in dem sich die Elektronen bewegen,

$$V(\vec{r}) = V_{eff}(\vec{r}; [n(\vec{r})]) = V_{ext}(\vec{r}) + e^2 \int d^3r' \frac{n(\vec{r}')}{|\vec{r}' - \vec{r}|} + \frac{\delta E_{xc}[n(\vec{r})]}{\delta n(\vec{r})} \quad (2.23)$$

ist auch dieses Problem anscheinend wieder auf eine Einteilchenschrödingergleichung der Form 2.20 reduziert. Entscheidende Schwierigkeit hier ist aber, dass immer noch ein Ausdruck für E_{xc} gewonnen werden muss, wofür es mehrere Modelle gibt, die hier nicht im Detail behandelt werden sollen. Will man dieses Modell jetzt auch auf Atome im Magnetfeld verallgemeinern muss lediglich berücksichtigt werden, dass Elektronen je nach Spinrichtung einen zusätzlichen Energieterm ($\pm \mu_B H$) erhalten, wodurch sich dann auch die Dichten zwischen den energetisch begünstigten Majoritäts- und den Minoritätselektronen $n^+(\vec{r})$ und $n^-(\vec{r})$ unterscheiden. Die Grundzustandsenergie kann dann nicht mehr als Funktional der Gesamtelektronendichte, sondern als Funktional von $n^+(\vec{r})$ und $n^-(\vec{r})$ oder alternativ von $n(\vec{r}) = n^+(\vec{r}) + n^-(\vec{r})$ und der Magnetisierungsdichte $m(\vec{r}) = n^+(\vec{r}) - n^-(\vec{r})$ angesehen werden:

$$\begin{aligned} E[n^+(\mathbf{r}), n^-(\mathbf{r})] &= T_s[n^+(\mathbf{r}), n^-(\mathbf{r})] \\ &+ \int d^3r V_{ext}^+(\mathbf{r}) n^+(\mathbf{r}) + \int d^3r V_{ext}^-(\mathbf{r}) n^-(\mathbf{r}) \\ &+ \frac{e^2}{2} \int \int d^3r d^3r' \frac{n(\mathbf{r}) n(\mathbf{r}')}{|\mathbf{r} - \mathbf{r}'|} + E_{xc}[n^+(\mathbf{r}), n^-(\mathbf{r})] \end{aligned} \quad (2.24)$$

Im Stonermodell für Ferromagnetismus wird das Austauschkorrelationspotential nach der Magnetisierungsdichte als kleinem Parameter entwickelt:

$$V_{xc}^\pm(\vec{r}) = \frac{\delta E_{xc}[n^-(\vec{r}), n^+(\vec{r})]}{\delta n^\pm(\vec{r})} = V_{xc}^0(\vec{r}) \mp m(\vec{r}) \tilde{V}(n(\vec{r})) \rightarrow V_{xc}^0 \mp \frac{1}{2} IM \quad (2.25)$$

Hierbei wurde die Absenkung bzw. Anhebung des Austauschkorrelationspotentials im unmagnetischen Fall $V_{xc}^0(\vec{r})$ durch eine Konstante simuliert. I ist das sogenannte Austauschintegral, M die über eine atomare Einheitszelle integrierte Magnetisierungsdichte. Daraus resultierend verschieben sich auch die Zustandsdichten gegenüber denen des unmagnetischen Metalls ($n^0(E)$):

$$n^\pm(E) = n^0(E \pm \frac{1}{2} IM) \quad (2.26)$$

Über alle besetzten Zustände unterhalb der Fermienergie E_F integriert, ergibt sich für die Elektronenzahl und das Moment pro Einheitszelle:

$$N = \int_0^{E_F} \left[n^0(E + \frac{1}{2} IM) + n^0(E - \frac{1}{2} IM) \right] dE \quad (2.27)$$

$$M = \int_0^{E_F} \left[n^0(E + \frac{1}{2} IM) - n^0(E - \frac{1}{2} IM) \right] dE \quad (2.28)$$

⁵daher der Index: x für exchange, c für correlation (zwischen den Elektronen)

Metall	$n^0(E_F)[eV^{-1}]$	$I[eV]$	$In^0(E_F)$	$M[\mu_B/Atom]$
Mn	0.77	0.82	0.63	0
Fe	1.54	0.93	1.43	2.22
Co	1.72	0.99	1.70	1.71
Ni	2.02	1.01	2.04	0.61
Cu	0.14	0.73	0.11	0
Pd	1.14	0.68	0.78	0
Pt	0.79	0.63	0.50	0

Tabelle 2.1: Tabelle der für das Stonerkriterium wichtigen Parameter einiger Metalle

Da $n^0(E)$ durch die unmagnetische Rechnung und N aus Neutralitätsgründen bekannt sind, lässt sich daraus eine implizite Bestimmungsgleichung für M ableiten:

$$M = F(M) = \int^{E_F(M)} \left[n^0(E + \frac{1}{2}IM) - n^0(E - \frac{1}{2}IM) \right] dE \quad (2.29)$$

$F(M)$ ist wegen $n^0(E) > 0$ punktsymmetrisch zum Ursprung und nähert sich für große und kleine Werte von M der Sättigungsmagnetisierung bei vollständiger Spinpolarisation an. Aus Gleichung 2.29 folgt

$$\begin{aligned} F'(M) = & \frac{I}{2} \left[n^0(E + \frac{1}{2}IM) + n^0(E - \frac{1}{2}IM) \right] \\ & + \left[n^0(E + \frac{1}{2}IM) - n^0(E - \frac{1}{2}IM) \right] \frac{dE_F}{dM} \end{aligned} \quad (2.30)$$

woraus schließlich das Stoner-Kriterium folgt:

$$F'(0) = In^0(E_F) > 1 \quad (2.31)$$

Der letzte Schritt muss für ferromagnetische Materialien wegen der Eigenschaften von $F(M)$ gelten, weil es sonst keine Lösung für die Magnetisierung M ungleich 0 gibt, die Gleichung 2.29 erfüllt. Gleichung 2.31 ist somit eine hinreichende Bedingung für Ferromagnetismus. Es zeigt sich, dass das Stonerkriterium nur für Eisen, Nickel und Kobalt erfüllt ist. Das Stonermodell scheint also den Ferromagnetismus gut beschreiben zu können. Wichtig für diese Arbeit ist darüber hinaus, dass Palladium den mit $In^0(E_F) = 0.78$ nach den ferromagnetischen Materialien größten Wert aufweist und somit davon ausgegangen werden kann, dass in Palladium relativ leicht eine Magnetisierung induziert werden kann (siehe Tabelle 2.1).

2.1.4 Magnetismus in dünnen Schichten

In dünnen Schichten weichen die Eigenschaften der verwendeten Materialien deutlich von den bulk-Eigenschaften ab. Sie sind darüber hinaus schichtdicken- und grenzflächenabhängig. Die entscheidende Größe zur Beschreibung der Phänomene ist die magnetische Anisotropie, die die Magnetisierung und andere Eigenschaften der Probe bestimmt. Sie ist der Beitrag zur freien Energie, der von der Richtung des magnetischen Moments abhängt. Die magnetischen Momente werden sich in einer Probe so einstellen, dass die Anisotropieenergie minimiert ist. Insofern bestimmt die magnetische Anisotropie die Achsen, in deren Richtung sich die Probe leichter oder

schwerer magnetisieren lässt. Im Grenzfall zweidimensionaler Schichten kann nach dem Theorem von Mermin und Wagner ohne Anisotropie keine magnetische Ordnung mehr vorhanden sein. In ultradünnen Schichten wird demnach eine magnetische Struktur einzig durch die Anisotropie hervorgerufen und bestimmt. Eine umfassende theoretische Beschreibung der magnetischen Anisotropie findet sich z.B. in [8] oder [9]. Es sollen hier nur die wichtigsten Beiträge zur Gesamtanisotropie kurz beschrieben werden:

Kristallanisotropie: Dieser Beitrag taucht nicht nur in dünnen Schichten auf, sondern würde auch in einer einkristallinen Kugel je nach Kristallstruktur zur Ausbildung von leichten magnetischen Achsen führen. Hauptursache hierfür ist die Orientierung der Elektronorbitale, die über die Spin-Bahn-Wechselwirkung bestimmte Spineinstellungen bevorzugen können.

Formanisotropie: Jegliche Beeinflussung der Magnetisierung aufgrund der Probengeometrie wird in der Formanisotropie berücksichtigt. Sie ist eine Folge der langreichweitigen Dipol-Dipol-Wechselwirkung und entspricht der Streufeldenergie der Probenmagnetisierung. Da die Streufelder in dünnen Schichten minimal sind, wenn die magnetischen Momente in der Schichtebene ausgerichtet sind, bevorzugt die Formanisotropie stets die Ausbildung leichter magnetischer Achsen in der Schichtebene. Zusammen mit der Oberflächenanisotropie ist die Formanisotropie der dominierende Beitrag zur Gesamtanisotropie.

Oberflächenanisotropie: Zur Oberflächenanisotropie werden verschiedene Effekte zusammengefasst: Der wichtigste beschreibt den Effekt, dass die Umgebung oberflächennaher Atome von der im isotropen Kristall oder innerhalb einer Schicht abweicht (Néel'sche Oberflächenanisotropie). Dieser Beitrag ist wie zuvor erwähnt zusammen mit der Formanisotropie der wichtigste. Die aus der Oberflächenanisotropie folgenden bevorzugten Achsen für die Magnetisierung müssen nicht notwendigerweise in der Schichtebene liegen. Stattdessen kann auch eine Richtung senkrecht zur Schichtebene bevorzugt werden. Da die Oberflächenanisotropie mit abnehmender Schichtdicke aufgrund des höheren Anteils der oberflächennahen Bereiche am Gesamtvolumen an Bedeutung gewinnt, kann es bei Schichten unter 1 nm in seltenen Fällen zu einer Reorientierung der magnetisch leichten Achsen kommen.

Stufenanisotropie: Atomare Stufen innerhalb dünner Schichten beeinflussen ebenfalls die magnetischen Eigenschaften der Probe. Anschaulich wird dies durch die für stufennahe Atome verringerte Anzahl von Nachbaratomen plausibel. Diese Effekte werden in der Stufenanisotropie berücksichtigt.

Es sollen nun noch einige für dünne magnetische Schichten wichtige Effekte erwähnt werden, die auch die Proben dieser Arbeit betreffen könnten: Gerade an Grenzflächen zu anderen Materialien kann die Magnetisierung stark vom bulk-Wert abweichen. Diese Effekte sind bei den allermeisten Materialien allerdings nur in einem sehr grenzflächennahen Bereich signifikant. Bei Eisenschichten auf Wolfram z.B. konnte gezeigt werden, dass bereits die zweite Monolage eine Magnetisierung wie im bulk aufweist. Für die erste Monolage an der Grenzfläche ist dagegen das magnetische Moment erniedrigt, während es an der Grenze zu Ultrahochvakuum erhöht ist. Diese Tendenz ist auch für eine Reihe anderer Materialien beobachtet worden. Erklärt werden können diese Effekte durch eine Verschmälerung der Energiebänder an einer freien Oberfläche, durch die geringere Koordinationszahl der Atome und einer daraus resultierenden erhöhten Polarisierung, bzw. durch die Hybridisierung der d-Bänder an einer intermetallischen Grenzfläche, was die Magnetisierung erniedrigt.

Zum Schluss soll noch die Temperaturabhängigkeit der Curie-Temperatur in dünnen ferromagnetischen Schichten erwähnt werden. Experimente zeigen, dass für dünne Schichten die Curie-Temperatur drastisch sinken kann [4]. Diese Abnahme kann durch folgende Gleichung beschrieben werden:

$$\frac{T_c(\infty) - T_c(D)}{T_c(\infty)} = \left(\frac{D}{D_0} \right)^{1/\nu_3} \quad (2.32)$$

wobei $\nu_3 = 0.7$ und die kritische Schichtdicke D_0 , bei der laut diesem Modell die ferromagnetische Ordnung komplett verschwinden würde, ungefähr 2 Atomlagen beträgt. Da aber auch für dünnere Schichten eine magnetische Ordnung nachgewiesen werden konnte, ist Gleichung 2.32 nur für Schichtdicken größer als etwa 4 Monolagen gültig. Für noch dünnere Schichten hängt die Curie-Temperatur vom Austauschintegral I und einer sogenannten out-of-plane Anisotropiekonstanten l , die schichtdickenabhängig ist, ab:

$$T_c(l) = \frac{2T_c(\infty)}{\ln(\pi^2 I / |l|)} \quad (2.33)$$

Diese Beziehung folgt aus dem zweidimensionalen Heisenberg-Modell und spiegelt daher für verschwindende Anisotropie erneut das Theorem von Mermin und Wagner wider.

2.2 Streumethoden

Die aussagekräftigsten und detailliertesten Aussagen über die Probeneigenschaften sollen in dieser Arbeit durch Streumethoden ermittelt werden, sei es in-situ während der Probenpräparation durch Elektronenbeugung an der Probe oder anschließend ex-situ zur Probencharakterisierung durch Röntgen- und Neutronenstreuung. Während die in-situ Methoden aufgrund der sehr geringen Eindringtiefe von niederenergetischen Elektronen extrem oberflächensensitiv sind, kann mit Röntgen- und Neutronenstreuung auch die innere räumliche und magnetische Struktur der Schichtsysteme analysiert werden.

In diesem Kapitel werden vor allem die theoretischen Grundlagen für Röntgen- und Neutronenstreuung zusammengefasst. Obwohl Neutronen als Materiewelle der Schrödinger- und Photonen als elektromagnetische Wellen den Maxwellgleichungen unterliegen, lässt sich einfach zeigen, dass beide Streuprobleme auf eine ähnliche Wellengleichung zurückzuführen sind und die theoretische Beschreibung beider Methoden daher sehr ähnlich ist. Unterschiedlich sind jedoch die zu Grunde liegenden Wechselwirkungen: Photonen wechselwirken in erster Linie mit den Elektronen des Probenmaterials. Da es sich hierbei um relativistische Vorgänge handelt, muss der Impuls $\vec{p}$ des Elektrons durch $\vec{p} - \frac{e}{c}\vec{A}$ ersetzt werden. Daraus folgt für das Wechselwirkungspotential

$$V = \frac{e^2}{2mc^2} A^2 - \frac{e}{mc} \vec{p} \vec{A} \quad (2.34)$$

Für Neutronen ist dagegen die starke Wechselwirkung mit den Atomkernen in der Probe entscheidend. Da die Wellenlänge der verwendeten thermischen Neutronen wesentlich größer als der Kernradius ist, kann von punktförmigen Streuern ausgegangen werden und das Wechselwirkungspotential deshalb durch das sogenannte Fermi-Pseudopotential

$$V(\vec{r}) = \frac{2\pi\hbar^2}{m_n} b \cdot \delta(\vec{r} - \vec{R}) \quad (2.35)$$

beschrieben werden mit der Isotop-charakteristischen Streulänge b . Neutronen wechselwirken außerdem aufgrund ihres magnetischen Dipolmoments μ_N mit den durch die ungepaarten Elektronen erzeugten Magnetfelder $\vec{B}$ in der Probe. Die dadurch verursachte magnetische Streuung hat etwa die gleiche Stärke wie die Nukleare, weshalb sich Neutronen hervorragend dazu eignen,

auch die magnetische Struktur der Probe zu untersuchen. Die Dipolwechselwirkung erzeugt zum Fermi-Pseudopotential einen zusätzlichen Beitrag:

$$V(\vec{r}) = -\vec{\mu} \cdot \vec{B}(\vec{r}) \quad (2.36)$$

Auch Photonen können durch ihren Spin mit der magnetischen Struktur der Probe wechselwirken. Für nicht resonante Röntgenstreuung ist die Wechselwirkung jedoch zu vernachlässigen und muss daher bei dem in dieser Arbeit verwendeten Röntgenreflektometer nicht berücksichtigt werden.

Es wird nun im Folgenden zunächst die theoretische Beschreibung der Neutronenstreuung skizziert. Anschließend wird auch das Problem der Röntgenstreuung auf die gleiche Wellengleichung zurückgeführt. Zum Schluß wird dann noch im speziellen auf die Methode der Reflektometrie unter streifendem Einfall an Schichtsystemen eingegangen, die in dieser Arbeit verwendet wird. Eine ausführlichere Beschreibung der Grundlagen der Streutheorie ist z.B. in [10] enthalten.

2.2.1 Neutronenstreuung

Für die Beschreibung der Neutronenstreuung bietet es sich an, die Neutronen als Materiewelle mit Impuls $\vec{p} = m\vec{v} = \hbar\vec{k}$ und Energie $E = \frac{1}{2}mv^2 = \frac{\hbar^2 k^2}{2m}$ aufzufassen. Außerdem ist der Betrag des Impulses über $|\vec{p}| = h/\lambda$ mit der Wellenlänge verknüpft. Um sensitiv für atomare Strukturen zu sein, muss die Wellenlänge der Neutronen von der Größenordnung der atomaren Längenskalen sein. Es werden daher thermische Neutronen mit Energien einiger meV verwendet. Die typische Geometrie eines Streuvorgangs zur Definition der wichtigen Größen, wie sie im Folgenden verwendet werden sollen, ist in Abbildung 2.1 und 2.2 zu sehen. Es soll hier nur elastische Streuung betrachtet werden, d.h. die Beträge der Wellenvektoren $|\vec{k}_i|$ und $|\vec{k}_f|$ der einfallenden und gestreuten Teilchen sind gleich. Die Differenz zwischen $\vec{k}_f$ und $\vec{k}_i$ ist der Streuvektor $\vec{Q}$:

$$\vec{Q} = \vec{k}_f - \vec{k}_i \quad (2.37)$$

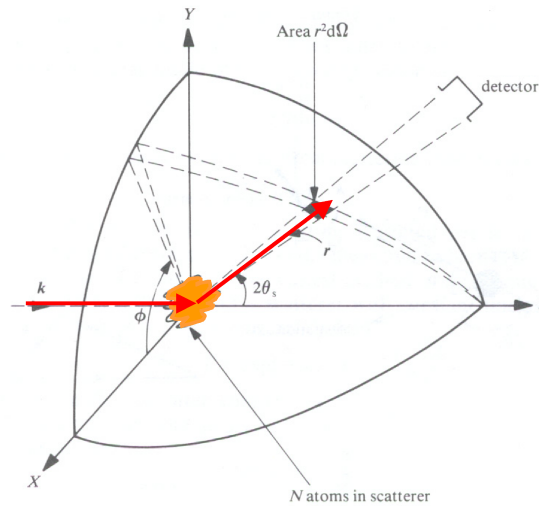


Abbildung 2.1: Streugeometrie mit den hier verwendeten Definitionen der Richtungen und Winkel (entnommen aus [10])

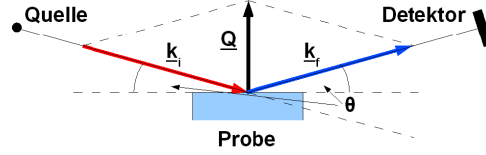


Abbildung 2.2: Streugeometrie für eine elastische Reflektometriemessung

Der Neutronen- oder Photonenfluss von F_i Teilchen pro Zeiteinheit und Einheitsfläche trifft in z -Richtung auf die Probe. Ein Detektor im Abstand r mit Fläche dS zählt dann die dn Teilchen, die in ein durch die Winkel θ und ϕ bestimmtes Raumwinkelement $d\Omega = dS/r^2$ gestreut werden. dn ist offensichtlich proportional zu $d\Omega$ und F_i . Der Proportionalitätsfaktor $d\sigma(\theta, \phi)$ heißt differentieller Wirkungsquerschnitt und hat die Einheit einer Fläche:

$$dn = F_i d\sigma(\theta, \phi) d\Omega \quad (2.38)$$

Den totalen Wirkungsquerschnitt σ erhält man dann einfach durch Integration über alle Winkel.

Unter der Annahme, dass das Potential $V(\vec{r}_1 - \vec{r}_2)$, das die Streuung des bei $\vec{r}_1$ befindlichen, einfallenden Teilchens am Ort der Probe bei $\vec{r}_2$ berücksichtigt, nur vom Abstand $\vec{r} = \vec{r}_1 - \vec{r}_2$ abhängt, lässt sich das Problem ins Schwerpunktsystem verlegen und durch ein Teilchen beschreiben, das sich mit der reduzierten Masse μ im Potential $V(\vec{r})$ bewegt. Um das Problem zu lösen, müssen dann die Wellenfunktionen $\phi(\vec{r})$ für das einfallende Teilchen berechnet werden, die die Schrödingergleichung

$$\left[-\frac{\hbar^2 \Delta}{2\mu} + V(\vec{r}) \right] \phi(\vec{r}) = E \phi(\vec{r}) \quad (2.39)$$

erfüllen.

Die Form der in Frage kommenden Lösungen lässt sich durch einige Überlegungen einschränken. Durch einen ausreichend großen Abstand der Quelle zur Probe lässt sich die Welle der einfallenden Teilchen vor der Wechselwirkung durch eine ebene Welle e^{ikz} beschreiben. Durch die Wechselwirkung mit der Probe wird diese Welle aufgespalten in einen transmittierten Teil, der genau wie die einfallende Welle in großen Abständen wieder durch eine ebene Welle dargestellt werden kann, und einen gestreuten Teil. In Analogie zu elektromagnetischen Wellen, bei denen der Energiefluss durch eine geschlossene Fläche nicht vom Abstand abhängen darf, können auch quantenmechanische Wellen durch eine Kugelwelle e^{ikr}/r beschrieben werden⁶. Die durch das Potential V verursachte Winkelabhängigkeit wird durch die Streuamplitude $f_k(\theta, \phi)$ berücksichtigt, so dass die gestreute Welle $\phi_k(\vec{r})$ bei genügend großem Abstand von Probe zu Detektor im Detektor die einfache Form

$$\phi_k(\vec{r}) \approx e^{ikz} + f_k(\theta, \phi) \frac{e^{ikr}}{r} \quad (2.40)$$

annimmt. Die in Streuexperimenten gemessene Größe ist analog zur Intensität bei elektromagnetischen Wellen, die dem Quadrat der Feldamplitude entspricht, das Betragsquadrat der Streuamplitude und wird als Streuintensität I bezeichnet:

⁶Das Analogon zum konstanten Energiefluss durch eine geschlossene Oberfläche um den Ausgangspunkt der Kugelwelle ist dann die Erhaltung der Gesamtwahrscheinlichkeit

$$I = |f_k(\theta, \phi)|^2 \quad (2.41)$$

Dieser Zusammenhang macht deutlich, dass durch die Messung die Information, die in der Phase von f_k enthalten ist, verloren geht (Phasenproblem). Man kann daher aus den Messergebnissen nicht ohne weiteres direkt alle interessierenden physikalischen Eigenschaften der Probe bestimmen, obwohl diese Einfluss auf f_k nehmen. Deshalb wird in der Praxis - und so auch in dieser Arbeit - meistens das streuende System modelliert, eine Intensitätsverteilung durch geeignete Anfangswerte für die physikalischen Parameter simuliert und angepasst, bis eine gute Übereinstimmung mit der Messkurve erreicht wird. Problematisch ist, dass diese Anpassung keinesfalls eindeutig sein muss und somit durchaus falsche Parameter ermittelt werden können. Da für die meisten Variablen jedoch der Wertebereich eingegrenzt werden kann, ist es in vielen Fällen möglich, die richtigen Ergebnisse zu ermitteln. Gesucht ist jetzt noch der Zusammenhang zwischen der Streuamplitude f_k und dem differentiellen Wirkungsquerschnitt. Dazu wird zunächst vom allgemein gültigen Ausdruck für einen Teilchenstrom ausgegangen, der sich durch die Wellenfunktion ausdrücken lässt:

$$J(r) = \frac{1}{\mu} R_e \left[\phi^*(r) \frac{\hbar}{i} \nabla \phi(r) \right] \quad (2.42)$$

Für den einfallenden Teilchenstrom J_i folgt daraus:

$$J_i = \frac{\hbar k}{\mu} \quad (2.43)$$

Für den gestreuten Strom J_d ergibt sich in Kugelkoordinaten bei Vernachlässigung der nicht radialen Anteile in Kugelkoordinaten mit $\phi_k(r) = f_k(\theta, \phi) e^{ikr}/r$

$$J_d = \frac{\hbar k}{\mu} \frac{1}{r^2} |f_k(\theta, \phi)|^2 \quad (2.44)$$

Für eine große Anzahl gestreuter Teilchen sind Teilchenstrom und -fluss proportional zu einander, wobei zwischen einfallendem Strom und Fluss dieselbe Proportionalität besteht wie zwischen Strom und Fluss durch die Detektorfläche dS :

$$F_i = C J_i \quad (2.45)$$

$$dn = C J_d dS = C J_d r^2 d\Omega \quad (2.46)$$

Somit folgt zusammen mit Gleichung 2.38:

$$d\sigma(\theta, \phi) = |f_k(\theta, \phi)|^2 \quad (2.47)$$

Es soll nun Gleichung 2.39 gelöst werden. Mit $E = \frac{\hbar^2 k^2}{2\mu}$ und $V(\vec{r}) = \frac{\hbar^2}{2\mu} U(\vec{r})$ lässt sie sich wie folgt umschreiben:

$$[\Delta + k^2] \phi(\vec{r}) = U(\vec{r}) \phi(\vec{r}) \quad (2.48)$$

Wie sich zeigen lässt, ist diese Gleichung äquivalent zur Integralgleichung

$$\phi(\vec{r}) = \phi_0(\vec{r}) + \int d^3r' G(\vec{r} - \vec{r}') U(\vec{r}') \phi(\vec{r}') \quad (2.49)$$

wobei ϕ_0 die homogene Gleichung $(\Delta + k^2)\phi_0(\vec{r}) = 0$ erfüllt und $G(\vec{r})$ die Green'sche Funktion zum Operator $(\Delta + k^2)$ ist:

$$(\Delta + k^2)G(\vec{r}) = \delta(\vec{r}) \quad (2.50)$$

Durch Einsetzen lässt sich überprüfen, dass

$$\phi_0(\vec{r}) = e^{ikz} \text{ und } G(\vec{r}) = -\frac{1}{4\pi} \frac{e^{ikr}}{r} \quad (2.51)$$

diese Bedingungen erfüllen. Da für große Abstände außerdem $|\vec{r} - \vec{r}'| \approx r - \vec{u}\vec{r}'$ gilt - wobei $\vec{u}$ der Einheitsvektor in Richtung $\vec{r}$ ist - und somit

$$G(\vec{r} - \vec{r}') = -\frac{1}{4\pi} \frac{e^{ik|\vec{r}-\vec{r}'|}}{|\vec{r} - \vec{r}'|} \approx -\frac{1}{4\pi} \frac{e^{ikr}}{r} e^{-ik\vec{u}\vec{r}'} \quad (2.52)$$

, folgt für die Wellengleichung:

$$\phi_k(\vec{r})_{r \rightarrow \infty} \approx e^{ikz} - \frac{1}{4\pi} \frac{e^{ikr}}{r} \int d^3r' e^{ik\vec{u}\vec{r}'} U(\vec{r}') \phi_k(\vec{r}') \quad (2.53)$$

Mit

$$f_k(\theta, \phi) = -\frac{1}{4\pi} \int d^3r' e^{ik\vec{u}\vec{r}'} U(\vec{r}') \phi_k(\vec{r}') \quad (2.54)$$

entspricht diese Gleichung genau 2.40. Gleichung 2.49 lässt sich durch Iteration näherungsweise lösen, indem man für $\phi_k(\vec{r}')$ wieder

$$\phi(\vec{r}) = e^{i\vec{k}_i\vec{r}'} + \int d^3r'' G(\vec{r}' - \vec{r}'') U(\vec{r}'') \phi(\vec{r}'') \quad (2.55)$$

einsetzt. Dadurch kommt die einzig unbekannte Größe $\phi(\vec{r}'')$ jetzt nur noch in einem Term vor, der quadratisch vom Potential abhängt. Unter der Annahme, dass das Potential schwach ist, lässt sich die unbekannte Funktion durch weitere Einsetzungen in immer unbedeutendere Summanden zurückdrängen (Born'sche Reihe). Es soll hier nun nur noch der in U lineare Term berücksichtigt werden (erste Born'sche Näherung). Anschaulich bedeutet dies, dass nur Prozesse ohne Mehrfachstreuung betrachtet werden, was vor allem für Neutronenstreuung oft eine sehr gute und zulässige Näherung darstellt, für Röntgenstreuung jedoch aufgrund der relativ starken Coulombwechselwirkung mit Vorsicht angewandt werden muss. Für die Streuamplitude und den differentiellen Wirkungsquerschnitt folgt in diesem Fall:

$$f_k^{(B)}(\theta, \phi) = -\frac{1}{4\pi} \int d^3r' e^{-i\vec{Q}\vec{r}'} U(\vec{r}') \quad (2.56)$$

$$d\sigma_k^{(B)}(\theta, \phi) = \frac{\mu^2}{4\pi^2 \hbar^4} \left| \int d^3r e^{-i\vec{Q}\vec{r}} V(\vec{r}) \right|^2 \quad (2.57)$$

2.2.2 Röntgenstreuung

Röntgenstreuung bietet sich aufgrund der passenden Wellenlänge ebenso wie thermische Neutronen zur Analyse atomarer Strukturen an. Für Streuung unter streifendem Einfall finden während des Streuprozesses nur kleine Impulsüberträge statt. Die atomare Struktur kann in diesem Fall vernachlässigt werden (siehe nächster Abschnitt). Theoretisch lässt sich elektromagnetische Strahlung dann durch die vier Maxwellgleichungen 2.1 bis 2.4 beschreiben. Zusammen mit Gleichung 2.7 folgt daraus die Wellengleichung:

$$\Delta \vec{E} + \frac{\omega^2}{c^2} \epsilon \mu \vec{E} = 0 \quad (2.58)$$

Ab Gleichung 2.39 lässt sich daher auch die Röntgenstreuung analog zur Neutronenstreuung theoretisch beschreiben, auch wenn die ablaufenden Streuvorgänge völlig andere sind. Aus der Dispersionstheorie folgt für den im allgemeinen komplexen Brechungsindex $\tilde{n} = k/k_0$

$$\tilde{n} = 1 - \frac{N_A}{2\pi} r_0 \lambda^2 \sum_i \rho_i f_i = 1 - \delta - i\beta \quad (2.59)$$

mit dem klassischen Elektronenradius r_0 , der Wellenlänge λ der Röntgenstreuung, der Dichte ρ_i des Materials und einer materialspezifischen Korrekturkonstante f_i . Für Neutronenstreuung werden die Streu- und Absorptionseigenschaften der Materialien üblicherweise durch Realteil Nb'_n und Imaginärteil Nb''_n einer komplexen Streulängendichte beschrieben (siehe folgenden Abschnitt). Auch δ und β lassen sich mit analog definierten Größen für Röntgenstreuung durch folgende Formeln verknüpfen:

$$\delta = \frac{\lambda^2}{2\pi} \cdot Nb'_r \quad (2.60)$$

$$\beta = \frac{\lambda^2}{2\pi} \cdot Nb''_r \quad (2.61)$$

Während im später zur Auswertung verwendeten Simulationsprogramm δ und β angepasst werden, sollen daher ab jetzt in dieser Arbeit der Übersicht halber nur noch Streulängendichten verwendet werden.

2.2.3 Streuung unter streifendem Einfall an Schichtsystemen

Zur Charakterisierung von Schichtsystemen ist vor allem die Bestimmung einiger meso- bzw. makroskopischer Parameter wie Schichtdicken, Oberflächenrauigkeiten oder Materialdichten innerhalb der Probe von Interesse. Da die Kristallstruktur der einzelnen Schichten bis auf die Größe der Gitterparameter im allgemeinen schon zuvor bekannt ist, ist die Analyse der atomaren Struktur nicht notwendig. Aus diesem Grunde bietet sich die Methode der Reflektometrie unter streifendem Einfall an, da in diesem Fall die Probe von der Röntgen- bzw. Neutronenstrahlung als Kontinuum gesehen wird und die Messergebnisse nur noch von den zuvor genannten makroskopischen Eigenschaften bestimmt werden. Die Parameter reduzieren sich somit auf die interessierenden Größen.

Eine Begründung für die Richtigkeit der Kontinuumsbeschreibung ist in Abbildung 2.3 zu sehen: Die reale räumliche Struktur einer Probe lässt sich sehr gut durch ein regelmäßiges diskretes Atomgitter multipliziert mit einer kontinuierlichen Variation über mesoskopische Längenskalen

beschreiben (Zeile 1 in Abbildung 2.3). Nach dem Theorem für Fourier-Transformationen können beide Funktionen separat transformiert und anschließend gefaltet werden, um die Fouriertransformierte der realen Struktur zu erhalten. Da die Fouriertransformierte eines idealen periodischen Gitters eine Summe aus Deltafunktionen ist und die einer langsam variierenden Funktion auch im Q-Raum eine glatte Funktion ergibt, die für große Q rasch abfällt, erhält man als Fouriertransformierte der realen Struktur eine glatte periodische Funktion (2. Zeile). Für Streuung unter kleinen Winkeln müssen dann nur kleine Q betrachtet werden (3. Zeile). Transformiert man anschließend nur die relevanten Anteile der Fouriertransformierten wieder einzeln zurück, so erhält man im Realraum zum einen das ursprüngliche Potential, das die mesoskopische Variation beschreibt, der Anteil jedoch, der zuvor die periodische, ideale Gitterstruktur enthielt, entspricht nun nur noch einer über den ganzen Raum ausgedehnten Konstanten. Die Multiplikation beider Anteile enthält dann nur noch die Information über die mesoskopischen Eigenschaften der Probe. Eigenschaften auf kleineren Längenskalen sind mit Streuung unter streifendem Einfall also nicht zugänglich.

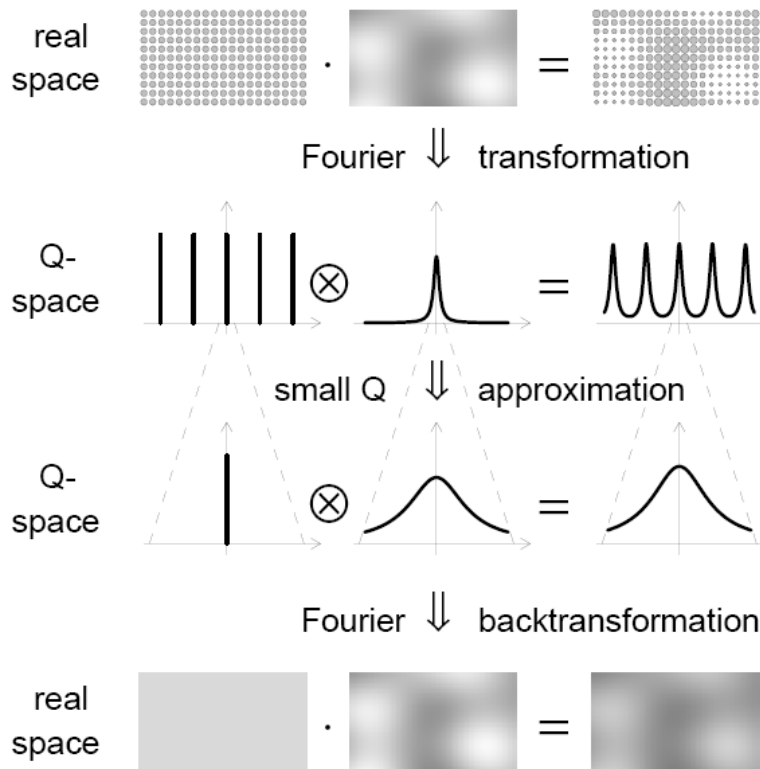


Abbildung 2.3: Kontinuumsbeschreibung der Probe bei Streuung unter streifendem Einfall (entnommen aus [10])

Darüber hinaus lassen sich Näherungen vornehmen, die einige der zuvor vorgestellten Ergebnisse vereinfachen. Zunächst soll in diesem Abschnitt nur spekuläre Streuung betrachtet werden. Daraus folgt zum einen $|\vec{k}_i| = |\vec{k}_f|$ und zum anderen, dass $\vec{Q}$ senkrecht zur Probenoberfläche ist. Für den Betrag von $\vec{Q}$ folgt außerdem aus 2.37 für kleine Winkel:

$$Q = \frac{4\pi}{\lambda} \sin\theta \quad (2.62)$$

Hierbei ist λ die Wellenlänge der Röntgen- bzw. Neutronenstrahlung und θ der Einfallswinkel (siehe Abbildung 2.2). Für die Streuamplitude folgt mit Gleichung 2.56 für $\vec{Q} = (00Q)$ in erster Born'scher Näherung:

$$f_k^{(B)} = -\frac{1}{4\pi} \int dz e^{iQz} \underbrace{\int dxdy U(\vec{r})}_{=U(z)} \quad (2.63)$$

D.h. mit Reflektometriemessungen sind nur Informationen über das Streupotential senkrecht zu den Schichtebenen zugänglich und es können somit keine Erkenntnisse über die Änderungen der Streudichtevertelung in eine Richtung innerhalb der Ebene gewonnen werden. Aus diesem Grund liefern z.B. Grenzflächen, die sich in einer Richtung der Ebene auf sehr kurzen Längenskalen ändern, die gleichen Messergebnisse wie Grenzflächen, die senkrecht zur Schichtnormalen nur sehr langsam fluktuieren, solange ihre mittlere Abweichung vom Mittelwert in z-Richtung dieselbe ist.

Wie schon zuvor gezeigt (Gleichung 2.48), lassen sich beide Streuprobleme, Röntgen- und Neutronenstreuung, auf eine Wellengleichung der Form

$$[\Delta + k_n^2]\phi(\vec{r}) = 0 \quad (2.64)$$

zurückführen. Wie aus der Optik für elektromagnetische Wellen und somit auch für Röntgenstrahlung bereits bekannt, lässt sich daher auch für Neutronen ganz analog zu 2.59 zusammen mit Gleichung 2.35 und $E = \frac{\hbar^2 k^2}{2m}$ ein Brechungsindex definieren:

$$n = k_n/k = \sqrt{1 - \frac{\lambda^2}{\pi} \sum_i b_i \rho_i} \approx 1 - \frac{\lambda^2}{2\pi} \sum_i b_i \rho_i \quad (2.65)$$

Der letzte Schritt kann durchgeführt werden, da der Brechungsindex für Neutronen nur wenig von 1 abweicht. Auch für Röntgenstrahlung lässt sich durch Vergleich von 2.59 mit dieser Formel eine zur Streulänge b_i der Neutronen äquivalente Streulänge definieren:

$$b_i = N_A r_0 \sum_i f_i \quad (2.66)$$

Aus elektrodynamischen Rechnungen, die hier nicht im Detail ausgeführt werden, folgen somit nicht nur für Röntgenstrahlung, sondern eben auch für Neutronen die bekannten Fresnel'schen Formeln für den Reflektivitätskoeffizienten R und den Transmissionskoeffizienten T :

$$R = \left| \frac{\theta - n\theta_t}{\theta + n\theta_t} \right|^2 \quad (2.67)$$

$$T = \left| \frac{2\theta}{\theta + n\theta_t} \right|^2 \quad (2.68)$$

Hierbei ist θ der Einfallswinkel der Strahlung und θ_t der Winkel zwischen Materialoberfläche und dem in das Material transmittierten Strahl. Es folgt außerdem aus geometrischen Überlegungen das Snellius'sche Brechungsgesetz:

$$n = \frac{\cos\theta}{\cos\theta_t} = \frac{k_t}{k} \quad (2.69)$$

Daraus folgt, dass es einen kritischen Einfallswinkel θ_c gibt, bei dem $\theta_t = 0$ wird, d.h. die Neutronen- bzw. Röntgenstrahlung wird bei kleineren Einfallswinkeln totalreflektiert. θ_c ist durch den Brechungsindex bestimmt:

$$n = \cos \theta_c \quad (2.70)$$

Als erstes wichtiges Merkmal einer Reflektometriekurve bleibt daher festzuhalten, dass die gemessene Intensität des reflektierten Strahls zunächst bis zum Winkel θ_c konstant bleibt. Ab θ_c fällt die Intensität dann gemäß den Fresnel'schen Formeln ab, da ein immer größer werdender Anteil des einfallenden Strahls in das Material transmittiert wird. Bei Schichtsystemen wird der transmittierte Strahl anschließend an den weiteren Grenzflächen ebenfalls gebrochen. Der genaue Verlauf wird dabei wegen Gleichung 2.68 durch die Reflektionskoeffizienten und somit durch die Dichte der verschiedenen Schichten bestimmt. Durch konstruktive bzw. destruktive Interferenz der an den verschiedenen Grenzflächen reflektierten Strahlen entstehen in der Messkurve zusätzlich periodisch auftretende Maxima und Minima, aus denen sich bei bekannter Wellenlänge des Röntgen- oder Neutronenstrahls die einzelnen Schichtdicken bestimmen lassen. Für eine einzelne Schicht der Dicke d auf einem Substrat gilt für den Abstand zwischen zwei Maxima die bekannte Bragg-Bedingung (siehe dazu Abbildung 2.4):

$$\lambda = 2d(\sin \theta_t - \sin \theta) = 2d\Delta \sin \theta \approx 2d \cdot \Delta \theta \quad (2.71)$$

Es kann darüber hinaus gezeigt werden, dass diese Maxima in Multilayerschichtsystemen mit

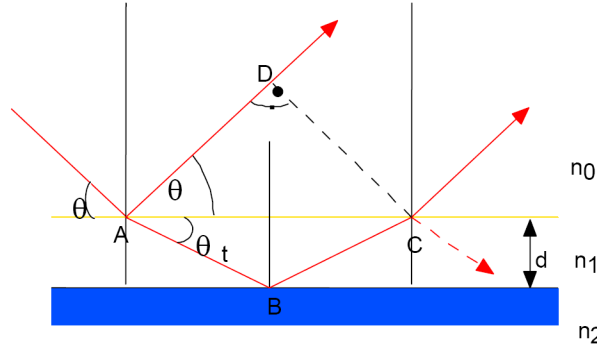


Abbildung 2.4: Skizze zur Veranschaulichung der Bragg-Bedingung Gleichung 2.71 (entnommen aus [7])

N Perioden der Dicke d verstärkt werden, da für die gestreute Intensität

$$I \propto \frac{\sin^2(\frac{1}{2}NQd)}{\sin^2(\frac{1}{2}Qd)} \quad (2.72)$$

gilt, d.h. die Intensität der Maxima skalieren mit N^2 . In einem Schichtsystem mit perfekt glatten Grenzflächen würde sich der Brechungsindex an den Übergängen von einer zur nächsten Schicht sprunghaft ändern. Durch die realen rauen Grenzflächen wird das Brechungsindexprofil ausgemittelt. Es kann unter der Annahme, dass die Abstände der realen Grenzflächenpositionen in z -Richtung von der mittleren Position Gauss-verteilt abweichen, durch folgende Beziehung beschrieben werden:

$$n(z) = \frac{n_j + n_{j+1}}{2} - \frac{n_j - n_{j+1}}{2} \operatorname{erf} \left(\frac{z - z_j}{\sqrt{2}\sigma_j} \right) \quad (2.73)$$

mit der mittleren Abweichung σ_j von der nominalen Lage der j -ten Grenzschicht und der Error-Funktion

$$\operatorname{erf}(z) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^z e^{-t^2} dt \quad (2.74)$$

Der Reflexionskoeffizient R_r weicht dadurch vom idealen Koeffizienten R_0 einer glatten Grenzfläche ab:

$$R_r = R_0 \cdot \exp(-4\sigma_j^2 k_{zj} k_{zj+1}) \quad (2.75)$$

Hierbei ist k_{zj} die z-Komponente des Wellenvektors in der j-ten Schicht. Der Einfluss der Grenzflächenrauigkeiten ist in Abbildung 2.5 zu sehen.

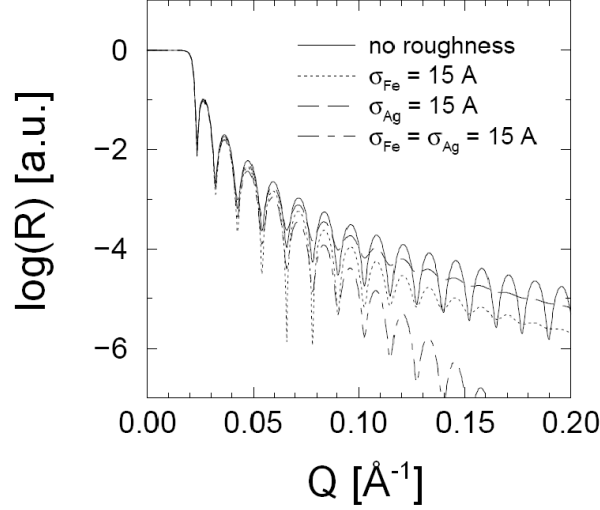


Abbildung 2.5: Einfluss der Rauigkeiten der verschiedenen Oberflächen auf die Reflektivitätskurve einer 500 Å dicken Eisenschicht auf einem Silbersubstrat (entnommen aus [7])

2.2.4 Polarisierte Neutronenstreuung unter streifendem Einfall

Zusätzlich zur räumlichen Struktur der Probe lässt sich mit Neutronenstreuung auch die magnetische Struktur analysieren, indem man auch den Spin des Neutrons ausnutzt. Aufgrund der zuvor erwähnten Kontinuumsbeschreibung bei kleinen Einfallswinkeln können auch nur magnetische Eigenschaften auf makroskopischer Skala analysiert werden. Das hat z.B. zur Folge, dass antiferromagnetische Strukturen mit dieser Methode nicht aufgelöst werden können. Die Wechselwirkung des Spins mit der magnetischen Induktion $\underline{B}$ der Probe wird durch einen zusätzlichen Term zum Potential in Gleichung 2.35 berücksichtigt. Das gesamte Wechselwirkungspotential für Neutronen mit einer magnetischen Probe lautet dann:

$$V = \frac{2\pi\hbar^2}{m_n} b\rho - \gamma_n \mu_N \underline{\sigma} \cdot \underline{B} \quad (2.76)$$

Hierbei ist $\underline{\sigma}$ ein Vektoroperator, dessen Komponenten die Pauli-Matrizen darstellen:

$$\sigma_1 = \begin{pmatrix} 0 & 1 \\ 1 & 0 \end{pmatrix}, \sigma_2 = \begin{pmatrix} 0 & -i \\ i & 0 \end{pmatrix}, \sigma_3 = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & -1 \end{pmatrix} \quad (2.77)$$

Dieses Potential kann jetzt zur Lösung des Streuproblems wieder wie zuvor in die Wellengleichung 2.39 eingesetzt werden, mit der einzigen Änderung, dass die Wellenfunktion Ψ durch einen Spinor ersetzt werden muss:

$$\Psi \rightarrow \begin{pmatrix} \Psi_+(\vec{r}) \\ \Psi_-(\vec{r}) \end{pmatrix} \quad (2.78)$$

$|\Psi_+(r)|^2$ ist dabei die Wahrscheinlichkeit, ein Neutron mit einem zu einem angelegten Führungsfeld H parallel ausgerichteten Spin zu finden, $|\Psi_-(r)|^2$ die Wahrscheinlichkeit, es mit antiparalleler Spineinstellung zu finden. Die Wellengleichung kann wie zuvor gelöst werden, führt aber auf ein gekoppeltes Gleichungssystem beider Komponenten:

$$\Psi_+''(z) + \left[k_{0z}^2 - 4\pi b\rho + \frac{2m\gamma\mu_N}{\hbar^2} B_{\parallel} \right] \Psi_+(z) + \frac{2m\gamma\mu_N}{\hbar^2} B_{\perp} \Psi_-(z) = 0 \quad (2.79)$$

$$\Psi_-''(z) + \left[k_{0z}^2 - 4\pi b\rho - \frac{2m\gamma\mu_N}{\hbar^2} B_{\parallel} \right] \Psi_-(z) + \frac{2m\gamma\mu_N}{\hbar^2} B_{\perp} \Psi_+(z) = 0 \quad (2.80)$$

$B_{\parallel}$ und $B_{\perp}$ sind dabei die Komponenten der magnetischen Induktion in Schichtebene parallel respektive senkrecht zur Projektion des Führungsfeldes in die Schichtebene. Im Experiment verwendet man nun einen möglichst gut polarisierten Neutronenstrahl, d.h. die Spins der einzelnen Neutronen sind entweder fast alle parallel oder fast alle antiparallel zur durch das Führungsfeld ausgezeichneten Quantisierungsachse orientiert. Es ist dann möglich, je nach Spinausrichtung vor und nach der Messung vier verschiedene Reflektionskanäle zu messen (+: Neutronenspin parallel zum Führungsfeld, – antiparallel):

$$\begin{aligned} NSF & \begin{cases} ++ : up - up - Kanal \\ +- : up - down - Kanal \end{cases} \\ SF & \begin{cases} -+ : down - up - Kanal \\ -- : down - down - Kanal \end{cases} \end{aligned}$$

Es wird unterschieden zwischen den beiden Messungen, in denen der Spin der Neutronen wechselt (Spin-Flip-Prozesse (SF)), und den beiden, in denen er unverändert bleibt (Non-Spin-Flip-Prozesse (NSF)). Zusammen mit Gleichung 2.79 und 2.80 können bereits einige wichtige Schlüsse auf die Informationen, die in den verschiedenen Kanälen enthalten sind, gezogen werden: Wenn die magnetische Induktion senkrecht zu den Schichtebenen steht (also $B_{\parallel} = 0$ und $B_{\perp} \neq 0$), verschwinden in 2.79 und 2.80 alle magnetischen Terme, d.h. mit polarisierter Neutronenreflektometrie können keine Informationen über eine eventuell vorhandene Komponente der Magnetisierung der Probe senkrecht zur Oberfläche gewonnen werden. Das Führungsfeld wird aus diesem Grund meistens – so auch in den kommenden Experimenten – in Schichtebene angelegt. Außerdem zeigen die beiden Gleichungen, dass ein SF-Signal nur dann erzeugt werden kann, wenn es eine nicht verschwindende Komponente der magnetischen Induktion gibt, die dem anliegenden Führungsfeld nicht gefolgt ist. In den beiden NSF-Messungen erhält der komplexe Brechungsindex einen zusätzlichen Beitrag, der je nach Spin-Orientierung einmal addiert und einmal subtrahiert wird. Analog zur nuklearen Streulängendichte b_N kann auch eine magnetische Streulängendichte b_M definiert werden, mit deren Hilfe sofort der an der Grenzfläche zu erwartende Kontrast abgeschätzt werden kann. Im Falle einer Eisen-Palladium-Grenzfläche, an der beide Materialien ihre bulk-Streulängendichten besitzen (siehe Tabelle 5.3), würde man z.B. im ++-Kanal einen deutlich höheren Kontrast als im --Kanal erwarten:

$$\begin{aligned} ++ : Nb_{N,Fe} + Nb_{M,Fe} - Nb_{N,Pd} &= (8.09 + 5.12 - 4.01) \text{\AA}^{-2} = 9.20 \text{\AA}^{-2} \\ -- : Nb_{N,Fe} - Nb_{M,Fe} - Nb_{N,Pd} &= (8.09 - 5.12 - 4.01) \text{\AA}^{-2} = -1.04 \text{\AA}^{-2} \end{aligned}$$

3 Experimentelle Methoden

3.1 Molekularstrahlepitaxie (MBE)

Die Proben werden mittels Molekularstrahlepitaxie (engl.: molecular beam epitaxy (MBE)) hergestellt. Bei dieser Methode wird von einer Quelle Material verdampft, das anschließend auf einem einkristallinen Substrat epitaktisch aufwachsen kann, wenn die Gitterparameter von Schicht und Substrat aneinander angepasst sind. Die Gitterparameter der aufwachsenden Schicht sind zunächst durch die Gitterabstände des Substrats bestimmt, relaxieren aber in der Regel mit ansteigender Schichtdicke z.B. durch Versetzungen immer mehr in die bulk-Parameter des Materials.

Der Aufbau der Anlage ist in Abbildung 3.1 zu sehen. In der Hauptkammer kann zunächst durch eine Turbopumpe mit einer vorgeschalteten Vorpumpe ein Druck von 10^{-7} mbar erzeugt werden. Zusätzlich dazu ist in der Hauptkammer eine Kühlfalle installiert, die mit flüssigem Stickstoff gefüllt wird. An dieser schlägt sich dann ein großer Teil der im Restgas enthaltenen Wassermoleküle nieder. Schließlich ist es möglich, von einem in der Kammer befindlichen Titanstab Titan auf die Kühlfalle aufzudampfen. Diese Titanatome binden einen Großteil des in der Kammer vorhandenen atomaren und molekularen Wasserstoffs. Durch diese Maßnahmen lässt sich der Druck auf 10^{-10} mbar und somit auf Ultrahochvakuum-Bedingungen (UHV) verringern.

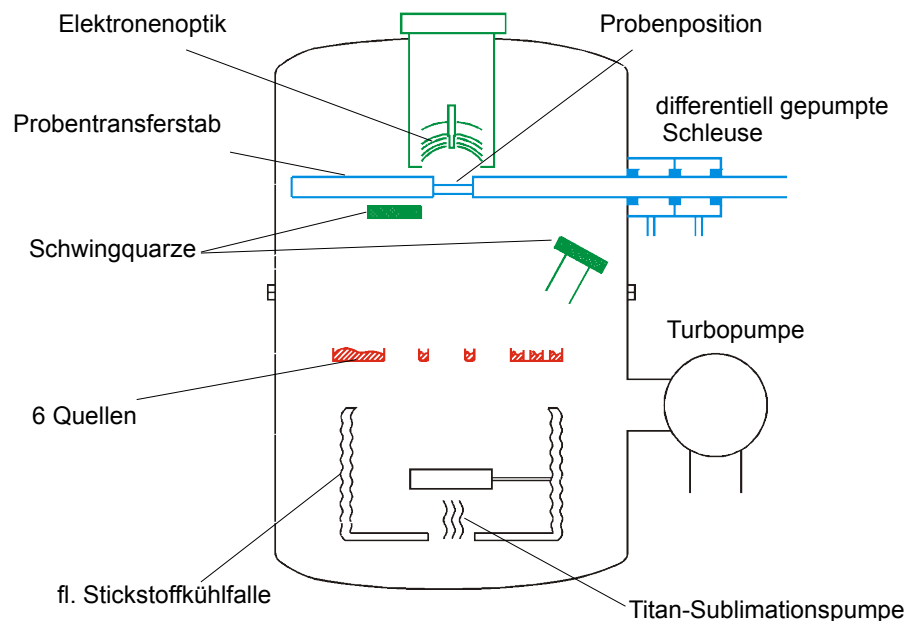


Abbildung 3.1: Aufbau der MBE-Anlage (entnommen aus [11])

Das zu bedampfende Substrat kann auf dem Probenstab durch eine zweistufige differentiell gepumpte Schleuse in die Hauptkammer der MBE-Anlage gebracht werden, ohne das UHV zu brechen. Es stehen insgesamt sechs Quellen zur Verfügung, von denen verschiedene Materialien zum Teil auch zeitgleich abgedampft werden können, um sie auf dem Substrat zu deponieren: Eine große und drei kleine direkte Quellen und zwei indirekte Quellen, die jedoch für diese Arbeit nicht benötigt werden.

Die direkten Quellen werden durch Elektronen erhitzt, die aus einer stromdurchflossenen Glühwendel (Elektronenstrahlkanone (e-gun)) emittiert werden. Durch einen Magneten werden die Elektronen dann auf einer Kreisbahn auf die Quelle gelenkt, wobei sie zusätzlich durch Hochspannung beschleunigt werden. Im aufzudampfenden Material wird dann die Energie der Elektronen in thermische Erwärmung umgewandelt. Die drei kleinen Quellen befinden sich auf einem Schlitten, auf dem sie so verschoben werden können, dass sie durch dieselbe Elektronenstrahlkanone angesteuert werden können. Die große Quelle befindet sich an einer anderen Position und wird durch eine eigene Glühwendel erhitzt. Der Radius der Kreisbahn und damit der Auftreffpunkt des Elektronenstrahls kann durch die zwischen Glühwendel und Quelle anliegende Hochspannung optimiert werden. Zusätzlich kann der Radius bei der großen direkten Quelle auch durch Ändern des durch einen Elektromagneten erzeugten Magnetfeldes variiert werden, während bei den kleinen Quellen ein Permanentmagnet verwendet wird.

Durch diese Methode müssen die Quellen so stark erhitzt werden, dass ein Teil verdampft. Die Verdampfungsrate und somit auch die Depositionsrate kann durch Variation des Stromes durch die Glühwendel wie gewünscht eingestellt werden.

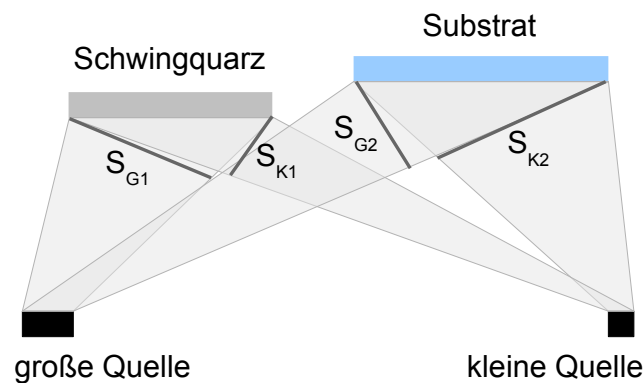


Abbildung 3.2: Skizze zur Schichtdickenbestimmung durch einen Schwingquarz: Aus der auf dem Schwingquarz deponierten Masse lässt mit Hilfe der Raumwinkellemente S_{G1}/S_{G2} für die große bzw. S_{K1}/S_{K2} für die kleine direkte Quelle die aufgedampfte Schichtdicke bestimmen

Aufgrund der UHV Bedingungen und der daraus resultierenden mittleren freien Weglänge einiger Kilometer kann davon ausgegangen werden, dass abgedampft Material sich ohne Störungen in eine Richtung bewegt, bis es auf das erste Hindernis, also z.B. die Wände der Hauptkammer oder das Substrat, trifft und dort deponiert wird. Dadurch lässt sich die auf dem Substrat aufgetragene Schichtdicke durch einfache geometrische Überlegungen mit Hilfe eines Schwingquarzes ermitteln (Abbildung 3.2). Ausgehend von der Quelle decken sowohl Schwingquarz als auch Probe ein bestimmtes Raumwinkellement ab. Aus dem Verhältnis dieser beiden Raumwinkel, der Dichte des Quellenmaterials und der auf dem Schwingquarz deponierten Masse lässt sich dann

während des Aufdampfprozesses die aktuelle Aufdampfgeschwindigkeit und die auf dem Substrat insgesamt deponierte Schichtdicke bestimmen, da der Schwingquarz in einem Frequenzbereich betrieben wird, in dem die Frequenzänderung proportional zur Massenänderung des Quarzplättchens ist.

In der MBE-Anlage befindet sich außerdem eine Elektronenoptik, mit deren Hilfe sich die Strukturen der präparierten Schichten in-situ analysieren lassen (siehe folgender Abschnitt).

3.2 In-situ Charakterisierung der Proben

Der Probenpräparationsprozess soll in-situ durch zwei einfache, aber sehr wirksame Mittel überprüft werden, die erste Rückschlüsse über die Eigenschaften und die Qualität der Proben zulassen. Zum einen durch Beugung niederenergetischer Elektronen an der Probenoberfläche (LEED; engl. Low Energy Electron Diffraction), was nicht nur zeigt, ob die zuletzt aufgedampfte Schicht epitaktisch aufgewachsen ist, sondern auch qualitative Aussagen über die Rauigkeit der Oberfläche liefern kann. Zum anderen Auger Elektronen Spektroskopie (AES), mit deren Hilfe vor allem die chemische Zusammensetzung der obersten Schicht analysiert werden kann. Die Funktionsweisen beider Methoden sollen kurz vorgestellt werden.

3.2.1 LEED

Die grundlegende Idee der LEED ist, Elektronen an der Probenoberfläche zu streuen und aus dem Interferenzmuster der gestreuten Elektronen Auskunft über die Atompositionen und somit die Struktur des Schichtmaterials zu gewinnen. Aus einem Filament werden dazu Elektronen emittiert, die durch eine Elektronenoptik zur Probe hin beschleunigt und fokussiert werden. Die an der Oberfläche zurückgestreuten Elektronen werden anschließend auf einen Fluoreszenzschirm hin beschleunigt, wo das Beugungsmuster sichtbar wird. Im Falle einer monokristallinen Schicht besteht dieses aus symmetrisch angeordneten mehr oder weniger scharfen Punkten. Um die atomaren Abstände auf der Oberfläche auflösen zu können, muss die Wellenlänge der Elektronen in der gleichen Größenordnung oder kleiner liegen. Die Energie der hier verwendeten Elektronen betragen zwischen 100 und 200 eV. Elektronen dieser Energie haben nur eine sehr geringe Eindringtiefe von weniger als einem nm, weshalb die Methode extrem oberflächensensitiv ist.

3.2.2 AES

Für AES wird ebenfalls eine fokussierende Elektronenoptik benötigt, allerdings werden weitaus energiereichere Elektronen (in dieser Arbeit 3 keV) auf die Probe gerichtet. Diese schlagen aus einer der inneren Schalen der Atome des Schichtmaterials Elektronen heraus. Der Effekt, den sich die AES zu Nutze macht, ist, dass das dadurch entstehende Loch durch ein aus einem höheren Energieniveau herunterfallendes Elektron aufgefüllt wird, das die überschüssige Energie jedoch nicht in Form eines Photons emittiert, sondern an ein drittes Elektron abgibt. Dieses verlässt dann das Atom mit einer Energie, die eindeutig durch die Energieniveaus¹ der drei beteiligten Elektronen bestimmt ist. Für jedes einzelne Element gibt es zwar eine Reihe theoretisch möglicher Übergänge dieser Art, jedoch sind bei einer bestimmten Energie der einfallenden Elektronen nur wenige dieser Möglichkeiten ausschlaggebend. Durch die Detektion der Elektronen, die die Probe verlassen, erhält man dadurch ein für das jeweilige Material typisches Energiespektrum. Enthält die Schicht verschiedene Atomsorten wird die Überlagerung der einzelnen Spektren sichtbar, aus

¹nicht notwendigerweise unterschiedliche Energieniveaus

der sich die Zusammensetzung der Schicht ableiten lässt. Die Eindringtiefe der keV- Elektronen beträgt etwa 15 bis 20 Monolagen.

3.3 Rasterkraftmikroskopie (AFM)

Mit einem Rasterkraftmikroskop (AFM, engl.: Atomic force microscope) lassen sich Oberflächeneigenschaften - nicht nur deren Struktur - auf bis zu atomaren Längenskalen auflösen. Dazu wird die Probenoberfläche direkt unterhalb einer Nadel positioniert, deren Spitze nur ein paar Atome breit ist. Die Nadel selbst ist unterhalb eines Metallplättchens (Cantilever) befestigt. In dieser Arbeit werden alle AFM Aufnahmen im sogenannten "tapping mode" durchgeführt. Bei dieser Messmethode wird der Cantilever durch einen Piezokristall in Oszillationen versetzt. Die Amplitude der Oszillationen ist abhängig vom Abstand der Nadel zur Probenoberfläche. Die Probe wird dann für die Messung in lateraler Richtung bewegt, wobei die z-Koordinate² so nachgeregelt wird, dass die Oszillationen der Nadel konstant bleiben. Aus dieser Nachregelung kann dann ein Bild der Oberfläche erstellt werden (Höhenbild). Aus den gemessenen Werten kann außerdem die rms-Rauigkeit der Oberflächen berechnet werden. Zusätzlich wird während der Messung die Phasendifferenz zwischen der Oszillation der am Piezokristall anliegenden Spannung und der des Cantilevers aufgezeichnet (Phasenbild). Diese Phasendifferenz hängt von den Eigenschaften des Materials unterhalb der Nadel ab. Aus dem Phasenbild können deshalb Rückschlüsse auf die an der Oberfläche befindlichen Materialien gewonnen werden, auch wenn diese im Höhenbild nicht zu erkennen sind.

3.4 Superconducting Quantum Interference Device (SQUID)

Mit Hilfe eines SQUIDs lassen sich auch kleinste Magnetfeldänderungen präzise messen. Die Funktionsweise ist der eines Vibrationsmagnetometers sehr ähnlich: Zwei stromdurchflossene Spulen befinden sich ober- und unterhalb der magnetischen Probe und werden mit einem magnetischen Fluß durchsetzt, der von der Magnetisierung der Probe und einem eventuell zusätzlich anliegenden äußeren Magnetfeld verursacht wird. Durch Vibration der Probe wird durch die Änderung des magnetischen Flusses gemäß der Maxwell-Gleichungen in den Spulen eine Spannung induziert aus der sich schließlich bei bekanntem äußeren Feld die Magnetisierung der Probe bestimmen lässt. Im Unterschied zum Vibrationsmagnetometer werden im SQUID anstelle der Normalleitenden Spulen supraleitende Ringe verwendet. Da aus quantenmechanischen Gründen eine supraleitende Leiterschleife nur von Vielfachen des magnetischen Flussquantums durchsetzt werden kann, wird bei einer Änderung des magnetischen Flusses durch die Vibration im Ring ein Strom induziert, der den magnetischen Fluss durch den Ring wieder auf ein Vielfaches des Flussquantums hebt bzw. senkt. Diese induzierten Ströme allein wären in einer supraleitenden Leiterschleife kaum messbar, weshalb zusätzlich der Josephson-Effekt ausgenutzt wird: Der Ring wird an zwei Stellen durch wenige Nanometer dickes normalleitendes oder isolierendes Material ersetzt (Josephson-Kontakte) und durch den Ring ein konstanter Strom geleitet (DC-Messung). Ist dieser Strom kleiner als ein von der Dicke der Josephson-Kontakte abhängiger kritischer Strom I_c , so können die im Supraleiter vorliegenden Elektron-Cooper-Paare durch die normalleitende Schicht ungestört durchtunneln. Betrieben wird das SQUID allerdings mit einem größeren Strom als I_c , was zur Aufbrechung eines Teils der Cooper-Paare innerhalb des Josephson Kontaktes führt, und einen Teil des Stroms durch den Ring normalleitend und somit widerstandsbehaftet werden lässt. Dadurch fällt am SQUID eine präzise messbare Spannung ab, die periodisch von

²die z-Richtung soll senkrecht zur Probenoberfläche liegen

den zur Aufrechterhaltung der Flussquantisierung induzierten Strömen abhängt. Die Messung der Spannung ermöglicht es somit sogar kleinere Änderungen des magnetischen Flusses als das Flussquantum zu detektieren.

3.5 Röntgenreflektometrie

Der theoretische Hintergrund der Röntgen- und Neutronenreflektometrie ist bereits im vorangegangenen Kapitel behandelt worden. Es wird hier lediglich der Aufbau des verwendeten Röntgenreflektometers besprochen (siehe Abbildung 3.3).

Die Röntgenstrahlung wird in einer Röntgenröhre erzeugt. Aus einer Kathode werden Elektronen emittiert, die auf eine Kupferanode hin beschleunigt werden, und dort Elektronen auch aus den inneren Schalen der Kupferatome herausschlagen. Diese Lücken werden durch Elektronen aus höheren Schalen aufgefüllt, die dabei unter anderem Röntgenstrahlung mit für Kupfer charakteristischer Wellenlänge emittieren. Die in diesem Reflektometer weitaus dominierende Wellenlänge ist die des Kupfer-K α -Übergangs mit einer Wellenlänge von $1.54 \text{ \AA}$. Die Röntgenstrahlung wird anschließend durch einen Göbelspiegel parallelisiert und monochromatisiert und durch zwei Spaltblenden auf die Probe geleitet, die sich auf einem Probenhalter befindet. Wichtig ist vor allem die letzte Spaltblende, die in der Regel wesentlich enger als die erste gewählt wird, und somit die Strahlbreite definiert, was bei der späteren Auswertung für die Beleuchtungskorrektur benötigt wird. Der von der Probe reflektierte Strahl tritt in den Detektorarm ein und durchquert zunächst einen Abschwächer, der automatisch die Intensität so reguliert, dass sie für den Detektor nicht zu hoch ist. Nach einer ersten Spaltblende wird der reflektierte Strahl durch einen weiteren Göbelspiegel fokussiert. Im Fokus des reflektierten Strahls befindet sich eine zweite Spaltblende. Dadurch wird der nicht spekulär gestreute Anteil des Strahls absorbiert. Diese Blende bestimmt außerdem die Q-Auflösung der Messung. Anschließend trifft der Strahl auf den dahinter befindlichen Detektor.

Sowohl der Arm, in dem der einfallende Strahl erzeugt wird, als auch der Detektorarm lassen sich frei um eine Achse in der Schichtebene der Probe rotieren. Da in dieser Arbeit lediglich Reflektometriemessungen durchgeführt werden, geschieht diese Rotation stets synchron während der winkelabhängigen Messung. Vor jeder Messung müssen zunächst die Probe korrekt im Strahl positioniert und die verschiedenen Winkel justiert werden. Danach kann die Messung durch Vorgabe gewünschter Parameter (Schrittweite, Messzeit pro Punkt, u.s.w.) durch ein Softwareprogramm automatisiert durchgeführt werden.

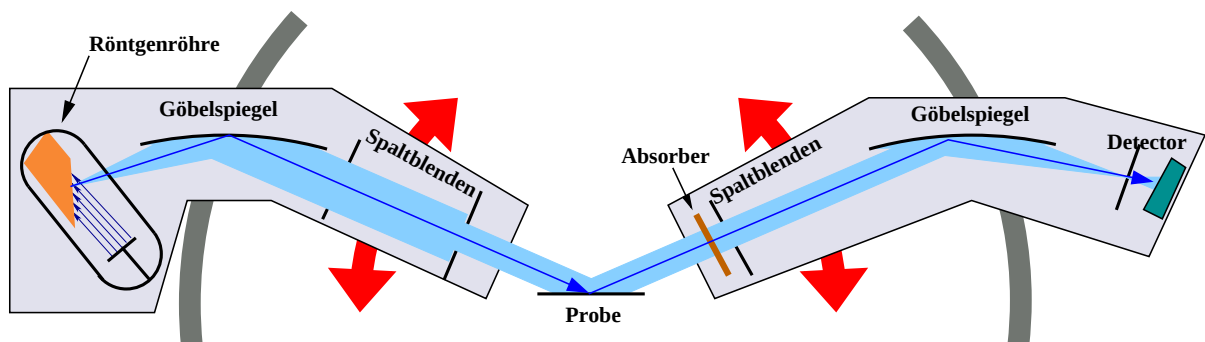


Abbildung 3.3: Aufbau des Röntgenreflektometers (entnommen aus [12])

3.6 Neutronenreflektometrie

Die Neutronen-Streuexperimente unter streifendem Einfall sind am TREFF-Instrument am Forschungsreaktor München II (FRM II) durchgeführt worden. Der Reaktor erzeugt in einem Uran-Kompaktkern die für die Experimente benötigten Neutronen, die anschließend in einem D_2O -Tank auf thermische Energien moderiert werden. Diese werden dann durch Neutronenleiter, die ähnlich wie Lichtleiter die Totalreflektion ausnutzen, zu den verschiedenen Experimenten transportiert. Für das TREFF werden aus einem dieser Leiter durch einen Monochromatorkristall aus pyrolitischem Graphit nur die Neutronen, die die Bragg-Bedingung $n\lambda = 2d\sin(\theta)$ des Kristalls erfüllen, unter einem Winkel von ungefähr 45° ausgekoppelt (siehe Abbildung 3.4 (1)). Die Wellenlängen dieser Neutronen betragen $4.73/n \text{ \AA}$. Anschließend durchqueren die Neutronen einen Berylliumfilter (2), der alle Neutronen höherer als erster Ordnung aus dem Strahl herausstreut. Nur die Neutronen der Wellenlänge $4.73 \text{ \AA}$, für die die Bragg-Bedingung im Filter wegen $\lambda > 2d$ nie erfüllt werden kann, durchqueren ungehindert den Filter und werden durch einen weiteren Monochromator noch einmal umgelenkt (3). Die Neutronen gelangen dann durch eine erste Spaltblende (5), die die Divergenz des Strahls festlegt, zu einem polarisierenden Superspiegel (4). Die Polarisierungsachse wird ab hier durch ein magnetisches Führungsfeld aufrecht gehalten, jedoch kann die Richtung der Polarisation anschließend durch Ein- oder Ausschalten eines Resonanz-Spin-Flippers beibehalten oder umgekehrt werden (6). Die Intensität des Strahls wird in einem Monitor registriert (8), bevor die Neutronen auf die Probe treffen (11). Die Strahlgröße wird zuvor durch eine horizontale und eine vertikale Spaltblende eingestellt (7),(9). Der Probenstisch kann durch sechs verschiedene Motoren in allen Richtungen bewegt und gedreht werden. Zusätzlich ist es möglich, am Probenort durch einen Elektromagneten ein Magnetfeld zu erzeugen und die Probe in einem Kryostaten zu platzieren, und somit magnetfeld- und temperaturabhängige Messungen durchzuführen. Von der Probe werden die Neutronen in den Detektorarm reflektiert, wo durch einen weiteren Spin-Flipper die Polarisation je nachdem, welcher der vier Reflektionskanäle gemessen werden soll, eingestellt werden kann (13). Danach durchquert der Strahl einen Stapel von polarisierenden Superspiegeln, der als Analysator fungiert (14), und trifft schließlich auf den ortsauflösenden Detektor (15). Der komplette Detektorarm kann ähnlich wie beim Röntgenreflektometer um eine Achse gedreht werden, um den gewünschten Winkelbereich während der Reflektionsmessung abzufahren.

Mit Hilfe dieses Versuchsaufbaus ist es also möglich, alle vier Reflektionskanäle (SF und NSF) magnetfeld- und temperaturabhängig zu messen. Für die Messungen in dieser Arbeit wird das Magnetfeld stets senkrecht zur Zeichenebene in Abbildung 3.4 angelegt, d.h. senkrecht zur Flugrichtung der Neutronen und parallel zur Probenoberfläche. Eine Magnetisierung senkrecht zur Probenoberfläche kann somit nicht nachgewiesen werden. Da die Kristallachsen der Proben durch die Probenkanten bekannt sind, kann die Probe so eingebaut werden, dass eine leichte magnetische Achse der Eisschicht parallel zum Feld orientiert ist. Somit ist ein Auftreten eines NSF-Signals sehr unwahrscheinlich.

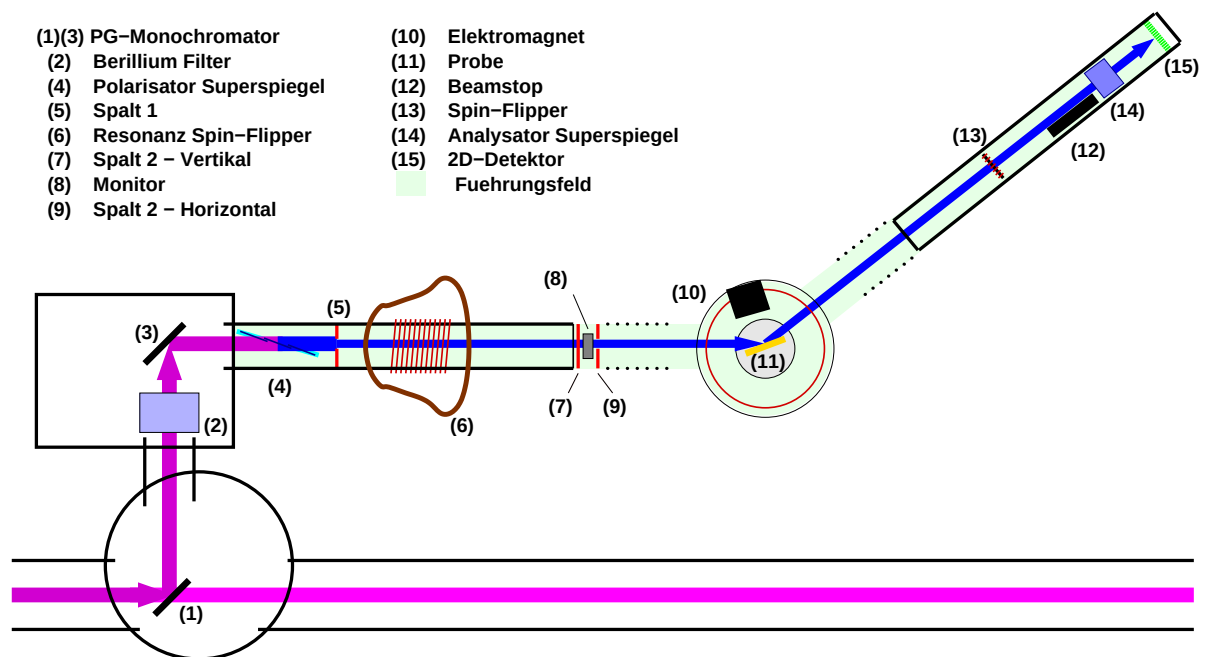


Abbildung 3.4: Aufbau des TREFF-Instrumentes am FRM II (entnommen aus [12])

4 Probenpräparation

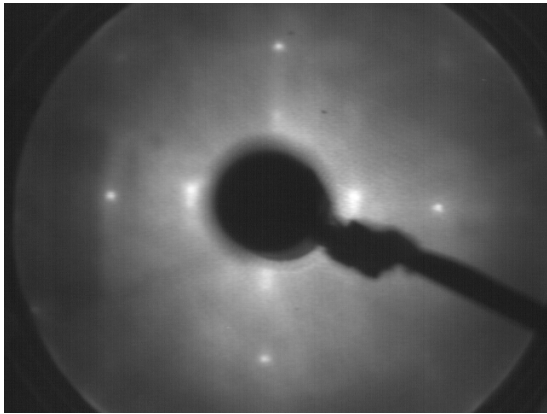
4.1 Wahl und Präparation des Substrates

Das kristalline Wachstum von Palladium auf unterschiedlichen Substratmaterialen ist bisher nur sehr wenig untersucht worden. Studien über das Wachstum auf Eisen ^[13] oder Niob ^[14] zeigten, dass Palladium spätestens nach wenigen Atomlagen nicht mehr epitaktisch aufwächst. Da die Schichten monokristallin sein sollten, muss zunächst ein anderes geeignetes Substratmaterial gefunden werden.

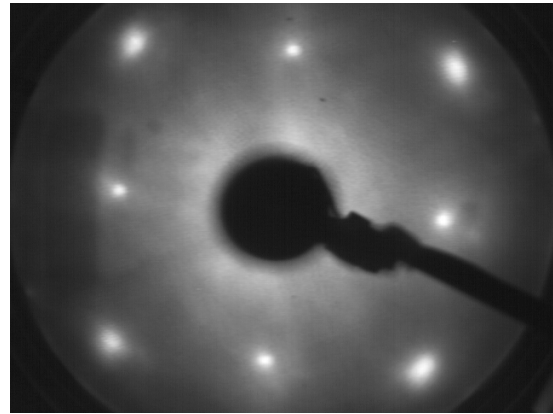
Es ist offensichtlich, dass die Wahrscheinlichkeit eines monokristallinen Wachstums dann am höchsten ist, wenn die Gitterparameter des Substrates mit dem des aufzudampfenden Materials vergleichbar sind, da dann die Möglichkeit besteht, dass das deponierte Material ohne große Verzerrungen in die eigene bevorzugte Kristallstruktur relaxieren kann. Die Gitterstruktur von Palladium ist kubisch flächenzentriert, wobei die Kantenlänge der kubischen Einheitszelle 3,890 Å beträgt und somit nur um etwa fünf Prozent vom Gitterparameter des ebenfalls kubisch flächenzentriert kristallisierenden Silbers abweicht (4,086 Å). Es ist daher naheliegend als Substrat das mittlerweile durch ein standardisiertes Verfahren ^[15] ^[16] herstellbare System einer Silberpufferschicht, die mittels einer Eisenkeimschicht auf einem Galliumarsenid (GaAs)- Wafer aufgedampft wird, zu verwenden. Die Eisenkeimschicht ist notwendig, um dem Silber die gewünschte (001) Aufwuchsrichtung senkrecht zur Probenoberfläche vorzugeben. Ohne die Keimschicht kann Silber zusätzlich auch in (011) Richtung auf dem (001) orientierten GaAs aufwachsen.

Die Präparation des Substrates läuft in mehreren Schritten ab: Das durch den Probenstab in die Hauptkammer der MBE eingebrachte ca. 1 cm² große GaAs Wafer muss zunächst eine Stunde lang bei einer Temperatur von 650 °C am Substrathalter getempert werden, um jeglichen Schmutz von der Oberfläche zu entfernen. Nach dem Tempern ist mit dem LEED die Struktur des GaAs zu erkennen (siehe Abbildung 4.1(a)). Anschließend wird die sehr dünne Eisen-Keimschicht auf dem Wafer deponiert, auf der dann der etwa 1500 Å dicke Silberpuffer aufgedampft wird. Beide Materialien wachsen in (001) Richtung auf, Eisen kubisch raum-, Silber kubisch flächenzentriert. Zu beachten ist jedoch, dass das Kristallgitter von Eisen gegenüber denen von GaAs und Silber um 45° in der [001] Ebene gedreht ist. Dadurch vergrößert sich der Abstand der Eisenatome parallel zu den Kanten der kubischen Einheitszelle der anderen Materialien im Vergleich zur Gitterkonstante 2,90 Å um den Faktor $\sqrt{2}$ auf ungefähr 4,10 Å. Auffällig ist dennoch die relativ große Diskrepanz zwischen der Gitterkonstante von GaAs (5,65 Å) und denen der aufgedampften Materialien. Trotzdem zeigen die LEED Bilder, dass beide Schichten epitaktisch aufwachsen (siehe Abbildung 4.1). Sowohl die Keim- als auch die Pufferschicht werden bei 100 °C aufgedampft, da dann die bestmögliche Qualität der Schichten erreicht wird.

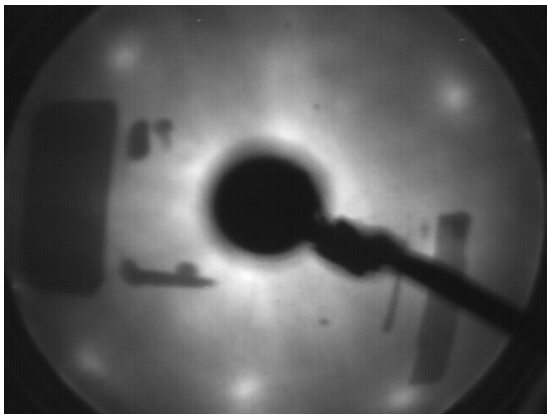
Die Dicke der Keimschicht beträgt üblicherweise ungefähr 10 Å (siehe Abbildung 4.1(b)). Da in dieser Arbeit jedoch das zu untersuchende Schichtsystem aus Palladium und Eisen extrem wenig magnetisches Material enthält, sollte jeglicher zusätzlicher magnetischer Hintergrund für eine möglichst präzise spätere Charakterisierung der Proben minimiert werden. Es wurde daher versucht, die Dicke der Eisen-Keimschicht so weit wie möglich zu reduzieren, ohne dass die gewünschte Wachstumsrichtung des Silbers beeinflusst wird. Es zeigt sich, dass die Dicke der



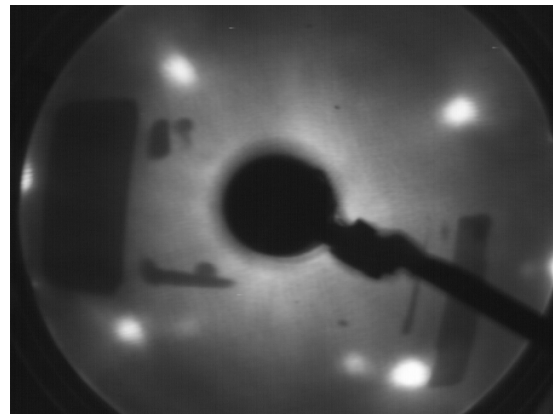
(a)



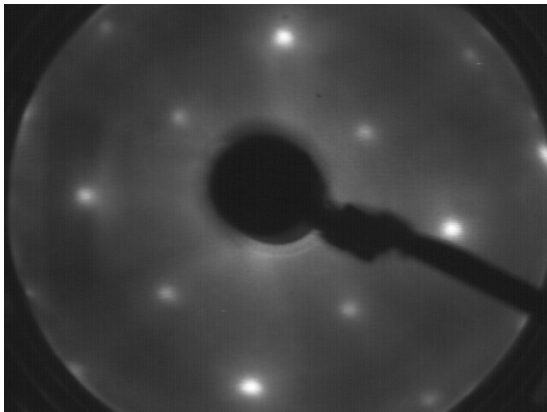
(b)



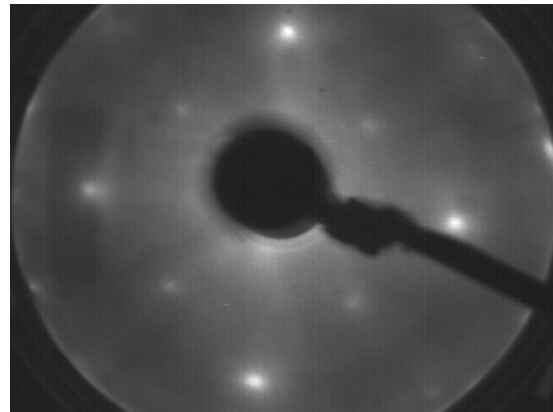
(c)



(d)



(e)



(f)

Abbildung 4.1: LEED Analyse während der Substratpräparation: (a) Sauberer GaAs-Wafer; (b) 10 Å Eisen-Keimschicht; (c) 5 Å Eisen-Keimschicht: Die LEED Struktur ist zwar wesentlich schwächer als bei einer dickeren Keimschicht, die Struktur des darauf aufwachsenden Silbers wird jedoch nicht beeinflusst; (d) 3 Å Eisen-Keimschicht: Die LEED Struktur unterscheidet sich stark von den vorherigen. Silber wächst auf dieser Keimschicht nicht mehr in der gewünschten (100) Richtung auf; (e) 1500 Å Silber-Pufferschicht vor dem Tempern; (f) 1500 Å Silber-Pufferschicht nach einstündigem Tempern bei 300 °C: Die Spots sind kleiner und schärfer.

Keimschicht auf 5 Å verringert werden kann, ohne die Struktur und Qualität der anschließend aufgedampften Silberschicht zu beeinflussen (siehe Abbildung 4.1(c)). Eine weitere Reduktion ist nicht möglich, da sich die Struktur der Silberschicht dann deutlich von der geforderten unterscheidet (siehe Abbildung 4.1(d)).

Zuletzt wird das Substrat nach dem Aufdampfen der Silberschicht ungefähr eine Stunde lang bei 300 °C getempert. Danach sind die auf der GaAs-Oberfläche noch sehr starken Rauigkeiten durch den Silberpuffer weitestgehend ausgeglichen, so dass man schließlich durch dieses Verfahren eine sehr glatte Substratoberfläche erhält (siehe Abbildungen 4.1(e) und 4.1(f)).

4.2 Deposition der ersten Palladium Schicht

Auf dem wie oben beschriebenen präparierten Substrat soll jetzt das Palladium-Eisen- Schichtsystem aufgedampft werden. Für die Ziele dieser Arbeit müssen die einzelnen Schichten dabei einige Anforderungen erfüllen, um eine anschließende sinnvolle Charakterisierung zu ermöglichen. Zunächst einmal stellt sich grundsätzlich die Frage, ob es überhaupt möglich ist, Palladium auf Silber epitaktisch aufzuwachsen. Außer des monokristallinen Wachstums sollten die Schichten möglichst geringe Verunreinigungen aufweisen. Die größten Probleme hierbei werden durch Diffusionsprozesse der verschiedenen Materialien untereinander verursacht. Schließlich müssen vor allem die Palladium Schichten eine sehr gut definierte, glatte Oberfläche besitzen, um auf ihnen wenige Monolagen dünne, zusammenhängende Eisenschichten deponieren zu können.

Zuerst wird versucht, Palladium bei einer konstanten Aufdampftemperatur zu deponieren. Durch LEED Analyse der bei verschiedenen Temperaturen hergestellten Palladium Schichten zeigt sich, dass Palladium in einem Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur und 200 °C - wahrscheinlich auch noch bei höheren Temperaturen - monokristallin auf Silber aufwächst, dass aber die Qualität der Oberflächenstruktur mit steigender Temperatur deutlich zunimmt. Es gilt also nun, die Aufdampfparameter - das sind vor allen Dingen Aufdampftemperatur und Tempertemperatur aber auch Aufdampfgeschwindigkeit und anschließende Temperzeit - so zu bestimmen, dass die Kriterien, die an die Schichten gestellt werden müssen, möglichst gut erfüllt sind.

Wie die LEED Analyse der Palladiumschichten auf Silber gezeigt hat, sollte die Aufdampftemperatur wenigstens 100 °C betragen. Ab dieser Temperatur sind durch die LEED Aufnahmen keine Verbesserungen der Oberflächenqualität erkennbar. Analysiert man nun jedoch mit Hilfe des AES die chemische Zusammensetzung der Palladiumschicht, stellt man fest, dass bei diesen Aufdampftemperaturen Silber mit in die Schicht diffundiert ist (siehe Abbildung 4.2). Dampft man also die Palladiumschicht mit einer konstanten Temperatur auf, so erhält man entweder eine mit Silber verunreinigte Schicht mit guter oder eine reine Schicht mit schlechter Oberflächenqualität.

Es zeigt sich außerdem, dass es ebenfalls nicht möglich ist, die Oberflächenstruktur der Proben durch anschließendes Tempern zu verbessern. Hier lässt sich außerdem eine klare Temperaturgrenze für die Diffusion des Silbers in die Palladiumschicht ermitteln. Unterhalb von 130 °C ist längeres Tempern einer bei Raumtemperatur aufgewachsenen Palladiumschicht auch über einige Stunden möglich. Die Oberflächenstruktur ändert sich dabei jedoch nicht. Oberhalb von 130 °C dagegen kann nicht einmal für 30 Minuten getempert werden, da dann bereits Silber in der Palladiumschicht durch das AES nachgewiesen werden kann (siehe Abbildung 4.3). Eine eventuelle Qualitätsverbesserung der Oberflächenstruktur bei längerem Tempern oder höheren Temperaturen wird damit hinfällig.

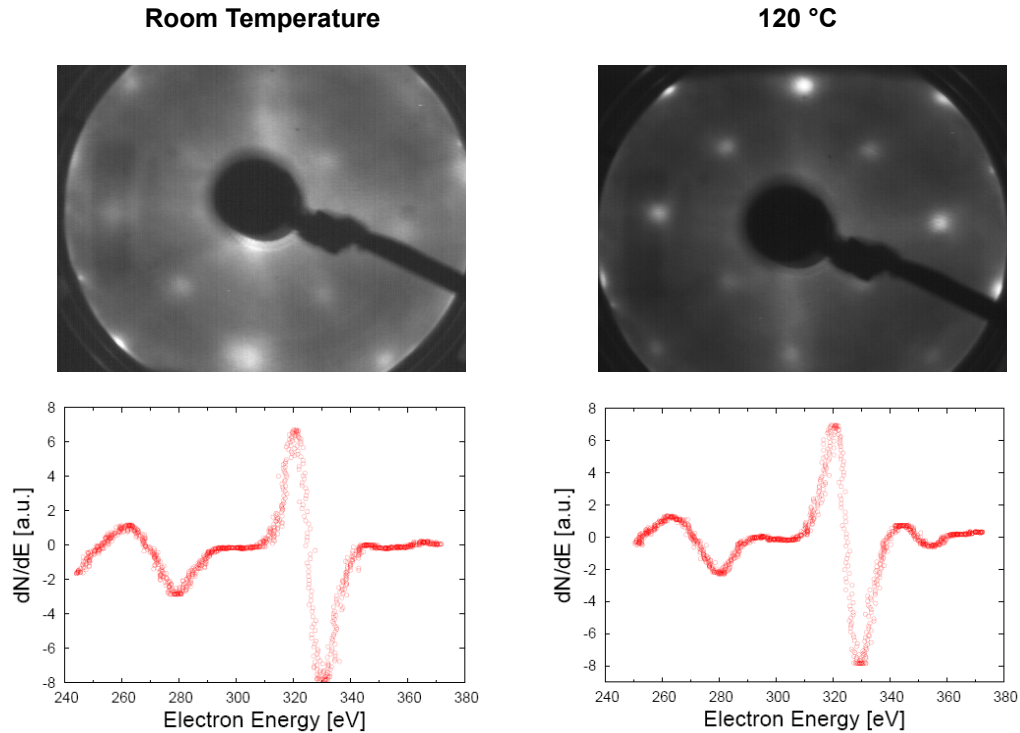


Abbildung 4.2: Aufdampfen der ersten Palladiumschicht bei konstanter Temperatur. Links: Deposition bei Raumtemperatur; oben: LEED Bild einer 150 nm dicken Schicht, unten: AES Bild derselben Schicht. Zu sehen ist nur das für Palladium typische Spektrum mit Peaks bei Elektronenenergien von 279 und 330 eV. Rechts: Deposition bei 120 °C; oben: LEED Bild einer 150 nm dicken Schicht. Die Spots sind wesentlich schärfer als die der bei Raumtemperatur hergestellten Palladiumschicht, was auf eine bessere Oberflächenqualität schließen lässt; unten: AES Bild derselben Schicht: Zusätzlich zum Palladiumspektrum ist nun auch der Hauptpeak des Silberspektrums bei 356 eV deutlich zu erkennen. Während der Deposition ist also Silber mit in die Palladiumschicht diffundiert.

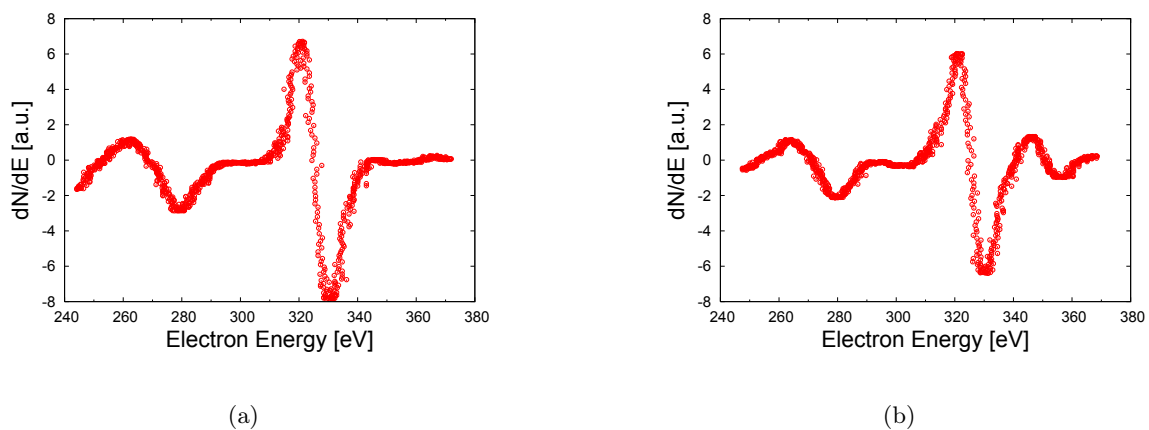


Abbildung 4.3: AES Analyse einer getemperten Palladiumschicht: Es ist nicht möglich die Oberflächenqualität einer bei Raumtemperatur deponierten Schicht (siehe (a)) durch Tempern zu verbessern, da bereits nach einstündigem Erwärmen auf 130 °C Silber in die Schicht diffundiert (siehe (b)). Die Oberfläche bleibt trotzdem unverändert wie in 4.2.

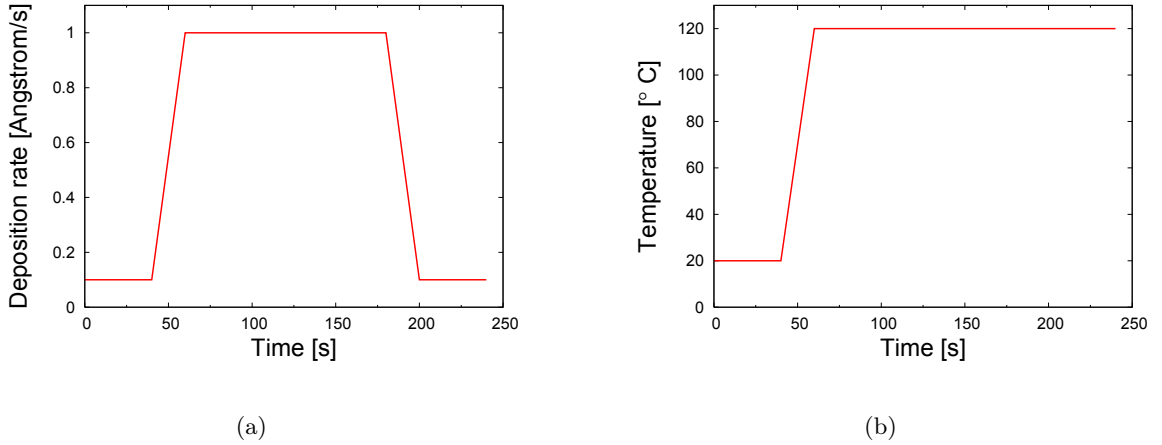


Abbildung 4.4: Aufdampftemperatur und Aufdampfrate während des Aufdampfens der ersten Palladiumschicht

Diese Analysen machen deutlich, dass allein mit einer konstanten Aufdampftemperatur nicht die bestmöglichen Resultate für ein und dieselbe Probe erzielt werden können. Um dennoch Schichten herzustellen, die sowohl keine oder zumindest nur äußerst geringe Verunreinigungen als auch eine mit den bei hohen Temperaturen hergestellten Proben vergleichbare Oberflächenqualität aufweisen, muss die Diffusion an der Grenzfläche zu Silber unterdrückt werden. Hierzu ist es zunächst wichtig, zwischen den verschiedenen Diffusionstypen Oberflächen- und Volumendiffusion zu unterscheiden [17]. Beide können durch einen Diffusionskoeffizienten, der den Zusammenhang zwischen der örtlichen und zeitlichen Konzentrationsänderung herstellt (2. Fick'sches Gesetz):

$$D \frac{\partial^2 c}{\partial x^2} = \frac{\partial c}{\partial t} \quad (4.1)$$

Die Diffusionskoeffizienten beider Diffusionsmechanismen hängen von einer Aktivierungsenergie Q ab (Arrhenius-Gesetz):

$$D = D_0 e^{-Q/RT} \quad (4.2)$$

Hierbei ist D_0 eine Materialkonstante, die von den Kristalleigenschaften abhängt. Einziger Unterschied ist, dass Q für die Oberflächendiffusion wesentlich geringer ist, diese somit schon bei tieferen Temperaturen abläuft. Bei zu hohen Temperaturen kann daher die Oberflächendiffusion schon stark genug aktiviert sein, dass während des Aufdampfprozesses Silber auf Palladium aufschwimmt. Aus diesem Grund werden nun die ersten Monolagen Palladium bei Raumtemperatur aufgedampft, da dann die Oberflächendiffusion noch unterdrückt sein kann. Nachdem die Silberoberfläche einmal mit Palladium komplett bedeckt ist, kann dann die Temperatur wieder erhöht werden, da dann die höhere Aktivierungsenergie für Volumendiffusion ein Eindringen des Silbers in das Palladium verhindert. Ein Erhöhen der Temperatur über 130 °C ist trotzdem nicht möglich, da die vorangegangenen Temperversuche gezeigt haben, dass oberhalb dieser Temperatur auch die Volumendiffusion bereits aktiviert ist.

Der Verlauf der Temperatur während der Deposition ist exemplarisch in Abbildung 4.4 zu sehen. Gezeigt ist außerdem auch der Verlauf der Aufdampfrate, die zusammen mit der Temperatur gesteigert wird, um die Zeit, die die Probe der erhöhten Temperatur ausgesetzt ist, zu minimieren. Dadurch soll eine eventuell doch vorhandene, langsam vorgehende Diffusion unterbunden werden. Zum Ende wird die Aufdampfrate wieder verringert. Dies ermöglicht ein exakteres Beenden des Aufdampfvorgangs und somit eine genauer definierte Schichtdicke, was vor allem für die

später hergestellten Multilayersysteme von Bedeutung ist. Die anschließende Analyse zeigt, dass durch dieses Verfahren kein Silber in die Schicht diffundiert und dass die Palladiumoberfläche zudem qualitativ vergleichbar ist mit den zuvor bei hohen Temperaturen deponierten Schichten. Abbildung 4.6 zeigt ein später ex-situ durch Rasterkraftmikroskopie erstelltes Höhenbild der Palladiumoberfläche. Es zeigt, dass die Höhenunterschiede auf dem gesamten Ausschnitt von $1\text{ }\mu\text{m}^2$ zwar ungefähr 50 nm betragen, dass es aber große Bereiche gibt, in denen die Fluktuationen wesentlich geringer sind. Gerade auf diesen Terrassen sollte es sehr gut möglich sein, kontinuierliche Eisenschichten zu deponieren. Bei allen weiteren Proben werden daher die ersten Palladiumschichten mit diesem Verfahren hergestellt.

4.3 Deposition der ersten Eisen-Schicht

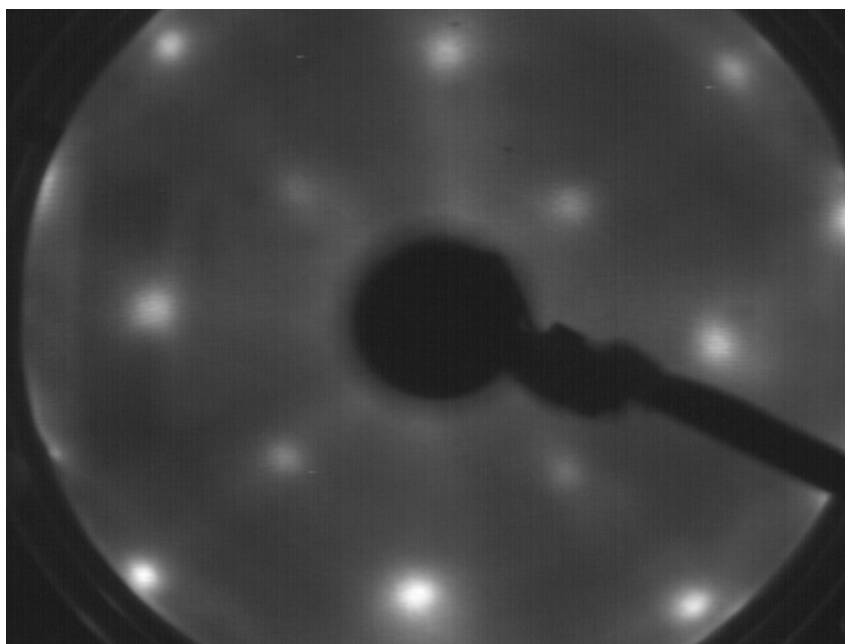
Wie im vorherigen Abschnitt erwähnt, ist es ohne weiteres möglich, die Probe über mehrere Stunden Temperaturen von 120°C auszusetzen, ohne dass Silber in die Palladiumschicht diffundiert. Ein Erhitzen über 130°C ist dagegen auch für kurze Zeit nicht möglich. Für das Aufwachsen der Eisenschicht ist der Spielraum der Aufdampfparameter daher sehr eingeschränkt. Es wird deshalb direkt versucht, das Eisen bei 120°C aufzudampfen. Die Aufdampfgeschwindigkeit muss hier sehr gering gewählt werden (typischerweise $0.1\text{ }\text{\AA}/\text{s}$, da es ansonsten nicht möglich ist, die Schichtdicke gut zu definieren. Abbildung 4.7 zeigt, dass Eisen auf Palladium unter diesen Bedingungen monokristallin aufwächst.

Bei den für diese Arbeit gewünschten Eisenschichtdicken von unter $10\text{ }\text{\AA}$ ist es jetzt natürlich nicht mehr möglich, die Schicht mit dem AES auf ihre chemische Zusammensetzung zu untersuchen, da aufgrund der hohen Eindringtiefe der verwendeten 3 keV Elektronen immer die darunterliegende Palladiumschicht im Spektrum sichtbar ist. Mit Hilfe des AES kann jedoch eine wichtige Auskunft über die Stabilität der Eisenschicht gewonnen werden: Vergleicht man das Verhältnis des Hauptpeaks des Palladiumspektrums zum Hauptpeak des Eisenspektrums direkt nach der Deposition und nach einiger Zeit, so würde eine Verstärkung des Palladiumpeaks darauf hinweisen, dass sich die Eisenschicht zumindest teilweise mit dem Palladium vermischt hat und dadurch mehr Palladium an die Oberfläche gelangt ist. Auf diese Weise lässt sich zeigen, dass auch sehr dünne Eisenschichten bei 120°C über viele Stunden stabil sind und nicht wegdiffundieren (siehe Abbildung 4.8).

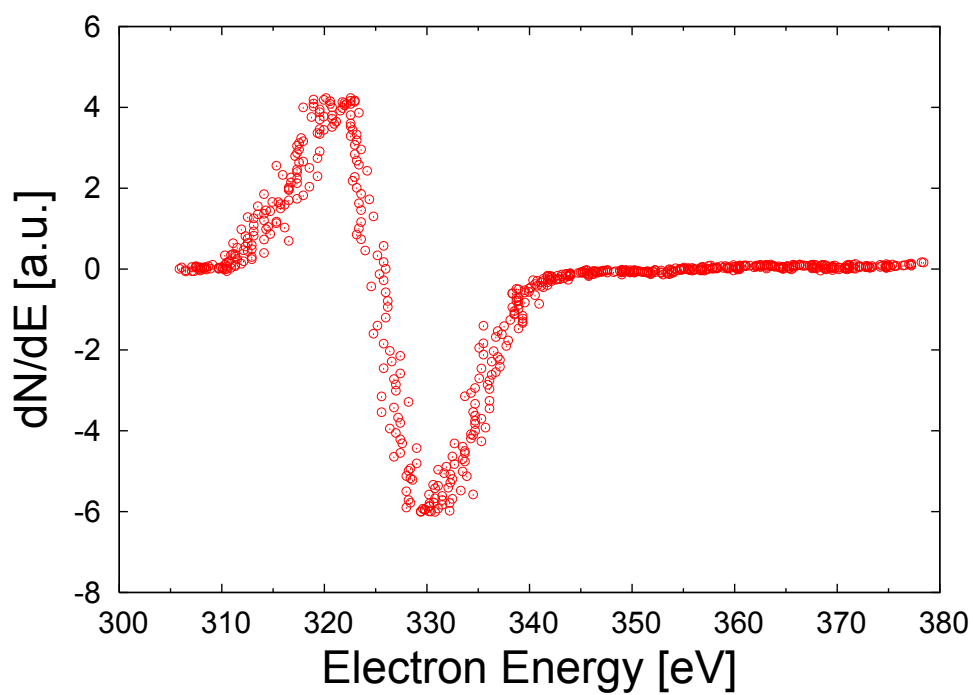
4.4 Deposition der weiteren Schichten

Da zuvor gezeigt worden ist, dass sich sowohl die erste Palladium- als auch die Eisenschicht bei 120°C über mehrere Stunden nicht verändern, können alle weiteren Schichten bei diesen Temperaturen aufgedampft werden. Unter diesen Bedingungen ist es möglich weitere Palladium- und Eisenschichten im Wechsel epitaktisch aufzuwachsen. Bei Eisenschichten dicker als $4\text{ }\text{\AA}$ sind mit dem LEED bis zur zehnten Periode keine oder höchstens minimale Veränderungen der Oberflächenqualität auszumachen. Bei dünneren Eisenschichten werden mit zunehmender Periodenzahl teilweise gravierende Veränderungen in den LEED Bildern der Eisenschichten sichtbar. Die für diese Arbeit hergestellten und später charakterisierten Proben enthalten daher maximal 15 Perioden. Abbildung 4.9 zeigt die Entwicklung exemplarisch für eine Probe mit $2\text{ }\text{\AA}$ dicken Eisen zwischen 150 $\text{\AA}$ Palladiumschichten.

Auf Schichtsystemen, die mit Eisenschichten abschließen, wird häufig, um Oxidation zu vermeiden, noch eine Goldschicht auf die oberste Schicht aufgedampft. Da Palladium allerdings wesentlich langsamer oxidiert und die bei Raumtemperatur entstehende Oxidschicht nur etwa



(a)



(b)

Abbildung 4.5: Deposition der ersten Palladiumschicht durch eine variable Aufdampftemperatur: (a) LEED Bild und (b) AES Spektrum einer 150 Å dicken Palladiumschicht

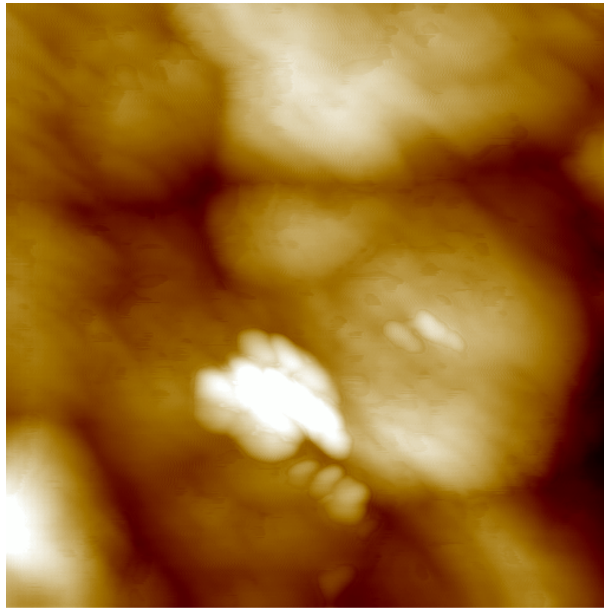


Abbildung 4.6: AFM Bild einer 150 Å dicken Palladiumschicht auf Silber. Die Ausschnittgröße beträgt $1\text{ }\mu\text{m}^2$, der maximale Farbkontrast entspricht einem Höhenunterschied von 5 nm)

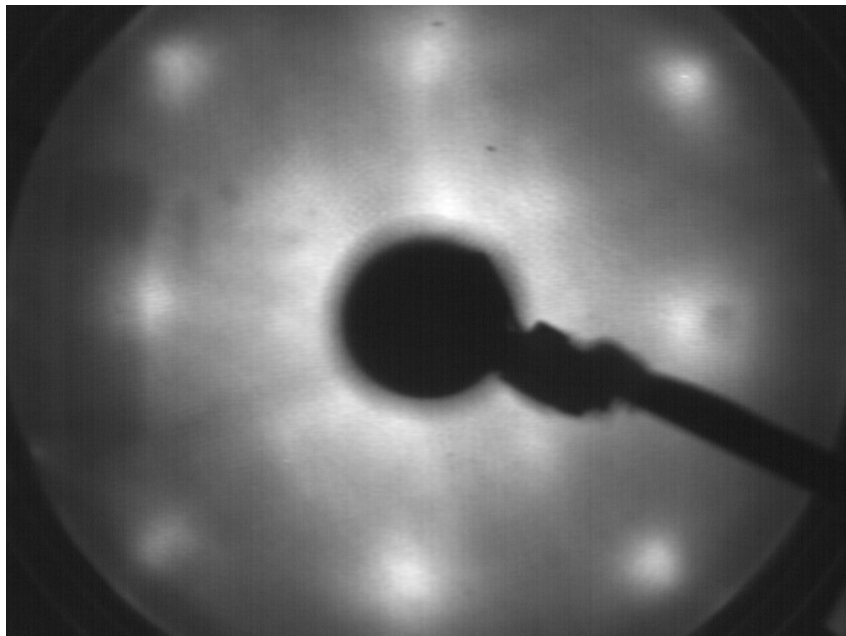


Abbildung 4.7: LEED Bild einer 9 Å dicken Eisenschicht auf Palladium

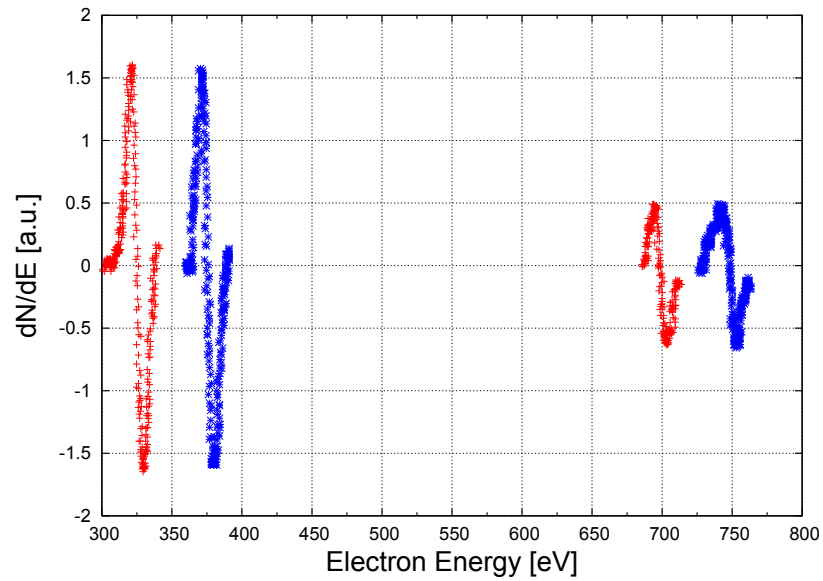


Abbildung 4.8: AES Analyse einer 6 Å dicken Eisenschicht auf Palladium. rot: direkt nach der Deposition; blau: nach 16-stündigem Tempern bei 120 °C. Zu sehen sind jeweils die Hauptpeaks des Palladium- und Eisenspektrums bei Elektronenenergien von 330 eV bzw. 703 eV, wobei die blauen Kurven der Übersicht wegen um +50 eV verschoben worden sind

eine Monolage dick ist [18], wird hier auf eine zusätzliche Goldschicht verzichtet, da diese die Röntgenmessungen aufgrund der hohen Streulängendichte von Gold für Röntgenstrahlung empfindlich beeinflussen würde.

Tabelle 4.1 gibt einen Überblick über die hergestellten und später charakterisierten Multilayersysteme.

Probe	Pd- Schichtdicke [Å]	Fe- Schichtdicke [Å]	Periodenanzahl
Pd13	150	10	10
Pd14	150	4	10
Pd22	150	150	5
Pd25	150	2	10
Pd26	150	1	10
Pd27	150	2	14
Pd30	150	150	15

Tabelle 4.1: Übersicht der hergestellten und später charakterisierten Multilayer

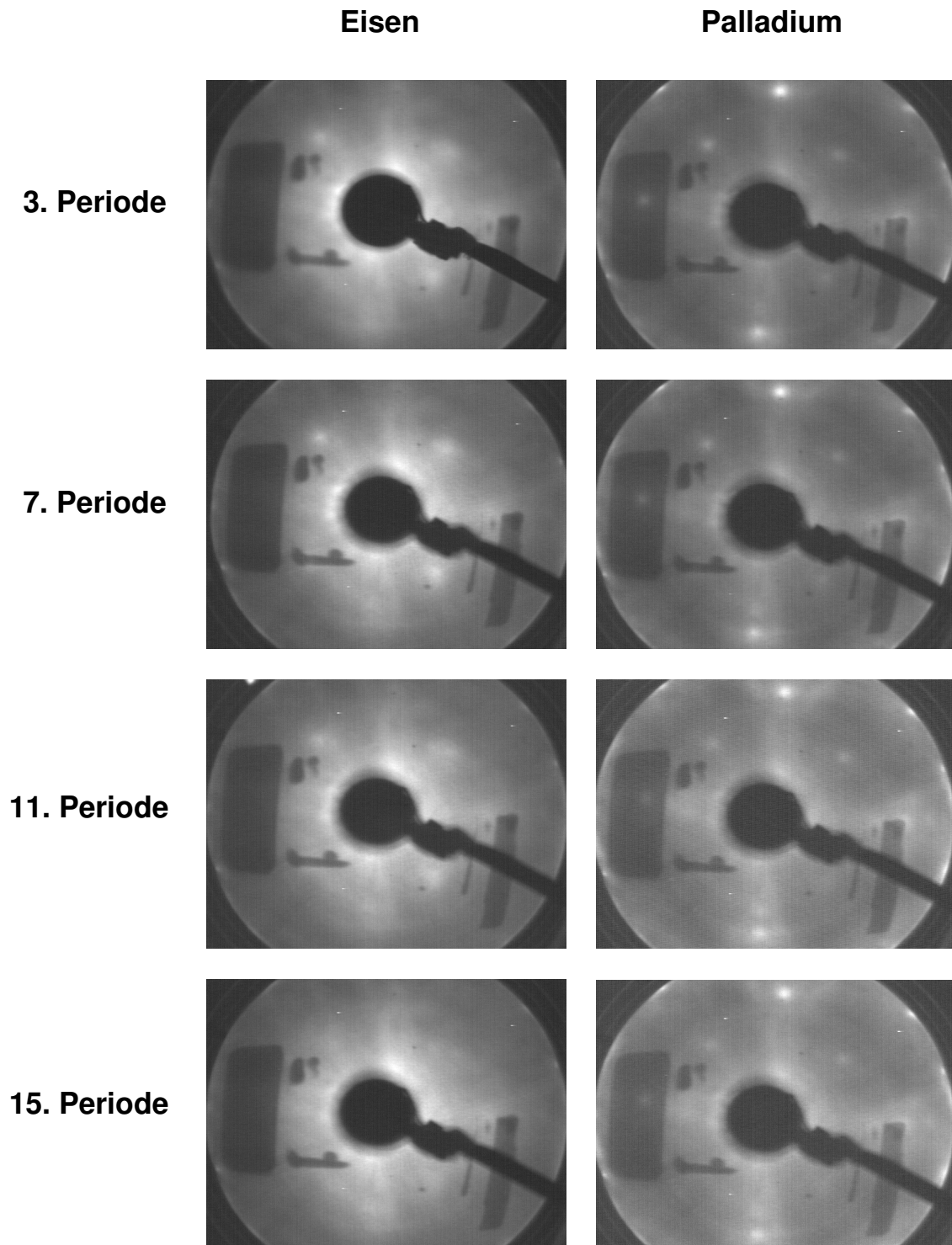


Abbildung 4.9: LEED Analyse eines Pd/Fe Multilayersystems mit 2 Å Eisenschichten in 150 Å dicken Palladiumschichten. Deutlich zu erkennen ist die Schichtqualitätsabnahme in den Eisenschichten, deren LEED Struktur gegen Ende völlig verschwindet. Auch die Palladiumspots werden unschärfer

5 Ergebnisse und Auswertung der Probencharakterisierung

5.1 Rasterkraftmikroskopie

Von allen in Tabelle 4.1 aufgelisteten Proben sind AFM-Höhen- und Phasenbilder von der Oberfläche der obersten Palladiumschicht erstellt worden (siehe Abbildung 5.1). An den Höhenbildern (obere Zeile) ist zu sehen, dass über den gesamten Ausschnitt von $1\text{ }\mu\text{m}^2$ die Oberfläche um einige nm variiert, dass es dazwischen aber auch - ähnlich zur Oberfläche der ersten Palladiumschicht (Abbildung 4.6) - große Bereiche gibt, in denen die Abweichungen wesentlich geringer ausfallen. Darüber hinaus sind auf den Probenoberflächen Löcher zu erkennen. Diese sind auch bereits in [15] und [16] auf den Silberpufferschichten zu erkennen gewesen und bleiben anscheinend durch das gesamte Schichtsystem hindurch erhalten. An den Phasenbildern (untere Zeile) ist vor allem auffällig, dass ein Kontrast zwischen verschiedenen Bereichen zu sehen ist, was auf unterschiedliche Materialien hinweist. Da diese Kontraste bei allen Proben, also auch bei denen mit extrem geringen Eisenschichten auftaucht, ist es sehr unwahrscheinlich, dass dieser Effekt durch Eisen und Palladium erzeugt wird. Ebenso kann durch die Probenpräparation ausgeschlossen werden, dass es sich um Materialien des Substrates handelt. Daher ist es wahrscheinlich, dass der Kontrast auf oxidierte Bereiche der Probenoberfläche zurückzuführen ist.

Aus den verschiedenen Positionen der Probenoberfläche, die in den Höhenbildern dargestellt sind, lässt sich die mittlere quadratische Abweichung von der mittleren Lage der Oberfläche berechnen. Dieser Wert wird im Allgemeinen als rms-Rauhigkeit der Oberfläche bezeichnet. Die für die einzelnen Proben ermittelten Werte sind in Tabelle 5.1 aufgeführt. Sie liegen alle im Bereich von $10\text{ }\text{\AA}$. Aufgelistet sind außerdem die nominalen Eisenschichtdicken in den Proben. Die kubisch-raumzentrierte Einheitszelle von bulk-Eisen hat eine Kantenlänge von $2,90\text{ }\text{\AA}$, d.h. der Abstand von einer Monolage zur nächsten beträgt im bulk $1,45\text{ }\text{\AA}$. Im folgenden Abschnitt wird gezeigt, dass die realen Schichtdicken um bis zu 20 % über den nominalen liegen. Aus diesem Grund ist die nominale Schichtdicke in $\text{\AA}$ in etwa mit der Anzahl an Monolagen vergleichbar. Für die meisten Proben sind die Rauhigkeiten der obersten Palladiumschicht größer als die in der Probe enthaltenen Eisenschichtdicken. Sollten die Grenzflächenrauhigkeiten in den Schichtsystemen ähnlich groß sein, ist es vor allem für die Proben mit extrem dünnen Eisenschichten nicht mehr möglich, von zusammenhängenden Eisenschichten zu sprechen. Die Ergebnisse zeigen keinen Zusammenhang zwischen Eisenschichtdicke und den Rauhigkeiten.

	Pd22	Pd13	Pd14	Pd25	Pd26
nominale Fe-Schichtdicke [$\text{\AA}$]	150	10	4	2	1
rms-Rauhigkeit [$\text{\AA}$]	16.9	13.8	9.5	13.7	10.9

Tabelle 5.1: rms-Rauhigkeiten der Probenoberflächen (ermittelt aus den AFM-Höhenbildern)

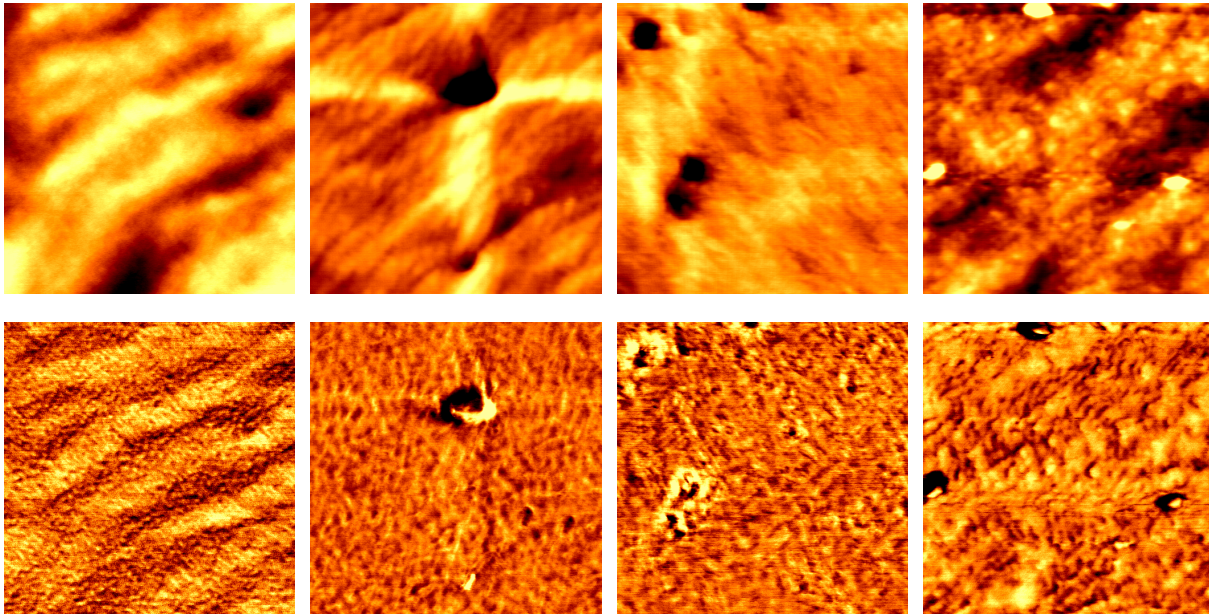


Abbildung 5.1: AFM-Bilder mehrerer Proben: Obere Zeile: Höhenbilder (Die Ausschnittgröße beträgt jeweils $1\mu\text{m}^2$, der maximale Farbkontrast entspricht einem Höhenunterschied von 6 nm); untere Zeile: Phasenbilder; von links nach rechts nimmt die Dicke der Eisenschichten ab (150 (Pd22), 10 (Pd13), 4 (Pd14) und 2 Å (Pd25))

5.2 SQUID Messungen

Es sind insgesamt an vier verschiedenen Proben SQUID-Messungen durchgeführt worden. Es wurden bei mehreren Temperaturen (in der Regel sieben verschiedene) zwischen 2 K und 350 K jeweils eine Hysterese Kurve aufgenommen. Zusätzlich ist das Sättigungsmoment über den gleichen Temperaturbereich aber mit wesentlich feinerer Schrittzahl gemessen worden. Der Messbereich kann, um Interdiffusion in den Schichtsystemen zu vermeiden, nicht zu höheren Temperaturen hin erweitert werden. Für die Hysterese-messungen ist das angelegte Magnetfeld bei konstanter Temperatur zwischen -4000 Oe und 4000 Oe variiert worden, die temperaturabhängige Messung der Sättigungsmagnetisierung ist bei einem konstanten Feld von 3000 Oe während des Aufwärmens durchgeführt worden. Außerdem wurde auf die gleiche Weise auch ein Substrat analysiert, um von den Probenmessungen den durch Probenhalter und Substrat erzeugten Hintergrund abziehen zu können. In Abbildung 5.2 sind die Rohdaten einer Hysterese-messung dieses Substrates zu sehen (blaue Kurve). Es ist ein deutliches diamagnetisches Signal zu erkennen, das durch Probenhalter und Substrat erzeugt wird. Dieser Effekt ist allen Messungen an den Schichtsystemen überlagert (grüne Kurve). Zieht man diesen Hintergrund ab, so erhält man die Magnetisierung, die einzig durch das Schichtsystem verursacht wird (rote Kurve). Für alle Proben entspricht dies einer ferromagnetischen Hysterese, der ein paramagnetisches Signal des nicht magnetisierten Palladiums überlagert ist.

Alle Proben zeigen das zu erwartende Verhalten, dass sowohl das Koerzitivfeld als auch die Sättigungsmagnetisierung mit steigender Temperatur abnehmen (Abbildung 5.3 and 5.5). Bei den Schichtsystemen mit 10 und 4 Å dicken Eisenschichten sind die relativen Abnahmen im Vergleich zu den anderen Proben gering. Darüber hinaus reicht der Messbereich bei weitem nicht aus, um Aussagen über die Curie-Temperatur zu treffen. Nach Gleichung 2.32 ist es aber wahrscheinlich, dass in diesen beiden Systemen noch keine Abweichungen vom bulk-Wert der Curie-Temperatur

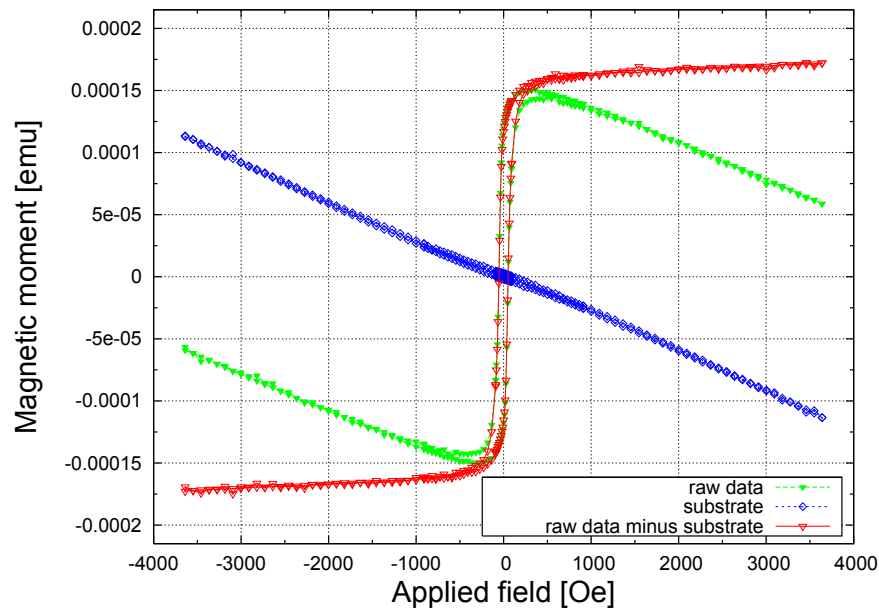


Abbildung 5.2: Hysteresemessung eines puren Substrates ohne Schichtsystem (blau) und eines Schichtsystems mit 2 Å dicken Eischichten zwischen 150 Å dicken Palladiumschichten (Pd25) jeweils bei 2 K. Rot: Gleiche Rohdaten wie in der grünen Kurve, jedoch wurde das Substratsignal abgezogen.

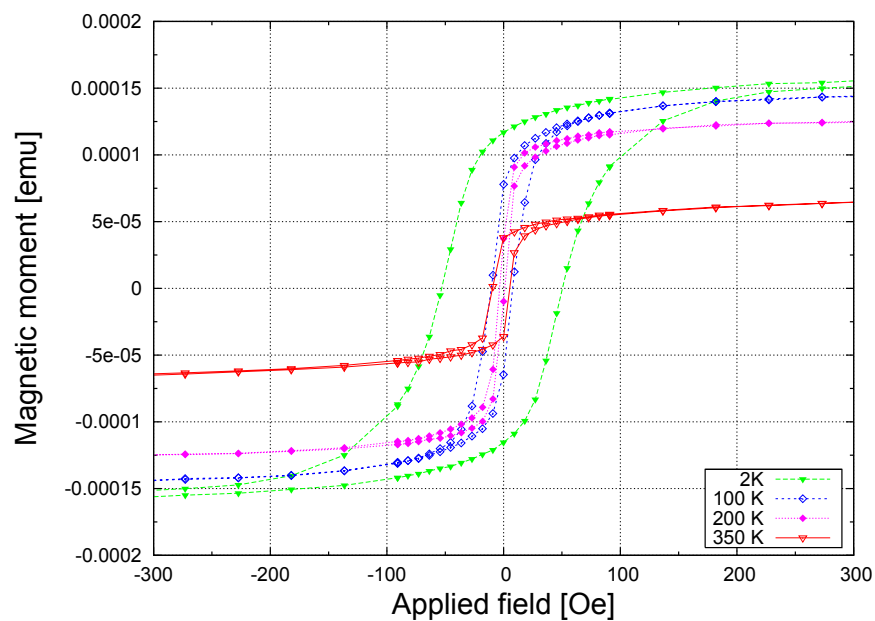


Abbildung 5.3: Temperaturabhängigkeit des Hystereseverlaufs eines Schichtsystems mit 2 Å dicken Eischichten zwischen 150 Å dicken Palladiumschichten (Pd25) (Substratsignal ist bereits abgezogen)

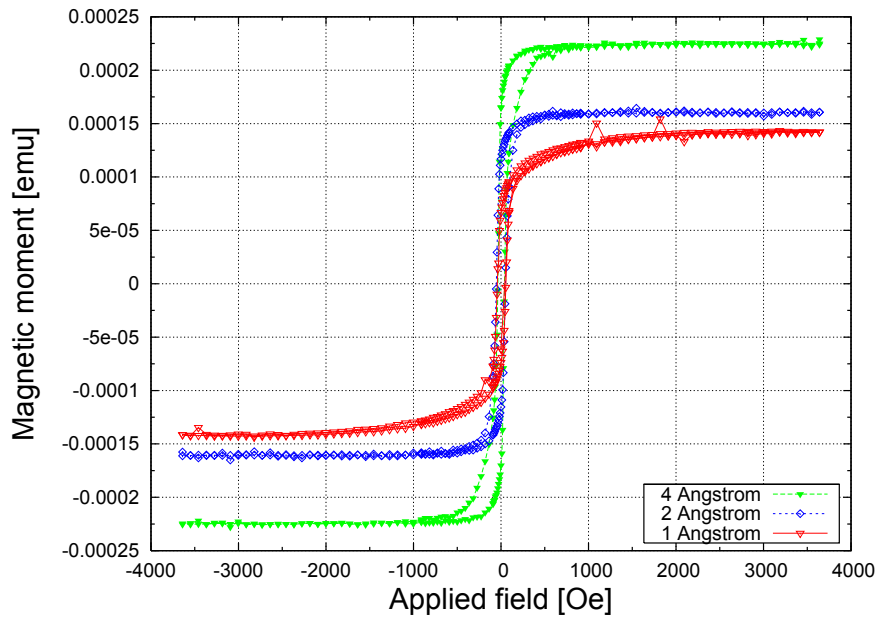


Abbildung 5.4: Schichtdickenabhängigkeit des Hystereseverlaufs bei 2 K anhand der Schichtsysteme mit 4, 2 und 1 Å dicken Eisenschichten zwischen 150 Å dicken Palladiumschichten (Pd14, Pd25 und Pd26) (Substratsignal und paramagnetischer Hintergrund sind bereits abgezogen)

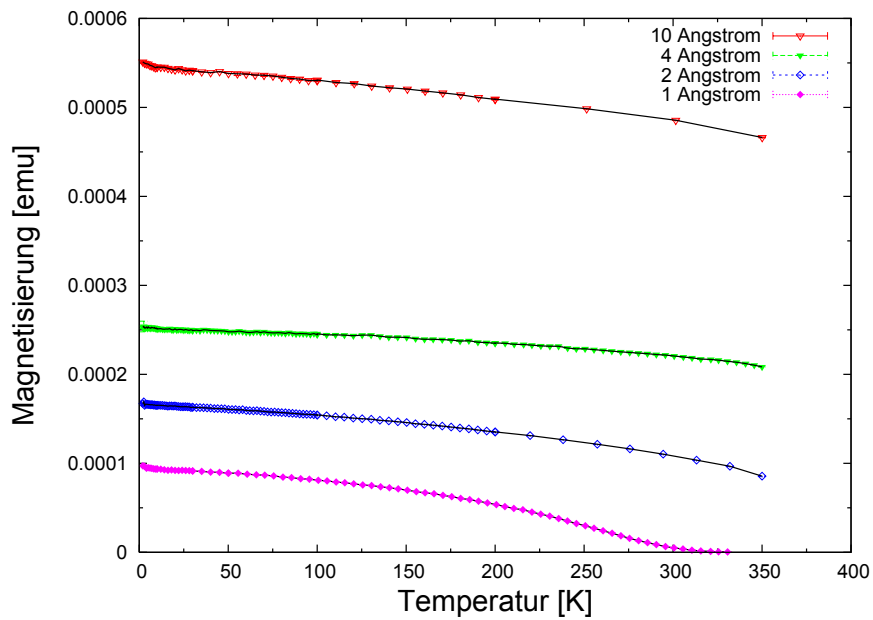


Abbildung 5.5: Temperaturabhängigkeit der Sättigungsmagnetisierung bei 3000 Oe der verschiedenen Proben (Substratsignal ist bereits abgezogen)

$T_C = 1041$ K für Eisen vorhanden sind. Deutlich anders sind die Messungen bei den beiden anderen Proben: Schon bei $2 \text{ \AA}$ dicken Eisenschichten ist zu vermuten, dass die Sättigungsmagnetisierung vor $T_C = 1041$ K auf Null zurückgeht. Eindeutig zu erkennen ist dies bei der Probe mit $1 \text{ \AA}$ dicken Eisenschichten, bei der die Curie-Temperatur etwa bei Raumtemperatur liegt. Die für dünne Schichten bekannte Tatsache des Absinkens der Curie-Temperatur mit abnehmender Schichtdicke kann also auch bei den hier präparierten Proben gezeigt werden.

Die Sättigungsmagnetisierungen bei 2 K und Raumtemperatur sind in Tabelle 5.2 zu sehen. Sie sind aus den Hysteresekurven bestimmt worden. Dazu musste zunächst zusätzlich zum Untergrund, der durch das Substrat verursacht wird, auch das durch das Palladium erzeugte paramagnetische Signal subtrahiert werden. Aus den Messungen über 2000 Oe und unter -2000 Oe, d.h. in dem Bereich, in dem alle Proben definitiv gesättigt sind, ist dann das Sättigungsmoment durch gewichtete Mittelung errechnet worden. Um die gemessenen Werte einordnen zu können, werden diese mit dem Moment verglichen, das vom in der Probe enthaltenen Eisen erzeugt wird, falls dieses vollständig magnetisiert wäre. Dazu müsste die genaue Menge an Eisen bekannt sein, die normalerweise gut aus den Resultaten aus den Reflektometrieexperimenten für die Schichtdicken der Eisenschichten bestimmt werden könnte. Wie im folgenden Abschnitt jedoch noch zu sehen sein wird, ist die Ermittlung der einzelnen Schichtdicken nicht ohne weiteres möglich. Stattdessen lässt sich immerhin sowohl mit Röntgen- als auch mit Neutronenstreuung die Periode der Schichtsysteme, d.h. die Dicke einer Eisen- plus einer Palladiumschicht des jeweiligen Multilayers, recht zuverlässig und genau bestimmen. Diese weicht im Allgemeinen von dem Wert ab, der aufgrund der Probenpräparation zu erwarten wäre. Die Reflektometriedaten zeigen aber auch, dass es gerechtfertigt ist, anzunehmen, dass sowohl die Eisenschichtdicke als auch die Palladiumschichtdicke um denselben Prozentsatz von der geplanten Präparationsdicke abweichen, wie die Dicke der gesamten Periode. Diese Annahme kann zusätzlich dadurch erklärt werden, dass beide Materialien vom selben Ort innerhalb der MBE-Anlage abgedampft werden, und eventuelle unterschiedlich starke Abweichungen somit nicht durch systematische Fehler in der geometrischen Anordnung des Bedampfungsprozesses begründet sein können. Im Gegensatz dazu könnten die Abweichungen der Schichtdicken durch einen falschen Kalibrierungsfaktor verursacht werden, was dann zu einer gleichmäßigen Vergrößerung oder Verkleinerung beider Schichtdicken führt. Man kann aus der auf diese Weise ermittelten Eisenschichtdicke und den Abmessungen der Probenoberfläche das maximal zu erwartende magnetische Moment berechnen, das durch das Eisen erzeugt werden kann. Dazu werden für das magnetische Moment pro Eisenatom $\mu_{Fe,Atom}$ und die Materialdichte ρ von Eisen die bulk-Werte $\mu_{Fe,Atom} = 2.2\mu_B$ und $\rho = 7.87 \text{ g/cm}^3$ angenommen. Hierbei muss vor allem geklärt werden, ob die Annahme der bulk-Dichte vor allem in den dünnen Schichten gerechtfertigt ist, da durch Verzerrungen der Kristallstruktur auch Abweichungen auftreten können. Jedoch wird im Anschluss gezeigt, dass auch hier die Streuexperimente Argumente liefern, die diese Annahme stützen. Der Fehler auf das erwartete Moment ist durch Gauß'sche Fehlerfortpflanzung der Fehler auf die Eisenschichtdicke¹ und der Probenabmessungen² ermittelt worden.

Der Vergleich mit den Messdaten zeigt, dass der berechnete Wert für alle Proben zwischen der Sättigungsmagnetisierung bei 2 K und 350 K liegt und zumindest mit den 2 K-Werten nicht innerhalb der Fehler übereinstimmt. Während der niedrigere Wert bei Raumtemperatur noch dadurch erklärt werden kann, dass bei dieser Temperatur aufgrund von thermischen Fluktuationen nicht mehr alle Eisenmomente ausgerichtet sind, könnten die höheren Werte bei 6 K unter der Voraussetzung, dass die eben geschilderte Berechnung der Eisenmenge gerechtfertigt ist, nur durch zusätzlich magnetisiertes Palladium erklärt werden. Da der zusätzliche Beitrag zumindest bei den Proben mit 10 und $4 \text{ \AA}$ dicken Eisenschichten jedoch nur etwa 10 % beträgt, könnten schon

¹stammt vom Fehler der Periodengröße

²die aus der Messungenauigkeit der Schieblehre, mit der die Probe vermessen wurde, resultieren

	Pd13	Pd14	Pd25	Pd26
Fläche der Probenoberfläche [mm ²]	25.00 (3)	25.00 (3)	25.00 (3)	25.00 (3)
nominale Fe-Schichtdicke [Å]	10	4	2	1
nominale Periode des Schichtsystems [Å]	160	154	152	151
Periode des Schichtsystems [Å] (aus Reflektometrie)	183.4 (2)	179.8 (2)	164 (1)	155 (1)
erwartete Fe-Schichtdicke [Å]	11.4 (3)	4.7 (3)	2 (1)	1 (1)
erwartetes magn. Moment μ_{Fe} [10 ⁻⁴ emu]	4.9 (1)	2.0 (1)	1.0 (4)	0.4 (4)
magnetisches Moment bei 2 K μ_{2K} [10 ⁻⁴ emu]	5.4063 (4)	2.2407 (3)	1.6054 (4)	1.0458 (6)
μ_{2K}/μ_{Fe} [10 ⁻⁴ emu]	1.10	1.12	1.61	2.61
magnetisches Moment bei 350 K μ_{350K} [10 ⁻⁴ emu]	4.5871 (2)	1.9624 (1)	0.7504 (1)	0
μ_{350K}/μ_{Fe} [10 ⁻⁴ emu]	0.94	0.98	0.75	-

Tabelle 5.2: Ergebnisse der SQUID-Messungen: Sättigungsmagnetisierungen bei 2 und 350 K. Aufgeführt ist außerdem das durch das enthaltene Eisen maximal erwartete magnetische Moment, falls kein Palladium magnetisiert wird (mit $\mu_{Fe,Atom} = 2.2\mu_B$ und $\rho = 7.87 \text{ g/cm}^3$).

geringe Abweichungen von den zuvor genannten Annahmen ausreichen, um höhere Eisenmengen zu erhalten. Bei den Multilayersystemen mit dünneren Eischichten sind die prozentualen Unterschiede zwar größer, jedoch sind hier auch die Fehler wesentlich größer, da die Schichtdicken und auch alle anderen Eigenschaften durch die Streumethoden nur sehr ungenau bestimmt werden konnten.

Abschließend bleibt also festzuhalten, dass die SQUID-Messungen keinen genauen Aufschluß darüber geben können, ob und wieviel Palladium magnetisiert wird. Es kann jedoch schon hier ausgeschlossen werden, dass in diesen Schichtsystemen ein ähnlich großer Effekt wie bei den 'Giant Moments' im bulk-Palladium auftritt.

5.3 Reflektometriemessungen unter streifendem Einfall

Es werden nun die Ergebnisse der Reflektometriemessungen und deren Auswertung vorgestellt und diskutiert. Dabei werden in diesem Abschnitt sowohl die Röntgen- als auch die Neutronendaten behandelt, um die Ergebnisse beider Methoden leichter vergleichen zu können. Aufgrund der theoretischen Parallelen von Röntgen- und Neutronenstreuung verläuft auch die Auswertung sehr ähnlich: Wegen des in Kapitel 2 erwähnten Phasenproblems der Streumethoden kann an die Messdaten nicht direkt eine Kurve angefitet werden. Stattdessen werden einem Simulationsprogramm sinnvolle Anfangswerte für die physikalischen Parameter übergeben. Das Programm berechnet aus diesen Parametern die daraus resultierende Reflektionskurve und vergleicht diese mit den Messwerten. Anschließend werden die Abweichungen von den Daten durch Variation der Parameter minimiert. Problematisch dabei ist, dass sich die Messdaten einer typischen Reflektometriemessung über viele Größenordnungen ändern. Da es sich bei jedem Messpunkt um eine

einfache Zählrate N handelt, deren Ereignisse als unabhängig voneinander angenommen werden können, wird als Fehler der Zählrate $\sqrt{N}$ angenommen. Dadurch würden jedoch die Messwerte in der Nähe des Plateaus der Totalreflektion einen erheblich geringeren relativen Fehler erhalten als die Messwerte bei größeren Winkeln und in einer standardmäßig durchgeführten χ^2 -Anpassung völlig überschätzt werden. Die Fitroutine würde daher eine sehr gute Anpassung bei den Werten in der Nähe der Totalreflektion erzielen wollen, auch wenn dadurch der weitere Kurvenverlauf nur noch schlecht wiedergegeben würde. Aus diesem Grund werden dem Programm als Fehler der Messwerte nicht $\sqrt{N}$ übergeben, sondern es werden alle Messdaten gleich gewichtet. Dies führt zu sehr guten Anpassungen, hat jedoch den großen Nachteil, dass es nicht mehr möglich ist, vernünftige Standardabweichungen für die physikalischen Parameter zu erhalten. Um die Resultate dennoch einordnen zu können, müssen anschließend die gefundenen Werte variiert werden, und aus den daraus resultierenden Auswirkungen auf den Verlauf der Kurve und das χ^2 die Ungenauigkeiten abgeschätzt werden. Dabei können wiederum die Korrelationen zwischen verschiedenen Parametern kaum berücksichtigt werden.

Die Parameter, die der Simulation übergeben werden, sind für beide Messmethoden für jede einzelne Schicht der Real- und Imaginärteil der nuklearen Streulängendichte des Materials³, die Schichtdicke und die Rauigkeit der oberen Grenzfläche. Zusätzlich muss für den Fall der Neutronenstreuung noch die magnetische Streulängendichte berücksichtigt werden. Es können außerdem noch zwei Winkel angepasst werden, um die Richtung der Magnetisierung festzulegen. Eine gute Anpassung an die Röntgendaten ist nur dann möglich, wenn auf der obersten Palladiumschicht eine Oxidschicht eingeführt wird. Sie ist in der Regel einige Ångström dick und hat eine Streulängendichte, die deutlich von der des Palladiums abweicht. Diese Tatsache stimmt gut mit der aus den AFM-Bildern gezogenen Vermutung überein, dass nur einzelne Bereiche der Oberfläche oxidiert sind. Auf die Neutronenergebnisse hat die Oxidschicht keinen Einfluss und muss daher nicht berücksichtigt werden. Diese Tatsache ist auch für oxidierte Eisenschichten schon beobachtet worden [19]. In Tabelle 5.3 sind die bulk-Werte für Eisen, Palladium und Silber aufgeführt. Diese Werte werden dem Programm in einer Eingabedatei übergeben. Die für eine Messung bestimmten Parameter, die die Daten bestmöglichst wiedergeben, werden zum Schluss in diese Eingabedatei übertragen. Für die einzelnen Messungen können diese Dateien mit den gefundenen Werten im Anhang Teil A eingesehen werden. Die daraus resultierenden simulierten Reflektionskurven werden in diesem Kapitel zusammen mit den Messdaten gezeigt.

Es werden zuerst die Daten der Proben mit gleich dicken Eisen- und Palladiumschichten (jeweils 150 Å) Pd22 (fünf Perioden) und Pd30 (fünfzehn Perioden) betrachtet. Anschließend werden die Multilayersysteme mit 10 und 4 Å dicken Eisenschichten ausgewertet, bevor schließlich die Proben mit 2 und 1 Å dicken Eisenschichten behandelt werden.

5.3.1 Auswertung der Proben Pd22 und Pd30

Aus Zeitgründen konnte nur eine der beiden Proben am TREFF-Reflektometer gemessen werden. In einer schnellen Übersichtsmessung mit geringer Statistik lieferte die Probe mit fünfzehn Perioden ein deutlich besseres Resultat, weshalb diese Probe ausführlich analysiert wurde. Beide Proben sind vor allem aus zwei Gründen hergestellt worden: Zum einen sollten die ermittelten Schichtdicken zeigen, ob durch die während der Probenpräparation verwendete Schwingquarzmethode tatsächlich gleich dicke Schichten hergestellt werden. Sollte dies nicht der Fall sein, kann zumindest das Verhältnis beider Schichtdicken dazu benutzt werden, bei den anderen Proben später aus der Periodengröße die Werte für Eisen- und Palladiumschichtdicke zu bestimmen. Zum

³im Röntgen-Fitprogramm werden stattdessen genau genommen Real- und Imaginärteil des komplexen Brechungsindex verwendet. Beide Größen - Streulängendichte und Brechungsindex - sind jedoch proportional zueinander und zur Atomdichte des Schichtmaterials (siehe Gleichung 2.61)

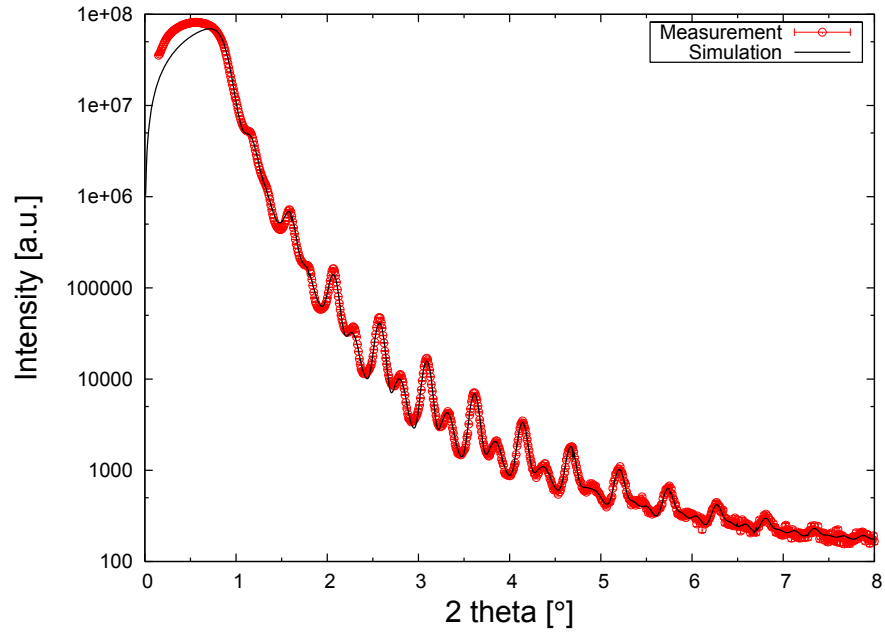
	Nb'_r [$10^{-6} \text{ \AA}^{-2}$]	Nb''_r [$10^{-6} \text{ \AA}^{-2}$]	Nb'_n [$10^{-6} \text{ \AA}^{-2}$]	Nb''_n [$10^{-10} \text{ \AA}^{-2}$]	Nb_m [$10^{-6} \text{ \AA}^{-2}$]
Eisen	59.3	0.93	8.09	5.50	5.12
Palladium	88.4	1.30	4.01	12.6	0
Silber	77.8	0.70	3.50	97.7	0

Tabelle 5.3: Übersicht der für die Reflektionsmessungen wichtigen bulk-Eigenschaften von Eisen, Palladium und Silber. Von links nach rechts: Real- und Imaginärteil der Streulängendichte für Röntgenstreuung (entnommen aus [20]), Real- und Imaginärteil der nuklearen Streulängendichte für Neutronenstreuung (berechnet aus der atomaren Dichte N und der Streulänge der einkristallinen Materialien $b_n = b'_n + ib''_n$ (entnommen aus [21])) und magnetische Streulängendichte b_m für Neutronenstreuung (berechnet aus dem magnetischen Moment pro Atom der einkristallinen Materialien und der materialunabhängigen magnetischen Streulänge pro μ_B von $b_m(1\mu_B) = 2.696 \text{ fm}$).

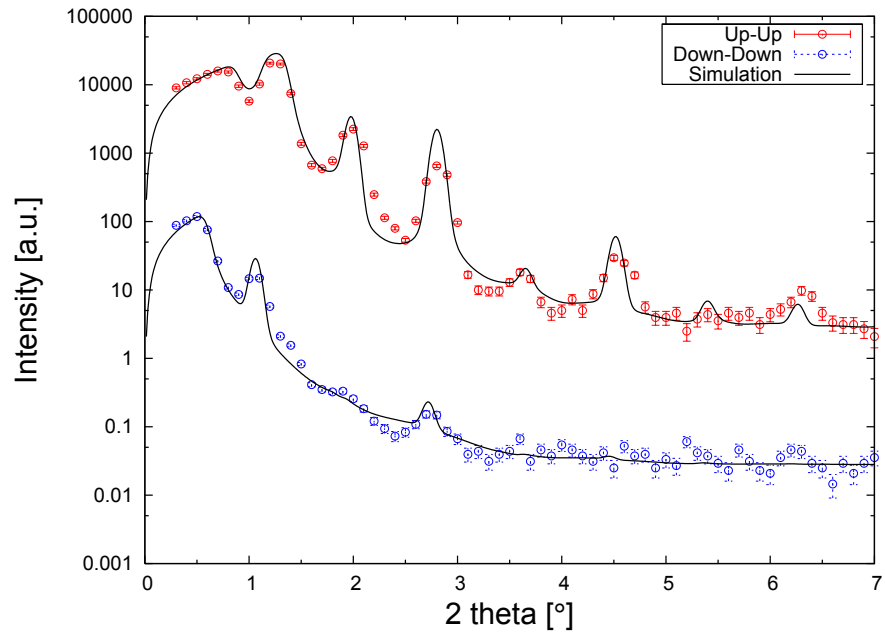
anderen würden exakt gleich dicke Schichten in der Reflektionskurve durch die beiden Periodizitäten - die der einzelnen Schicht ($150 \text{ \AA}$) und der Periode des Multilayers ($300 \text{ \AA}$) - dazu führen, dass jeder zweite strukturelle Braggpeak durch destruktive Interferenz unterdrückt wird [22]. Liegt zwischen beiden Materialien ein geringer Kontrast vor, verschwinden die Peaks gerader Anzahl sogar komplett, weshalb ein an diesen Stellen gemessenes Signal dann nur auf eine von der Periodizität abweichende magnetische Struktur zurückgeführt werden kann und somit z.B. durch eine polarisierte Palladiumschicht an der Grenzfläche erklärbar wäre. Mit dieser Methode ließen sich weitaus geringere magnetisierte Palladiumanteile nachweisen als in den anderen Multilayern, in denen schwache magnetische Signale aufgrund der an denselben Stellen befindlichen Braggpeaks nicht aufgelöst werden können.

Wie später zu sehen sein wird, ist bei dieser Probe weder eine Temperatur- noch eine Magnetfeldabhängigkeit zu erwarten. Zusätzlich wird aus Zeitgründen auch auf die Messung der SF-Kanäle verzichtet. Auch hierzu haben die Messungen an den Proben mit $10 \text{ \AA}$ und $4 \text{ \AA}$ dicken Eisenschichten gezeigt, dass in diesen Kanälen kein Signal zu erwarten ist. Dies deckt sich mit der Vermutung, dass die Magnetisierung der Probe sehr leicht dem angelegten Feld folgt. Es wird daher nur eine einzige Messung bei Raumtemperatur und 2000 Oe durchgeführt.

Abbildung 5.6(b) zeigt die gemessene Kurve zusammen mit der Simulation, die aus den ermittelten Parametern resultiert. Auffällig an der Kurve ist zunächst, dass die Braggpeaks gerader Ordnung im Vergleich zu den ungeraden unterschiedlich stark sind. Während der zweite eine vergleichbare Intensität zum ersten und dritten Peak besitzt, ist der vierte nahezu komplett unterdrückt. Dies ist ein starker Hinweis darauf, dass die Struktur der Probe nicht die perfekte Periodizität aufweist, die sie aufgrund der Probenpräparation haben sollte. Es zeigt sich, dass es nur dann möglich ist eine gute Anpassung zu erreichen, wenn eine dritte Schicht eingeführt wird. Es muss daher angenommen werden, dass sich zumindest an einer Grenzfläche zwischen Eisen und Palladium durch Diffusion eine gemischte Eisen-Palladiumschicht bildet. Während der Probenpräparation konnte sehr gut die Stabilität einer dünnen Eisenschicht auf Palladium nachgewiesen werden (siehe Abbildung 4.8). Es ist daher wahrscheinlich, dass an dieser Grenzfläche keine oder nur sehr geringe Interdiffusion abläuft. In den Simulationen wurde daher jeweils eine Zwischenschicht zwischen einer Eisen- und der darüber befindlichen Palladiumschicht eingeführt, wodurch sich eine sehr gute Anpassung erzielen lässt. Es ist außerdem auch versucht worden eine Zwischenschicht unterhalb der Eisenschichten einzufügen, deren Schichtdicke jedoch vom Simulationsprogramm auf weniger als $0.1 \text{ \AA}$ gesetzt worden ist und deshalb im Folgenden vernachlässigt wird, um die Zahl der Parameter nicht unnötig zu vergrößern. Diese Tatsache stützt die Annahme, dass die Eisenschicht auf dem Palladium ohne Interdiffusionsprozesse aufwächst.



(a)



(b)

Abbildung 5.6: Ergebnisse der Reflektometriemessungen an den Proben mit gleich dicken Palladium und Eisenschichten: (a) Röntgenstreuung an Probe Pd22 (5 Perioden); (b) Neutronenstreuung an Probe Pd30 (15 Perioden) bei Raumtemperatur und Sättigungsfeld (etwa 2500 Oe)

	Pd22		Pd30	
	Röntgen	Neutronen	Röntgen	Neutronen
d_{period} [Å]	325.8 (5)	-	310 (1)	307 (1)
d_{Pd} [Å]	151 (1)	-	-	150 (2)
$d_{Pd/Fe}$ [Å]	13 (1)	-	-	5 (2)
d_{Fe} [Å]	162 (1)	-	-	151 (2)
Nb'_{Pd} [10^{-6} Å ⁻²]	76.5 (8)	-	-	3.3 (2)
$Nb'_{Pd}/Nb'_{Pd,bulk}$	0.87 (1)	-	-	0.82 (5)
$Nb'_{Pd/Fe}$ [10^{-6} Å ⁻²]	74 (2)	-	-	4.5 (8)
Nb'_{Fe} [10^{-6} Å ⁻²]	64 (2)	-	-	8.7 (8)
$Nb'_{Fe}/Nb'_{Fe,bulk}$	1.08 (3)	-	-	1.1 (1)
$Nb_{m,Pd/Fe}$ [10^{-6} Å ⁻²]	-	-	-	1.0 (3)
$Nb_{m,Fe}$ [10^{-6} Å ⁻²]	-	-	-	4.7 (3)
$Nb_{m,Fe}/Nb_{m,Fe,bulk}$	-	-	-	0.92 (6)
Fe-Anteil an Pd/Fe-Schicht [%]	20 (8)	-	-	22 (9)

Tabelle 5.4: Ergebnisse der Simulationen der Röntgen- und Neutronenreflektometrie an den Proben Pd22 und Pd30

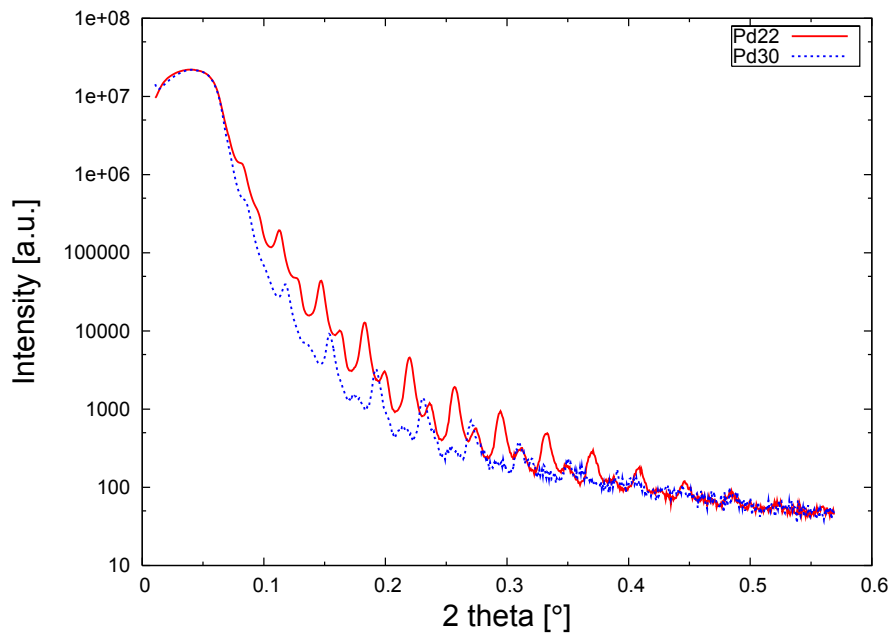
Die Ergebnisse sind zusammen mit denen aus der Röntgenmessung in Tabelle 5.4 aufgelistet. Die Periode des Schichtsystems, d.h. die Summe aus den Dicken einer Palladium-, einer Misch-, und einer Eisenschicht, kann auf etwa 1 Å genau bestimmt werden, da sie durch die Lage der Braggpeaks bestimmt wird und von den anderen Parametern nahezu unabhängig ist. Dagegen ist eine Bestimmung der einzelnen Schichtdicken nur auf wenige Å möglich, da Veränderungen der einzelnen Schichtdicken vor allem durch Anpassung der Streulängendichten, aber auch der Rauigkeiten, ausgeglichen werden können. Von den Streulängendichten wiederum ist der Wert für Palladium am genauesten festgelegt, da die Dichte von Palladium den kritischen Winkel für Totalreflexion nach Gleichung 2.70 als oberste Schicht bestimmt. Die übrigen Streulängendichten sind dagegen, wie zuvor schon erwähnt, auch von der Wahl der einzelnen Schichtdicken abhängig jedoch liegt der Wert für die Mischschicht, wie zu erwarten, stets zwischen dem der Eisen- und dem der Palladiumschicht. Gerade diese Tatsache, dass die Schichtdicken im Bereich einiger Å mehr oder weniger frei wählbar sind, spricht auch dafür, dass die Grenzflächen Palladium-Mischschicht und Mischschicht-Eisen nicht scharf definiert sind, sondern dass der Übergang durch eine stetige Änderung der Eisen- und Palladiumkonzentration über einige Atomlagen ausgeschmiert ist. Dieser Effekt wird später am Beispiel des Multilayers mit 10 Å dicken Eisenschichten etwas genauer untersucht. Auffällig an der gemessenen Streulängendichte von Palladium ist, dass sie um 18 % vom bulk-Wert abweicht, da sich normalerweise die Dichte des Materials nicht allzu stark in dünnen Schichten ändert: Wenn eine Schicht aufgrund des vorgegebenen Gitters des Substratmaterials mit abweichenden Gitterkonstanten in der Ebene aufwächst, so wird dieser Unterschied in der Regel in der Richtung senkrecht zur Schichtebene kompensiert, so dass die Dichte etwa konstant bleibt. Dagegen ist die Streulängendichte des Eisens gegenüber dem bulk-Wert zwar leicht erhöht, liegt aber noch innerhalb der abgeschätzten Fehlergrenzen. Die magnetische Streulängendichte der Eisenschicht ist im Vergleich zum bulk-Wert nur sehr leicht verringert. Zudem weist auch die Zwischenschicht ein geringes magnetisches Moment auf.

Die Rauigkeiten der einzelnen Schichten lassen sich anhand der Neutronenmessung nur sehr schlecht ermitteln, was vor allem durch Betrachtung der Röntgendaten sichtbar wird (siehe Ab-

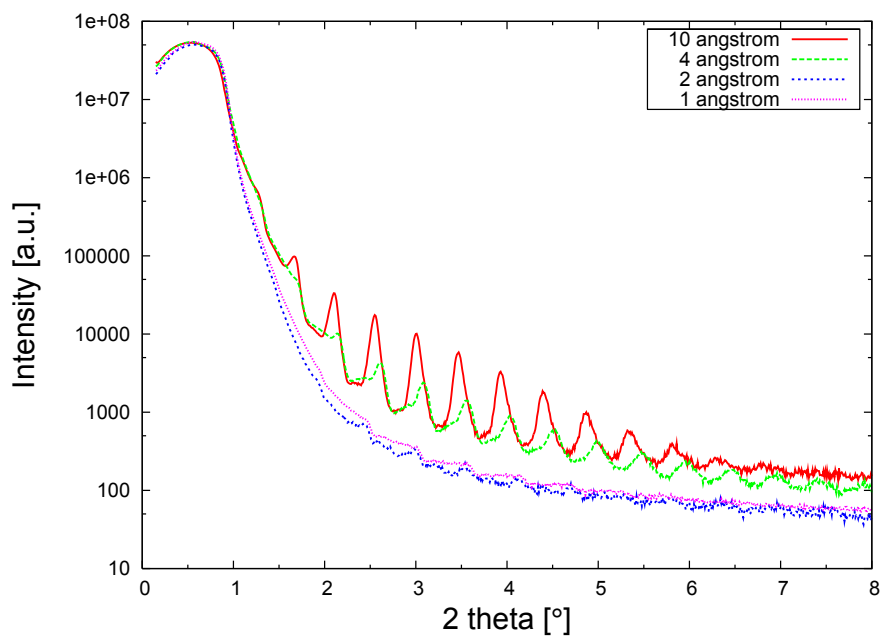
bildung 5.7(a)): Aufgrund des wesentlich größeren Wirkungsquerschnittes für Röntgenstrahlung, dringen diese bei kleinen Winkeln nur in die obersten Schichten des Multilayers ein. Erst bei größeren Winkeln werden nach und nach auch die Eigenschaften der unteren Schichten sichtbar. Im Gegensatz dazu ist bei Neutronenstreuung ab dem kritischen Winkel für Totalreflektion direkt nahezu die komplette Probe für die Neutronen sichtbar. Durch diesen Effekt lassen sich mit Röntgenstreuung in einem gewissen Maße zunächst die oberen Schichten, anschließend das komplette Schichtsystem analysieren. Die Analyse der Röntgendaten zeigt, dass es nicht mehr - wie bei Neutronenstreuung - möglich ist, anzunehmen, dass alle Schichten desselben Materials im Multilayer dieselben Eigenschaften besitzen. Simulationen zeigen, dass für diesen Fall die Reflektometrikurve auf der logarithmischen Skala annähernd linear abfallen müsste, und nicht wie in Abbildung 5.7 zunächst sehr steil, später dann wesentlich flacher. Der Verlauf dieser Kurve wird hauptsächlich durch die Rauigkeiten der Grenzflächen bestimmt. Es lässt sich damit schon ohne genauere Analyse vermuten, dass die Grenzflächenrauigkeiten der oberen Schichten um einiges höher sind als die der unteren, was sich auch mit den Beobachtungen während der Probenpräparation durch die LEED-Analyse decken würde (siehe Abbildung 4.9). Für die Simulation der Röntgendaten müssen daher einige der Rauigkeiten der verschiedenen Schichten einzeln angepasst werden. Im Gegensatz zur Neutronenstreuung liefert bei der Röntgenstreuung Probe Pd22 wesentlich bessere Ergebnisse (siehe Abbildung 5.6(a)). Der zu Beginn drastisch steilere Abfall der Messkurve von Pd30 deutet wiederum darauf hin, dass die Grenzflächenrauigkeiten mit zunehmender Periode ansteigen. Zudem sind die Braggpeaks unschärfer und intensitätsärmer. Diese Umstände führen dazu, dass sich an die Röntgenmessung von Probe Pd30 keine gute Anpassung durchführen lässt. Da aber die beiden Ziele, die mit der Charakterisierung dieser beiden Proben verfolgt wurden, wegen der Ausbildung der Mischschicht nicht erreicht werden können, reicht es aus, die Röntgendaten von Probe Pd22 zu analysieren. Denn da der qualitative Verlauf beider Kurven sehr ähnlich ist, ist davon auszugehen, dass die grundsätzlichen Eigenschaften beider Proben dieselben sind. Demnach müsste die Analyse das Auftreten einer gemischten Eisen-Palladiumschicht bestätigen.

In Abbildung 5.6(a) ist die angepasste Simulation an die Messdaten von Probe Pd22 gezeigt. Auch hier kann eine gute Übereinstimmung mit der Messung nur durch Einführen einer dritten Schicht erreicht werden. Ebenso befindet sich diese Zwischenschicht oberhalb der Eisenschichten mit einer Streulängendichte zwischen Eisen und Palladium (siehe Tabelle 5.4). Einziger Unterschied ist, dass die Dicke dieser Zwischenschicht ungefähr doppelt so groß ist wie bei Probe Pd30, die mit Neutronenreflektometrie untersucht worden ist, jedoch sind auch die übrigen Schichtdicken leicht vergrößert. Die Streulängendichten beider Proben passen ebenfalls sehr gut zusammen: Sowohl die Palladium- als auch die Eisendichte sind in Pd22 in identischer Weise verändert wie in Probe Pd30. Da die Rauigkeiten - zumindest für die oberen Schichten - einzeln angepasst werden müssen, kann hierfür nicht ein für alle Schichten gültiger Wert angegeben werden. Darüber hinaus hat jede einzelne Rauigkeit für sich einen so geringen Einfluss auf den Kurvenverlauf, dass man kaum sinnvolle Fehler für diese Werte angeben kann. Einzig die Entwicklung der Rauigkeiten über das Schichtsystem hinweg kann betrachtet werden. Für Pd22 ergeben die Röntgendaten für die unteren Schichten geringe Rauigkeiten von etwa 3 bis 4 Å, die in den obersten Schichten auf Werte um 10 Å ansteigen. Für Pd30 erhält man aus den Neutronendaten wesentlich höhere Rauigkeiten (etwa 10 bis 30 Å). Diese Tatsache war aufgrund der Röntgenergebnisse beider Proben zu erwarten. Eine Entwicklung der Rauigkeiten - wie in den Röntgendaten gesehen - kann aus den zuvor genannten Gründen aus den Neutronendaten für Pd30 nicht bestimmt werden.

Auffällig an den Röntgensimulationen sind die großen Abweichungen vor dem kritischen Winkel für Totalreflektion. Dieser Effekt wird auch bei allen späteren Röntgenmessungen beobachtet. Ursache kann die Beleuchtungskorrektur dieser Daten sein: Unterhalb eines bestimmten Win-



(a)



(b)

Abbildung 5.7: Ergebnisse der Röntgen-Reflektometriemessungen; (a) Vergleich der Proben mit gleich dicken Eisen- und Palladiumschichten (Pd22: 5 Perioden, Pd30: 15 Perioden), (b) Vergleich der Proben mit dünnen Eisneschichten zwischen $10 \text{ \AA}$ und $4 \text{ \AA}$

kels, der durch Strahlbreite und Probengröße bestimmt ist, trifft nicht der komplette Strahl auf die Probe. Dieser winkelabhängige fehlende Bruchteil in der gemessenen Intensität wird vom Simulationsprogramm automatisch berücksichtigt. Abweichungen von dieser einfachen geometrischen Beleuchtungskorrektur⁴ können die Differenz zwischen Messung und Simulation erklären. Mit zunehmendem Winkel fällt die Beleuchtungskorrektur immer weniger ins Gewicht und hat daher auf den weiteren Verlauf keinen entscheidenden Einfluss mehr.

Da die gesamte Streulängendichte einer Schicht einfach die Summe der Streulängendichte aller in der Schicht befindlichen Atome ist, lässt sich grundsätzlich aus dem Wert für Nb' der Zwischenschicht der prozentuale Anteil der Eisen- und Palladiumatome an dieser Schicht bestimmen. Die berechneten Werte sind ebenfalls in Tabelle 5.4 enthalten. Für beide Proben liegt der Eisenanteil demnach bei etwa 20 %, jedoch beträgt der relative Fehler ungefähr 40 %. Interessant ist darüber hinaus, dass auch die magnetische Streulängendichte der Zwischenschicht von Probe Pd30 ziemlich genau 20 % beträgt. Demnach lässt sich anhand dieser Messungen nicht klären, von welchen Atomen die Magnetisierung der Probe stammt. Sie könnte auf der einen Seite allein durch die Eisenatome erzeugt werden, auf der anderen Seite ist es aber auch sehr gut denkbar, dass gerade in den Teilen der Zwischenschicht, in denen die Eisenkonzentration sehr hoch ist, Palladium magnetisiert wird, und dass dafür in den Bereichen, in denen vorwiegend Palladium vorhanden ist, die Eisenatome nicht mehr ferromagnetisch sind (siehe Abbildung 5.11).

5.3.2 Auswertung der Proben Pd13 und Pd14

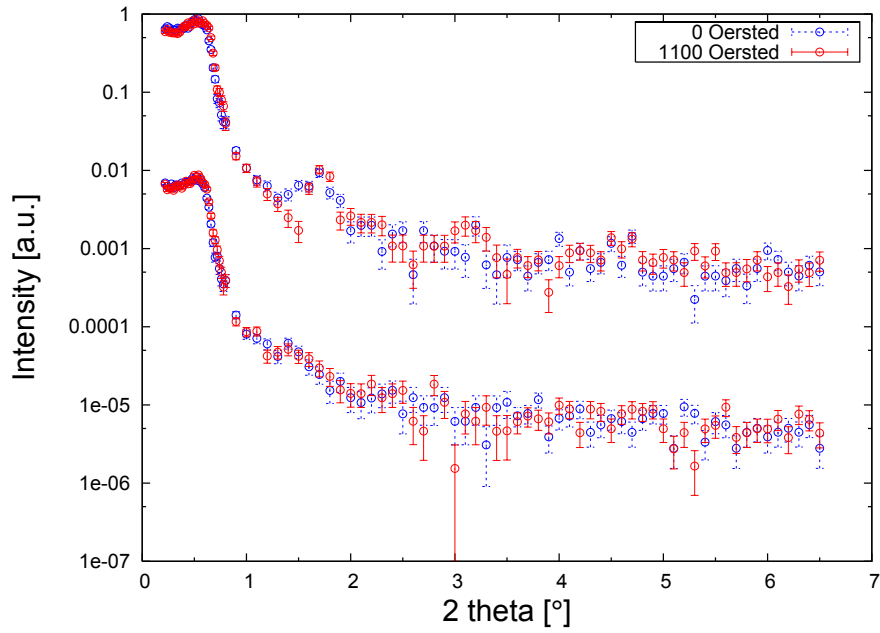
Nach der Diskussion der Multilayersysteme mit gleich dicken Palladium- und Eischichten werden nun die Proben mit wesentlich dünneren Eischichten ausgewertet. Dabei werden zunächst nur die beiden Multilayer betrachtet, die 10 Å (Pd13) bzw. 4 Å (Pd14) dicke Eischichten zwischen 150 Å dicken Palladiumschichten enthalten. Beide Proben enthalten 10 Perioden.

An beiden Multilayern wurden Messungen bei Raumtemperatur und bei 6 K durchgeführt. Bei beiden Temperaturen ist zuerst bei einem Sättigungsfeld von etwa 2000 Oe und anschließend bei fast verschwindendem Feld von etwa 10 Oe eine Reflektivitätskurve gemessen worden. Obwohl die SQUID-Daten gezeigt haben, dass zum einen die Magnetisierung beider Proben mit der Temperatur abnimmt (siehe Abbildung 5.3), zum anderen die remanente Magnetisierung deutlich von der Sättigungsmagnetisierung abweicht (siehe Abbildung 5.4), konnten die Neutronenreflektometriemessungen in beiden Fällen weder eine Temperatur- noch eine Magnetfeldabhängigkeit auflösen (siehe Abbildung 5.8). Dies zeigt, dass Variationen in der Probenmagnetisierung bis zu 10 % mit der in diesen Experimenten aufgenommenen Statistik nicht nachgewiesen werden können. Aus diesem Grund sind bei den zuvor ausgewerteten Proben mit gleichdicken Eisen- und Palladiumschichten keine temperatur- oder magnetfeldabhängigen Messungen durchgeführt worden.

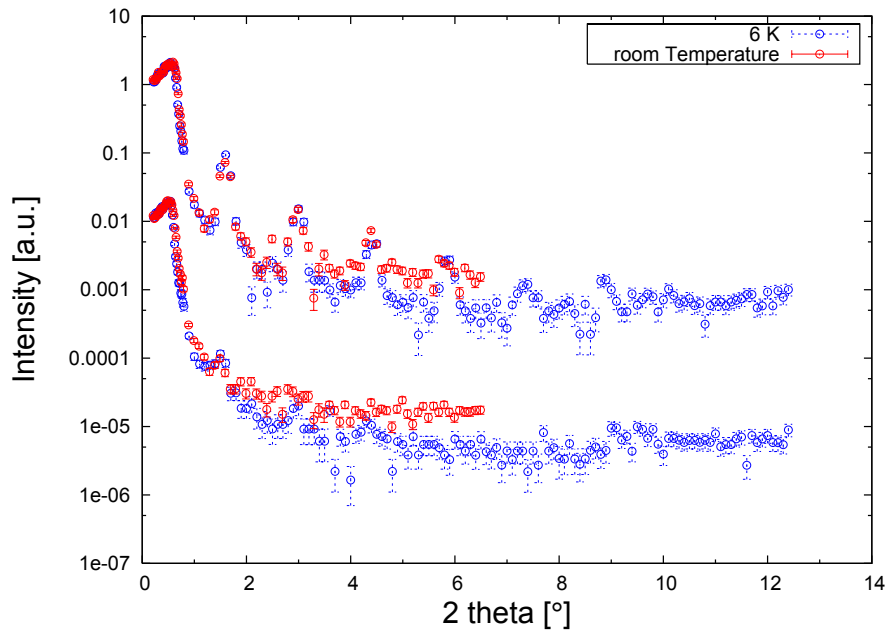
Ein großes Problem während der Messungen am TREFF war, dass der Untergrund durch Einschalten benachbarter Experimente teilweise um einen Faktor 2 anstieg und den Messbereich dadurch stark einschränkte. Es werden daher im Folgenden nur die Messkurven ausgewertet, die bei möglichst geringem Untergrund aufgenommen werden konnten. Für Pd13 war dies die Messung bei 6 Kelvin, für Pd14 die Messung bei Raumtemperatur, jeweils bei angelegtem Sättigungsfeld.

Die Auswertung verlief analog zum vorangegangenen Abschnitt, d.h. auch die zuvor erläuterten Tendenzen für die Fehlerabschätzungen sind auch hier wieder zutreffend. Sowohl an die Röntgen-

⁴z.B. durch die nichtbedampften Stellen der Probe, an denen die Probe während der Probenpräparation befestigt war

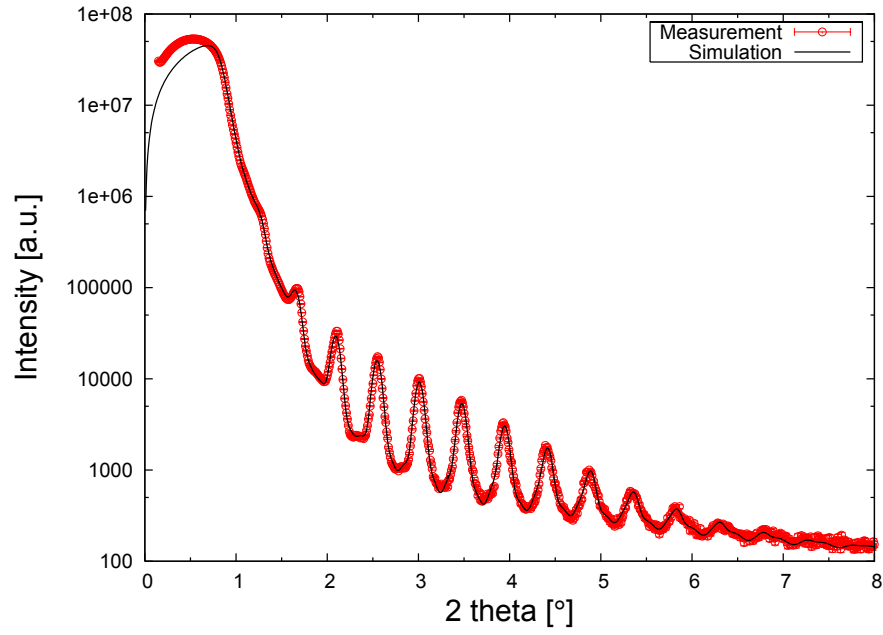


(a)

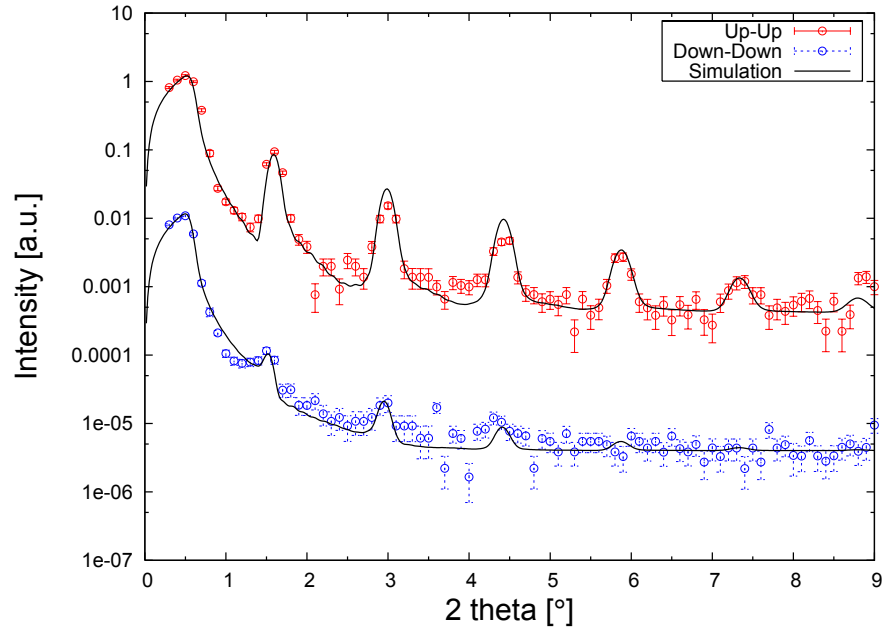


(b)

Abbildung 5.8: (a) Magnetfeldabhängigkeit der Neutronenmessungen an Probe Pd14 ($4\text{ \AA}$ dicke Eisenschichten) bei Raumtemperatur; (b) Temperaturabhängigkeit der Neutronenmessungen an Probe Pd13 ($10\text{ \AA}$ dicke Eisenschichten) bei Sättigungsfeld (etwa 2500 Oe).

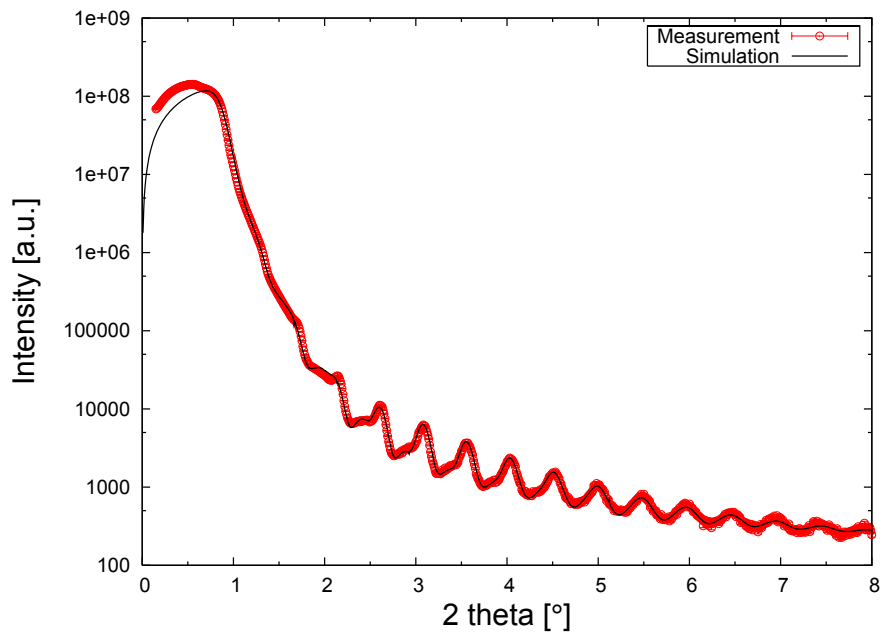


(a)

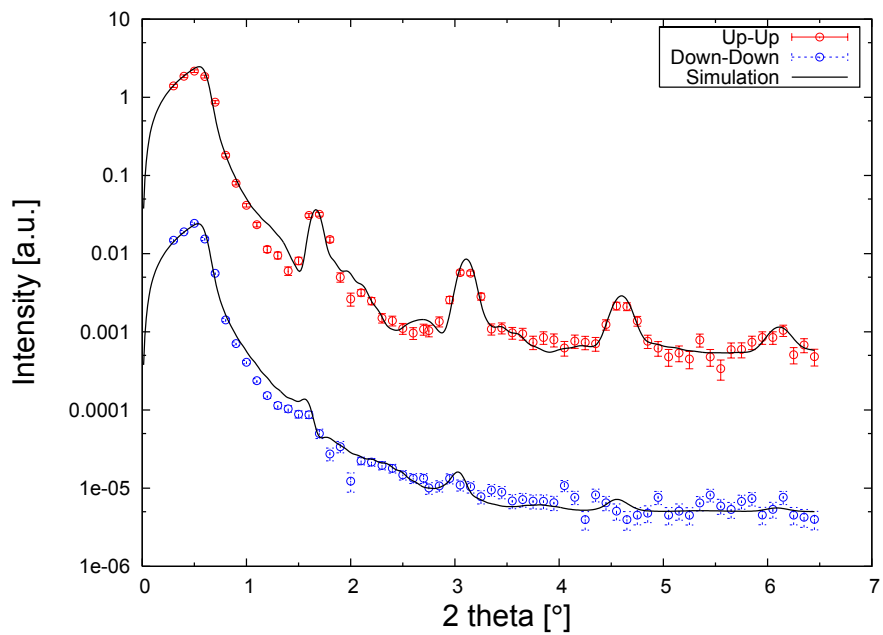


(b)

Abbildung 5.9: Ergebnisse der Reflektometriemessungen an Probe Pd13 (10 Å dicke Eisenschichten);
(a) Röntgenreflektometrie, (b) Neutronenreflektometrie bei 6 K und Sättigungsfeld (etwa 2500 Oe)



(a)



(b)

Abbildung 5.10: Ergebnisse der Reflektometriemessungen an Probe Pd14 (4 Å dicke Eisenschichten); (a) Röntgenreflektometrie, (b) Neutronenreflektometrie bei Raumtemperatur und Sättigungsfeld (etwa 2500 Oe)

	Pd13		Pd14	
	$d_{Fe,nominal}=10 \text{ \AA}$		$d_{Fe,nominal}=4 \text{ \AA}$	
	Röntgen	Neutronen	Röntgen	Neutronen
$d_{period} [\text{\AA}]$	183.2 (5)	186 (2)	179.9 (5)	179 (2)
$d_{Pd} [\text{\AA}]$	174 (2)	171 (2)	177 (2)	150 (2)
$d_{Fe} [\text{\AA}]$	10 (2)	14 (1)	3 (2)	5 (2)
$Nb'_{Pd} [10^{-6} \text{ \AA}^{-2}]$	71.2 (8)	3.4 (2)	76.7 (8)	3.9 (2)
$Nb'_{Pd}/Nb'_{Pd,bulk}$	0.81 (1)	0.85 (5)	0.87 (1)	0.97 (5)
$Nb'_{Fe} [10^{-6} \text{ \AA}^{-2}]$	64 (2)	4.7 (7)	61 (2)	5.5 (8)
$Nb'_{Fe}/Nb'_{Fe,bulk}$	1.08 (3)	0.6 (1)	1.02 (3)	0.7 (1)
$Nb_{m,Fe} [10^{-6} \text{ \AA}^{-2}]$	-	2.2 (3)	-	2.9 (3)
$Nb_{m,Fe}/Nb_{m,Fe,bulk}$	-	0.42 (6)	-	0.56 (6)
Fe-Anteil an Pd/Fe-Schicht [%]	61 (8)	28 (9)	90 (8)	38 (9)

Tabelle 5.5: Ergebnisse der Simulationen der Röntgen- und Neutronenreflektometrie an den Proben Pd13 und Pd14. Zu beachten ist, dass sich d_{Fe} und Nb'_{Fe} auf die Schichten beziehen, die wahrscheinlich auch Palladium enthalten (siehe Diskussion im Text)

als auch an die Neutronendaten beider Proben konnten Simulationen angepasst werden, die den experimentellen Kurvenverlauf sehr gut widerspiegeln (siehe Abbildungen 5.9 und 5.10). Die zugehörigen Eingabedateien sind wieder im Anhang Teil A zu finden, die wichtigsten daraus folgenden Ergebnisse sind zudem in Tabelle 5.5 aufgeführt.

Zunächst ist auch hier vor allem bei den Ergebnissen der Röntgendaten sichtbar, dass die Rauigkeiten mit zunehmender Periodenzahl ansteigen. Für Pd13 liegen die aus der Röntgenmessung stammenden Werte hauptsächlich zwischen 5 und 12 $\text{\AA}$. Darüber hinaus scheinen die untersten Schichten sowie das Substrat glatter zu sein (etwa 2 $\text{\AA}$). Schließlich ist die Oberfläche der obersten Palladiumschicht zu Luft wesentlich rauher (17 $\text{\AA}$). Dieser Effekt kann durch die Oxidation dieser Grenzfläche verursacht werden und ist auch in [19] beobachtet worden. Für Pd14 ergibt die Simulation sehr ähnliche Werte. Auch hier steigen die Rauigkeiten ausgehend von sehr glatten unteren Schichten (2 bis 5 $\text{\AA}$) bis auf 13 $\text{\AA}$ für die Grenzfläche zu Luft. Für die Neutronendaten beider Proben lassen sich mit ähnlichen Tendenzen ebenfalls gute Anpassungen finden: Die Rauigkeiten wachsen ebenfalls mit steigender Periodenzahl an. Jedoch sind die Werte im Allgemeinen gegenüber den Röntgendaten um etwa das doppelte erhöht. Obwohl die Rauigkeiten für die einzelnen Grenzflächen aus den zuvor genannten Gründen mit großen Ungenauigkeiten behaftet sind, ist diese systematische Erhöhung doch sehr auffällig. Die Ursache liegt eventuell in den unterschiedlichen Streumechanismen beider Methoden: Während die Röntgenstrahlung Grenzflächen aufgrund von Änderungen der Elektronenstruktur (und somit der atomaren Struktur) definiert, ist für Neutronenstreuung auch die magnetische Struktur entscheidend. Dies kann dann zu unterschiedlichen Rauigkeiten führen.

Für die Schichtdicken ergeben alle Messungen einen gegenüber der nominalen Periode erhöhten Wert. Jedoch liegen die Ergebnisse von Röntgen- und Neutronenstreuung für beide Proben innerhalb der Fehler. Bei der Aufteilung der Periode auf die Dicke der Palladium- und Eisenschicht treten jedoch interessante Unterschiede auf: Aus den Neutronenmessungen folgen in beiden Fällen höhere Eisenschichtdicken als aus den Röntgenmessungen, die - zumindest für Pd13 - sogar leicht außerhalb der abgeschätzten Fehlergrenzen liegen. Dagegen liegen die aus den Neutronenexperimenten ermittelten Streulängendichten für die Eisenschichten zwischen den bulk-Werten

d_{Fe} [Å]	7.0	8.5	10	12
Nb'_{Fe} [10^{-6} Å ⁻²]	63.0	63.2	64.0	65.4
χ^2/DoF	1.87	1.91	1.80	1.84

Tabelle 5.6: Variation der Eisenschichtdicke: Je dicker diese gewählt wird, desto mehr tendiert die Streulängendichte zum Palladiumwert

von Eisen und Palladium, während die Streulängendichten aus der Röntgenreflektometrie nur leicht gegenüber den bulk-Werten erhöht sind. Beide Effekte zusammen, d.h. die Differenzen in den Schichtdicken und den Streulängendichten - lassen sich jedoch wieder sehr gut mit dem Vorhandensein einer gemischten Eisen-Palladiumschicht erklären: Wie zuvor bei den anderen Proben schon gesehen, scheint es keine klare Grenzfläche zwischen den Eisen- und den darüber befindlichen Palladiumschichten zu geben. In den Messungen resultiert diese Tatsache darin, dass von den beiden experimentellen Methoden unterschiedliche Bereiche als Grenzfläche gesehen werden können. Aus der Neutronenstreuung folgt somit eine dickere 'Eisen'-Schicht, die dafür mehr Palladium zu enthalten scheint, aus der Röntgenstreuung eine dünnere, die dafür noch zum größten Teil aus Eisen besteht. Eine Einführung einer Zwischenschicht - wie bei den Proben mit gleichdicken Eisen- und Palladiumschichten - ist für diese Proben nicht nötig. Dies spricht dafür, dass der Interdiffusionsbereich nahezu die gesamte Eisenschicht betrifft, was wegen der Dicke der Zwischenschicht bei den zuvor analysierten Multilayern auch zu erwarten war.

Um diese Annahme noch weiter zu untermauern, ist am Beispiel von Probe Pd13 in mehreren Simulationen versucht worden, die Eisenschichtdicke auf größere bzw. kleinere Werte festzulegen⁵ und durch Variation der anderen Parameter eine ähnlich gute Anpassung zu erzielen. Die Ergebnisse zeigen, dass es möglich ist, die Schichtdicke über einen Bereich von 7 bis 12 Å fest vorzugeben, und trotzdem nur geringfügig schlechtere Anpassungen (d.h. ein höheres χ^2) zu erzielen (siehe Tabelle 5.6). Insbesondere ist der Verlauf der Simulationskurve von der in Abbildung 5.9 nicht zu unterscheiden. Kompensiert wird die veränderte Schichtdicke durch die Streulängendichte der Eisenschicht (bzw. der Eisen-Palladium-Mischschicht): Je dicker diese ist, desto mehr nähert sich die Streulängendichte dem Wert für Palladium an. Die Tatsache, dass die Eisenschichtdicke in diesem Bereich quasi frei wählbar ist, unterstützt die Vermutung, dass es keine klar definierte Grenzfläche gibt, sondern dass der Übergang in einem Bereich, in dem sich durch Interdiffusion ein Konzentrationsgefälle eingestellt hat, fließend abläuft.

Die Streulängendichten der Palladiumschichten sind wie zuvor auf etwa 80 bis 90 % des bulk-Wertes verringert. Einzige Ausnahme ist der aus der Neutronenstreuung folgende Wert für Pd14, der nur knapp unterhalb, des bulk-Wertes liegt. Auch bei diesen beiden ist es schwierig, Aussagen über die genaue magnetische Struktur der Proben zu treffen. Alle Anpassungen sind unter der Annahme durchgeführt worden, dass in den reinen Palladiumschichten kein magnetisches Moment induziert wird. Die guten Anpassungen lassen darauf schließen, dass dies auch in den Proben der Fall ist. In den Eisen- bzw. Eisen-Palladiumschichten dagegen wird dann ein Moment gemessen, das höher zu sein scheint, als es vom Eisenanteil der Schichten erzeugt werden kann: Für Pd13 beträgt der berechnete Eisenanteil 28 %, wohingegen die magnetische Streulängendichte 42 % des bulk-Wertes beträgt. Für Pd14 stehen 38 % Eisenanteil einer magnetischen Streulängendichte von 56 % des bulk-Wertes gegenüber. Zu beachten sind dabei allerdings mehrere Dinge: Die Ungenauigkeiten auf diesen Werten sind sehr groß, so dass sie sogar fast innerhalb der Fehlergrenzen liegen. Außerdem beruht die Berechnung des Eisenanteils aus der nuklearen Streulängendichte der Eisen-Palladium-Mischschicht auf der Annahme, dass eine reine Eisen-

⁵entsprechend wird die Palladiumschichtdicke natürlich variiert, so dass die Periodengröße konstant bleibt

schicht die Streulängendichte von bulk-Eisen annehmen würde. Die Auswertungen der Proben mit gleichdicken Palladium- und Eischichten haben jedoch leicht erhöhte Streulängendichten für die Bereiche ergeben, in denen reines Eisen vorliegen sollte. Ist dies auch hier der Fall, wären die Eisenanteile höher und würden wahrscheinlich sehr gut mit den aus den magnetischen Streulängendichten resultierenden Werten übereinstimmen.

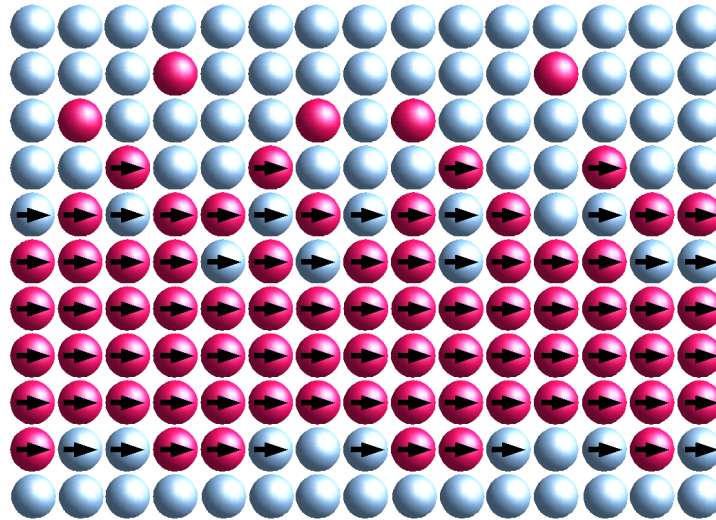


Abbildung 5.11: Modell einer dünnen Eischicht in Palladium in den hergestellten Proben (Rot: Eisen, blau: Palladium. Nur die ferromagnetische geordneten magnetischen Momente sind eingezeichnet): Während die untere Grenzfläche gut definiert ist, verläuft die obere über einige Atomlagen. Palladium wird in Bereichen hoher Eisenkonzentration magnetisiert. Dafür haben Eisenatome in palladiumreichen Bereichen keine magnetische Ordnung.

Wie schon zuvor, lassen sich somit auch aus der Auswertung dieser Proben keine eindeutigen Rückschlüsse auf die genauen Träger der Magnetisierung gewinnen. Am wahrscheinlichsten ist wohl, wie zuvor, die Annahme, dass in Bereichen mit hohem Eisenanteil auch im Palladium eine Magnetisierung induziert wird und dass dafür in Bereichen mit hohem Palladiumanteil die Eisenatome aufgrund der größeren Entfernung nicht mehr wechselwirken können und daher keine magnetische Ordnung haben. Erstaunlich ist dennoch, dass, gerade wenn die Mischschicht vorhanden ist - wofür alle erhaltenen Messdaten sprechen -, nicht ähnliche Effekte gemessen werden können wie bei den Experimenten in bulk-Palladium [3]. Wäre das der Fall, müsste die Zwischenschicht über weite Bereiche nahezu komplett magnetisiert sein und sowohl in den SQUID- als auch in den Neutronenreflektometriemessungen in einer deutlich höheren Magnetisierung resultieren.

5.3.3 Auswertung der Proben Pd26 und Pd27

Zuletzt werden noch die Messungen der Schichtsysteme mit 2 Å (Pd27) und 1 Å (Pd26) dicken Eischichten betrachtet. Die Röntgenreflektometrikurven beider Proben sind in Abbildung 5.7(b) zu sehen. Es fällt auf, dass die Bragg-Peaks beider Messungen im Vergleich zu den Proben mit dickeren Eischichten deutlich verringert, bzw. im Falle von Pd26 nur noch als Stufen zu erkennen sind. Es sind also mit Röntgenstreuung noch Grenzflächen sichtbar, jedoch ist an diesen Stellen kaum noch ein Kontrast vorhanden. Zweites wichtiges Merkmal ist der wesentlich steilere Abfall der Kurven. Dies spricht für höhere Rauigkeiten an den Grenzflächen. Beide Effekte - hohe Rauigkeiten und geringer Kontrast - zusammen mit der in den vorangegangenen Abschnitten

nachgewiesenen Interdiffusion lassen vermuten, dass in den Proben keine gut definierten Eisenschichten vorhanden sind. Wegen der kaum sichtbaren Braggpeaks war es nicht möglich an die Messungen eine vernünftige Kurve anzupassen. Einzig die Periode der Multilayersysteme lässt sich aus der Lage der schwachen Maxima bzw. Stufen abschätzen, jedoch nicht mit der Präzision wie dies zuvor bei den anderen Proben möglich war. Es ergeben sich Periodengrößen von $(154.2 \pm 2) \text{ \AA}$ für Pd27 und $(153.9 \pm 2) \text{ \AA}$ für Pd26.

Die Auswertung der Neutronenmessungen an Probe Pd26 ist ebenfalls kaum möglich (siehe Abbildung 5.12). Dies liegt einerseits an denselben Gründen, die auch eine aussagekräftige Röntgen-Messung verhindern, andererseits an der Tatsache, dass die Oberfläche dieser Probe nur 25 mm^2 statt der üblichen 100 mm^2 beträgt. Der Grund dafür ist, dass diese Probe vor der Neutronenmessung mit dem SQUID charakterisiert wurde, wofür die Probengröße auf diesen Wert limitiert ist. Aus Zeitgründen war es nicht mehr möglich, vor der Neutronenstrahlzeit einen weiteren Multilayer mit $1 \text{ \AA}$ dicken Eisenschichten herzustellen. Deshalb können nur einige qualitative Ergebnisse gewonnen werden: Nur in der Messung bei Sättigungsfeld und 6 K ist ein Bragg-Peak im up-up-Kanal zu erahnen. Es ist daher noch nicht einmal eine Bestimmung der Periode des Schichtsystems möglich. Zudem ist der Bragg-Peak bei nicht angelegtem Feld nicht mehr erkennen. Auch bei allen Raumtemperaturmessungen ist an dieser Stelle kein Maximum mehr auszumachen, wobei dies nach den SQUID-Messungen auch nicht zu erwarten war, die ein Abfallen der Curie-Temperatur auf etwa 300 K gezeigt hatten.

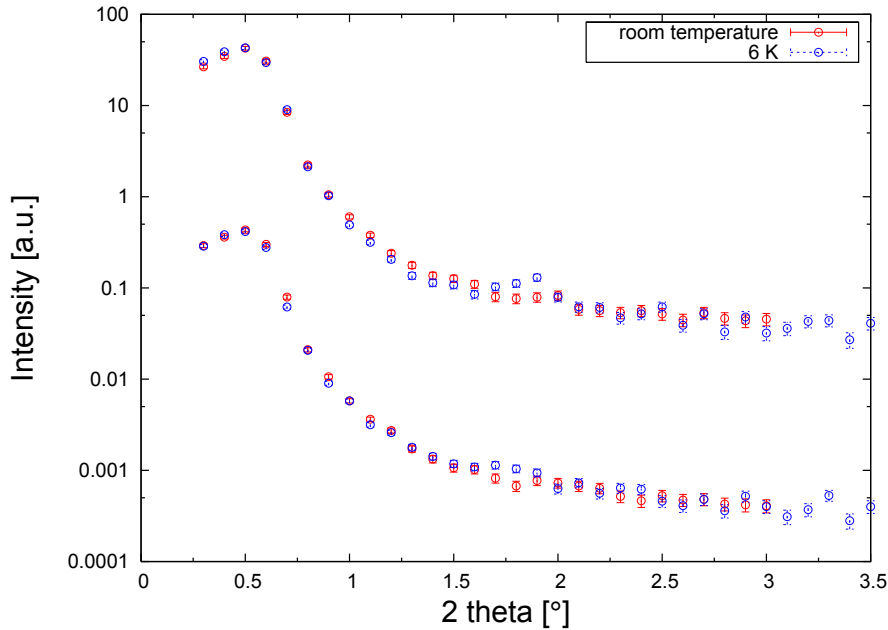


Abbildung 5.12: Ergebnisse der Neutronen-Reflektometriemessung an Pd26 ($1 \text{ \AA}$ dicke Eisenschichten) bei Sättigungsfeld (etwa 2500 Oe)

Auch die Auswertung der Messungen an Probe Pd27 ist schwierig. Zumindest können in den Messungen zwei Bragg-Peaks erkannt werden, was eine etwas quantitativere Analyse als bei Pd26 zulässt. Die Rauigkeiten liegen bei dieser Probe fast ausschließlich über $20 \text{ \AA}$, und decken sich damit mit dem Verlauf der Röntgenmessung, die ebenfalls wesentlich höhere Rauigkeiten

	Pd27
$d_{Fe,nominal}$ [Å]	2
d_{period} [Å]	151 (2)
d_{Pd} [Å]	148 (2)
$d_{Pd/Fe}$ [Å]	2 (2)
Nb'_{Pd} [10^{-6} Å ⁻²]	3.9 (8)
$Nb'_{Pd}/Nb'_{Pd,bulk}$	0.97 (1)
Nb'_{Fe} [10^{-6} Å ⁻²]	4.2 (5)
$Nb'_{Fe}/Nb'_{Fe,bulk}$	0.52 (6)
$Nb_{m,Fe}$ [10^{-6} Å ⁻²]	2.6 (3)
$Nb_{m,Fe}/Nb_{m,Fe,bulk}$	0.51 (6)

Tabelle 5.7: Ergebnisse der Simulationen der Neutronenreflektometrie an Probe Pd27

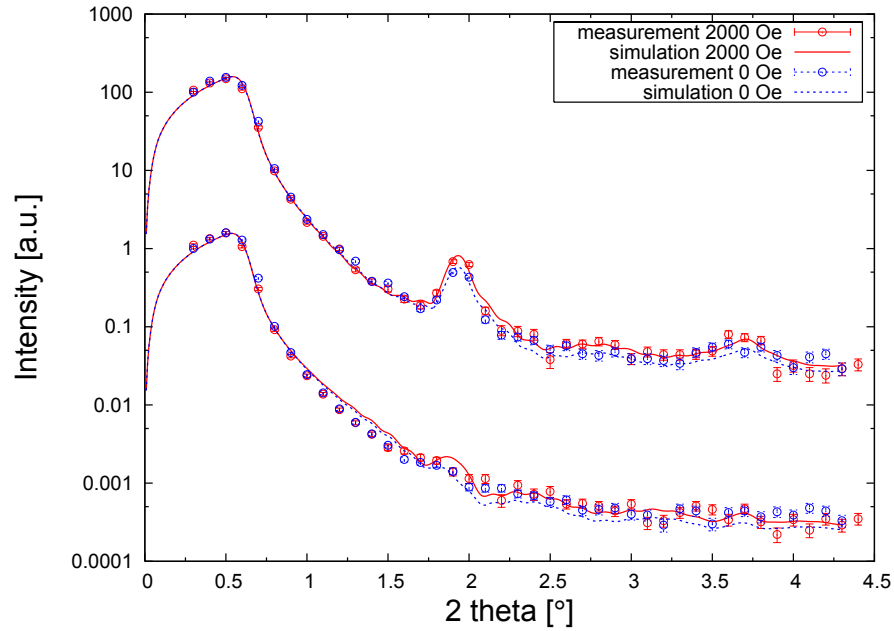
als bei den Proben Pd13 und Pd14 vermuten ließen. Trotzdem treten bei den Messungen an Pd27 zwei neue interessante Effekte auf, die bei allen anderen Proben nicht festzustellen waren.

Zum einen ist bei den Raumtemperaturmessungen vor allem an der Intensität des ersten Bragg-Peaks Unterschiede zwischen der Messung bei Sättigungsfeld und ohne Magnetfeld zu erkennen (siehe Abbildung 5.13(a)). Zuerst wurde eine Simulation an die Messung mit angelegtem Magnetfeld angepasst. Es konnte eine gute Übereinstimmung mit den in Tabelle 5.7 aufgeführten Werten gefunden werden (die komplette Eingabedatei des Simulationsprogramms ist wiederum im Anhang Teil A zu sehen). Die Streulängendichte für Palladium lässt sich wie zuvor durch den kritischen Winkel der Totalreflektion ziemlich genau bestimmen. Die Periode des Schichtsystems kann ebenfalls noch recht zuverlässig ermittelt werden, auch wenn dafür nur zwei Bragg-Peaks, von denen der zweite zudem sehr breit ist, als Anhaltspunkte vorhanden sind. Alle anderen Werte sind mit erheblich größeren Unsicherheiten behaftet als bei den vorherigen Messreihen. Es lässt sich aber auch hier in Übereinstimmung mit den Röntgendaten erkennen, dass der Kontrast zwischen den nuklearen Streulängendichten sehr viel geringer ist. Aus diesen Werten lässt sich kein aussagekräftiger Wert für den Eisenanteil der Mischschicht ableiten, da die Fehler im Bereich von 20 bis 30 % liegen würden. Daher ist es natürlich in dieser Probe noch weniger möglich, Aufschüsse über die magnetische Struktur des Schichtsystems zu gewinnen. Die ermittelte magnetische Streulängendichte von $2.6 \cdot 10^{-6}$ Å⁻² liegt im Bereich der anderen Proben. Da der Unterschied zwischen der Messung bei 0 und 2000 Oe nur auf eine Veränderung der magnetischen Struktur zurückzuführen ist, wird für die Anpassung an die Kurve ohne angelegtes Feld nur die magnetische Streulängendichte variiert. Alle anderen Parameter werden übernommen. Es kann eine gute Anpassung für $2.1 \cdot 10^{-6}$ Å⁻² gefunden werden, d.h. die Streulängendichte verringert sich gegenüber der Messung bei Sättigungsmagnetisierung um ungefähr 20 %.

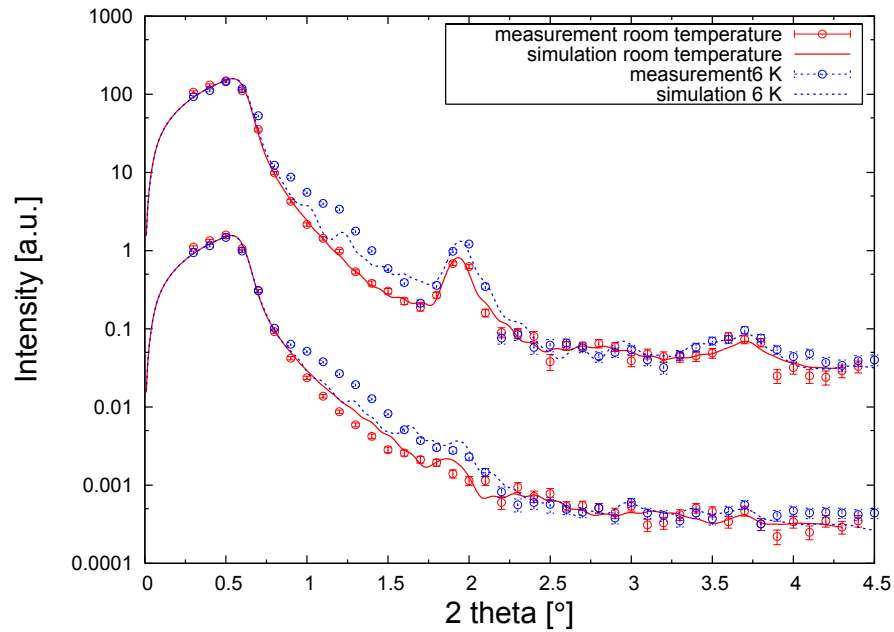
Der andere Effekt tritt bei den Tieftemperaturmessungen bei 6 K auf (siehe Abbildung 5.13(b)). In diesem Fall ein starkes Signal vor dem ersten Bragg-Peak im up-up und down-down-Kanal zu sehen. Das Maximum befindet sich ziemlich genau bei der halben Q-Periode der Bragg-Peaks und spricht daher für eine Struktur, die die doppelte räumliche Periode des Schichtsystems besitzt. Auch hier kann es sich im Vergleich zur Raumtemperaturmessung nur um eine veränderte magnetische Struktur im Schichtsystem handeln. Ein mögliches Beispiel wären antiferromagnetische geordnete Eisenschichten. Allerdings zeigt der immer noch nahezu unveränderte Unterschied zwischen den up-up und down-down-Kanälen, dass im Schichtsystem eine ferromagnetische Ordnung vorliegt. Das resultierende Signal wäre außerdem erheblich schärfer als das gemessene und würde

auch zwischen den beiden Bragg-Peaks einen weiteren Peak erzeugen. Aus diesen Gründen konnte das Signal mit antiferromagnetischen Strukturen nicht simuliert werden. Die extreme Breite des Signals spricht eher dafür, dass sich an dieser Stelle mehrere Peaks überlagern. Ein vergleichbarer Effekt in CoFe/Al₂O₃ Multilayern, bei dem an einer ähnlichen Position drei Maxima zu sehen waren, konnte durch unterschiedlich starke Magnetisierungen der einzelnen Eisenschichten erklärt werden [23]. Daher wurde auch bei dieser Messung versucht die magnetischen Streulängendichten der Eisenschichten einzeln zu variieren und nicht mehr, wie zuvor, konstant zu lassen. Die daraus folgende bestmögliche Anpassung ist in Abbildung 5.13(b) gezeigt. Man sieht deutlich, dass sich die Simulation gerade im hinteren Teil des breiten Peaks von der Raumtemperatursimulation abhebt und der Messkurve annähert. Bei kleineren Winkeln können die experimentellen Daten jedoch bei weitem nicht reproduziert werden. Die ermittelten Werte für die einzelnen magnetischen Streulängendichten sind in der Eingabedatei im Anhang zu finden. Die allesamt positiven Werte⁶ schwanken um einen Mittelwert von etwa $3.1 \cdot 10^{-6} \text{ \AA}^{-2}$. Die Gesamtmagnetisierung der Probe ist also gegenüber der Raumtemperaturmessung noch einmal erhöht, was auch an der höheren Intensität des ersten Bragg-Peaks widerspiegelt wird. Trotzdem lassen die noch starken Abweichungen von den Messkurven daran zweifeln, ob dieses Modell die Realität wiedergibt. Der wirkliche Ursprung des Signals ist damit noch unklar und konnte nicht vollständig erklärt werden.

⁶diese Tatsache spricht ebenfalls gegen eine antiferromagnetische Struktur



(a)



(b)

Abbildung 5.13: Ergebnisse der Neutronenreflektometriemessungen an Probe Pd27 ($2\text{ \AA}$ dicke Eisenschichten); (a) Magnetfeldabhängigkeit bei Raumtemperatur, (b) Temperaturabhängigkeit bei Sättigungsmagnetisierung (etwa 2500 Oe)

6 Zusammenfassung und Fazit

In dieser Arbeit wurden Palladium-Eisen-Multilayer auf einem GaAs-Substrat mit Silberpuffer hergestellt und analysiert. Eine reine, epitaktische Palladiumschicht mit guter Oberflächenqualität konnte durch eine variable Aufdampftemperatur während der Deposition auf dem Substrat aufgewachsen werden. Ebenso konnte nachgewiesen werden, dass eine auf dieser Palladiumschicht aufgedampfte nur wenige Atomlagen dicke Eisenschicht auch bei 120 °C über lange Zeiten stabil ist. Die Grenzfläche zwischen Palladiumschicht und darüber liegender Eisenschicht scheint daher sehr gut definiert zu sein. Anschließend war es möglich, mehrere epitaktische Multilayerschichtsysteme mit unterschiedlichen Eisenschichtdicken zu präparieren.

Bereits die in-situ Charakterisierung ließ vermuten, dass die Grenzflächenrauigkeiten mit steigender Periode zunehmen. Diese Beobachtung konnte durch die Röntgenreflektometrie bestätigt werden. Auch die Neutronendaten sind mit dieser Tatsache verträglich. Die Größe der Grenzflächenrauigkeiten sprechen dafür, dass bei den Proben mit extrem dünnen Eisenschichten nicht mehr von kontinuierlichen Schichten ausgegangen werden kann. Die zweite wichtige strukturelle Eigenschaft der Multilayer ist die Ausbildung einer Interdiffusionsschicht zwischen den Eisen- und den darüber liegenden Palladiumschichten, die sowohl durch Röntgen- als auch durch Neutronenreflektometrie übereinstimmend nachgewiesen wurde. Eine klar definierte Grenzfläche ist an dieser Stelle nicht mehr vorhanden. Vielmehr nimmt die Eisenkonzentration mit zunehmender Höhe ab, d.h. die Eisenschicht geht fließend in die Palladiumschicht über.

Durch die Interdiffusion war es darüber hinaus nicht möglich, die genauen Mengen an Eisen und Palladium in den Proben zu bestimmen. Die aus den Proben Pd22 und Pd30 ermittelten Schichtdicken zeigen jedoch, dass sich das Verhältnis von realer Eisenschichtdicke zu realer Palladiumschichtdicke von dem der nominalen Schichtdicken nur um wenige Prozent unterscheiden können. Bei den anderen Multilayern kann daher davon ausgegangen werden, dass sich das geplante Schichtverhältnis ohne Interdiffusion eingestellt hätte, auch wenn die Gesamtperiode des Schichtsystems höher ist - wie es in allen Proben der Fall ist.

Aufgrund der Interdiffusion an den Grenzflächen der Eisen- und der darüber befindlichen Palladiumschichten konnte die magnetische Struktur der Schichtsysteme nicht ausreichend geklärt werden. Zwar ergeben sowohl die SQUID- als auch die Neutronenreflektometriemessungen Gesamtmagnetisierungen, die miteinander verträglich sind. Beide Messungen konnten jedoch nicht klären, wodurch genau die Magnetisierung der Probe hervorgerufen wird. Sie kann einerseits allein durch die enthaltene Eisenmenge erzeugt werden. Es können jedoch auch geringe Mengen von magnetisiertem Palladium nicht ausgeschlossen werden. Hier verhindert vor allem die Unsicherheit auf den enthaltenen Eisenanteil der Probe genauere Aussagen. Trotzdem ist es sehr erstaunlich, dass gerade durch die Ausbildung einer Mischschicht nicht eindeutig höhere Momente festzustellen sind. Ähnliche Effekte wie bei den 'Giant Moments' [3] müssten in diesen Bereichen einen Großteil des vorhandenen Palladiums magnetisch ordnen. Zumindest sprechen auch die vorherigen Untersuchungen zum Wachstum und zur magnetischen Struktur von Palladiumlagen auf ferromagnetischen Materialien ([4], [5] und [6]) dafür, dass zumindest geringe Mengen von Palladium gerade in den eisenreichen Bereichen der Mischschichten magnetisch geordnet sind. Auch bei den Multilayern mit extrem geringem Eiseninhalt, bei denen aufgrund der Grenzflächenrauigkeiten sehr wahrscheinlich keine kontinuierlichen Eisenschichten mehr vorhandenen

sind, wird mit hoher Wahrscheinlichkeit ein Teil des Magnetismus vom Palladium zwischen den Eisenregionen getragen.

Um die magnetische Struktur dieser Proben genauer festlegen zu können, sollten XMCD Messungen (xray magnetic circular dichroism) Messungen durchgeführt werden. Mit dieser Methode ließe sich eine Magnetisierung in Palladium eindeutig nachweisen. Um darüber hinaus dem eigentlichen Ziel dieser Arbeit - nämlich der Untersuchung gut definierter epitaktischer Systeme von Eisenmonolagen in Palladium - näher zu kommen, sollte vor allem das Wachstum von Palladium auf Eisen genauer studiert werden. Es könnte durch monolagenweises Aufdampfen von Palladium und anschließender Auger-Elektronen-Analyse die Wachstumsart und die ablaufenden Diffusionsprozesse analysiert werden. Da sich bei den Proben Pd22 und Pd30 nur eine wenige Å dicke Zwischenschicht ausgebildet hat, ist zu vermuten, dass die Interdiffusion gestoppt wird, sobald eine geschlossene Palladiumschicht entstanden ist. Ähnlich wie bei den Diffusionsprozessen von Silber und Palladium während der Deposition der ersten Palladiumschicht würde es sich in diesem Falle um Oberflächendiffusion handeln. Es ist daher denkbar, dass auch hier besser definierte Grenzflächen herzustellen sind, indem die ersten Monolagen Palladium bei tieferen Temperaturen deponiert werden, und erst danach die Temperatur wieder erhöht wird.

Um das Problem der anwachsenden Rauigkeiten zu umgehen, wäre es zunächst sinnvoll, Dreischichtsysteme zu analysieren. Dadurch könnte die Struktur der unteren Schichten genauer durch Röntgenstreuung bestimmt werden, was anhand der Multilayer nicht möglich war. Problematisch ist dann jedoch wegen der zu geringen Intensität die Analyse durch Neutronenreflektometrie am TREFF. Hier könnte das neue Reflektometer MARIA am FRM-II Abhilfe schaffen, das einen wesentlich höheren Neutronenfluss aufweisen wird. Letztendlich könnte dann auch für die Bestimmung der magnetischen Struktur die Analyse von Dreifachschichtsystemen eventuell mehr Aufschluss geben, da die wesentlich geringere Anzahl an Parametern exakter bestimmt werden kann. In den Vielfachschichtsystemen können sich dagegen die Eigenschaften der verschiedenen Perioden voneinander unterscheiden. Die daraus entstehende große Anzahl an Parametern lässt sich dann nur noch schwer handhaben. Wie in dieser Arbeit ist es dann nötig, Annahmen aufzustellen, die den genauen Aufbau des Schichtsystems nicht wiedergeben und somit zu unklaren Ergebnissen führen.

Abschließend bleibt festzuhalten, dass eine detailliertere Untersuchung von Schichtsystemen mit wenigen Ångström dicken Eisenschichten auch weiterhin sehr interessant ist, sei es an den Proben, die in dieser Arbeit hergestellt worden sind oder an neuen eventuell besser strukturierten Proben. An den Multilayern dieser Arbeit sind vor allem noch die Fragen nach der genauen Struktur der Interdiffusionsschicht und nach den Trägern der Magnetisierung unklar. Aber auch das Auftreten des zusätzlichen Signals in der Neutronenreflektometriemessung des Schichtsystems mit nominal 2 Å Eisen ist noch nicht verstanden. Gerade dieser Effekt kann eventuell durch Untersuchungen an neuen Schichtsystemen mit besser definierten Grenzflächen erklärt werden. Zusätzlich wäre in Schichtsystemen mit schärferen Grenzflächen auch der Übergang zu zweidimensionalem magnetischen Verhalten und die damit verbundenen Effekte leichter zu untersuchen. Ein Hinweis darauf, dass diese Effekte sehr wahrscheinlich beobachtet werden können, ist das in dieser Arbeit nachgewiesene Absinken der Curie-Temperatur bei den Proben mit dünneren Eisenschichten als 2 Å.

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich ganz herzlich bei den Leuten bedanken, die entscheidend zu dieser Arbeit beigetragen haben. Mein Dank gilt

- **Prof. Dr. Thomas Brückel** dafür, dass er diese Arbeit am Institut für Streumethoden nicht nur möglich gemacht hat, sondern auch durch viele interessante Anregungen die Durchführung und Auswertung vorangetrieben hat.
- **Prof. Dr. Matthias Wuttig** für die Übernahme der Zweitkorrektur dieser Diplomarbeit.
- **Dr. Ulrich Rücker** für die hervorragende und vorbildliche Betreuung und Unterstützung. Er hat maßgeblich zum Gelingen jedes einzelnen Teils dieser Arbeit beigetragen und mir bei der Lösung aller auftretenden Probleme physikalischer und technischer Art geholfen.
- **Dr. Stefan Mattauch** für die Betreuung und die Hilfe bei der Durchführung der Neutronenreflektometriemessungen im FRM-II am TREFF in Garching.
- **Harald Schneider** für die technische Unterstützung der Messungen am TREFF, vor allem bei den Tieftemperaturmessungen.
- **Dr. Emmanuel Kentzinger** für die Bereitstellung und Optimierung der Simulationsprogramme und die Hilfe bei der Auswertung und der Diskussion der Messergebnisse.
- **Dr. Denis Korolkov** für das Erstellen der AFM-Bilder.

Beim gesamten Institut für Streumethoden möchte ich mich für die freundliche Aufnahme, die angenehme Arbeitsatmosphäre und die Hilfe bei physikalischen und technischen Problemen aller Art bedanken.

Und schließlich danke ich meiner gesamten Familie für deren stetige Unterstützung in jeder Hinsicht - natürlich nicht nur während dieser Arbeit -, ohne die das Studium in dieser Weise nicht möglich gewesen wäre.

Literaturverzeichnis

- [1] M.N. Baibich, J.M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Reuzet, A. Friedrich und J. Chazelas: *Giant magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr magnetic superlattices*. Phys. Rev. Lett. **61** (1988), 2472-5.
- [2] G. Binasch, P. Grünberg, F. Saurenbach und W. Zinn: *Enhanced magnetoresistance in exchange coupled layered magnetic structures*. Phys. Rev. B **39** (1989), 4828-30.
- [3] B.H. Verbeek, G.J. Nieuwenhuys und J.A. Mydosh: *Inhomogeneous ferromagnetic ordering in PdFe and PdMn alloys studied via small-angle neutron scattering*. Phys. Rev. B **22** (1980), 5426-40.
- [4] U. Gradmann in *Ultrathin transition metal films (Ed.: K.H.J. Buschow)*. Elsevier Science Publishers, Amsterdam, 1993.
- [5] U. Gradmann, T. Dürkop, H.J. Elmers: *Magnetic moments and anisotropies in smooth and rough surfaces and interfaces*. J. Magn. Mater. **165** (1997), 56-61.
- [6] J. Kohlhepp, H. Fritzsche, H.J. Elmers, U. Gradmann: *Magnetic polarization of epitaxial Cr and Pd by a Co(0001) substrate*. J. Magn. Mater. **148** (1995), 95-6.
- [7] Diverse: *Magnetische Schichtsysteme - 30. Ferienkurs des Instituts für Festkörperforschung*. Forschungszentrum Jülich, 1999.
- [8] G. Daalderop, P. Kelly und M. Schuurmans: *Magnetic anisotropy from first principles - Vol.I*, Springer, New York, 1994.
- [9] P. Bruno: *Physical origins and theoretical models of magnetic anisotropy*. Forschungszentrum Jülich, 1993
- [10] Th. Brückel, G. Heger, D. Richter und R. Zorn: *Neutron Scattering - Laboratory Course - Lectures*. Vol. 38, Forschungszentrum Jülich, 2007
- [11] U. Rücker: *Magnetische Kopplungsphänomene in epitaktischen Schichtsystemen aus Eisen und dem ferromagnetischen Halbleiter Europiumsulfid*. Berichte des Forschungszentrum Jülich, 3541 ().
- [12] A. Glavic: *Interferenzlithografie zur Erzeugung magnetischer Nanostrukturen*. Diplomarbeit RWTH Aachen (2008).
- [13] B.F.P. Roos, A.R. Frank, S.O. Demokritov, B. Hillebrands: *Epitaxial growth of metastable Pd(001) on BCC-Fe(001)*. J. Magn. Mater. **198-199** (1999), 725-7.
- [14] J. Brona, A. Ciszewski: *Ultrathin films of Pd on Nb(111): Intermixing and effect of formation of a surface alloy*. Phys. Rev. B **69** (2004), 115408-1-6.
- [15] D.E. Bürgler, C.M. Schmidt, J.A. Wolf, T.M. Schaub, H.-J. Güntherodt: *Ag films on Fe/GaAs(001): From clean surfaces to atomic Ga structures*. Surf. Sc. **366** (1996), 295-305.
- [16] D.E. Bürgler, C.M. Schmidt, D.M. Schaller, F. Meisinger, R. Hofer and H.-J. Güntherodt: *Optimized epitaxial growth of Fe on Ag(001)*. Phys. Rev. B **56** (1997), 4149-58.
- [17] Roos, Maile: *Werkstoffkunde für Ingenieure*. 2. überarbeitete Auflage, Springer Berlin Heidelberg, 2005.

- [18] F.P Fehlner and N.F. Mott: *Low-Temperature Oxidation*. Oxidation of Metals, vol. 2, no. 1, 1970.
- [19] M. Feyngenson, E. Kentzinger, N. Ziegenhagen, U. Rücker, G. Goerigk, Y. Wang, T. Brückel: *Contrast variation by anomalous X-ray scattering applied to investigation of the interface morphology in a giant magnetoresistance Fe/Cr/Fe trilayer*. J. of Appl. Cryst. **40** (2007), 532-538.
- [20] Center for x-ray optics, URL: <http://www-cxro.lbl.gov/>
- [21] V.F. Fears: *Neutron scattering lengths and cross sections*. Neutron News **3** (1992), 26.
- [22] J. Stahn et al.: *Magnetic proximity effect in perovskite superconductor/ferromagnet multilayers*. Phys. Rev. B **71** (2005), 140509(R).
- [23] S. Bedanta et al.: *Modulated magnetization depth profile in dipolarly coupled magnetic multilayers*. Phys. Rev. B **74** (2006), 54426-1-5.

A Eingabedateien der Reflektometriesimulationen

In diesem Abschnitt sind die Eingabedateien für die Röntgen- und Neutronenreflektometriesimulationen der verschiedenen Proben zu sehen. Sie enthalten die Daten, die für die bestmögliche Anpassung an die Messdaten ermittelt worden sind. Die daraus resultierenden Simulationskurven sind zusammen mit den Messungen in der Auswertung (Kapitel 5) gezeigt.

A.1 Röntgenreflektometrie

Pd22

8048.0	energy		28.9	delta layer * 1.0e6	18
786	no. of measured points		11.7	delta/beta layer	19
			5.45	layer roughness (in A)	20
23	number of interfaces				
	(including the one		13.1	layer thickness (in A)	21
	with air)		27.8	delta layer * 1.0e6	22
			7.78	delta/beta layer	23
1.08	layer thickness (in A)	1	3.84	layer roughness (in A)	24
3.87	delta layer * 1.0e6	2			
11.7	delta/beta layer	3	162.2	layer thickness (in A)	25
2.13	layer roughness (in A)	4	24.3	delta layer * 1.0e6	26
			7.78	delta/beta layer	27
152.0	layer thickness (in A)	5	3.61	layer roughness (in A)	28
28.9	delta layer * 1.0e6	6			
11.7	delta/beta layer	7	150.5	layer thickness (in A)	29
13.2	layer roughness (in A)	8	28.9	delta layer * 1.0e6	30
			11.7	delta/beta layer	31
13.1	layer thickness (in A)	9	4.72	layer roughness (in A)	32
27.8	delta layer * 1.0e6	10			
7.78	delta/beta layer	11	13.1	layer thickness (in A)	33
7.96	layer roughness (in A)	12	27.8	delta layer * 1.0e6	34
			7.78	delta/beta layer	35
162.2	layer thickness (in A)	13	3.84	layer roughness (in A)	36
24.3	delta layer * 1.0e6	14			
7.78	delta/beta layer	15	162.2	layer thickness (in A)	37
12.1	layer roughness (in A)	16	24.3	delta layer * 1.0e6	38
			7.78	delta/beta layer	39
150.5	layer thickness (in A)	17	3.61	layer roughness (in A)	40

			3.84	layer roughness (in A)	60
150.5	layer thickness (in A)	41			
28.9	delta layer * 1.0e6	42	162.2	layer thickness (in A)	61
11.7	delta/beta layer	43	24.3	delta layer * 1.0e6	62
4.72	layer roughness (in A)	44	7.78	delta/beta layer	63
			3.61	layer roughness (in A)	64
13.1	layer thickness (in A)	45			
27.8	delta layer * 1.0e6	46	150.5	layer thickness (in A)	65
7.78	delta/beta layer	47	28.9	delta layer * 1.0e6	66
3.84	layer roughness (in A)	48	11.7	delta/beta layer	67
			4.72	layer roughness (in A)	68
162.2	layer thickness (in A)	49			
24.3	delta layer * 1.0e6	50	29.4	delta substrate * 1.0e6	69
7.78	delta/beta layer	51	11.7	delta/beta substrate	70
3.61	layer roughness (in A)	52	1.00	substrate's roughness (in A)	71
150.5	layer thickness (in A)	53			
28.9	delta layer * 1.0e6	54	150	background	72
11.7	delta/beta layer	55	3.29	resolution in q (sigma, in 1e-3 A**-1)	73
4.72	layer roughness (in A)	56	600	scaling factor*1e-6	74
13.1	layer thickness (in A)	57			
27.8	delta layer * 1.0e6	58	2.3	theta_max (in deg.) for recalibration	
7.78	delta/beta layer	59			

Pd13

8048.0	energy				
786	no. of measured points		173.7	layer thickness (in A)	13
			26.9	delta layer * 1.0e6	14
23	number of interfaces (including the one with air)		11.7	delta/beta layer	15
			10.5	layer roughness (in A)	16
			9.58	layer thickness (in A)	17
11.3	layer thickness (in A)	1	24.0	delta layer * 1.0e6	18
6.37	delta layer * 1.0e6	2	7.5	delta/beta layer	19
11.7	delta/beta layer	3	9.52	layer roughness (in A)	20
7.58	layer roughness (in A)	4			
			173.7	layer thickness (in A)	21
159.8	layer thickness (in A)	5	26.9	delta layer * 1.0e6	22
26.9	delta layer * 1.0e6	6	11.7	delta/beta layer	23
11.7	delta/beta layer	7	8.51	layer roughness (in A)	24
17.4	layer roughness (in A)	8			
			9.58	layer thickness (in A)	25
9.58	layer thickness (in A)	9	24.0	delta layer * 1.0e6	26
24.0	delta layer * 1.0e6	10	7.5	delta/beta layer	27
7.5	delta/beta layer	11	5.24	layer roughness (in A)	28
11.7	layer roughness (in A)	12			

173.7	layer thickness (in A)	29			
26.9	delta layer * 1.0e6	30	9.58	layer thickness (in A)	65
11.7	delta/beta layer	31	24.0	delta layer * 1.0e6	66
5.50	layer roughness (in A)	32	11.7	delta/beta layer	67
			5.24	layer roughness (in A)	68
9.58	layer thickness (in A)	33			
24.0	delta layer * 1.0e6	34	173.7	layer thickness (in A)	69
7.5	delta/beta layer	35	26.9	delta layer * 1.0e6	70
5.24	layer roughness (in A)	36	11.7	delta/beta layer	71
			5.50	layer roughness (in A)	72
173.7	layer thickness (in A)	37			
26.9	delta layer * 1.0e6	38	9.58	layer thickness (in A)	73
11.7	delta/beta layer	39	24.0	delta layer * 1.0e6	74
5.50	layer roughness (in A)	40	7.5	delta/beta layer	75
			5.24	layer roughness (in A)	76
9.58	layer thickness (in A)	41			
24.0	delta layer * 1.0e6	42	173.7	layer thickness (in A)	77
7.5	delta/beta layer	43	26.9	delta layer * 1.0e6	78
5.24	layer roughness (in A)	44	11.7	delta/beta layer	79
			2.29	layer roughness (in A)	80
173.7	layer thickness (in A)	45			
26.9	delta layer * 1.0e6	46	9.58	layer thickness (in A)	81
11.7	delta/beta layer	47	24.0	delta layer * 1.0e6	82
5.50	layer roughness (in A)	48	7.5	delta/beta layer	83
			0.46	layer roughness (in A)	84
9.58	layer thickness (in A)	49			
24.0	delta layer * 1.0e6	50	173.7	layer thickness (in A)	85
7.5	delta/beta layer	51	26.9	delta layer * 1.0e6	86
5.24	layer roughness (in A)	52	11.7	delta/beta layer	87
			1.44	layer roughness (in A)	88
173.7	layer thickness (in A)	53			
26.9	delta layer * 1.0e6	54	29.4	delta substrate * 1.0e6	89
11.7	delta/beta layer	55	11.7	delta/beta substrate	90
5.50	layer roughness (in A)	56	2.91	substrate's roughness (in A)	91
9.58	layer thickness (in A)	57			
24.0	delta layer * 1.0e6	58	130	background	92
7.5	delta/beta layer	59	3.19	resolution in q (sigma, in 1e-3 A**-1)	93
5.24	layer roughness (in A)	60			
			410	scaling factor*1e-6	94
173.7	layer thickness (in A)	61			
26.9	delta layer * 1.0e6	62	2.3	theta_max (in deg.) for recalibration	
11.7	delta/beta layer	63			
5.50	layer roughness (in A)	64			

Pd14

8048.0	energy	786	no. of measured points
--------	--------	-----	------------------------

			176.7	layer thickness (in A)	37
23	number of interfaces (including the one with air)		29.0	delta layer * 1.0e6	38
			11.7	delta/beta layer	39
			7.06	layer roughness (in A)	40
17.9	layer thickness (in A)	1	3.17	layer thickness (in A)	41
18.9	delta layer * 1.0e6	2	22.9	delta layer * 1.0e6	42
11.7	delta/beta layer	3	7.78	delta/beta layer	43
13.2	layer roughness (in A)	4	8.23	layer roughness (in A)	44
163.8	layer thickness (in A)	5	176.7	layer thickness (in A)	45
29.0	delta layer * 1.0e6	6	29.0	delta layer * 1.0e6	46
11.7	delta/beta layer	7	11.7	delta/beta layer	47
20.0	layer roughness (in A)	8	7.06	layer roughness (in A)	48
3.17	layer thickness (in A)	9	3.17	layer thickness (in A)	49
22.9	delta layer * 1.0e6	10	22.9	delta layer * 1.0e6	50
7.78	delta/beta layer	11	7.78	delta/beta layer	51
5.18	layer roughness (in A)	12	8.23	layer roughness (in A)	52
176.7	layer thickness (in A)	13	176.7	layer thickness (in A)	53
29.0	delta layer * 1.0e6	14	29.0	delta layer * 1.0e6	54
11.7	delta/beta layer	15	11.7	delta/beta layer	55
5.19	layer roughness (in A)	16	7.06	layer roughness (in A)	56
3.17	layer thickness (in A)	17	3.17	layer thickness (in A)	57
22.9	delta layer * 1.0e6	18	22.9	delta layer * 1.0e6	58
7.78	delta/beta layer	19	7.78	delta/beta layer	59
9.78	layer roughness (in A)	20	8.23	layer roughness (in A)	60
176.7	layer thickness (in A)	21	176.7	layer thickness (in A)	61
29.0	delta layer * 1.0e6	22	29.0	delta layer * 1.0e6	62
11.7	delta/beta layer	23	11.7	delta/beta layer	63
9.44	layer roughness (in A)	24	7.06	layer roughness (in A)	64
3.17	layer thickness (in A)	25	3.17	layer thickness (in A)	65
22.9	delta layer * 1.0e6	26	22.9	delta layer * 1.0e6	66
7.78	delta/beta layer	27	7.78	delta/beta layer	67
8.23	layer roughness (in A)	28	8.23	layer roughness (in A)	68
176.7	layer thickness (in A)	29	176.7	layer thickness (in A)	69
29.0	delta layer * 1.0e6	30	29.0	delta layer * 1.0e6	70
11.7	delta/beta layer	31	11.7	delta/beta layer	71
7.06	layer roughness (in A)	32	7.06	layer roughness (in A)	72
3.17	layer thickness (in A)	33	3.17	layer thickness (in A)	73
22.9	delta layer * 1.0e6	34	22.9	delta layer * 1.0e6	74
7.78	delta/beta layer	35	7.78	delta/beta layer	75
8.23	layer roughness (in A)	36	8.23	layer roughness (in A)	76

176.7	layer thickness (in A)	77			
29.0	delta layer * 1.0e6	78	29.4	delta substrate * 1.0e6	89
11.7	delta/beta layer	79	11.7	delta/beta substrate	90
4.11	layer roughness (in A)	80	1.02	substrate's roughness (in A)	91
3.17	layer thickness (in A)	81			
22.9	delta layer * 1.0e6	82	200	background	92
7.78	delta/beta layer	83	4.38	resolution in q (sigma, in 1e-3 A**-1)	93
5.14	layer roughness (in A)	84	1050	scaling factor*1e-6	94
176.7	layer thickness (in A)	85			
29.0	delta layer * 1.0e6	86	2.3	theta_max (in deg.) for recalibration	
11.7	delta/beta layer	87			
1.54	layer roughness (in A)	88			

A.2 Neutronenreflektometrie

Pd30

4.00	first slit opening (mm)		
0.80	second slit opening		
10.00	sample length		
2270.00	distance from first slit to sample		
450.00	distance from second slit to sample	470.0	
Pd30_290K_uu.ref			
68	ndata_pp		
Pd30_290K_dd.ref			
68	ndata_mm		
4.73	wavelength (in Angstroem)		
0.01	rms (in A)	0.021	
6	number of layers on top of the layer		
149.5	thickness in (A)	Pd	1
3.28	Re of nuclear scattering length density Nb'	(in A**-2) *1e6	2
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb''	(in A**-2) *1e6	3
0.00	magnetic scattering length density Np	(in A**-2) *1e6	4
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)		5
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)		6
12.1	sigma (in A)		7
5.07	thickness in (A)	Fe/Pd	8
4.47	Re of nuclear scattering length density Nb'	(in A**-2) *1e6	9
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb''	(in A**-2) *1e6	10

0.99	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	11
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	12
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	13
21.2	sigma (in A)	14
151.3	thickness in (A) Fe	15
8.73	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	16
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	17
4.67	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	18
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	19
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	20
28.3	sigma (in A)	21
149.5	thickness in (A) Pd	22
3.28	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	23
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	24
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	25
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	26
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	27
23.3	sigma (in A)	28
5.07	thickness in (A) Fe/Pd	29
4.47	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	30
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	31
0.99	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	32
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	33
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	34
4.45	sigma (in A)	35
151.3	thickness in (A) Fe	36
8.73	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	37
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	38
4.67	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	39
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	40
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	41
40.2	sigma (in A)	42
3	number of layers in the (magnetic) unit cell	
149.5	thickness in (A) Pd	43
3.28	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	44
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	45
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	46
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	47
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	48
21.7	sigma (in A)	49
5.07	thickness in (A) Fe/Pd	50
4.47	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	51
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	52

0.99	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	53
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	54
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	55
9.88	sigma (in A)	56
151.3	thickness in (A) Fe	57
8.73	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	58
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	59
4.67	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	60
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	61
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	62
44.7	sigma (in A)	63
13	number of such cell in the multilayer stack	
1	number of layers below the multilayer stack	
151.0	thickness in (A) Pd	64
3.28	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	65
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	66
1.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	67
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	68
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	69
13.4	sigma (in A)	70
3.28	substrate's Re of Nb' (in A**-2) *1e6 Ag	71
9.77e-03	substrate's Nb'' Im of Nb'' (in A**-2) *1e6	72
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	73
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	74
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	75
10.4	sigma (in A)	76
2700	scaling factor	77
28000	background	78

Pd13

4.00	first slit opening (mm)
0.80	second slit opening
10.00	sample length
2270.00	distance from first slit to sample
450.00	distance from second slit to sample 470.0

Pd-13_6K_15A_uu.ref

88 ndata_pp

Pd-13_6K_15A_dd.ref

88 ndata_mm

4.73	wavelength (in Angstroem)		
0.05	rms (in A)		
4	number of layers on top of the layer		
171.1	thickness in (A)	Pd	1
3.35	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6		2
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6		3
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6		4
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)		5
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)		6
16.4	sigma (in A)		7
14.4	thickness in (A)	Fe	8
4.72	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6		9
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6		10
2.19	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6		11
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)		12
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)		13
11.3	sigma (in A)		14
171.1	thickness in (A)	Pd	15
3.35	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6		16
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6		17
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6		18
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)		19
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)		20
11.3	sigma (in A)		21
14.4	thickness in (A)	Fe	22
4.72	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6		23
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6		24
2.19	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6		25
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)		26
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)		27
11.3	sigma (in A)		28
2	number of layers in the (magnetic) unit cell		
171.1	thickness in (A)	Pd	29
3.35	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6		30
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6		31
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6		32
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)		33
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)		34
11.2	sigma (in A)		35
14.4	thickness in (A)	Fe	36
4.72	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6		37

5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	38
2.19	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	39
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	40
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	41
6.05	sigma (in A)	42
8	number of such cell in the multilayer stack	
1	number of layers below the multilayer stack	
171.0	thickness in (A) Pd	43
3.35	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	44
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	45
1.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	46
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	47
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	48
3.00	sigma (in A)	49
3.50	substrate's Re of Nb' (in A**-2) *1e6 Ag	50
9.77e-03	substrate's Nb'' Im of Nb'' (in A**-2) *1e6	51
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	52
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	53
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	54
2.00	sigma (in A)	55
0.28	scaling factor	56
4.00	background	57

Pd14

4.00	first slit opening (mm)
0.80	second slit opening
10.00	sample length
2270.00	distance from first slit to sample
450.00	distance from second slit to sample 470.0

Pd-14_RT_uu.txt.ref

63 ndata_pp

Pd-14_RT_dd.txt.ref

63 ndata_mm

4.73 wavelength (in Angstroem)

0.05 rms (in A)

4 number of layers on top of the layer

174.7	thickness in (A)	Pd	1
-------	------------------	----	---

3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	2
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	3
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	4
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	5
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	6
18.0	sigma (in A)	7
4.29	thickness in (A) Fe	8
5.54	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	9
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	10
2.91	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	11
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	12
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	13
18.3	sigma (in A)	14
174.7	thickness in (A) Pd	15
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	16
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	17
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	18
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	19
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	20
20.2	sigma (in A)	21
4.29	thickness in (A) Fe	22
5.54	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	23
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	24
2.91	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	25
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	26
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	27
15.1	sigma (in A)	28
2	number of layers in the (magnetic) unit cell	
174.7	thickness in (A) Pd	29
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	30
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	31
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	32
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	33
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	34
13.8	sigma (in A)	35
4.29	thickness in (A) Fe	36
5.54	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	37
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	38
2.91	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	39
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	40
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	41
9.70	sigma (in A)	42
8	number of such cell in the multilayer stack	

1	number of layers below the multilayer stack	
174.7	thickness in (A)	Pd 43
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	44
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	45
1.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	46
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	47
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	48
5.30	sigma (in A)	49
3.50	substrate's Re of Nb' (in A**-2) *1e6	Ag 50
9.77e-03	substrate's Nb'' Im of Nb'' (in A**-2) *1e6	51
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	52
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	53
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	54
1.00	sigma (in A)	55
0.54	scaling factor	56
5.00	background	57

Pd27 - Raumtemperatur

4.00	first slit opening (mm)
0.80	second slit opening
10.00	sample length
2270.00	distance from first slit to sample
450.00	distance from second slit to sample 470.0

Pd27_290K_0A_uu.ref

41 ndata_pp

Pd27_290K_oA_dd.ref

41 ndata_mm

4.73	wavelength (in Angstroem)
0.05	rms (in A)

2 number of layers on top of the layer

148.0	thickness in (A)	Pd 1
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	2
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	3
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	4
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	5
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	6
32.0	sigma (in A)	7

2.50	thickness in (A)	Fe	8
4.23	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6		9
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6		10
2.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6		11
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)		12
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)		13
13.2	sigma (in A)		14
2	number of layers in the (magnetic) unit cell		
148.0	thickness in (A)	Pd	15
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6		16
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6		17
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6		18
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)		19
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)		20
26.5	sigma (in A)		21
2.50	thickness in (A)	Fe	22
4.23	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6		23
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6		24
2.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6		25
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)		26
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)		27
22.1	sigma (in A)		28
12	number of such cell in the multilayer stack		
3	number of layers below the multilayer stack		
148.0	thickness in (A)	Pd	29
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6		30
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6		31
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6		32
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)		33
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)		34
5.78	sigma (in A)		35
2.50	thickness in (A)	Fe	36
4.23	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6		37
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6		38
2.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6		39
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)		40
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)		41
29.1	sigma (in A)		42
148.0	thickness in (A)	Pd	43
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6		44
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6		45
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6		46

90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	47
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	48
27.5	sigma (in A)	49
3.50	substrate's Re of Nb' (in A**-2) *1e6 Ag	50
9.77e-03	substrate's Nb'' Im of Nb'' (in A**-2) *1e6	51
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	52
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	53
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	54
2.00	sigma (in A)	55
3500	scaling factor	56
20000	background	57

Pd27 - 6 Kelvin

4.00	first slit opening (mm)	
0.80	second slit opening	
10.00	sample length	
2270.00	distance from first slit to sample	
450.00	distance from second slit to sample	470.0
Pd27_6K_30A_uu.ref		
41	ndata_pp	
Pd27_6K_30A_dd.ref		
41	ndata_mm	
4.73	wavelength (in Angstroem)	
0.05	rms (in A)	
2	number of layers on top of the layer	
148.0	thickness in (A) Pd	1
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	2
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	3
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	4
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	5
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	6
32.0	sigma (in A)	7
2.50	thickness in (A) Fe	8
4.23	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	9
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	10
1.03	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	11
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	12
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	13
13.2	sigma (in A)	14

24	number of layers in the (magnetic) unit cell	
148.0	thickness in (A)	Pd 15
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	16
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	17
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	18
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	19
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	20
26.5	sigma (in A)	21
2.50	thickness in (A)	Fe 22
4.23	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	23
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	24
4.54	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	25
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	26
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	27
22.1	sigma (in A)	28
148.0	thickness in (A)	Pd 29
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	30
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	31
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	32
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	33
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	34
26.5	sigma (in A)	35
2.50	thickness in (A)	Fe 36
4.23	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	37
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	38
5.08	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	39
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	40
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	41
22.1	sigma (in A)	42
148.0	thickness in (A)	Pd 43
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	44
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	45
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	46
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	47
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	48
26.5	sigma (in A)	49
2.50	thickness in (A)	Fe 50
4.23	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	51
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	52
4.97	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	53
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	54
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	55
22.1	sigma (in A)	56

148.0	thickness in (A)	Pd	57
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6		58
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6		59
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6		60
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)		61
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)		62
26.5	sigma (in A)		63
2.50	thickness in (A)	Fe	64
4.23	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6		65
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6		66
3.86	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6		67
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)		68
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)		69
22.1	sigma (in A)		70
148.0	thickness in (A)	Pd	71
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6		72
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6		73
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6		74
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)		75
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)		76
26.5	sigma (in A)		77
2.50	thickness in (A)	Fe	78
4.23	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6		79
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6		80
4.25e-02	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6		81
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)		82
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)		83
22.1	sigma (in A)		84
148.0	thickness in (A)	Pd	85
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6		86
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6		87
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6		88
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)		89
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)		90
26.5	sigma (in A)		91
2.50	thickness in (A)	Fe	92
4.23	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6		93
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6		94
5.19	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6		95
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)		96
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)		97
22.1	sigma (in A)		98
148.0	thickness in (A)	Pd	99

3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	100
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	101
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	102
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	103
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	104
26.5	sigma (in A)	105
2.50	thickness in (A) Fe	106
4.23	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	107
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	108
0.75	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	109
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	110
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	111
22.1	sigma (in A)	112
148.0	thickness in (A) Pd	113
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	114
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	115
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	116
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	117
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	118
26.5	sigma (in A)	119
2.50	thickness in (A) Fe	120
4.23	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	121
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	122
6.51	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	123
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	124
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	125
22.1	sigma (in A)	126
148.0	thickness in (A) Pd	127
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	128
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	129
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	130
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	131
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	132
26.5	sigma (in A)	133
2.50	thickness in (A) Fe	134
4.23	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	135
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	136
1.63	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	137
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	138
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	139
22.1	sigma (in A)	140
148.0	thickness in (A) Pd	141
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	142
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	143

0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	144
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	145
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	146
26.5	sigma (in A)	147
2.50	thickness in (A) Fe	148
4.23	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	149
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	150
1.81	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	151
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	152
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	153
22.1	sigma (in A)	154
148.0	thickness in (A) Pd	155
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	156
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	157
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	158
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	159
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	160
26.5	sigma (in A)	161
2.50	thickness in (A) Fe	162
4.23	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	163
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	164
3.09	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	165
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	166
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	167
22.1	sigma (in A)	168
148.0	thickness in (A) Pd	169
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	170
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	171
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	172
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	173
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	174
26.5	sigma (in A)	175
2.50	thickness in (A) Fe	176
4.23	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	177
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	178
2.19	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	179
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	180
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	181
22.1	sigma (in A)	182
1	number of such cell in the multilayer stack	
3	number of layers below the multilayer stack	
148.0	thickness in (A) Pd	183

3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	184
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	185
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	186
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	187
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	188
5.78	sigma (in A)	189
2.50	thickness in (A) Fe	190
4.23	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	191
5.5e-04	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	192
23.0	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	193
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	194
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	195
29.1	sigma (in A)	196
148.0	thickness in (A) Pd	197
3.90	Re of nuclear scattering length density Nb' (in A**-2) *1e6	198
1.26e-03	Im of nuclear scattering length density Nb'' (in A**-2) *1e6	199
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	200
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	201
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	202
27.5	sigma (in A)	203
3.50	substrate's Re of Nb' (in A**-2) *1e6 Ag	204
9.77e-03	substrate's Nb'' Im of Nb'' (in A**-2) *1e6	205
0.00	magnetic scattering length density Np (in A**-2) *1e6	206
90.00	theta [deg.] (0 on z, 90 on x-y plane)	207
90.00	phi [deg.] (0 on x, 90 on y)	208
2.00	sigma (in A)	209
3500	scaling factor	210
20000	background	211

B. Abbildungsverzeichnis

2.1	Streugeometrie mit den hier verwendeten Definitionen der Richtungen und Winkel (entnommen aus [10])	17
2.2	Streugeometrie für eine elastische Reflektometriemessung	18
2.3	Kontinuumsbeschreibung der Probe bei Streuung unter streifendem Einfall (entnommen aus [10])	22
2.4	Skizze zur Veranschaulichung der Bragg-Bedingung Gleichung 2.71 (entnommen aus [7])	24
2.5	Einfluss der Rauigkeiten der verschiedenen Oberflächen auf die Reflektivitätskurve einer 500 Å dicken Eisenschicht auf einem Silbersubstrat (entnommen aus [7])	25
3.1	Aufbau der MBE-Anlage (entnommen aus [11])	27
3.2	Skizze zur Schichtdickenbestimmung durch einen Schwingquarz: Aus der auf dem Schwingquarz deponierten Masse lässt mit Hilfe der Raumwinkelemente S_{G1}/S_{G2} für die große bzw. S_{K1}/S_{K2} für die kleine direkte Quelle die aufgedampfte Schichtdicke bestimmen	28
3.3	Aufbau des Röntgenreflektometers (entnommen aus [12])	31
3.4	Aufbau des TREFF-Instrumentes am FRM II (entnommen aus [12])	33
4.1	LEED Analyse während der Substratpräparation: (a) Sauberer GaAs-Wafer; (b) 10 Å Eisen-Keimschicht; (c) 5 Å Eisen-Keimschicht: Die LEED Struktur ist zwar wesentlich schwächer als bei einer dickeren Keimschicht, die Struktur des darauf aufwachsenden Silbers wird jedoch nicht beeinflusst; (d) 3 Å Eisen-Keimschicht: Die LEED Struktur unterscheidet sich stark von den vorherigen. Silber wächst auf dieser Keimschicht nicht mehr in der gewünschten (100) Richtung auf; (e) 1500 Å Silber-Pufferschicht vor dem Tempern; (f) 1500 Å Silber-Pufferschicht nach einstündigem Tempern bei 300 °C: Die Spots sind kleiner und schärfer.	36
4.2	Aufdampfen der ersten Palladiumschicht bei konstanter Temperatur. Links: Deposition bei Raumtemperatur; oben: LEED Bild einer 150 nm dicken Schicht, unten: AES Bild derselben Schicht. Zu sehen ist nur das für Palladium typische Spektrum mit Peaks bei Elektronenenergien von 279 und 330 eV. Rechts: Deposition bei 120 °C; oben: LEED Bild einer 150 nm dicken Schicht. Die Spots sind wesentlich schärfer als die der bei Raumtemperatur hergestellten Palladiumschicht, was auf eine bessere Oberflächenqualität schließen lässt; unten: AES Bild derselben Schicht: Zusätzlich zum Palladiumspektrum ist nun auch der Hauptpeak des Silberspektrums bei 356 eV deutlich zu erkennen. Während der Deposition ist also Silber mit in die Palladiumschicht diffundiert.	38
4.3	AES Analyse einer getemperten Palladiumschicht: Es ist nicht möglich die Oberflächenqualität einer bei Raumtemperatur deponierten Schicht (siehe (a)) durch Tempern zu verbessern, da bereits nach einstündigem Erwärmen auf 130 °C Silber in die Schicht diffundiert (siehe (b)). Die Oberfläche bleibt trotzdem unverändert wie in 4.2.	38
4.4	Aufdampftemperatur und Aufdampftrate während des Aufdampfens der ersten Palladiumschicht	39

4.5	Deposition der ersten Palladiumschicht durch eine variable Aufdampftemperatur: (a) LEED Bild und (b) AES Spektrum einer 150 Å dicken Palladiumschicht . . .	41
4.6	AFM Bild einer 150 Å dicken Palladiumschicht auf Silber. Die Ausschnittgröße beträgt 1 µm ² , der maximale Farbkontrast entspricht einem Höhenunterschied von 5 nm)	42
4.7	LEED Bild einer 9 Å dicken Eisenschicht auf Palladium	42
4.8	AES Analyse einer 6 Å dicken Eisenschicht auf Palladium. rot: direkt nach der Deposition; blau: nach 16-stündigem Tempern bei 120 °C. Zu sehen sind jeweils die Hauptpeaks des Palladium- und Eisenspektrums bei Elektronenenergien von 330 eV bzw. 703 eV, wobei die blauen Kurven der Übersicht wegen um +50 eV verschoben worden sind	43
4.9	LEED Analyse eines Pd/Fe Multilayersystems mit 2 Å Eisenschichten in 150 Å dicken Palladiumschichten. Deutlich zu erkennen ist die Schichtqualitätsabnahme in den Eisenschichten, deren LEED Struktur gegen Ende völlig verschwindet. Auch die Palladiumspots werden unschärfer	44
5.1	AFM-Bilder mehrerer Proben: Obere Zeile: Höhenbilder (Die Ausschnittgröße beträgt jeweils 1 µm ² , der maximale Farbkontrast entspricht einem Höhenunterschied von 6 nm); untere Zeile: Phasenbilder; von links nach rechts nimmt die Dicke der Eisenschichten ab (150 (Pd22), 10 (Pd13), 4 (Pd14) und 2 Å (Pd25))	46
5.2	Hysteresemessung eines puren Substrates ohne Schichtsystem (blau) und eines Schichtsystems mit 2 Å dicken Eisenschichten zwischen 150 Å dicken Palladiumschichten (Pd25) jeweils bei 2 K. Rot: Gleiche Rohdaten wie in der grünen Kurve, jedoch wurde das Substratsignal abgezogen.	47
5.3	Temperaturabhängigkeit des Hystereseverlaufs eines Schichtsystems mit 2 Å dicken Eisenschichten zwischen 150 Å dicken Palladiumschichten (Pd25) (Substratsignal ist bereits abgezogen)	47
5.4	Schichtdickenabhängigkeit des Hystereseverlaufs bei 2 K anhand der Schichtsysteme mit 4, 2 und 1 Å dicken Eisenschichten zwischen 150 Å dicken Palladiumschichten (Pd14, Pd25 und Pd26) (Substratsignal und paramagnetischer Hintergrund sind bereits abgezogen)	48
5.5	Temperaturabhängigkeit der Sättigungsmagnetisierung bei 3000 Oe der verschiedenen Proben (Substratsignal ist bereits abgezogen)	48
5.6	Ergebnisse der Reflektometriemessungen an den Proben mit gleich dicken Palladium und Eisenschichten: (a) Röntgenstreuung an Probe Pd22 (5 Perioden); (b) Neutronenstreuung an Probe Pd30 (15 Perioden) bei Raumtemperatur und Sättigungsfeld (etwa 2500 Oe)	53
5.7	Ergebnisse der Röntgen-Reflektometriemessungen; (a) Vergleich der Proben mit gleich dicken Eisen- und Palladiumschichten (Pd22: 5 Perioden, Pd30: 15 Perioden), (b) Vergleich der Proben mit dünnen Eisenschichten zwischen 10 Å und 4 Å	56
5.8	(a) Magnetfeldabhängigkeit der Neutronenmessungen an Probe Pd14 (4 Å dicke Eisenschichten) bei Raumtemperatur; (b) Temperaturabhängigkeit der Neutronenmessungen an Probe Pd13 (10 Å dicke Eisenschichten) bei Sättigungsfeld (etwa 2500 Oe).	58
5.9	Ergebnisse der Reflektometriemessungen an Probe Pd13 (10 Å dicke Eisenschichten); (a) Röntgenreflektometrie, (b) Neutronenreflektometrie bei 6 K und Sättigungsfeld (etwa 2500 Oe)	59
5.10	Ergebnisse der Reflektometriemessungen an Probe Pd14 (4 Å dicke Eisenschichten); (a) Röntgenreflektometrie, (b) Neutronenreflektometrie bei Raumtemperatur und Sättigungsfeld (etwa 2500 Oe)	60

5.11	Modell einer dünnen Eisenschicht in Palladium in den hergestellten Proben (Rot: Eisen, blau: Palladium. Nur die ferromagnetische geordneten magnetischen Momente sind eingezeichnet): Während die untere Grenzfläche gut definiert ist, verläuft die obere über einige Atomlagen. Palladium wird in Bereichen hoher Eisenkonzentration magnetisiert. Dafür haben Eisenatome in palladiumreichen Bereichen keine magnetische Ordnung.	63
5.12	Ergebnisse der Neutronen-Reflektometriemessung an Pd26 (1 Å dicke Eisenschichten) bei Sättigungsfeld (etwa 2500 Oe)	64
5.13	Ergebnisse der Neutronenreflektometriemessungen an Probe Pd27 (2 Å dicke Eisenschichten); (a) Magnetfeldabhängigkeit bei Raumtemperatur, (b) Temperaturabhängigkeit bei Sättigungsmagnetisierung (etwa 2500 Oe)	67

C. Verwendete Symbole

Physikalische Konstanten

$c = 3 \cdot 10^8 m/s$	Vakuumlichtgeschwindigkeit
$e = 1,6 \cdot 10^{-19} C$	Elementarladung
$\epsilon_0 = 8,9 \cdot 10^{-12} F/m$	Elektrische Feldkonstante
$\mu_0 = 1,3 \cdot 10^{-6} H/m$	Magnetische Feldkonstante
$\mu_B = 9,3 \cdot 10^{-24} J/T$	Bohrsches Magneton
$R = 8,3 J/(mol \cdot K)$	Universelle Gaskonstante

Elektromagnetismus

$\vec{D}$	elektrische Flussdichte
$\vec{B}$	magnetische Flussdichte
$\vec{H}$	magnetische Feldstärke
$\vec{E}$	elektrische Feldstärke
$\vec{M}$	Magnetisierung
$\vec{A}$	Vektorpotential
$\vec{S}$	gesamtes Spinmoment
ρ	Ladungsdichte
$\vec{j}$	Stromdichte
μ_r	Permeabilitätszahl
ϵ_r	Permittivitätszahl

Streuung

α_i	Winkel zwischen einfallender Welle und Probenoberfläche
α_f	Winkel zwischen gestreuter Welle und Probenoberfläche
$\vec{k}_i$	Wellenvektor der einfallenden Welle
$\vec{k}_f$	Wellenvektor der gestreuten Welle
$\vec{Q}$	Streuvektor
N	atomare Dichte
$b_r = b'_r + ib''_r$	komplexe Streulänge für Röntgenstreuung
$b_n = b'_n + ib''_n$	komplexe nukleare Streulänge für Neutronenstreuung
b_m	magnetische Streulänge für Neutronenstreuung