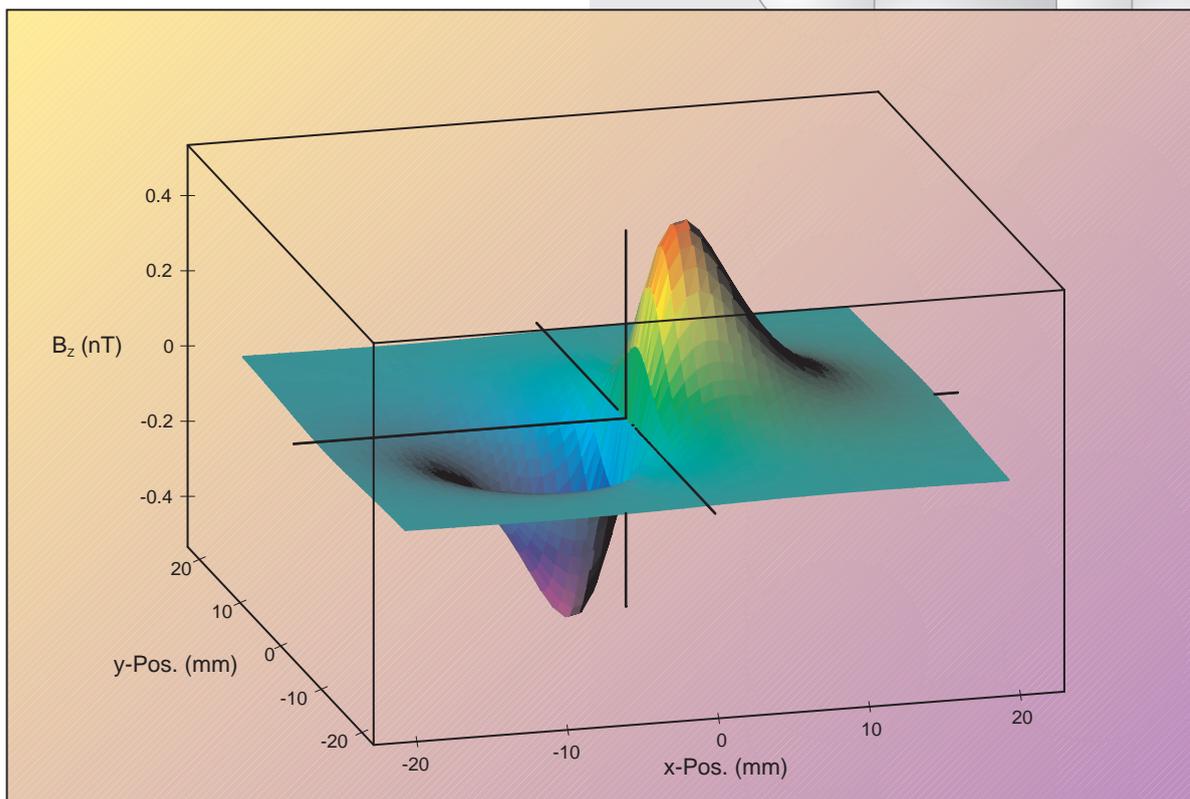


Messung der absoluten Magnetisierung von ultradünnen metallischen Filmen mittels UHV-SQUID-Magnetometrie



Messung der absoluten Magnetisierung von ultradünnen metallischen Filmen mittels UHV-SQUID-Magnetometrie

Diplomarbeit

vorgelegt

von

Kilian Lenz



Freie Universität Berlin

Institut für Experimentalphysik

im März 2002

Diese Diplomarbeit wurde zu 0% aus recycelten Spins hergestellt

Meinen Eltern

Vorwort

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurde der Magnetismus von ultradünnen Ni-Filmen auf einem Cu(001)-Einkristall zwischen 2 und 12 Monolagen sowie von Fe/V-Multilagen mittels UHV-SQUID-Magnetometrie untersucht.

Dabei wurde *in situ* im Ultrahochvakuum (UHV) die absolute Magnetisierung unbedeckter und mit Cu-bedeckter Ni-Filme temperaturabhängig im Bereich zwischen 40 und 300 K gemessen. Im 2. Teil meiner Diplomarbeit wurden verschiedene sog. Fe/V-Multilagen untersucht, die bereits in unserer Arbeitsgruppe mit anderen Methoden wie FMR (*Ferromagnetische Resonanz*), VSM (*Vibrationsmagnetometrie*), XMCD (*Magnetischer Röntgenzirkulardichroismus*) und ac-Suszeptibilität charakterisiert und gemessen wurden. Das Ziel hierbei war, absolute Werte für die temperaturabhängige Magnetisierung dünner Filme zu bestimmen und Erfahrungen mit der SQUID-Technik in Bezug auf Messungen von Multilagen und vorgefertigter Proben zu sammeln.

Das hierzu benutzte UHV-Hoch- T_C -SQUID-Magnetometer wurde von A. Ney im Rahmen seiner Doktorarbeit [1] konzipiert und gebaut. Meine Aufgabe war es, die von ihm begonnenen Untersuchungen an Ni/Cu(001)-Filmen fortzuführen und dabei die SQUID-Meßtechnik zu erlernen. Ein weiterer wesentlicher Teil bestand darin, die Meß- und Analysetechnik des SQUIDs weiterzuentwickeln. Damit einher ging auch das Erlernen der UHV-Technik und die Präparation ultradünner Filme im UHV.

Inhaltsverzeichnis

Vorwort	i
1. Einführung	1
2. Grundlagen	3
2.1. Magnetismus	3
2.1.1. Ferromagnetismus	6
2.1.2. Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung	8
2.1.3. Das Dipol-Streufeld dünner Filme	10
2.2. Josephson-Effekt und SQUID-Technik	15
2.2.1. Funktionsweise eines SQUID	15
3. Technische Details	19
3.1. Das UHV-SQUID	19
3.1.1. Kalibrierung des SQUID	22
3.1.2. Rauschen	24
3.2. Erweiterungen und Modifikationen der Apparatur	26
3.2.1. Vergrößerte μ -Metall-Abschirmung	27
3.2.2. Probenhalter für „ <i>ex situ</i> “-Proben	28
3.2.3. Temperaturmessung und -kalibrierung	29
4. Das System Ni/Cu(001)	33
4.1. Präparation von Ni/Cu(001)	33
4.2. Absolute Magnetisierung von 2 bis 12 ML Ni/Cu(001) mit/ohne Cu-Deckschicht	36
4.3. Totales magnetisches Moment von Ni	39
4.4. Diskussion widersprüchlicher Resultate („ <i>Contesting Results</i> “)	43
4.5. Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung und der β -Exponent	44
4.5.1. Temperaturabhängige Magnetisierung von 4,7 ML Ni/Cu(001)	46
4.5.2. Temperaturabhängige Magnetisierung von 4,2 ML Ni/Cu(001)	49

5. Fe_n/V_m-Multilagen	51
5.1. Temperaturabhängige Magnetisierung von Fe ₂ /V ₅	51
5.2. Temperaturabhängige Magnetisierung von Fe _{1,6} /V ₅	54
5.3. Magnetisierung von Fe ₄ /V ₂ bei Raumtemperatur	57
6. Diskussion	59
6.1. Fehlerquellen in temperaturabhängigen Messungen	59
6.1.1. Magnetischer Untergrund	59
6.1.2. Auswertung eines gemessenen Streufeldes	59
6.1.3. Temperatursteuerung	60
7. Zusammenfassung	61
A. Programme	63
A.1. Bedienungsanleitung für die Meß- und Auswertesoftware	63
A.1.1. Das Meßprogramm SSP-VER9	63
A.1.2. Berechnung der Streufeld-Fitkurven mit SQSIM	63
A.1.3. Benutzung des ORIGIN-Scripts zur Auswertung	65
A.2. Programmlistings	67
A.2.1. SQUID-Meßprogramm SSP-VER9.CPP	67
A.2.2. Streufeld-Simulation SQSIM.CPP	73
B. Technische Zeichnungen und Skizzen	79
B.1. Vergrößerte μ -Metall-Abschirmung	79
B.2. Halterung für vergrößerte Abschirmung	80
B.3. Neuer Probenhalter für <i>ex-situ</i> -Proben	81
C. Pallaplat-Temperaturtabelle	83
Abbildungsverzeichnis	85
Tabellenverzeichnis	87
Literaturverzeichnis	89
Danksagung	95

1. Einführung

Aus dem Gebiet des Magnetismus hat sich mit dem Dünnschicht-Magnetismus in den letzten vier Jahrzehnten ein immer größer werdender Forschungsschwerpunkt entwickelt. Die Forschung an dünnen Schichten wird nicht nur durch die Suche nach immer besseren und kleineren magnetischen Speichermedien mit einer immer größer werdenden Kapazität geprägt. Vielmehr wird die Grundlagenforschung auch durch das Bedürfnis angetrieben, die z. T. vom makroskopischen abweichenden Eigenschaften dieser magnetischen Materialien zu verstehen. Die Untersuchung von ultradünnen Schichten, die nur wenige Atomlagen dick sind, wurde erst durch immense Fortschritte in der Ultrahochvakuum-Technik ermöglicht. Erst seit einigen Jahren ist es möglich, höchstreine Metalle (>99,998%) herzustellen und damit Schichten in ausreichend hoher Qualität bei Drücken besser als $4 \cdot 10^{-10}$ mbar zu präparieren.

In diesem Zusammenhang steht auch die SQUID-Magnetometrie, die zwar seit langem schon existiert [2], aber erst in Kombination mit der UHV-Technik zu einem einzigartigen Meßinstrument geworden ist [3–5]. Nur durch diese *in situ* UHV-Technik ist es etwa möglich, den Einfluß einer Deckschicht auf den Magnetismus direkt zu messen, wie es u. a. hier in dieser Arbeit getan wird.

Im einzelnen gliedert sich diese Arbeit wie folgt:

Kapitel 2 behandelt die zugrundeliegenden Theorien bezüglich des (Ferro-) Magnetismus dünner Schichten und zeigt, wie die mit dem SQUID gemessenen Streufelder berechnet werden können. Es schließt sich ein Abschnitt über die Theorie und Funktionsweise eines SQUID an. Im **Kapitel 3** werden technische Details, beginnend mit der UHV-Kammer mit dem SQUID-Meßsystem, dessen Kalibrierung und Empfindlichkeit, die Temperaturmessung, sowie Modifikationen und Umbauten erklärt. Das **Kapitel 4** enthält eine kurze Beschreibung der Probenpräparation von Ni/Cu(001), woran sich dann eine detaillierte Beschreibung der Ergebnisse der SQUID-Messungen an diesem System anschließt. Diese Ergebnisse werden auch hinsichtlich der bisher veröffentlichten widersprüchlichen Resultate („*Contesting Results*“) für das magnetische Moment ultradünner Ni-Schichten [6,7] diskutiert. Die Messungen an den Fe/V-Multilagenschichten sind im **Kapitel 5** beschrieben. Dort werden u. a. Vergleichsmessungen mit anderen Meßmethoden (FMR, VSM, XMCD) gezeigt. **Kapitel 6** diskutiert einige mögliche Fehlerquellen. Eine

1. Einführung

Zusammenfassung aller Ergebnisse dieser Arbeit findet man im **Kapitel 7**. Im **Anhang** befinden sich darüberhinaus noch Bedienungsanleitungen für die verwendete, selbstgeschriebene Meß- und Auswerte-Software nebst Quellcode sowie technische Zeichnungen neuer Bauteile und eine Umrechnungstabelle für Pallaplat-Thermospannungen.

2. Grundlagen

Dieses Kapitel gibt einen Überblick über die Grundlagen des (Ferro-) Magnetismus ultradünner Filme und die, dieser Diplomarbeit zugrundeliegende, SQUID-Meßtechnik (*SQUID – engl. Superconducting Quantum Interference Device*). Desweiteren wird gezeigt, wie das magnetische Dipolstreufeld einer Probe berechnet werden kann und wie es vom Abstand zwischen Sensor und Probe abhängt.

2.1. Magnetismus

Die Entdeckung des Ferromagnetismus liegt schon mehrere Jahrtausende zurück. Einer Sage nach entdeckte ein Schafhirte in Klein-Asien den Magnetismus, als die Eisenspitze seines Hirtenstabes von einem Stein angezogen wurde. Dies geschah in der Region „Magnesia“ – daher der Name Magnetismus. Später entdeckte man, daß sich diese natürlich vorkommenden Magnete immer in dieselbe Richtung (zum Nordpol) ausrichten, wenn man sie z. B. auf einer Korkscheibe auf dem Wasser schwimmen läßt. Genauer physikalisch untersucht wurde der Magnetismus aber erst mit Beginn des 17. Jahrhunderts durch William Gilbert [8].

Die Grundlage des Magnetismus bilden die magnetischen Momente $\vec{\mu}$ der Atome. Das magnetische Moment entsteht durch die Bewegung der Elektronen im Atom, genauer gesagt durch den Spin der Elektronen, ihren Bahndrehimpuls bzgl. der Bewegung um den Atomkern (paramagnetischer Beitrag) und auch durch die Änderung des Bahndrehimpulses durch ein von außen induziertes Magnetfeld (diamagnetischer Beitrag) [9,10]. Mittels des Bohrschen Atommodells läßt sich aus der Bahnbewegung des Elektrons eine der wichtigsten Grundgrößen des Magnetismus – das Bohrsche Magneton μ_B – herleiten [8]: ein Elektron das sich mit der Frequenz $\omega/2\pi$ im Radius r um den Kern bewegt, verursacht einen Ringstrom $-e\omega/2\pi$, der wiederum ein der Fläche proportionales magnetisches Moment erzeugt:

$$\mu = - \left(\frac{e \omega}{2\pi} \right) (\pi r^2) = - \frac{e \omega r^2}{2} \quad (2.1)$$

Setzt man den Bahndrehimpuls $L = m\omega r^2$ ein und berücksichtigt die Quantisierung der Orbi-

talbewegungen (Bahnquantenzahl l), so erhält man:

$$\mu = -\frac{e\hbar}{2m}l = \mu_B l \quad (2.2)$$

Man bezeichnet dann

$$\mu_B = \frac{e\hbar}{2m} = 9,274 \times 10^{-21} \text{ erg/G} \quad (2.3)$$

als *Bohrsches Magneton*.

Nun muß noch der Anteil durch den Elektronenspin berücksichtigt werden, der bis auf einen Faktor 2 und die Spinquantenzahl s mit dem Bahnmoment identisch ist. Das totale magnetische Moment eines Atoms ist dann proportional zum Gesamtdrehimpuls \vec{J} der Elektronen. Hierbei gibt es zwei Arten, wie die Drehimpulse im Vektormodell miteinander koppeln können. Zum einen ist dies die Russell-Saunders-Kopplung (LS-Kopplung) [11], die bei leichteren Atomen ($Z < 40$) auftritt. Hier koppeln (addieren sich) zuerst die Bahndrehimpulse \vec{l}_i zum Gesamtbahndrehimpuls \vec{L} und die Einzelspins \vec{s}_i zum Gesamtspin \vec{S} . Beide addieren sich dann zum Gesamtdrehimpuls $\vec{J} = \vec{L} + \vec{S}$. Zum anderen ist dies die jj-Kopplung, bei der sich jeweils paarweise Spin und Bahndrehimpuls des i -ten Elektrons zum Drehimpuls \vec{j}_i addieren und dann zum Gesamtdrehimpuls \vec{J} koppeln.

Das magnetische Moment eines Atoms lautet in beiden Fällen:

$$\vec{\mu} = -g \mu_B \vec{J} \quad (2.4)$$

worin g für den Landéschen g-Faktor steht:

$$g = 1 + \frac{J(J+1) + S(S+1) - L(L+1)}{2J(J+1)} \quad (2.5)$$

Das magnetische Moment hängt natürlich auch von der Symmetrie bzw. Dimensionalität des Systems ab. Im kubischen Kristall ist das Bahnmoment ausgelöscht (*gequencht*), während es beim (sphärischen) Atom endlich ist [12] und wie beschrieben berechnet werden kann (s. Gl. (2.2)). Damit wird auch klar, daß man unterschiedliche magnetische Momente für einen quasi 2-dimensionalen ultradünnen Film oder einen 3-dimensionalen Volumen-Kristall erwarten kann. Genauso kann man das totale magnetische Moment eines Filmes in seinen Oberflächen-, Volumen- und Grenzflächenanteil zerlegen, wie es im Abschnitt 4.3 (S. 39ff) für Ni/Cu(001) gezeigt wird. Die Atome der obersten Lage haben eine geringere Koordinationszahl. Hierdurch wird die Auslöschung des Bahnmomentes an der Oberfläche wieder teilweise aufgehoben. Es ergibt sich somit ein gegenüber dem Volumen größeres Moment.

Definiert man nun die Magnetisierung \vec{M} als das magnetische Moment pro Volumeneinheit, so sind die Magnetisierung \vec{M} und die magnetische Feldstärke \vec{H} einander proportional und man erhält die Suszeptibilität:

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

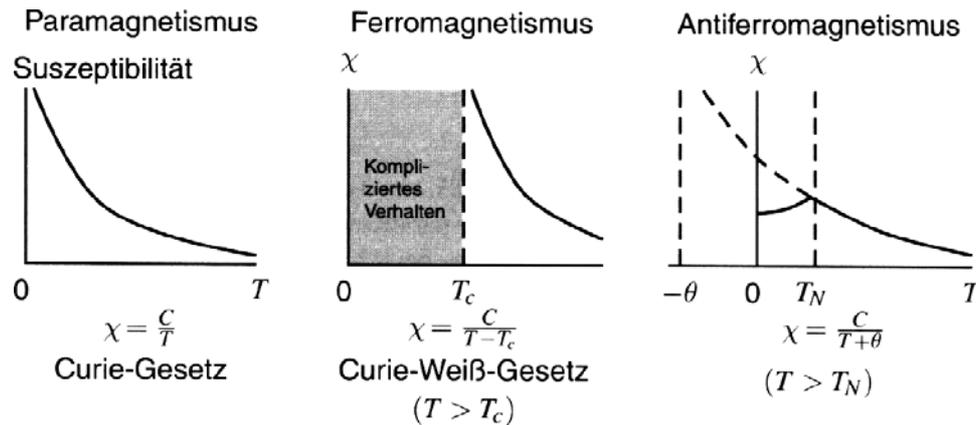


Abb. 2.1.: Temperaturabhängigkeit der magnetischen Suszeptibilität des Para-, Ferro- und Antiferromagneten. Die zugehörigen funktionalen Zusammenhänge für $\chi(T)$ sind angegeben [9].

Ist die Suszeptibilität χ negativ, so wird der Stoff als diamagnetisch bezeichnet, das bedeutet, daß magnetische Momente von außen induziert werden. Dabei ist der Stoff bestrebt, sein Inneres gegen ein äußeres Magnetfeld abzuschirmen. Die Ursache liegt in der Lenzschen Regel. Das Magnetfeld induziert einen Strom, wodurch sich ein Gegenfeld aufbaut. Dieses Verhalten tritt bei allen Stoffen auf, unabhängig von der Elektronen-Konfiguration. Beim Supraleiter wird das Magnetfeld vollständig aus dem Inneren verdrängt. Man spricht daher dort vom *idealen Diamagneten*.

Ist die Suszeptibilität χ positiv, so bezeichnet man den Stoff als Paramagneten. Dieser Effekt beruht auf der Ausrichtung von bereits vorhandenen (intrinsischen) magnetischen Momenten unter Einfluß eines externen Magnetfeldes. Diese werden, wie bereits beschrieben, durch das Spin- und Bahnmoment der Elektronen verursacht. Es muß also zumindest ein ungepaartes Elektron vorliegen, damit ein nicht-verschwindendes Spin- bzw. Bahnmoment übrigbleibt. Im allgemeinen liegt ohne äußere Felder keine Ordnung der Momente vor.

Die Suszeptibilität setzt sich im Normalfall in Atomen bzw. Festkörpern aus einem paramagnetischen und einem diamagnetischen Anteil zusammen, der diamagnetische Anteil kann aber gegenüber dem paramagnetischen i. allg. viel kleiner sein.

Der durch die freien Spins hervorgerufene Paramagnetismus und damit die Suszeptibilität sind temperaturabhängig. Sie folgt dem Curie-Gesetz

$$\chi(T) = \frac{C}{T} \quad \text{mit} \quad C = \frac{N\mu^2}{3k_B} \quad (\text{Curie-Konstante}) \quad (2.7)$$

(s. Abb. 2.1). N bezeichnet die Anzahl der Atome pro Volumeneinheit.

Sind die magnetischen Momente eines Paramagneten geordnet, obwohl kein äußeres Magnetfeld anliegt (spontane Ordnung), dann spricht man, je nach Art der Ausrichtung, von Ferromagnetismus, Antiferromagnetismus oder Ferrimagnetismus.

2.1.1. Ferromagnetismus

Ferromagnetismus zeichnet sich durch eine spontane Magnetisierung aus, bei der die Momente ohne Einfluß eines angelegten Magnetfeldes parallel und gleichgerichtet (kollinear) angeordnet sind. Im zeitlichen Mittel nimmt die Fernordnung der Momente mit steigender Temperatur ab. Ursache ist die Wärmebewegung der Atome und die Spinwellenanregung. Oberhalb der Curie-Temperatur T_C ist die Fernordnung aufgehoben, so daß sich der Stoff paramagnetisch verhält.

Die Ursache für den Ferromagnetismus ist die Austauschwechselwirkung. Man betrachtet ein zur Magnetisierung proportionales Austauschfeld $H_{exch} = \lambda M$, das im allgemeinen $10^3 - 10^4$ mal größer ist als jedes externe Feld H_a . Zusammen mit Gleichung (2.6) ergibt sich

$$M = \chi (H_a + H_{exch}) \quad (2.8)$$

woraus für die Suszeptibilität das Curie-Weiss-Gesetz folgt:

$$\chi = \frac{M}{H_a} = \frac{C}{T - C\lambda} = \frac{C}{T - T_C} \quad \text{mit } T_C = C\lambda \quad (2.9)$$

Quantenmechanisch läßt sich die Austauschwechselwirkung bei lokalisierten Elektronen durch das Heisenberg-Modell beschreiben.

$$\mathcal{H}_{exch} = -2 \sum_{i \neq j} J_{ij} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j \quad (2.10)$$

Darin ist J_{ij} das Austauschintegral, das den Überlapp der Ladungsverteilung zweier Gitter-Atome i, j mit Spin \vec{S}_i und \vec{S}_j beschreibt. Diese Austauschwechselwirkung beruht auf dem Pauli-Prinzip, das besagt, daß die Wellenfunktion des Gesamtsystems antisymmetrisch sein muß. Damit muß die Ortsfunktion symmetrisch sein, wenn die Spinfunktion antisymmetrisch ist bzw. genau umgekehrt. Da die Ortsfunktion für die Größe der Coulombwechselwirkung zwischen zwei Spins entscheidend ist, hängt die Austauschenergie letztlich von der Orientierung der Spins ab.

Element	$M(T = 294 \text{ K})$	$M(T = 0 \text{ K})$	μ/Atom	T_C
Fe	1707 G	1740 G	$2,22 \mu_B$	1043 K
Co	1400 G	1446 G	$1,72 \mu_B$	1388 K
Ni	485 G	510 G	$0,61 \mu_B$	627 K

Tabelle 2.1.: Übersicht über die magnetischen Eigenschaften von Fe, Co und Ni. Es sind die Sättigungsmagnetisierung M bei Raumtemperatur und 0 K, das magnetische Moment μ pro Atom und die Curie-Temperatur T_C nach [9] angegeben.

Ferromagnetismus tritt nur in den drei $3d$ -Übergangsmetallen Eisen, Cobalt und Nickel, sowie in den Seltenen Erden ($4f$ -Systeme) Gadolinium, Terbium, Dysprosium usw. auf. Fe und

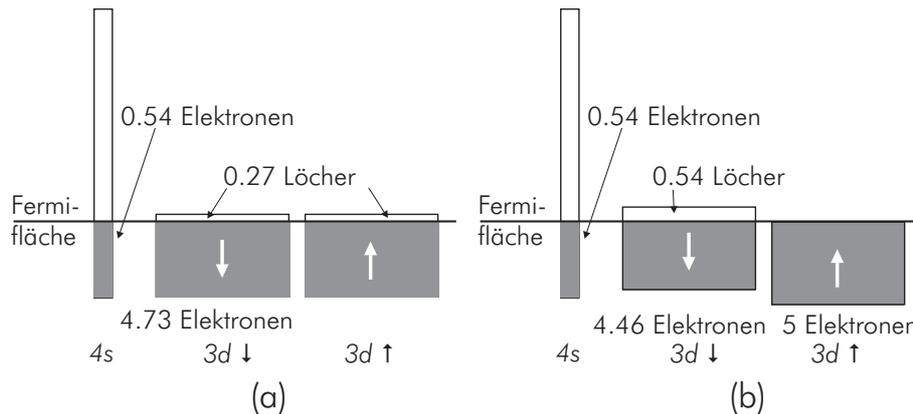


Abb. 2.2.: (a) Schematische Darstellung der Energiebänder in Nickel oberhalb T_C . Das resultierende magnetische Moment ist Null, da im $3d \uparrow$ - und $3d \downarrow$ -Band gleichviele Löcher vorhanden sind. (b) Energiebänder bei $T=0$ K. Die beiden $3d$ -Unterbänder sind durch die Austauschwechselwirkung aufgespalten. Das $3d \uparrow$ -Band ist vollständig gefüllt, das $3d \downarrow$ -Band ist nur mit 4,46 Elektronen gefüllt. Das $4s$ -Band ist normalerweise in beiden Spinrichtungen gleich besetzt. Es resultiert ein magnetisches Spinmoment von $0,54 \mu_B/\text{Atom}$ durch die größere Besetzungszahl des $3d \uparrow$ -Bandes bzw. die 0,54 Löcher im $3d \downarrow$ -Band [9].

Co zeichnen sich durch hohe Curie-Temperaturen und hohe Magnetisierung bei Raumtemperatur aus, wodurch sie als Dauermagnete (auch in Legierungen) in vielerlei Hinsicht Verwendung finden (s. Tab. 2.1). Die $3d$ -Orbitale bilden bei $3d$ -Metallen im Festkörper eine Bandstruktur, so daß die Elektronen nicht wie beim normalen Atom oder bei den $4f$ -Systemen¹ lokalisiert sind. Die Orbitale lassen sich in zwei Unterbänder aufteilen, eines für Elektronen mit Spin \uparrow und eines mit Spin \downarrow .

Cu ist nicht ferromagnetisch, da das $4s$ -Band mit 1 Elektron und das $3d$ -Orbital vollständig mit 10 Elektronen besetzt ist. Der resultierende Gesamtspin des d -Bandes (und damit die Gesamtmagnetisierung) ist daher Null. Es gibt hier keine Austauschspaltung des Bandes. Die beiden d -Spinbänder in Nickel hingegen können von der Austauschwechselwirkung gegeneinander verschoben werden, da Ni nur 10 Elektronen verteilt über das $4s$ - und das $3d$ -Band besitzt, d. h. daß das $3d$ -Band nicht vollständig gefüllt ist. In Abb. 2.1.1 ist die Bandstruktur für Ni schematisch dargestellt. Ni besitzt bei $T=0$ K ein totales magnetisches Moment von $\mu=0,61 \mu_B/\text{Atom}$. Damit läßt sich auch die (Sättigungs-) Magnetisierung M_0 bei $T=0$ K berechnen:

$$M_0 = \frac{N_A \rho \mu_B}{A} \cdot \mu \quad \text{mit} \quad \begin{array}{ll} N_A & \text{Avogadro-Konstante (mol}^{-1}\text{)} \\ \rho & \text{Dichte (g/cm}^3\text{)} \\ A & \text{Atommasse (g/mol)} \end{array} \quad (2.11)$$

¹Bei den Seltenen Erden sind die $4f$ -Elektronen für den Magnetismus verantwortlich. Die Orbitale sind viel dichter am Atomkern lokalisiert, als die weit ausladenden $3d$ -Orbitale.

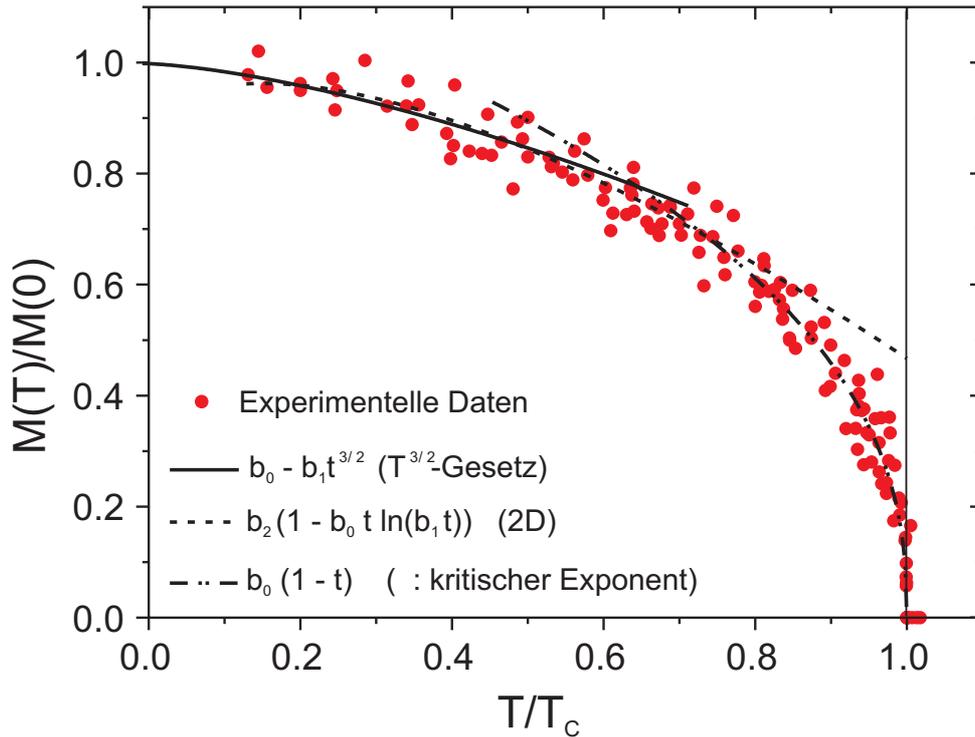


Abb. 2.3.: Temperaturabhängige Magnetisierung und verschiedene Ansätze zur Extrapolation. Die experimentellen Daten stammen von Ni-Filmen [13]. Es sind 3 verschiedene Funktionen als Anpassung bzw. zur Extrapolation dargestellt. Das $T^{3/2}$ -Gesetz beschreibt den Verlauf für kleine T , während der kritische Exponent β das Verhalten für $T \rightarrow T_C$ beschreibt.

2.1.2. Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung

Wie bereits erwähnt ist die spontane Magnetisierung eines Ferromagneten temperaturabhängig. Bei $T = T_C$ verschwindet die Magnetisierung des Ferromagneten, während sie bei $T=0$, dem Grundzustand des Ferromagneten, ein Maximum besitzt.

Die Thermodynamik liefert hierzu die nötige Theorie [14]. Der Übergang zwischen dem ferromagnetischen und paramagnetischen Zustand wird als Phasenübergang 2. Ordnung bezeichnet, da sich die Magnetisierung, die den zugehörigen Ordnungsparameter ϕ darstellt, stetig ändert. Das thermodynamische Verhalten der spezifischen Wärme, der Magnetisierung, der Suszeptibilität und der Korrelationslänge kann im Bereich der Curie-Temperatur durch Potenzgesetze mit unterschiedlichen kritischen Exponenten (α , β , δ , γ und ν) beschrieben werden. Diese Größen werden alle durch die Zustandsfunktion der Gibbschen Freien Enthalpie beschrieben. In diese gehen die innere Energie des System U , die Entropie S , die Magnetisierung M und das externe Feld H ein.

$$G(t, h) = G(T, H) = U - TS - MH \quad (2.12)$$

Die Suszeptibilität, die spezifische Wärme und den Ordnungsparameter erhält man daraus durch (partielle) Differentiation.

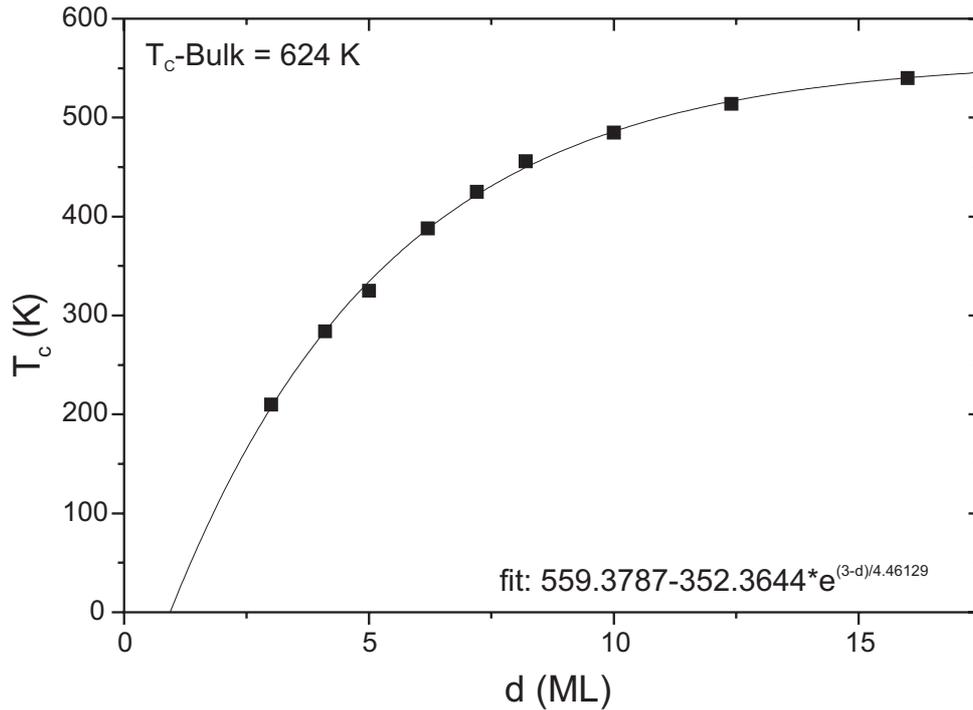


Abb. 2.4.: Dickenabhängigkeit der Curie-Temperatur für Nickel [16]. T_C wurde von den Autoren mittels MOKE (*magneto-optischer Kerr-Effekt*) bestimmt. Die Meßwerte zeigen eine exponentielle Abhängigkeit; die Bulk-Nickel-Curie-Temperatur von 627 K wird jedoch nicht erreicht.

Um nun das magnetische Moment gemäß Gl. (2.11) bestimmen zu können, muß man die Magnetisierung M_0 bei $T=0$ kennen. Diese kann man durch Extrapolation bestimmen. In Abb. 2.3 ist die Temperaturabhängigkeit von M dargestellt. Dabei wurden die reduzierte Temperatur $t = T/T_C$ und die reduzierte Magnetisierung $m = M/M_0$ verwendet.

Man muß hier zwei wesentliche Bereiche unterscheiden: Den Tieftemperaturbereich für $M(T \rightarrow 0)$ und zum anderen den Bereich dicht unterhalb von T_C , da es für den gesamten Temperaturbereich keine adäquate Beschreibung gibt. Bei kleinen Temperaturen ($T \rightarrow 0$) gilt in guter Näherung das Blochsche $T^{3/2}$ -Gesetz [9,10]:

$$\frac{M_0 - M(T)}{M_0} = A t^{3/2} \quad (2.13)$$

$$M(T) = M_0 - C t^{3/2} \quad (2.14)$$

Es gilt nur, wenn die Spins durch Anregung von Spinwellen (Magnonen) ausgelenkt werden und nicht durch Umbesetzung innerhalb der Bänder. In 2D-Filmen läßt sich auch ein $t \ln t$ -Gesetz zur Anpassung benutzen [15] (s. Abb. 2.3, hier aber mit anderen Parametern für den mittleren t -Bereich). Solange man bei hinreichend kleinen Temperaturen ($t \lesssim 0,2$) mißt, ist die Extrapolation zu $T \rightarrow 0$ unkritisch, da alle Modelle nur um 1-2 % voneinander abweichen [1].

Dicht unterhalb von T_C folgt M einer anderen Temperaturabhängigkeit. Dort läßt sich das Verhalten gut durch ein Potenzgesetz mit dem kritischen Exponenten β wiedergeben (s. Abb. 2.3):

$$m = \frac{M(T)}{M_0} = B(1 - t)^\beta \quad (2.15)$$

Zusätzlich sei angemerkt, daß die Curie-Temperatur mit der Filmdicke variiert, insbesondere tritt dies bei dünnen Filmen unter 30 ML auf. Dies ist der sog. *finite-size*-Effekt [17,18]. T_C zeigt dabei folgende Dickenabhängigkeit:

$$\frac{T_C(d)}{T_C(\text{bulk})} = 1 - C \cdot d^{1/\nu} \quad (2.16)$$

Der kritische Exponent ν beschreibt die Divergenz der Korrelationslänge, der Parameter C hängt vom System ab, und variiert zwischen 1 und 10.. In Abb. 2.4 sind experimentelle Werte der Nickel-Curie-Temperatur aus [16] zusammen mit einer exponentiellen Anpassung dargestellt.

2.1.3. Das Dipol-Streufeld dünner Filme

Das SQUID mißt das magnetische Streufeld der Probe. Um nun daraus die Magnetisierung der Probe zu bestimmen, wird ein zuvor berechnetes Streufeld angepaßt. Dabei sind die Magnetisierung M und der Probenabstand h die einzig freien Fit-Parameter.

Das Streufeld eines dünnen ferromagnetischen Films der Dicke d läßt sich durch Integration der Flußdichte der magnetischen Dipole über die Probenfläche berechnen [19]. Die Flußdichte \vec{B} eines Dipols \vec{m} in einem Abstand \vec{R} von der Probenoberfläche ist durch

$$d\vec{B} = \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{3(\hat{n} \cdot d\vec{m})\hat{n} - d\vec{m}}{|\vec{R}|^3} \quad (2.17)$$

gegeben. \hat{n} ist hier der Einheitsvektor des Abstandes \vec{R} zwischen Probe und SQUID-Ring:

$$\hat{n} = \frac{\vec{R}}{R} = \frac{\vec{R}}{\sqrt{(u-x)^2 + (v-y)^2 + h^2}} \quad (2.18)$$

(Siehe auch Abb. 2.5 für die Zuordnung der Koordinaten und Vektoren.)

Das Elementar-Dipolmoment \vec{m} von d Dipolen übereinander läßt sich als

$$d\vec{m} = \frac{M \cdot d}{\sqrt{m_x^2 + m_y^2 + m_z^2}} \begin{pmatrix} m_x \\ m_y \\ m_z \end{pmatrix} = M \cdot d \cdot \hat{m} \quad (2.19)$$

ausdrücken. \hat{m} ist hierin der Einheitsvektor der Magnetisierung mit den Komponenten m_x , m_y und m_z . Somit würde eine Magnetisierung in der Filmebene entlang der x -Achse die Richtungskomponenten $(1, 0, 0)$ haben.

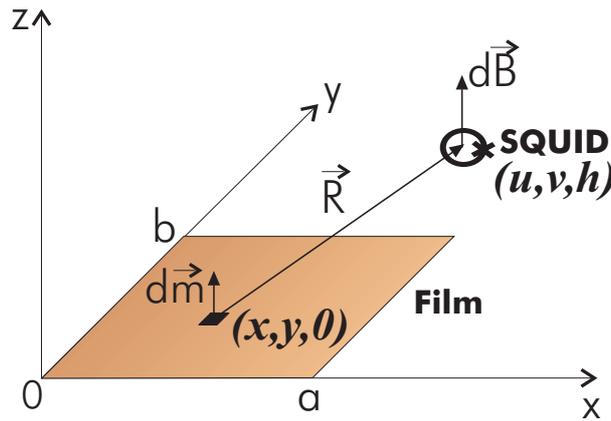


Abb. 2.5.: Zur Berechnung der Streufeldintegrale verwendete Koordinaten und Vektoren.

Integriert man nun also Gleichung (2.17) über die Probenfläche A , so ergibt sich:

$$\vec{B}(u, v, h) = \frac{\mu_0}{4\pi|\hat{m}|} \iint_A \frac{3Md \begin{bmatrix} (u-x)m_x \\ (v-y)m_y \\ hm_z \end{bmatrix} \begin{pmatrix} u-x \\ v-y \\ h \end{pmatrix} - \begin{pmatrix} m_x \\ m_y \\ m_z \end{pmatrix} d}{|\vec{R}|^5} dx dy \quad (2.20)$$

Da das SQUID nur die z -Komponente der magnetischen Flußdichte durch seinen Ring detektieren kann, läßt sich das Integral vereinfachen:

$$B_z(u, v, h) = \frac{\mu_0}{4\pi} \cdot \frac{Md}{|\hat{m}|} \iint_A \frac{3}{|\vec{R}|^5} \left\{ [(v-y)m_z - hm_y][v-y] - [hm_x - (u-x)m_z][u-x] \right\} - \frac{m_z}{|\vec{R}|^3} dx dy \quad (2.21)$$

Da die Probe nur entlang der x -Achse bewegt wird, kann man die Probe mittig vor dem SQUID ausrichten und so $v=0$ setzen. Für einen Film, der in der Filmebene entlang der x -Achse magnetisiert ist², (d. h. $\vec{M} \parallel [100]$) ergibt sich dann:

$$B_z(u, v, h) = \frac{3\mu_0}{4\pi} \cdot M \cdot d \cdot h \iint_A \frac{u-x}{|\vec{R}|^5} dx dy \quad (2.22)$$

Die Integrationsränder für eine rechteckige Probe der Länge a und Breite b lauten $[-b/2, b/2]$ bzw. $[-a/2, a/2]$.

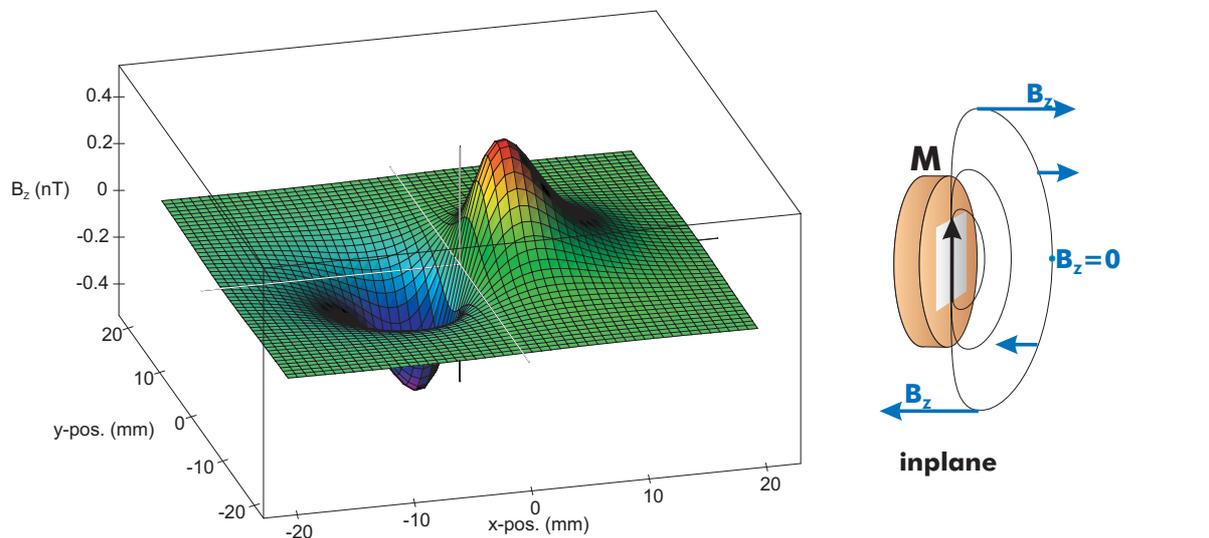
Bei kreisförmigen/elliptischen Proben gelten für die dx -Integration die Grenzen $\pm a \sqrt{\frac{1}{4} - \frac{y^2}{b^2}}$.

²Die Richtung der Magnetisierung muß für dieses Integral bezogen auf das Koordinatensystem des SQUID angegeben werden. Das bedeutet, daß eine Magnetisierung entlang der (vertikalen) x -Achse genau der $[100]$ -Richtung entspricht, auch wenn dies bezogen auf das Kristallgitter der Probe z. B. die $[110]$ -Richtung ist.

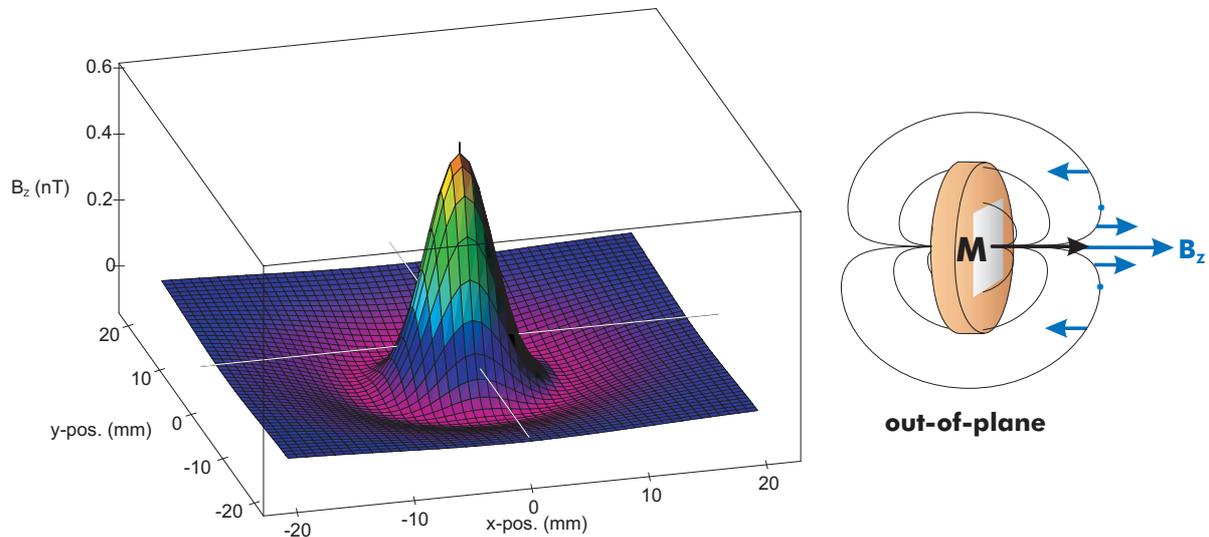
2. Grundlagen

Für das Integral (2.22) existiert eine kompakte analytische Lösung, während die anderen Fälle numerisch gelöst werden müssen.

In den Abbildungen 2.6(a) und 2.6(b) sind die z -Komponenten der Streufelder für einen 1 ML Fe-Film dreidimensional und schematisch dargestellt.



(a) Die leichte Magnetisierungsrichtung liegt in der Filmebene parallel zur x -Achse.



(b) Die leichte Magnetisierungsrichtung steht senkrecht zur Filmebene.

Abb. 2.6.: Dreidimensionale Darstellung der z -Komponente des Streufeldes einer Probe und zugehörige schematische Darstellung. Das Streufeld wurde numerisch für 1 ML eines $3 \times 3 \text{ mm}^2$ großen Fe-Films berechnet.

Man erkennt deutlich den Unterschied zwischen einer Magnetisierung in der Filmebene (*in-plane*, Abb. 2.6(a)) und senkrecht dazu (*out-of-plane*, Abb. 2.6(b)). In den schematischen

Darstellungen sind die z -Komponenten des Streufeldes eingezeichnet. Man erwartet also bei einer Magnetisierung in der Filmebene zwei symmetrische Extrema und einen Nulldurchgang exakt in der Filmmitte. Bei einer senkrecht zur Filmebene magnetisierten Probe erhält man ein Maximum in der Probenmitte und außerhalb des Filmes ein negatives Vorzeichen. Bei beiden Proben ist das Streufeld in einem seitlichen Abstand von 20 mm vom Probenmittelpunkt (entlang der x -Achse gemessen) nahezu verschwunden.

Der Fit der experimentellen Daten geschieht dann folgendermaßen: Der Abstand h zwischen Probe und SQUID ist durch die Position des Maximums des Streufeldes festgelegt. Liegt das Maximum der Meßwerte weiter links als das des berechneten Streufeldes, so muß der Abstand kleiner gewählt werden. Es bleibt nur noch die Magnetisierung M als freier Fitparameter übrig. Damit wird dann die Fit-Kurve in der Höhe an die Daten angepaßt und man erhält die absolute Magnetisierung der Probe. Damit ist die absolute Bestimmung der Magnetisierung aber auch auf eindomänige Filme mit bekannter (berechenbarer) Anzahl an Atomen begrenzt.

Das Streufeld verändert sich deutlich, wenn man den Abstand h extrem klein macht. Abb. 2.7 zeigt Ausschnitte der z -Komponente aus berechneten Streufeldern bei senkrechter Magnetisierung. Unterschreitet man einen Abstand von etwa 1 mm, so verformt sich das Maximum. Je kleiner der Abstand wird, desto mehr verändert es sich zu zwei Polstellen (Singularitäten) genau am Rand der Probe. Dicht über der Oberfläche der Probe (im sog. Nahfeld) scheint die z -Komponente des Streufeldes dann zu verschwinden³. Im Fernfeld, also für große Abstände, ergibt sich im Gegensatz dazu dann die Feldverteilung eines einzigen Dipols. Dies steht in Analogie zum Verhalten von kugelförmigen elektrischen Ladungen, die im Fernfeld dann als punktförmig gelten.

Bei den SQUID-Messungen liegt der Abstand technisch bedingt bei minimal 6 mm. Demgegenüber beträgt die aktive Fläche des SQUID nur $100 \times 100 \mu\text{m}^2$, so daß die in Abb. 2.7 gezeigten Effekte keine Rolle spielen.

³Ob die z -Komponente nun vollständig verschwindet oder sich ein konstanter Wert einstellt, konnte aufgrund der beschränkten numerische Genauigkeit nicht geklärt werden.

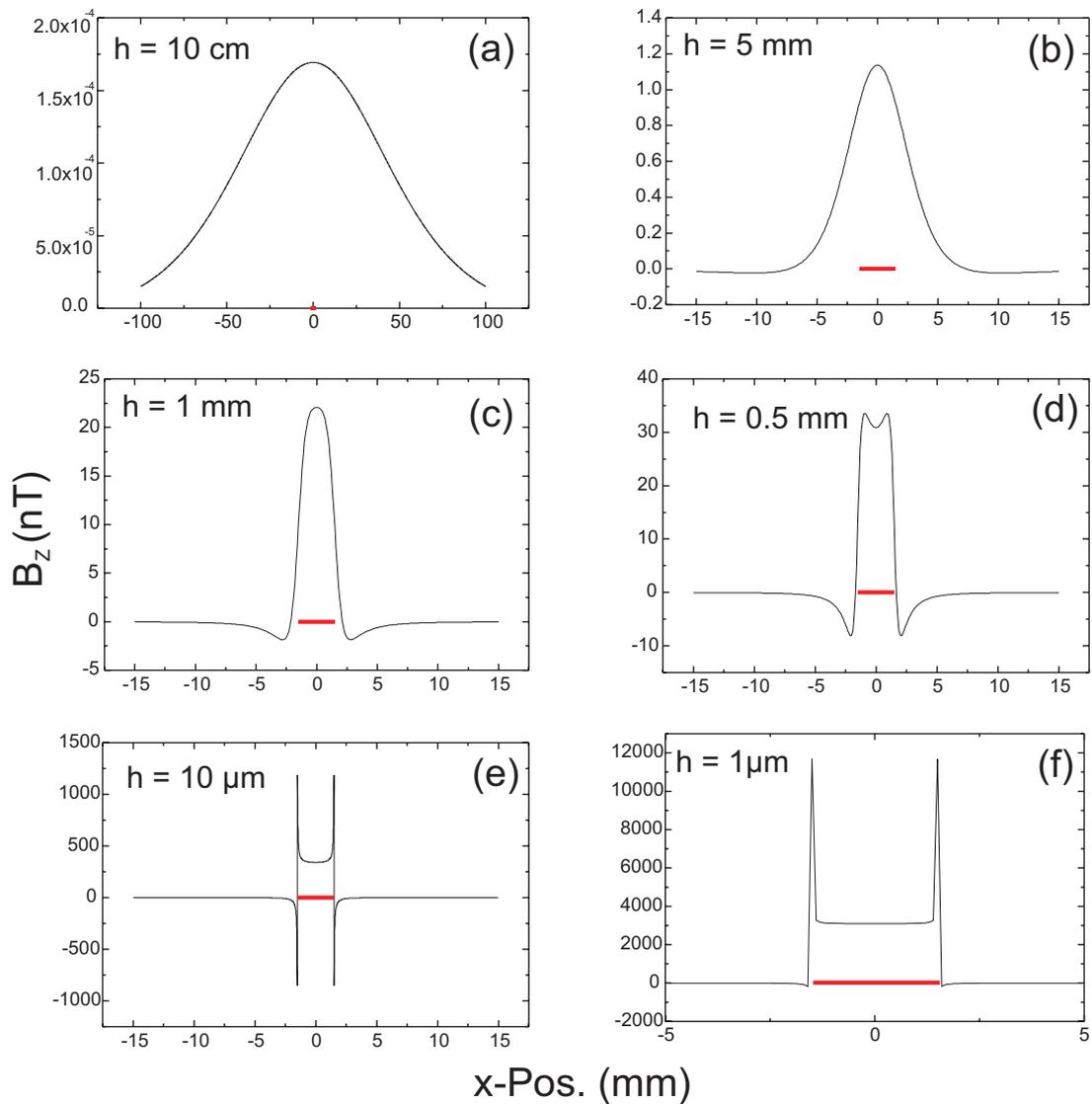


Abb. 2.7.: Darstellungen berechneter Streufelder für 1 ML Ni bei verschiedenen Abständen h (Probe \leftrightarrow SQUID). Die Magnetisierung steht senkrecht zur Filmebene. Bei extrem kleinen Abständen von 1-10 μm ist in der Filmmitte kein Maximum mehr sichtbar (e,f). Erst bei größeren Abständen tritt ein solches auf (d) und entwickelt sich zum makroskopisch meßbaren Signal (a,b,c). Die unterschiedlich starke Ausprägung der beiden Polstellen bei den unteren beiden Bildern (e) und (f) ist auf die Rechengenauigkeit zurückzuführen. Die Kurven wurden jeweils für einen $3 \times 3 \text{ nm}^2$ großen Film mit einer Integrationsschrittweite von 10^{-7} berechnet.

2.2. Josephson-Effekt und SQUID-Technik

Ein SQUID (*SQUID* – engl. *Superconducting Quantum Interference Device*) besteht aus einem supraleitenden Ring der durch einen Tunnelkontakt (RF-SQUID) bzw. zwei Tunnelkontakte (DC-SQUID), der sog. Josephson-Junction [20], unterbrochen wird. Bei dem in dieser Arbeit verwendeten SQUID [21,22] handelt es sich um ein Hochtemperatur-RF-SQUID. Der supraleitende Ring besteht aus einer Yttrium-Barium-Cuprat-Verbindung (YBCO $\equiv \text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$) und befindet sich auf einem SrTiO_3 -Substrat. YBCO-Verbindungen werden bereits bei ℓN_2 -Temperatur supraleitend, so daß eine aufwendige Helium-Kühlung entfällt. Die Innen-Abmessungen des SQUID-Rings betragen $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$. Der Josephson-Kontakt wurde durch Sauerstoff-Ionen-Implantation hergestellt. Auf dem Substrat ist eine kleine Spule als Teil eines Schwingkreises (*tank circuit*) aufgeklebt, der induktiv an das RF-SQUID gekoppelt ist und zum Auslesen und Anregen des SQUID dient.

2.2.1. Funktionsweise eines SQUID

Der magnetische Fluß Φ durch einen supraleitenden Ring ist quantisiert, d. h. sein Wert kann nur ganzzahlige Vielfache des Flußquants

$$\Phi_0 = \frac{h}{2e} \approx 2,0678 \cdot 10^{-15} \text{ Tm}^2 \quad (2.23)$$

annehmen [9].

Da der Josephson-Kontakt den supraleitenden Ring unterbricht, kann dort nur ein Tunnelstrom I fließen. Auch ohne eine von außen an den Ring angelegte Spannung fließt dort ein Strom, was durch den Gleichstrom-Josephson-Effekt beschrieben wird. Beschreibt man mit der Wellenfunktion $\Psi_i = \Psi_0 e^{i\Theta_i}$ mit $i = 1, 2$ ein Elektronenpaar auf der einen bzw. anderen Seite des Tunnelkontaktes, so läßt sich deren Strom I durch den Kontakt durch

$$I = I_0 \sin \Theta_2 - \Theta_1 \quad (2.24)$$

darstellen. Der Strom hängt also von der Phasendifferenz $\delta = \Theta_2 - \Theta_1$ der beiden Elektronenpaare ab. Im Gleichstromfall ist die zeitliche Änderung der Phasendifferenz gerade 0.

Liegt eine Gleichspannung V am Tunnelkontakt an, so ergibt sich dort eine Potentialdifferenz von $2eV$ (hervorgerufen durch die 2 Elektronenpaare mit $\pm eV$). Dies führt zu einer zeitlichen Änderung der Phasenbeziehung mit

$$\frac{\partial(\Theta_2 - \Theta_1)}{\partial t} = \frac{\partial\delta}{\partial t} = \frac{-2eV}{\pi\hbar} \quad (2.25)$$

und somit zu einer sich zeitlich ändernden Phasendifferenz, die einen Wechselstrom zur Folge hat (Wechselstrom-Josephson-Effekt):

$$I = I_0 \sin \left[\delta_0 - \frac{2eV}{\pi\hbar} t \right] \quad (2.26)$$

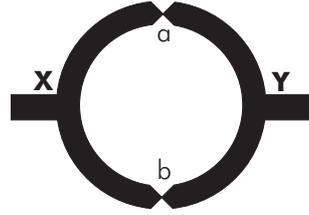


Abb. 2.8.: Prinzipskizze eines dc-SQUID. Über die Kontakte X und Y wird eine Spannung angelegt. a und b bezeichnen die beiden Josephson-Kontakte.

Die Frequenz dieses Wechselstromes ist gegeben durch

$$\nu = \frac{2eV}{\pi\hbar} \quad (2.27)$$

Für einen dc-SQUID-Ring (s. Abb. 2.8) mit 2 Tunnelkontakten (a und b) und 2 Anschlüssen X und Y läßt sich die Phasendifferenz der beiden Teilströme berechnen. Sie ist durch das Integral über die Ringfläche entlang des jeweiligen Tunnelkontaktes gegeben und für beide Wege gleich:

$$\Delta_{X \rightarrow Y} = \delta_a + \frac{4e}{h} \oint_a \vec{A} \cdot d\vec{S} \quad (2.28)$$

$$\Delta_{X \rightarrow Y} = \delta_b + \frac{4e}{h} \oint_b \vec{A} \cdot d\vec{S} \quad (2.29)$$

Aus der Gleichheit beider Differenzen folgt mit dem *Satz von Stokes*:

$$\delta_b - \delta_a = \frac{4e}{h} \oint_{loop} \vec{A} \cdot d\vec{S} = \frac{4e}{h} \Phi \quad (2.30)$$

Das bedeutet, daß sich die Phase mit dem magnetischen Fluß ändert. Für den Gesamtstrom durch beide Kontakte gilt dann:

$$\text{mit } \delta_a = \delta_0 - \frac{2e}{h}\Phi \quad , \quad \delta_b = \delta_0 + \frac{2e}{h}\Phi \quad (2.31)$$

$$I_{tot} = I_0 \cdot \left[\sin\left(\delta_0 + \frac{2e}{h}\Phi\right) + \sin\left(\delta_0 - \frac{2e}{h}\Phi\right) \right] \quad (2.32)$$

$$I_{tot} = 2I_0 \cdot \sin(\delta_0) \cdot \cos\left(\frac{\Phi}{\Phi_0}\right) \quad (2.33)$$

Dieser oszilliert mit Φ und besitzt Maxima, wenn gilt:

$$\begin{aligned} \frac{\Phi}{\Phi_0} &\stackrel{!}{=} 2\pi n \\ \Leftrightarrow \frac{e\Phi}{h} &= n\pi \end{aligned} \quad (2.34)$$

(s. Abb. 2.9).

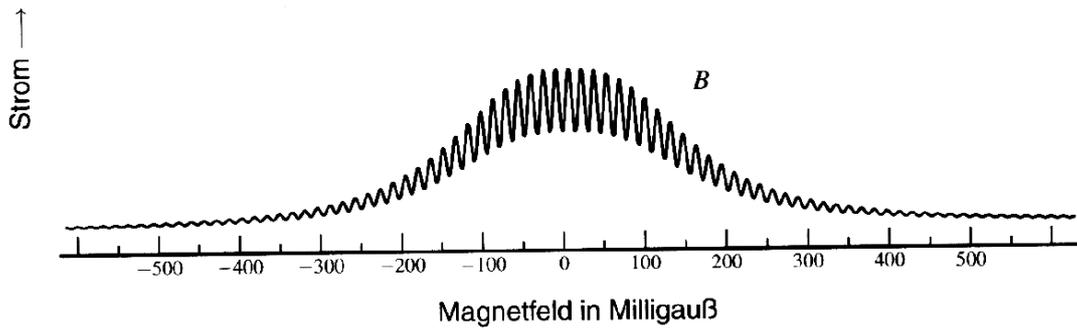


Abb. 2.9.: ac-Josephson-Effekt. Dargestellt ist der Strom I_{max} als Funktion des Magnetfeldes.

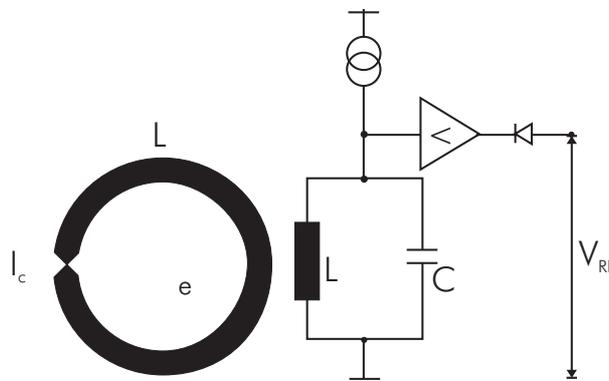


Abb. 2.10.: Prinzipskizze eines rf-SQUID. Der supraleitende Ring enthält nur einen Tunnelkontakt. Das SQUID wird induktiv an einen Schwingkreis (*tankcircuit*) angekoppelt und die RF-Spannung als Signal ausgelesen. Der Schwingkreis dient gleichzeitig zum Einspeisen einer Wechselspannung in den Ring (*rf-bias*).

Der supraleitende Strom in einem RF-SQUID-Ring kann durch

$$I = I_c \cdot \sin \left(2\pi - 2\pi \frac{\Phi}{\Phi_0} \right) \quad (2.35)$$

beschrieben werden [2]. Dabei stellt I_c den kritischen Strom und Φ den Fluß durch den Ring dar. Der Fluß Φ setzt sich dabei aus dem von außen angelegten Fluß Φ_{ext} und dem Fluß LI_s , der durch die Kopplung zum Schwingkreis entsteht, zusammen.

Der sog. McCumber-Parameter beschreibt die Eigenschaften des RF-SQUID. Es ist das Verhältnis:

$$\beta_L = \frac{2\pi LI_c}{\Phi_0} \quad (2.36)$$

Beim hier verwendeten SQUID liegt β_L bei ca. 5. Die Resonanzfrequenz des Kopplungsschwingkreises ist 19,6 MHz. Um magnetischen Fluß messen zu können, wird das RF-SQUID mit $I_0 \cdot \sin(\omega_0 t)$ über den Schwingkreis mit der Resonanzfrequenz (RF-Signal) angeregt, wodurch zunächst ein interner Fluß im Ring entsteht. Durch Demodulation des RF-Signals erhält

man die Spannung des Schwingkreises. Trägt man diese Spannung über dem magnetischen Fluß bei konstanter Strom-Amplitude auf, so erhält man eine mit dem Fluß periodische Funktion, die auch „SQUID-Pattern“ genannt wird. Ist das zeitliche Mittel des externen Flusses viel größer als ein ungeradzahliges Vielfaches des Flußquants, d. h. $\langle \Phi_{ext} \rangle \gg (n + 1/2)\Phi_0$, so reicht der interne RF-Fluß für eine Fluß-Zustandsänderung aus. Diese Zustandsänderung verbraucht Energie, die aus dem Resonanzkreis abgezogen wird. Dies ergibt einen Einbruch der Amplitude der RF-Spannung, die dann nur noch verstärkt zu werden braucht und als Meßgröße dient.

Ferner wird noch ein 50 kHz-Signal mit einer Peak-to-Peak-Amplitude von $\Phi_0/2$ dem SQUID aufmoduliert. Die hierdurch verursachte Spannungsänderung wird durch einen Lock-in detektiert, integriert und wieder eingespeist, um das SQUID im „Flux-Lock“-Modus zu betreiben. Dieser Modus wird benötigt, um einen zeitlich konstanten externen Fluß messen zu können, da nur dann die SQUID-Ausgangsspannung linear vom externen Fluß abhängt.

3. Technische Details

Ein großer Teil der UHV-SQUID-Apparatur wurde bereits ausführlich in der Doktorarbeit von A. Ney [1] vorgestellt. Im folgenden werden nur die wichtigsten Punkte noch einmal wiederholt und Erweiterungen und Veränderungen des Aufbaus erläutert. Desweiteren werden die Kalibrierung der SQUID-Elektronik und das Rauschen beschrieben. Im Anhang A befinden sich Beschreibungen der verwendeten Software mit kurzen Bedienungsanleitungen. Im Anhang B befinden sich zusätzlich Zeichnungen von einigen speziellen Bauteilen.

3.1. Das UHV-SQUID

Die UHV-SQUID-Apparatur besteht aus einer Ultrahochvakuum-Kammer mit einem xyz-Manipulator mit Helium-Kryostaten. Das Pumpsystem besteht aus einer Drehschiebervorpumpe¹, an die eine Turbomolekularpumpe angeschlossen ist. Ferner sind eine große Ionen-Getter-Pumpe und eine Titan-Sublimationspumpe (TSP) an die Kammer angeflanscht. Mit diesem System erreicht man nach dem Ausheizen (Bakeout) (ca. 8 h bei 200 ° C) und Ausgasen der Filamente einen Basisdruck von $p \leq 2,0 \cdot 10^{-10}$ mbar. Zur Charakterisierung und Präparation der Proben dienen eine Ar⁺-Sputtergun, ein Quadrupol-Massenspektrometer, eine LEED-Optik und ein HMA (Hemispherical Mirror Analyzer) für Auger-Elektronen-Spektroskopie². Es existieren zwei Verdampfer - einer für Ni und einer für Cu. Deren Aufdampftrate wird mit einer Quarzwaage bestimmt, an die auch eine Aufdampfblende montiert ist, um die Filmgröße zu definieren (Details s. Ref. [1]).

Ein Puls magnet dient der Aufmagnetisierung der Probe vor der Messung. Dieser ist drehbar gelagert, um auch Proben sättigen zu können, deren leichte Richtung senkrecht zur Filmebene oder auch um 45 ° gedreht steht. Die Feldstärke des Magneten erreicht maximal 40 kA/m. Das reicht aus, um das Koerzitivfeld der untersuchten Proben zu überwinden und umzukehren [23]. Dadurch erreicht man in Remanenz einen eindomänigen Zustand der Filmmagnetisierung. Dies

¹Die Drehschiebervorpumpe wurde im Laufe der Diplomarbeit durch einen Vorpumpenstand mit Membranpumpe und Mini-Turbopumpe ersetzt, um den Basisdruck des Systems zu verbessern.

²Der HMA wurde später gegen einen viel kleineren CMA (Cylindrical Mirror Analyzer) ausgetauscht, so daß das Kammervolumen reduziert werden konnte.

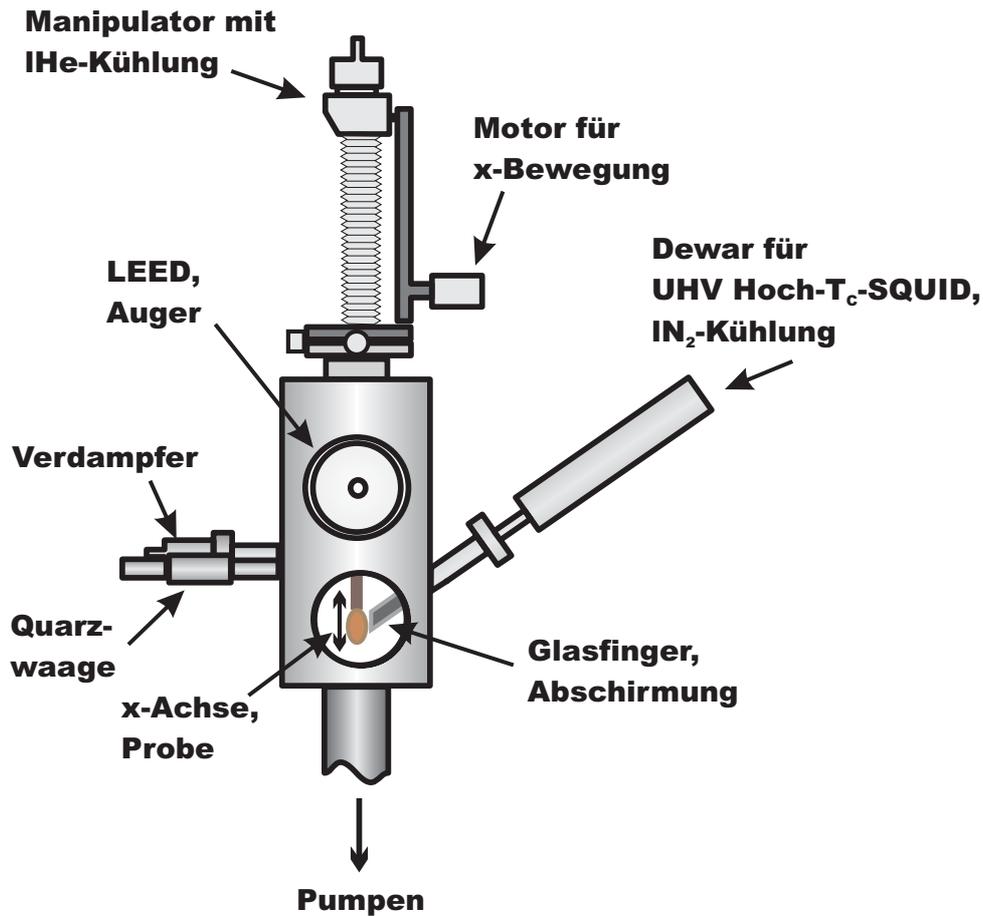


Abb. 3.1.: Skizze der SQUID-Kammer mit dem angeflanschten Dewar. Die Glasfinger-Spitze befindet sich im UHV.

gilt mit der Einschränkung auf tiefe Temperaturen ($T \ll T_C$) auch für senkrecht magnetisierte Filme.

Der ${}^4\text{He}$ -gekühlte Manipulator ermöglicht es, Probertemperaturen bis hinunter zu 40 K zu erreichen. Nach oben ist die Probertemperatur durch die Raumtemperatur begrenzt, da für den Cu-Kristall-Probenhalter zwar eine resistive Probenheizung existiert (s. Abb. 3.9), diese jedoch während einer Messung aufgrund ihres eigenen Magnetfeldes nicht eingesetzt werden kann. (Details zur Temperaturmessung befinden sich im Abschnitt 3.2.3 auf Seite 29.)

An diese UHV-Kammer ist nun das eigentliche „SQUID-System“ montiert. Es besteht aus einem Edelstahl-Dewar (s. Abb. 3.1), dessen Spitze in einem Glasfinger mündet. Dieser Dewar ist in einem Winkel von 55° zur Vertikalen montiert. Das Innere des Glasfingers steht unter Atmosphärendruck, während dessen Außenseite im UHV liegt. Der Dewar muß mit flüssigem Stickstoff befüllt werden, um die Betriebstemperatur des Hoch- T_C -SQUID-Sensors zu erreichen. Dabei ist darauf zu achten, daß der Glasfinger zuerst eingekühlt wird, da sonst Risse im Glas-Metall-Übergang entstehen. Das SQUID (der Chip mit der Pickup-Spule) befindet sich an der Spitze eines langen Stabes (der sog. *cryogenic probe*) und wird dann in den De-

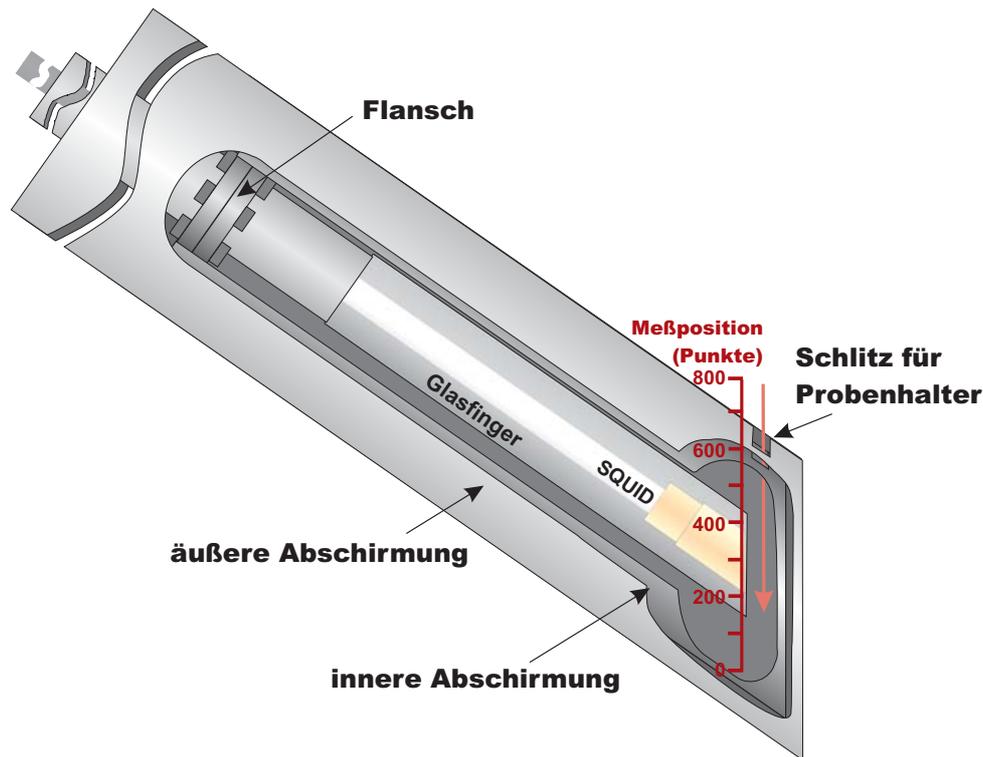


Abb. 3.2.: Schnittbild durch die neue vergrößerte μ -Metall-Abschirmung und den Glasfinger. Als Maßstab ist die normale Meßposition in Punkten angegeben. Maximal kann die Probe 53 mm, gemessen ab der oberen Schlitzkante, in die Abschirmung hineingefahren werden.

war/Glasfinger geschoben und ausgerichtet.

Der Glasfinger ist von zwei ineinandergesteckten μ -Metall-Abschirmungen umgeben. Durch einen Schlitz an der Oberseite kann die Probe am Probenhalter in die Abschirmung vor den Glasfinger gefahren werden (s. Abb. 3.2 und Abschnitt 3.2.1).

In Abb. 3.3 ist die typische Meßgeometrie dargestellt. Die Probe (in diesem Fall eine in der Ebene (in-plane) magnetisierte Probe, $\vec{M} \parallel x$) befindet sich innerhalb der Abschirmung vor dem Glasfinger mit dem SQUID-Sensor. Das SQUID registriert nur magnetischen Fluß senkrecht zur Ebene des SQUID-Ringes, d.h. nur die z -Komponente des magnetischen Streufeldes der Probe. Zur Veranschaulichung sind hierzu typische Feldlinien eingezeichnet. Außerhalb der Probe, d.h. an den Umkehrpunkten der Feldlinien ist die z -Komponente maximal, während sie in der Mitte der Probe genau 0 ist. Die Probe wird zur Messung mittels des Manipulatorenmotors entlang der x -Achse (vertikale Achse) einmal nach oben und wieder nach unten gefahren. Der Sensor mißt dann bei korrekter Ausrichtung die Streufeldverteilung entlang der Mittenachse der Probe. Dementsprechend erwartet man auch ein Streufeld mit einem Maximum, einem Minimum und einem Nulldurchgang in der Mitte, wie in Abb. 3.7 gezeigt. Um einen linearen Untergrund eliminieren zu können, wird die Probe bei der Messung auch aus der Abschirmung herausgefahren. Befindet sich die Probe außerhalb der Abschirmung, so zeichnet das SQUID dann kein

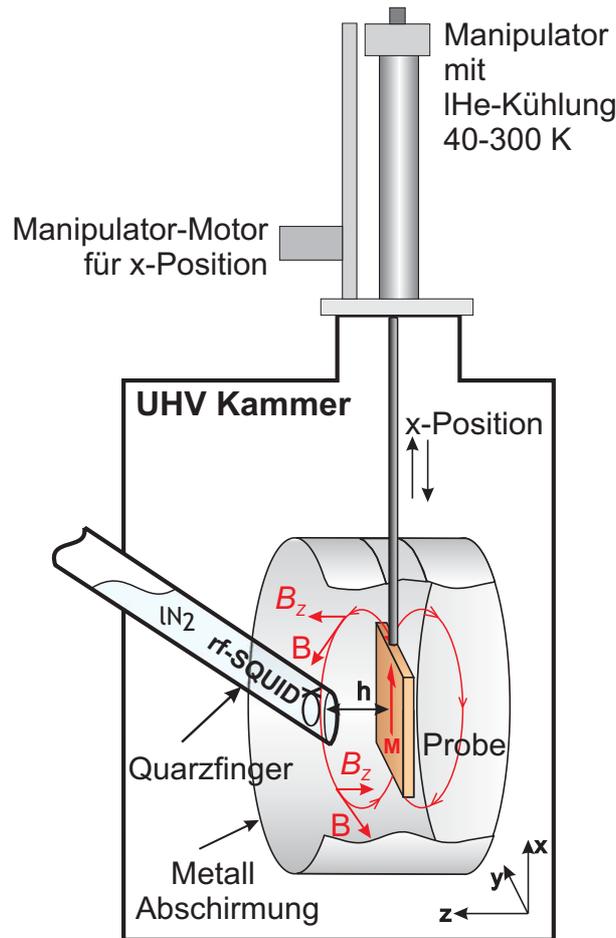


Abb. 3.3.: Darstellung der Meßgeometrie für eine in-plane-magnetisierte Probe.

Signal mehr von der Probe auf. Dieser Bereich dient dann als Referenz für die tatsächliche Nulllage.

3.1.1. Kalibrierung des SQUID

Zur absoluten Messung des magnetischen Flusses, muß die SQUID-Elektronik, die eine Ausgangsspannung in V liefert, auf nT kalibriert werden. Dazu wird ein gesonderter, abgeschirmter *ex-situ*-Aufbau mit einer integrierten langen Spule benutzt. Durch die Spule wird ein Strom von einigen μA geschickt, der über einen *Knick-J151-Präzisionsstromgeber* stufenweise gesteuert wird. Die Ausgangsspannung der SQUID-Elektronik wird mit einem *xt*-Schreiber aufgezeichnet (die Zeitachse dient nur zur automatischen Trennung der Stromstufen, s. Abb. 3.4).

Mit Hilfe der bekannten Spulengeometrie und des Biot-Savart'schen Gesetzes läßt sich dann dem eingestellten Spulenstrom eine magnetische Flußdichte B zuordnen, deren z -Komponente in Abb. 3.5 gegenüber der SQUID-Ausgangsspannung aufgetragen ist. Für die

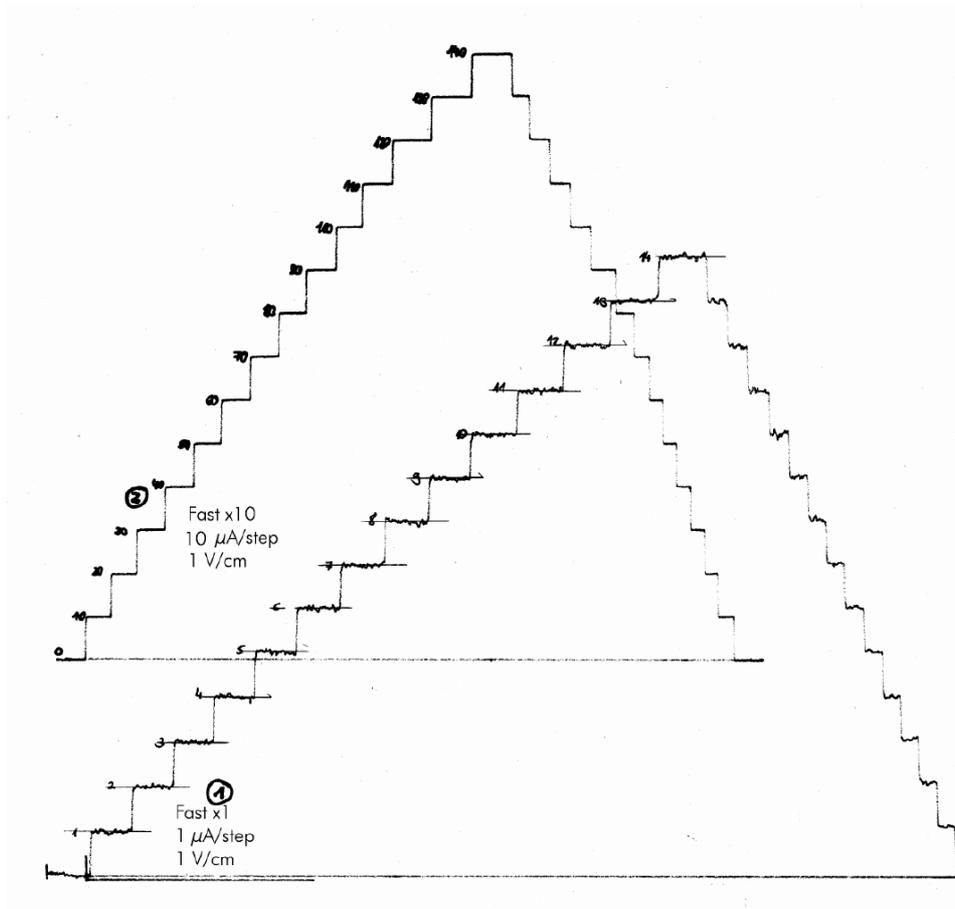


Abb. 3.4.: Im externen Spulen-Aufbau wird mit einem *Knick-J151-Präzisionsstromgeber* das SQUID-Signal auf nT kalibriert.

lange Spule gilt:

$$B_z = \sin(55^\circ) \cdot \frac{\mu_0 n}{\sqrt{4r^2 + l^2}} \cdot I \quad (3.1)$$

Mit den Spulendaten (Radius $r=0,0159(1)$ m, Länge $l=0,080(1)$ m, Windungen $n=72$) ergibt sich somit:

$$B_z = 0,861(6) \frac{\text{nT}}{\mu\text{A}} \cdot I \quad (3.2)$$

Aus der Steigung der Ausgleichsgeraden (Abb. 3.5) ergibt sich der Kalibrierfaktor, der in der Auswertesoftware eingetragen werden muß. Für das neueste SQUID mit neuer Steuer-Elektronik ergab sich $0,9115(4)$ nT/V. Dieser Wert muß in die Auswertesoftware eingetragen werden, da die SQUID-Elektronik keine direkte Kalibrierung unterstützt.

Diese Kalibrierung ermöglicht, die Magnetisierung in absoluten Einheiten zu bestimmen, d. h. es werden keine Referenzproben zur Skalierung benötigt.

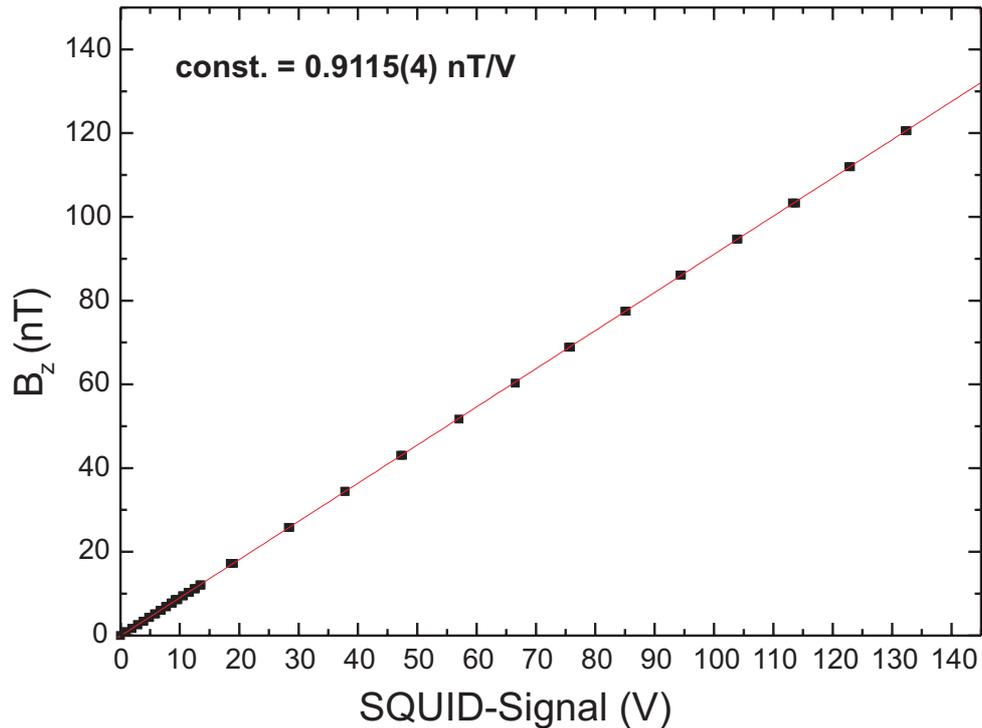


Abb. 3.5.: Kalibrierung des neuen SQUIDs mit neuer Steuer-Elektronik auf nT

3.1.2. Rauschen

Dieser Abschnitt geht auf die Quellen des Rauschens und das Auflösungsvermögen des SQUIDs ein.

Während meiner Diplomarbeit wurden zwei unterschiedliche SQUID-Systeme eingesetzt. Zum einen war dies die auch von Ney [1] verwendete alte Elektronik [21] und zum anderen eine neue verbesserte Elektronik (Nachfolgemodell), einschließlich neuem SQUID-Sensor [22]. Das Nachfolgemodell unterscheidet sich im wesentlichen nur durch technische Modifikationen am rf-Kopf und an der Steuereinheit.

Das Rauschen des Meßsystems setzt sich aus mehreren Komponenten zusammen: 1. mechanische Vibrationen, 2. Störfelder elektrischer und magnetischer Natur und 3. das intrinsische Rauschen des SQUIDs, der Elektronik und des A/D-Computerinterfaces.

Das mechanische Rauschen entsteht vor allem durch die Bewegung des Manipulators, aber auch durch das Sieden des flüssigen Stickstoffs. Die durch die Bewegung verursachten Schwingungen der Probe werden hauptsächlich durch den Motorantrieb hervorgerufen, der mit 10 bis 20 Umdrehungen pro Sekunde rotiert. Beide SQUID-Elektroniken bieten zuschaltbare Filter (0,1 Hz, 1 Hz, 10 Hz oder 100 Hz Tiefpaßfilter und einen 50 Hz Notch-Filter). Schon der 10 Hz Tiefpaßfilter bringt eine Verbesserung des Signal-Rausch-Verhältnisses um den Faktor 6 (s. Abb. 3.6). Damit lassen sich offensichtlich die Auswirkungen der Motorvibrationen deutlich minimieren. Ein kleinerer Filter hingegen bringt keine weitere Verbesserung. Auch die Wahl

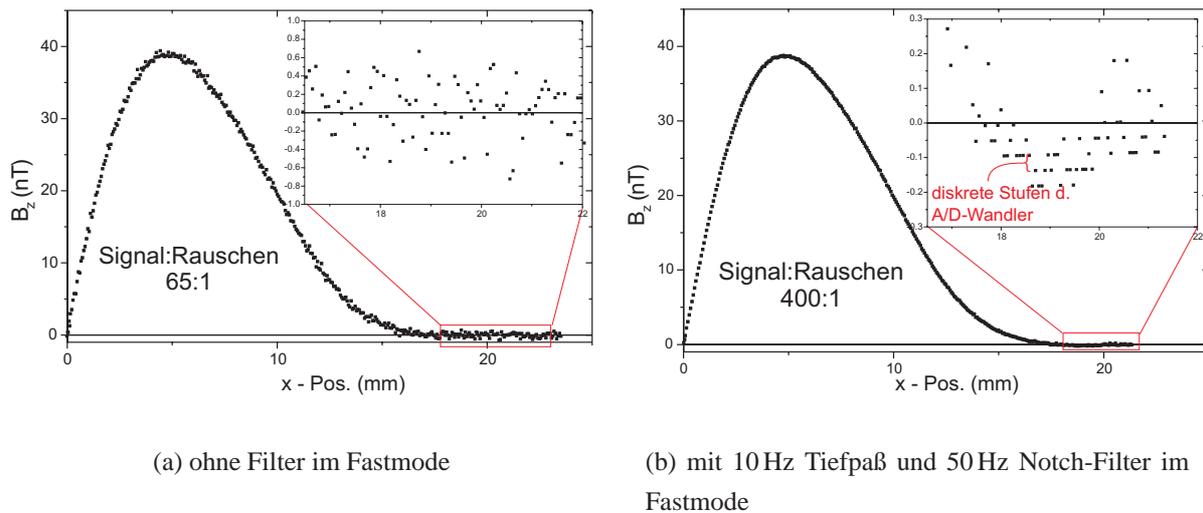


Abb. 3.6.: Signal-Rausch-Verhältnis für das neue SQUID-System [22]. Gemessen wurde die Fe_1/V_2 -Probe bei Raumtemperatur. Die Signale wurden nicht gemittelt. Das Signal-Rausch-Verhältnis verbessert sich um Faktor 6. Im Inset erkennt man diskrete Stufen von 0,044 nT, die vom A/D-Wandler herrühren.

der Integrationszeitkonstante (Auswahl slow, medium oder fast) wirkt sich auf das Rauschen aus. So ist der Unterschied zwischen der in Abb. 3.6(a) gezeigten Messung im Fastmode mit Filtern und einer Messung im Slow-Mode ohne Filter (nicht gezeigt) bis auf ein um Faktor 1.5 vergrößertes Rauschen gleich. Das Sieden des flüssigen Stickstoffs führt direkt zu Schwingungen des SQUID-Sensors. Diese lassen sich nur durch einen sehr gut evakuierten Dewar, ausreichenden lN_2 -Füllstand und ausreichende Einkühlzeit minimieren.

Die in Abb. 3.6 gezeigten Messungen wurden mit der neuen Elektronik aufgenommen. Es ist jeweils nur eine Meßfahrt dargestellt. (Pro Messung werden zwei Streufelder aufgenommen. Einmal wenn die Probe nach oben gefahren wird und einmal auf dem Rückweg. Für die Auswertungen werden sonst normalerweise beide Messungen gemittelt). Im Inset sieht man in der Vergrößerung diskrete Stufen. Diese stellen gerade die Auflösungsgrenze des A/D-Wandlers des Meßcomputers dar. Die A/D-Wandlerkarte verarbeitet Spannungen von ± 5 V mit einer Auflösung von 12 bit (4096 Stufen für insgesamt 10 V). Damit ergibt sich eine nominale Auflösung von 2,4 mV. Die SQUID-Ausgangsspannung liegt bei ± 10 V und wird daher vorher halbiert. Damit ergibt sich die tatsächliche Auflösung von rund 4,8 mV. Rechnet man die in Abb. 3.6(a) gezeigte Stufenhöhe von 0,044 nT wieder in Spannungen zurück (Faktor 0,91), so erhält man 48 mV Stufenhöhe. Die SQUID-Signale mußten aber ihrer Größe wegen bei der Messung um den Faktor 10 abgeschwächt werden, so daß sich dann die technische bedingte Auflösungsgrenze des A/D-Wandlers von 4,8 mV ergibt.

Das Rauschen läßt sich auch durch Mittelung über mehrere Messungen verringern. Dazu werden im Normalfall die beiden Meßfahrten jeder Messung gemittelt. In Abb. 3.7 ist dies für das alte SQUID-System dargestellt.

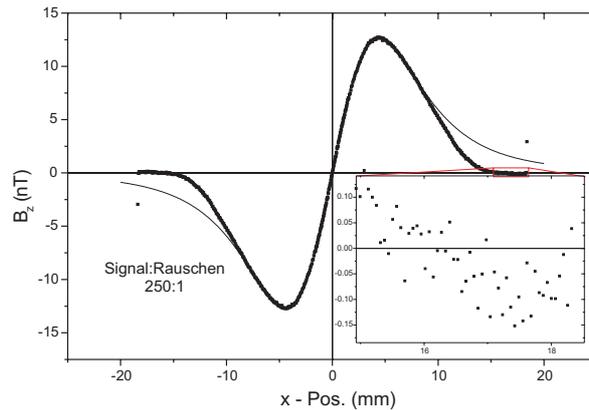


Abb. 3.7.: Signal-Rausch-Verhältnis des alten SQUID-Systems. Gemessen wurde die Fe_2/V_5 -Probe bei 40 K im Slow-Mode ohne Frequenzfilter. Das Bild zeigt eine Messung nach Mittelwertbildung aus den beiden Teilmeßfahrten. Das Signal-Rausch-Verhältnis beträgt 250:1.

Bei den Ni/Cu(001)-Filmen sind die Signal-Rausch-Verhältnisse keineswegs so hoch wie bei den Fe/V-Proben. Bei Ni ist das Meßsignal kleiner, da erstens nur Schichtdicken bis 12 ML gemessen wurden, wodurch viel weniger Atome zur Gesamtmagnetisierung beitragen als bei den Fe/V-Multilaggen und zweitens das magnetische Moment von Ni deutlich kleiner ist.

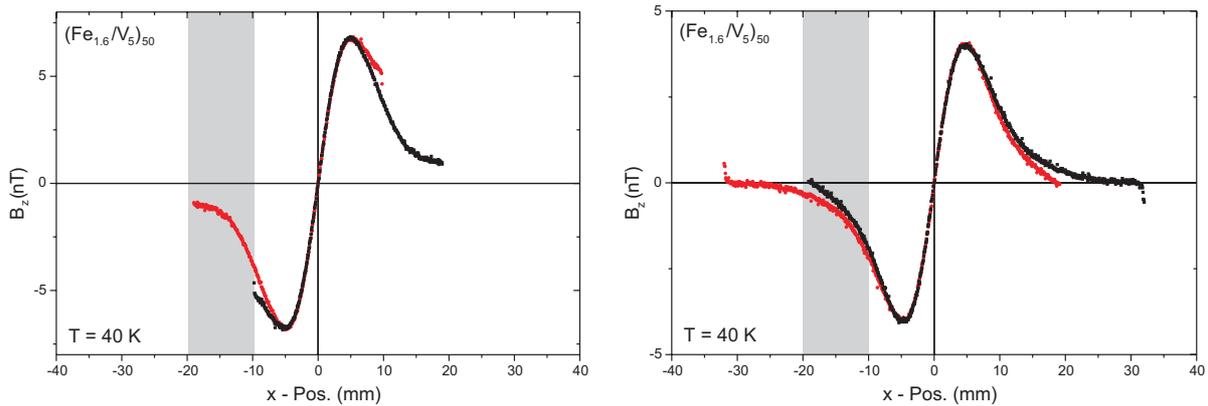
Mit der alten Elektronik wurde grundsätzlich nur im Slow-Mode ohne Filter gemessen (also alle Messungen an den Ni-Filmen), da die schnelleren Modi unbrauchbar verrauschte Ergebnisse ergeben hätten. Mit der neuen Elektronik wurde vornehmlich im Fast- und Medium-Modus mit 10 Hz Tiefpaß und 50 Hz Notch-Filter gemessen.

Der dritte Anteil am Rauschen entsteht durch das intrinsische Rauschen (Johnson/Nyquist-Rauschen) der Elektronik, also das durch zufällige thermische Fluktuationen der Elektronen hervorgerufene Rauschen. Laut Hersteller des SQUIDs [22] liegt das Flußrauschen unter $2 \text{ pT}/\sqrt{\text{Hz}}$, also um mehr als Faktor 10 unter der diskreten Auflösung des AD-Wandlers. Damit ist der limitierende Faktor in diesem System der A/D-Wandler.

3.2. Erweiterungen und Modifikationen der Apparatur

Während meiner Arbeit mit der SQUID-Apparatur wurden auch diverse kleinere und größere Verbesserungen vorgenommen. So wurde nicht nur, wie erwähnt, das Vorpumpensystem gegen ein besseres ausgetauscht, sondern auch der voluminöse HMA gegen einen kompakten CMA gewechselt. Dadurch ließ sich der Basisdruck im Hochvakuum ohne Ausheizen (*Bakeout*) schon um eine Größenordnung verbessern. Bis jetzt wurde die Kammer aber noch nicht wieder ausgeheizt, so daß ich keinen Wert für den tatsächlichen Basisdruck im UHV angeben kann.

Weitere Umbauten entstanden aus der Forderung, die Temperaturmessung und Temperaturstabilität zu verbessern. Darum wurde eine vergrößerte Abschirmung konstruiert und die Ver-



(a) Streufeld mit kleiner Abschirmung

(b) Streufeld mit großer Abschirmung

Abb. 3.8.: Messung des Streufeldes (■) der gleichen Probe mit beiden Abschirmungen. (b) Man sieht deutlich den um ≈ 10 mm größeren Scanbereich nach links, der nun auch das Minimum gut wiedergibt. Es ist jeweils auch das punktgespiegelte Streufeld (●) eingezeichnet, um die Symmetrie erkennbar zu machen. Die kleineren Abweichungen zwischen der gemessenen Kurve und dem Spiegelbild entstehen durch kleinere Untergrundsignale vom oberen Ende des Probenhalters.

drahtung der Thermoelemente optimiert sowie ein Probenhalter für *ex-situ*-Proben³ konstruiert.

3.2.1. Vergrößerte μ -Metall-Abschirmung

Wie im Abschnitt 3.1 erwähnt, besteht die Abschirmung aus zwei ineinander geschobenen, einseitig offenen μ -Metall-Röhren. Die Probe wird durch einen schmalen Schlitz hineingefahren, der äußere Restfelder weitgehend abschirmt⁴. Da der Radius der inneren Abschirmung aber relativ klein war, konnte beim Durchmessen des Streufeldes nicht das linke Minimum gemessen werden, da die Probe sonst mit der Unterseite gegen die Abschirmung gestoßen wäre. Auch bei temperaturabhängigen Messungen, bei denen die Probe, der Temperaturschwankungen wegen, nur innerhalb der Abschirmung bewegt wird, reicht der kleine Ausschnitt des dort meßbaren Streufeldes für eine sichere Auswertung kaum aus. Deswegen wurde eine in Radius und Länge vergrößerte Abschirmung konstruiert. Laut Hersteller [24] und Mager *et. al.* [25,26] ist die Abschirmung bei einem Längen-Breiten-Verhältnis von 3:1 gerade am besten. μ -Metall ist eine Ni-Fe-Legierung (77% Fe, 15% Fe plus Cu- und Mo-Anteile), die sich durch eine sehr hohe magnetische Permeabilität bei kleinen Feldstärken auszeichnet. Das Restfeld innerhalb einer solchen Abschirmung ist gewöhnlich kleiner als 5 mG. Ein Restfeld könnte zwar durch den Schlitz eindringen, wird dann aber von der zweiten inneren Abschirmung abgeschirmt, da die

³Das sind Proben, die in anderen Kammern hergestellt wurden und nicht im UHV aufbewahrt werden müssen.

⁴Im Anhang auf S. 79 sind beide Abschirmungen skizziert.

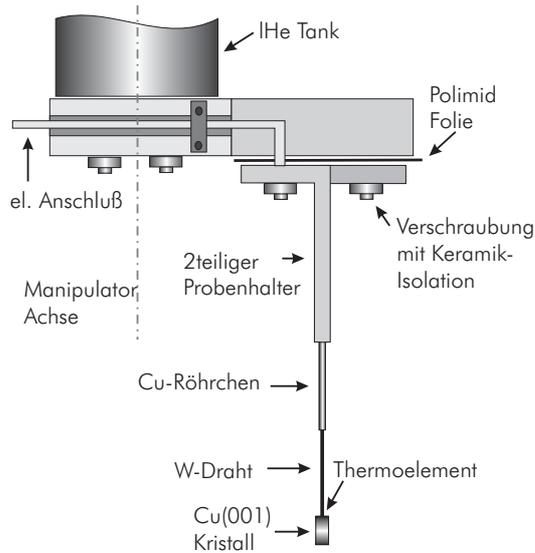


Abb. 3.9.: Der bisher verwendete Probenhalter für Cu-Einkristalle mit Bohrungen. Der Kristall wird in einer W-Drahtschleufe aufgehängt.

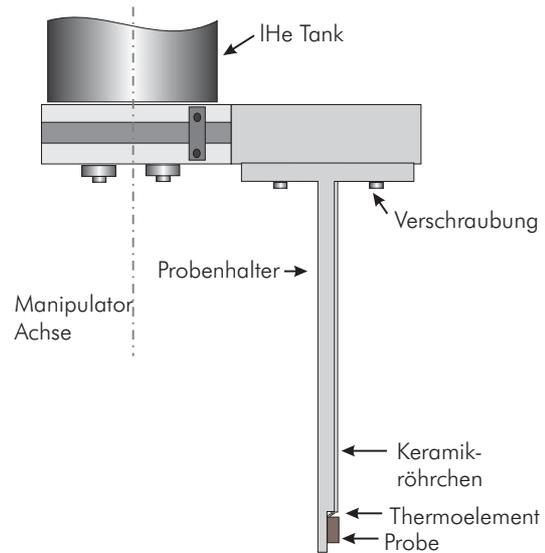


Abb. 3.10.: Der neue Probenhalter für „*ex-situ*“-Proben. Diese werden mit Vakuumfett auf den Probenhalter und das Thermoelement geklebt.

Eindringlänge in etwa der Abmessung des Spaltes entspricht.

Erste Messungen mit der neuen Abschirmung zeigten, daß nun auch das Feldminimum auf der linken Seite gemessen werden kann (s. Abb. 3.8(b)), so daß die Fitprozedur genauere Ergebnisse liefert. Zusätzlich kann ein magnetischer Untergrund genauer bestimmt und abgezogen werden. Ferner konnten die Temperaturschwankungen während einer Messung verringert werden (s. Abschnitt 3.2.3, S. 29).

3.2.2. Probenhalter für „*ex situ*“-Proben

Eine weitere Ergänzung ist der neuentwickelte „*ex situ*“-Probenhalter. Dieser ermöglicht es, fertige Proben ohne langwieriges Ausheizen der Kammer schnell messen und wechseln zu können. Die Kammer braucht nur angepumpt zu werden, um Eisbildung durch die Kühlung zu verhindern.

Der bisher verwendete Probenhalter (Abb. 3.9) besteht im wesentlichen aus 2 Kupferröhrchen, in die ein Wolframdraht gesteckt wird, der durch den Cu-Kristall gefädelt wird. Das Thermoelement steckt in einer Bohrung in der Oberseite des Kristalls und wird durch ein Keramikröhrchen nach oben geführt (nicht dargestellt). Über diese Drahtaufhängung kann die Probe resistiv geheizt werden.

Der neue Probenhalter (Abb. 3.10) hingegen besteht aus einem massiven Kupfer-Schenkel. In diesen ist eine Nut für das Thermoelement eingefräst. Die Probe wird mit Vakuumfett auf das untere Ende geklebt. Die Spitze des Thermoelementes wird dabei zwischen Probenhalter und Probe geklemmt. Der neue Probenhalter ist in seiner Länge auf die große Abschirmung

angepaßt, läßt sich aber nicht beheizen. Eine resistive Heizung, die bifilar um den horizontalen Ausleger des Probenhalters gewickelt wurde, war zwar vorgesehen, zeigte jedoch keine ausreichende Heizleistung.

Je nach zu untersuchendem System läßt sich einer der beiden Probenhalter montieren. Mit beiden Probenhaltern liegt die tiefste erreichbare Temperatur bei 40 K.

3.2.3. Temperaturmessung und -kalibrierung

Zu Anfang meiner Diplomarbeit spielte die Genauigkeit der Temperaturmessung eine eher untergeordnete Rolle, da nur bei der tiefsten Temperatur (40 K) oder bei Raumtemperatur gemessen wurde. Jedoch trat nach längerem Kühlen eine starke Eisbildung am Kopf des Manipulators auf, die einen Offset an der Vakuumdurchführung des Thermoelements verursachte, so daß die angezeigte Thermospannung nicht der tatsächlichen entsprach. Es war auch nicht möglich eine definierte Referenztemperatur zu bestimmen, da das Kabelmaterial, wie auch das der Durchführung nicht aufeinander abgestimmt waren.

Daher wurde die gesamte Verdrahtung für die Temperaturmessung neu gestaltet. Die Proben temperatur wird mit einem Pallaplat-Thermocouple⁵ (TC) gemessen. Kurz hinter dem Probenhalter befindet sich nun ein erster Referenzkontakt, der mittels eines NiCrNi-Thermoelements mit passender Verkabelung und Durchführung gemessen wird. Für dieses zuverlässige Thermoelement gibt es fertig tabellierte Spannungs-Temperatur-Werte. Durch den Referenzkontakt hat man nun zwei gleiche Schenkel des Proben-TCs, die an normale Cu-Leitungen und eine normale Stromdurchführung angeschlossen sind. Die Verwendung einer Stromdurchführung wurde notwendig, da es keine auf Pallaplat-TCs abgestimmte Durchführungen gibt. Außerhalb der Kammer wurden beide Leitungen ebenfalls mit dem gleichen Cu-Kabel bis zum Digital-Voltmeter weitergeführt. Durch die identische Verkabelung innerhalb wie außerhalb der Durchführung tritt jetzt kein Offset mehr durch Einfrieren auf. Ferner läßt sich auch ein Offset durch das als Heizung wirkende Ion-Gauge-Filament mittels der Referenztemperatur ausgleichen.

Mehrere Kalibriermessungen haben gezeigt, daß die bisher verwendete Kalibrierkurve nicht mehr genutzt werden kann. Daher wurde das Pallaplat-TC direkt über ein NiCrNi-TC neu kalibriert. Die Kurve und das zugehörige Polynom sind in Abb. 3.11 dargestellt. Eine Temperaturtabelle befindet sich im Anhang C auf S. 83f.

Wichtig: Thermoelemente aus Pallaplat scheinen im UHV mit der Zeit zu degradieren, so daß die angezeigten Temperaturen kälter erscheinen als sie sind. Deswegen muß es von Zeit zu Zeit erneuert werden.

⁵Pallaplat ist eine Legierung. Die Schenkel des Thermoelements bestehen aus 95% Pt 5% Rh (Pallaplat 40) und 52% Au 46% Pd 2% Pt (Pallaplat 32). Es ist nicht magnetisch und zeichnet sich durch einen sehr hohen Meßbereich bis 1000 K und Oxidationsbeständigkeit aus.

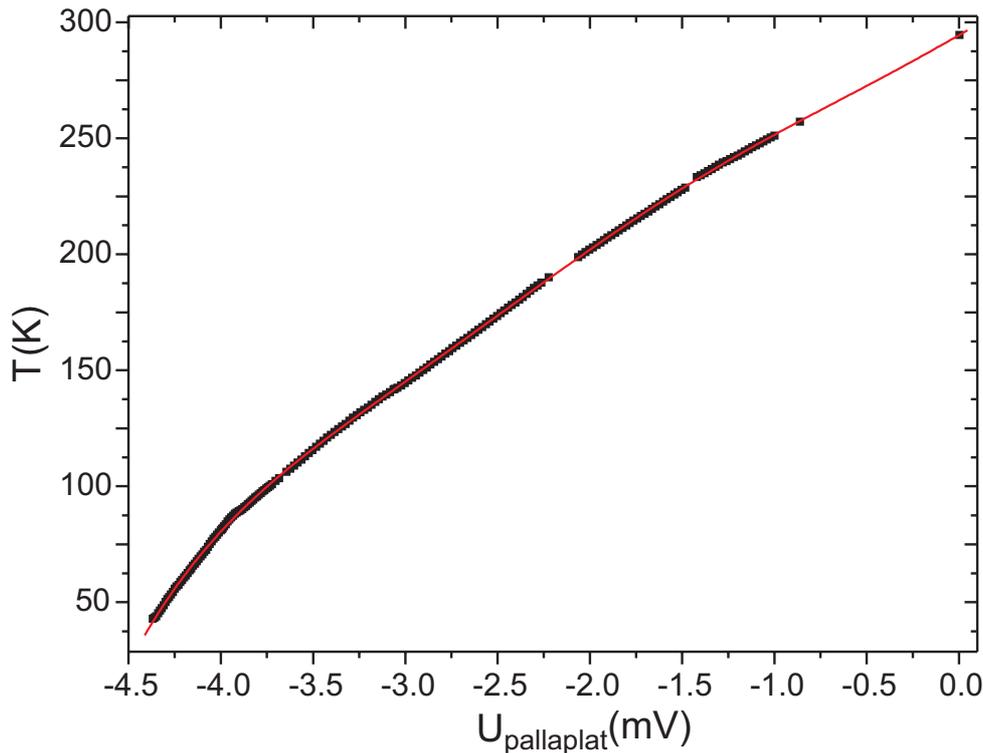
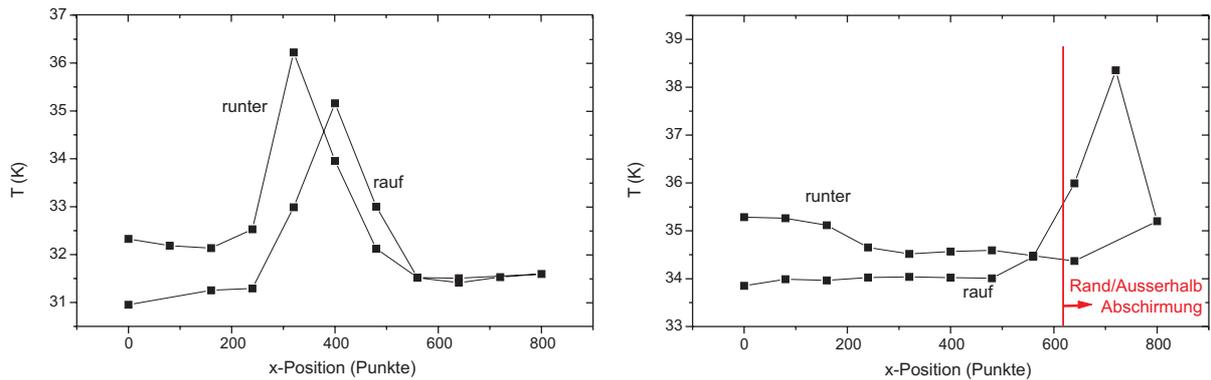


Abb. 3.11.: Neukalibrierung des Pallaplat-Thermocouple nach Umbau und Neuverdrahtung des Manipulators mittels eines OMEGA-NEWPORT-Digitalthermometers.

Generell gilt es bei der Temperaturmessung zu beachten, daß die Temperatur während einer SQUID-Messung driften kann. Dies liegt zum einen daran, daß die Probe normalerweise aus der Abschirmung herausgefahren wird, wo sie dann der Raumtemperatur bzw. zusätzlich der Wärme des Ion-Gauges ausgesetzt wird, aber auch daran, daß der Glasfinger durch den flüssigen Stickstoff auf 77 K gekühlt wird. Solange die Helium-Kühlung eingeschaltet bleibt, ist der Effekt nicht sehr groß, jedoch im Bereich von 150 bis 300 K spielen diese beiden Effekte eine große Rolle, zumal die Proben­temperatur in diesem Bereich nicht geregelt werden kann⁶.

Um die Auswirkungen des gekühlten Glas­fingers auf die Proben­temperatur zu studieren, wurde die Temperatur während einer Messung aufgezeichnet. Eine SQUID-Messung mit 2 mal 800 Punkten dauert insgesamt ca. 200 s. In Abb. 3.12(a) erkennt man, daß die Temperatur im mittleren Bereich um ca. 4 K ansteigt. Dies passiert genau an der Stelle, an der sich der Glas­finger befindet, der zu diesem Zeitpunkt wärmer ist als die Probe. Ab Position 600 befindet sich die Probe schon außerhalb der Abschirmung. In Abb. 3.12(b) ist solch ein Peak nicht zu sehen. Vor dieser Messung wurde der Abstand der Probe zum Glas­finger minimal verändert. Man sieht hier allerdings einen Anstieg außerhalb der Abschirmung. Der Grund ist, daß im ersten Fall die

⁶Wie bereits erwähnt, gibt es beim neuen Probenhalter keine Heizung bzw. läßt sich die resistive Heizung des alten, aufgrund des Störfeldes, nicht nutzen. Die Untersuchungen hinsichtlich der Temperaturstabilität wurden mit der großen Abschirmung durchgeführt.



(a) Im Bereich von 200 bis 600 Punkten liegt der Glasfinger mit 77 K. Die Probe hat offensichtlich den Glasfinger berührt.

(b) Nach Veränderung der Probenposition: Keine Berührung des Glasfingers, dafür Anstieg außerhalb der Abschirmung.

Abb. 3.12.: Messung der Probentemperatur während einer Messung mit Kühlung bei 33 K. Auf der x -Achse ist die Probenposition aufgetragen, um Wärmequellen zuordnen zu können. „Rauf“ und „runter“ bezeichnen jeweils die Bewegungsrichtung der Probe während der Messung.

Probe den Glasfinger berührt hat und im zweiten die Abschirmung. Man sieht aber dennoch, daß sich die Temperatur mit eingeschalteter Kühlung über die Messung um insgesamt 1 bis 1,5 K verschoben hat.

So wurde die Probe für die temperaturabhängigen Messungen nur innerhalb der Abschirmung bewegt, so daß nur darauf zu achten war, daß sie nicht den Glasfinger berührt.

Ein weitaus größerer Effekt tritt auf, wenn man die Helium-Kühlung abschaltet. Da die Probe sich dann von selbst langsam erwärmt, tritt hier eine stärkere Drift auf. Zum Vergleich ist der zeitliche Verlauf Temperatur ohne Kühlung in Abb. 3.13 dargestellt.

Diese Auftauration wurde dazu benutzt, den gemessenen Temperaturverlauf zweier Messungen bei 80 und 114 K zu analysieren (Abb. 3.14).

Man sieht, daß sich nach Abzug der Auftauration die Temperatur um weniger als 1 K über die Messung hinweg ändert. Das bedeutet auch, daß sich in diesem Bereich der diesmal kältere Glasfinger nicht auswirkt. Allerdings läßt sich diese Korrektur für die Messung der Magnetisierung nicht nutzen, da die Magnetisierung temperaturabhängig ist und diese um bis zu 2,5 K pro Messung driftet, d. h. Ziel muß es sein, die Probentemperatur durch eine aktive Steuerung konstant zu halten. Dazu muß aber erst eine geeignete Heizung entwickelt werden, die den oberen Teil des Probenhalters erhitzen kann und keine magnetischen Störfelder verursacht. Eine mögliche Konstruktion wäre eine Elektronenstoßheizung am Ausleger, wie sie auch für die ac-Suszeptibilitäts-Kammer von C. Rüdert realisiert ist. Diese ließe sich dann auch während der Messung ohne Störung einsetzen.

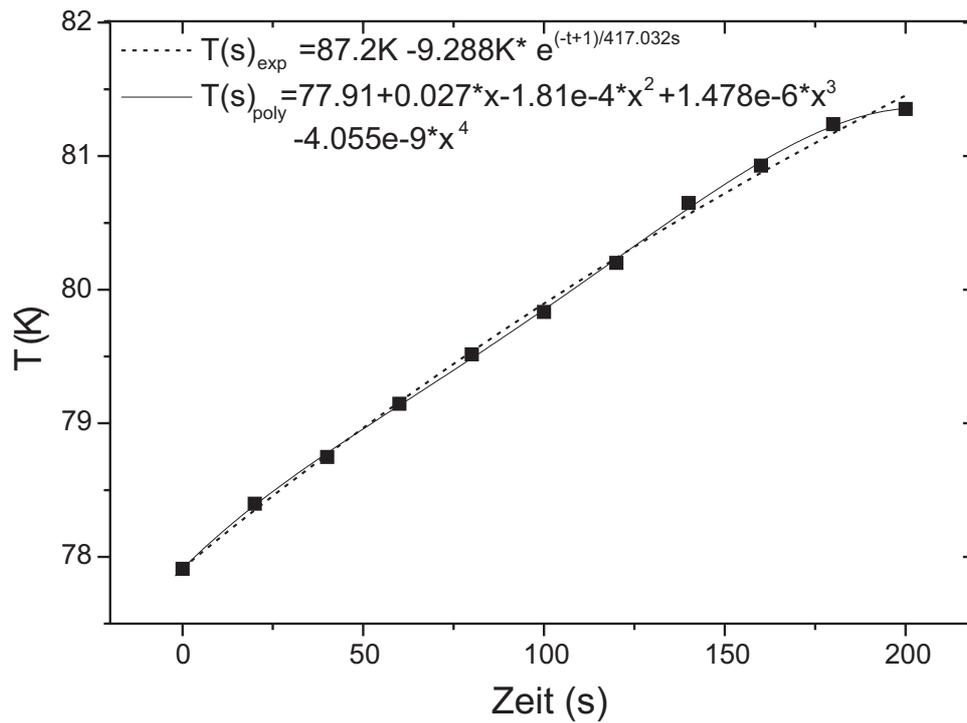


Abb. 3.13.: Temperatur der Probe ohne Kühlung um 80 K. Die Probe befand sich dabei in der unteren Ruhelage.

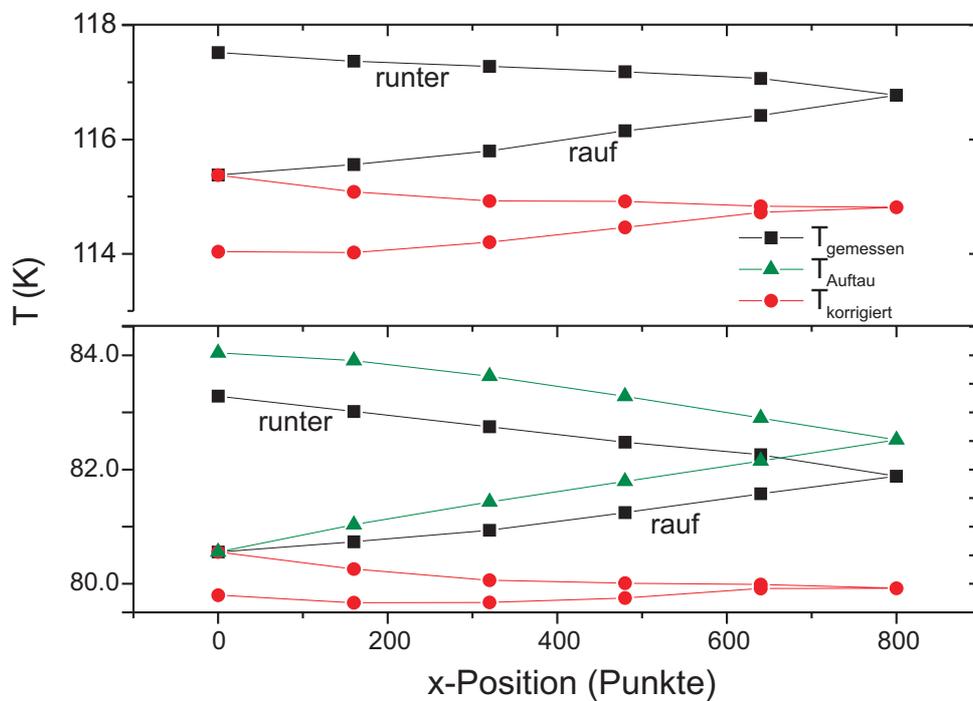


Abb. 3.14.: Temperatur der Probe während einer Messung ohne Kühlung (■). Der zeitliche Verlauf der Auftaurate aus Abb. 3.12(b) (▲) wurde dabei auf die entsprechenden Probenpositionen umskaliert und dann von der gemessenen Temperatur abgezogen (●).

4. Das System Ni/Cu(001)

Innerhalb des ersten Teils meiner Diplomarbeit wurden ultradünne Ni-Filme auf einem Cu(001)-Einkristall im Dickenbereich zwischen 2 und 12 Monolagen (ML) hergestellt und deren Magnetisierung *in situ* im UHV mit dem UHV-SQUID-Magnetometer gemessen. Diese Messungen führen die in der Doktorarbeit von A. Ney [1] begonnenen Arbeiten fort.

Fcc-Ni wächst bei Raumtemperatur innerhalb der ersten 3 bis 5 ML lagenweise [27,28] pseudomorph auf der Cu(001)-Oberfläche [29–31] auf. Da die Gitterkonstante von Cu (3,61 Å) um 2,5% größer als die von Ni (3,52 Å) ist, wächst der Ni-Film verspannt auf. Durch diese Verspannung entsteht eine tetragonale Stauchung entlang der Filmnormalen, die eine magnetoelastische Anisotropie zur Folge hat. Diese Anisotropie bewirkt auch die Reorientierung der leichten Richtung von in der Ebene zu senkrecht zur Ebene zwischen 10 und 11 ML. Oberhalb von 5 ML wächst der Film inselartig mit einer Rauigkeit von 0,5 bis 1,5 nm [27,28]. Nur in der Grenzflächenlage tritt eine Durchmischung von Cu und Ni auf, die aber die magnetischen Eigenschaften des Ni-Films nicht wesentlich beeinflusst [32]. Für die Auswertung werden die Ni-Volumenkristall Magnetisierung (Bulk-Magnetisierung) und das magnetische Moment aus Ref. [33] verwendet:

$M(T = 0 \text{ K})$	$\mu/Atom$
528 G	$0,619 \mu_B$

Ni zeigt, verglichen mit Co oder Fe, eine sehr kleine Curie-Temperatur von 627 K. Bis zu einer Dicke von ungefähr 5 ML liegt T_C unter Raumtemperatur. Deswegen wurden alle Messungen der Ni-Magnetisierung bei $T=40 \text{ K}$ durchgeführt, um eine ausreichend kleine reduzierte Temperatur zu erreichen.

4.1. Präparation von Ni/Cu(001)

Wie schon im Abschnitt 3.1 erwähnt, liegt der Basisdruck der Kammer bei $p=2,0 \cdot 10^{-10}$ mbar. Der Cu(001)-Kristall wird mehrmals durch abwechselnden 15-minütigen Beschuß mit Ar^+ -Ionen (*sputtern*) und Tempern (*annealen*) für 5 min bei 870 K gereinigt. Das Entfernen des

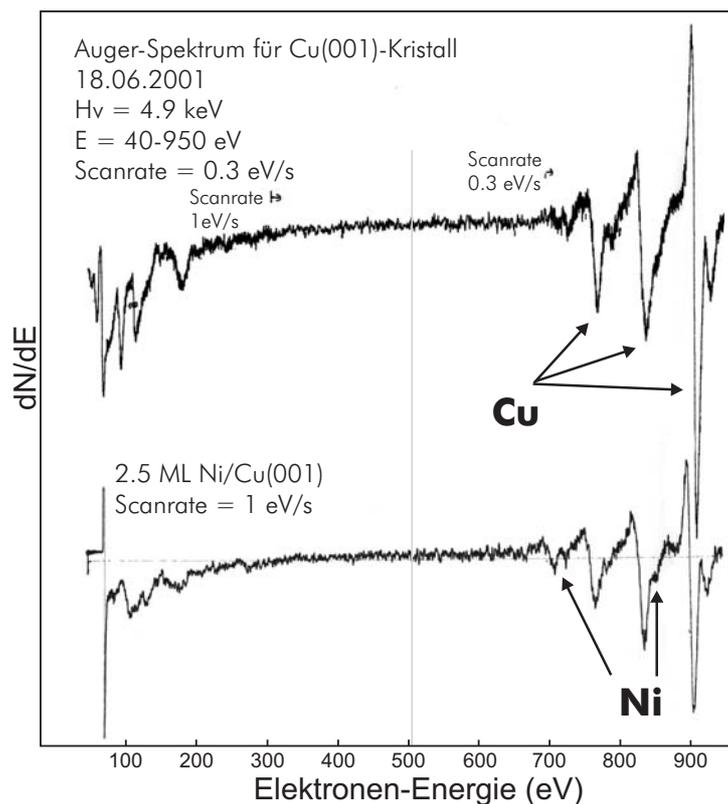
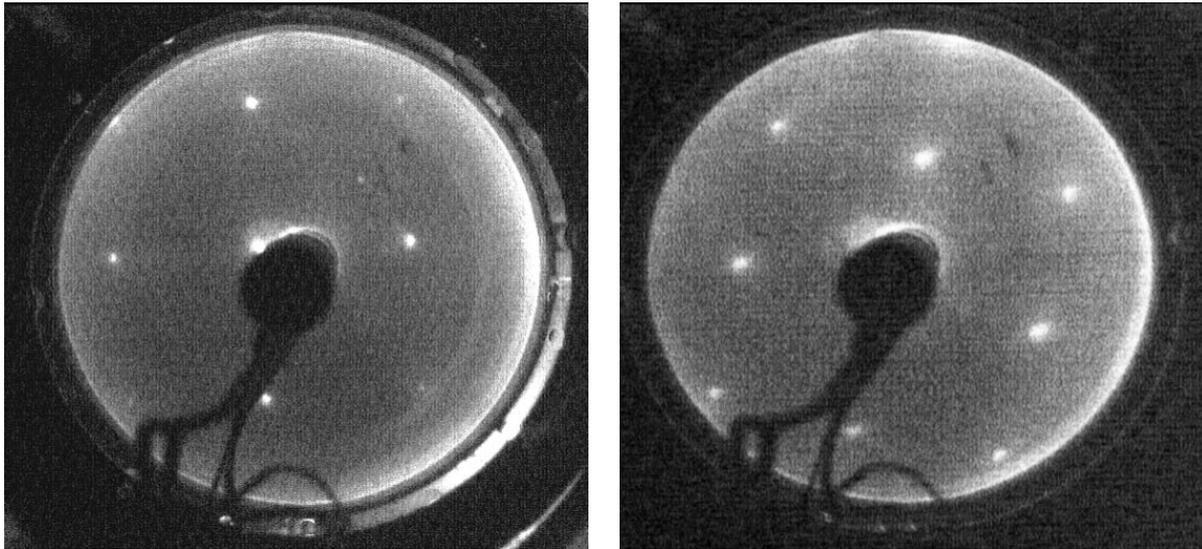


Abb. 4.1.: Auger-Spektrum des sauberen Cu(001)-Kristalls (oben) und nach Bedeckung mit 2,5 ML Ni (unten). Es ist keine Kontamination durch Kohlenstoff (275 eV) oder Sauerstoff (510 eV) erkennbar.

Films geschieht auf analoge Weise, nur muß der Kristall mind. eine Stunde mit Ar^+ -Ionen gesputtert werden, um den Film vollständig abzutragen. Die in Abb. 4.1 gezeigten Auger-Spektren belegen, daß Kristall und Ni-Film nicht mit Sauerstoff oder Kohlenstoff verunreinigt sind. Da die entsprechenden Peaks nicht sichtbar sind, muß deren Anteil weniger als 3 % einer Monolage entsprechen. Desweiteren sind in Abb. 4.2 LEED-Bilder (*low energy electron diffraction*) zur Strukturkontrolle der gereinigten Cu(001)-Oberfläche und eines 4.9 ML Ni-Films dargestellt. Aus den scharfen Spots läßt sich auf eine wohlgeordnete Oberfläche schließen.

Das Herstellen des Ni-Filmes geschieht analog zu Ref. [1]. Auf die Cu(001)-Oberfläche wurde mittels eines Elektronenstrahl-Verdampfers der zu untersuchende Ni-Film bei Raumtemperatur aufgedampft. Das Rohmaterial liegt in Stabform (Ni) bzw. in einem Tiegel (Cu) vor. Die Filmgeometrie wird mittels einer quadratischen $3 \times 3 \text{ mm}^2$ -Blende, die sich direkt vor dem Kristall befindet, festgelegt. Die Schichtdicke wird mit einer Quarz-Mikrowaage bestimmt, indem jeweils vor und nach dem Aufdampfen des Filmes die Aufdampfrate bestimmt und gemittelt wird. Während des Verdampfens wird die Rate mittels eines Flux-Monitors konstant gehalten.



(a) Cu(001)-Einkristall bei 132 eV

(b) 4,9 ML Ni/Cu(001) bei 140 eV

Abb. 4.2.: LEED-Bilder (a) der Cu(001)-Oberfläche (fcc) des reinen Kristalls und (b) des mit 4,9 ML Ni bedeckten Kristalls. Die punktförmig scharfen Spots geben die gute Oberflächen-Struktur wieder.

Aus der Zeit läßt sich dann die Schichtdicke d wie folgt berechnen:

$$d [ML] = \frac{2t}{d_{hkl} \cdot t_{rate}} \quad \text{mit} \quad t \quad \text{Aufdampfzeit in s} \quad (4.1)$$

d_{hkl} Interlagenabstand (Ni: 1,77 Å)
 t_{rate} mittl. Aufdampfzeit für 2 Å in s

Der Druck steigt während des Aufdampfens nicht über $6,0 \cdot 10^{-10}$ mbar, so daß Verunreinigungen durch Restgase minimiert sind.

Nach dem Abkühlen der Probe auf die Meßtemperatur (hier 40 K), wird der Film mittels eines Pulsmagneten magnetisch gesättigt (s. Abschnitt 3.1) und im Anschluß sofort mit dem SQUID gemessen. Die Zeit, die bis dahin seit dem Aufdampfen vergangen ist, beträgt nur etwa 10 Minuten, so daß nur wenig Restgas-Kontamination auftreten kann. Nach 4 bis 5 Messungen (Dauer insgesamt ca. 15 min.) wird der Film dann mit einer Cu-Deckschicht bei Raumtemperatur bedampft. Danach wird er wieder abgekühlt, aufmagnetisiert und schließlich wieder gemessen. Dies ermöglicht es, den Einfluß einer nichtmagnetischen Deckschicht auf die Ni-Magnetisierung am selben Film unter identischen Bedingungen direkt zu untersuchen.

4.2. Absolute Magnetisierung von 2 bis 12 ML Ni/Cu(001) mit/ohne Cu-Deckschicht

Es wurden Filme im Dickenbereich von 2 bis 12 ML Ni/Cu(001) sowohl ohne als auch mit 5 ML Cu-Deckschicht bei $T=40$ K gemessen. Die Abbildungen 4.3 und 4.4 zeigen eine Auswahl der Messungen. Es ist jeweils das Streufeld mit der absoluten Magnetisierung bei der Meßtemperatur angegeben. Alle Filme unterhalb von 9 ML zeigen ein klares in-plane Streufeld, d. h. die

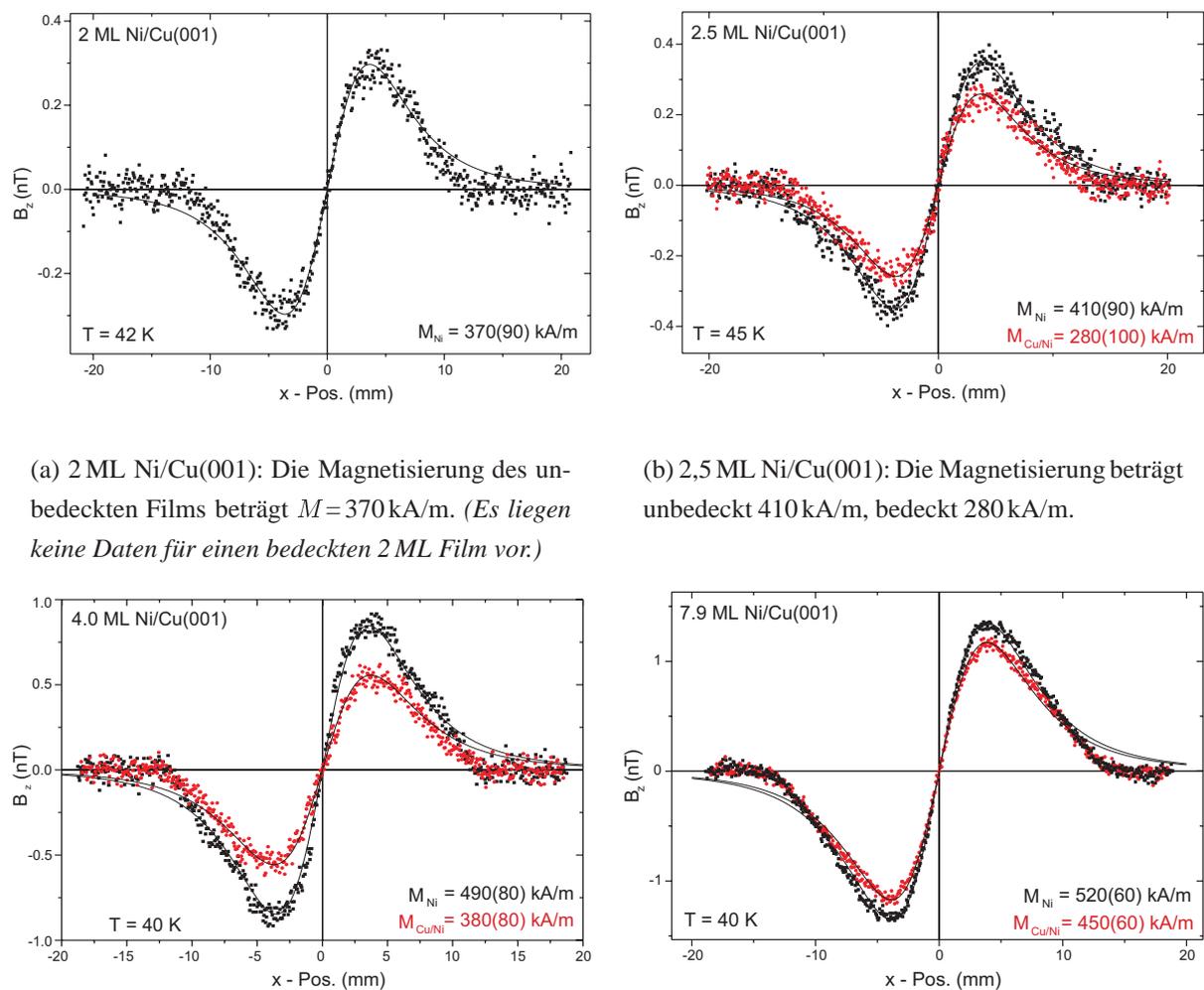
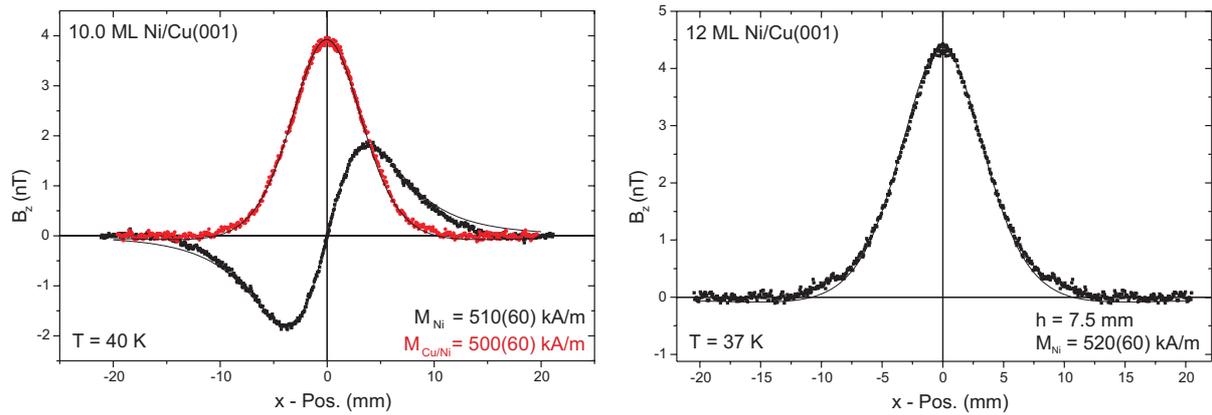


Abb. 4.3.: SQUID-Messung an (a) 2 ML, (b) 2,5 ML, (c) 4 ML und (d) 7,9 ML Ni/Cu(001) bei $T=40$ K. Dargestellt ist jeweils das Streufeld ohne Deckschicht (■) und mit 5 ML Cu-Deckschicht (●). Die durchgezogenen Linien stellen die berechneten Fitkurven dar. Die Abweichungen für $x > 10$ mm resultieren daraus, daß die Probe die Abschirmung passiert. Ab etwa 15 mm wird das wahre Null-Signal gemessen, da sich die Probe außerhalb der Abschirmung befindet.



(a) 10 ML Ni/Cu(001): Dargestellt ist das Streufeld ohne Deckschicht (■) und mit 5 ML Cu-Deckschicht (●). Die Magnetisierung beträgt 510 kA/m bzw. 500 kA/m. Der unbedeckte Film zeigt noch eine Magnetisierung in der Filmebene, während nach der Bedeckung die Magnetisierung senkrecht zur Filmebene steht.

(b) 12 ML Ni/Cu(001): Dargestellt ist nur das Streufeld ohne Deckschicht (■). Gegenüber den 10 ML hat die Reorientierung der leichten Richtung senkrecht zur Filmebene nun ohne Cu-Bedeckung stattgefunden. Die Magnetisierung sowohl des unbedeckten Filmes beträgt 520 kA/m.

Abb. 4.4.: SQUID-Messung an (a) 10 ML und (b) 12 ML Ni/Cu(001) bei $T=40$ K. In diesem Dickenbereich findet die Reorientierung der leichten Richtung statt.

leichte Richtung liegt in der Filmebene. Im Dickenbereich zwischen 10 und 12 ML findet bei unbedeckten Ni-Filmen die Reorientierung der leichten Richtung von in der Ebene zu senkrecht zur Filmebene statt (Abb. 4.4(a) und 4.4(b)). Bei mit Cu bedeckten Filmen tritt diese Reorientierung bereits bei kleineren Schichtdicken zwischen 8 und 9 ML Ni auf (vgl. Abb. 4.3(d) und 4.4(a)).

Um die Magnetisierung zu bestimmen, wurden die Streufelder, wie in Abschnitt 2.1.3 und A.1.3 beschrieben, gefittet. Diese Magnetisierung entspricht nur bei Filmen oberhalb von 5 ML innerhalb von 2% der Sättigungsmagnetisierung bei $T=0$ K, da nur für diese Filme die reduzierte Temperatur im Bereich $<0,1$ liegt. Bei dünneren Filmen unter 5 ML muß aufgrund der T_C -Reduktion eine größere reduzierte Temperatur berücksichtigt werden. Die Magnetisierung muß zu $T=0$ K extrapoliert werden, um sie mit den anderen Werten vergleichen zu können. Gleiches gilt für die mit Cu bedeckten Filme. Dort wird die Curie-Temperatur zusätzlich um ca. 30 K reduziert (s. auch Abschnitt 4.3). Die mit Cu bedeckten 2 ML und 3 ML Filme zeigten keine eindeutig bestimmbare Magnetisierung (Ausnahme ist der hier gezeigte 2,5 ML-Film). Ursache ist vermutlich die durch Cu-Bedeckung stark reduzierte Curie-Temperatur, die bei diesen Filmen unterhalb oder dicht bei der erreichbaren Meßtemperatur lag.

Die Extrapolation der Magnetisierungswerte wurde mittels des Blochschen $T^{3/2}$ -Gesetzes (Gl. 2.13) durchgeführt. Von grundlegender Bedeutung ist hier aber die genaue Kenntnis der

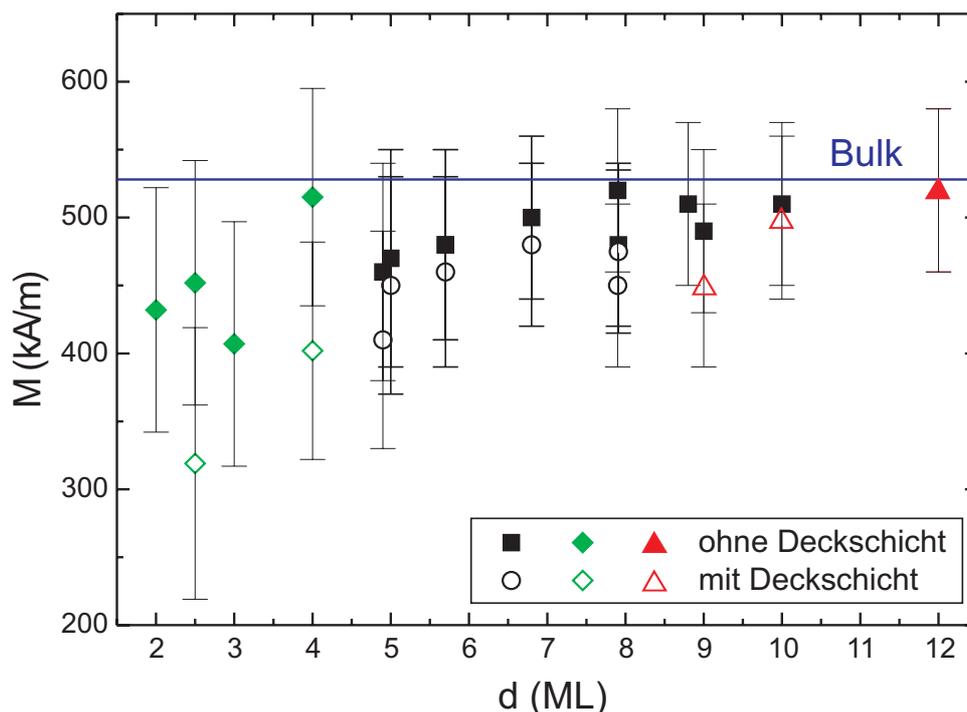


Abb. 4.5.: Dickenabhängigkeit der Magnetisierung von Ni/Cu(001). Es sind die Werte bei $T=40$ K für die unbedeckten in-plane Filme (■) und out-of-plane Filme (▲), sowie die jeweils bedeckten Filme (○) und (△) angegeben. Die mit (◆) und (◇) gekennzeichneten Werte wurden für $T \rightarrow 0$ extrapoliert. Man erkennt im Rahmen des Meßfehlers keine Dickenabhängigkeit der Ni-Magnetisierung. Die unbedeckten Ni-Filme zeigen nahezu die Ni-Volumenmagnetisierung. Die bedeckten Filme zeigen gegenüber den unbedeckten Filmen eine leicht reduzierte Magnetisierung.

Curie-Temperatur für die entsprechende Filmdicke. Dies stellt aber gerade bei den ultradünnen Ni-Filmen ein Problem dar, da hier kaum Werte veröffentlicht sind. Extrapoliert man mit den in der Doktorarbeit von M. Tischer [34] angegebenen Werten für T_C (55 K, 66 K, 112 K und 255 K für 2, 2,5, 3 bzw. 4 ML), so erhält man unphysikalische Sättigungsmagnetisierungen von weit über 700 kA/m (der Bulkwert liegt bei 528 kA/m). Daher wurden die Curie-Temperaturen von Huang *et. al.* [16] (s. Abb. 2.4) verwendet, die weitaus plausible Resultate liefern. Verändert man diese T_C um ± 30 K, so verändert sich das Ergebnis nur um rund 2-4%. Die extrapolierten Werte sind zusammen mit den direkt bestimmten Magnetisierungen in Abb. 4.5 und Tab. 4.1 dargestellt. Man erkennt, daß alle Filme (auch die reorientierten Filme) im Rahmen des Meßfehlers die Ni-Bulk-Magnetisierung von 528 kA/m zeigen. Ferner ist keine Dickenabhängigkeit feststellbar. Die extrapolierten Werte der sehr dünnen Filme sind mit einer größeren Unsicherheit behaftet, da hier (speziell für die Cu-bedeckten Filme) keine genauen Angaben über die Curie-Temperatur existieren. Es wurde, soweit nicht aus anderen Messungen [35] bekannt, eine Reduzierung der Curie-Temperatur um 30 K durch die Cu-Bedeckung angenommen. Die Magnetisierungen aller bedeckten Filme liegen systematisch dicht ($\approx 4\%$) unterhalb der der reinen

Ni-Dicke (ML)	M (kA/m)		$M(T=0)$ (kA/m)	
	unbedeckt	bedeckt	unbedeckt	bedeckt
2,0	370(90)	—	433(90)	—
2,5	410(90)	280(100)	452(90)	319(100)
3,0	380(90)	—	408(90)	—
4,0	490(80)	380(80)	515(80)	402(80)
4,9	460(80)	410(80)	480(80)	430(80)
5,0	470(80)	450(80)	490(80)	471(80)
5,7	480(70)	460(70)	500(70)	481(70)
6,8	500(60)	480(60)	517(60)	498(60)
7,9	520(60)	450(60)	536(60)	465(60)
8,8	510(60)	—	525(60)	—
9,0	490(60)	450(60)	505(60)	465(60)
10,0	510(60)	500(60)	525(60)	520(60)
12,0	520(60)	520(60)	530(60)	530(60)

Tabelle 4.1.: Übersicht aller gemessenen Ni-Filme. Es ist jeweils die Magnetisierung des unbedeckten und bedeckten Filmes bei $T=40$ K angegeben. *kursiv*: senkrecht zur Filmebene magnetisierter Film. Im rechten Tabellenteil sind die für $T \rightarrow 0$ extrapolierten Werte angegeben. Man sieht, daß diese ab 4,9 ML gut mit den nicht-extrapolierten übereinstimmen (Abweichung $<4\%$).

Ni-Filme. Hiermit zeigt sich also der direkte Einfluß einer nichtmagnetischen Deckschicht auf die magnetischen Eigenschaften des Filmes. Dieser Effekt kann erst durch die *in situ* Messungen im UHV beobachtet werden. Da die Deckschicht nur die oberste(n) Lage(n) beeinflusst, spielen die Veränderungen von T_C und M vor allem bei den ultradünnen Filmen eine Rolle, während sie bei sehr dicken Filmen i. allg. vernachlässigt werden können.

4.3. Totales magnetisches Moment von Ni

Aus den zu $T=0$ K extrapolierten Werten für die Magnetisierung läßt sich nun das totale magnetische Moment pro Atom μ , wie in Gleichung 2.11 gezeigt, berechnen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.2 dargestellt.

Aus der Tatsache, daß sowohl jeweils der unbedeckte Ni-Film als auch der mit Cu bedeckte Film gemessen wurde, läßt sich die Änderung des magnetischen Momentes an der Oberfläche direkt bestimmen [7,36]. Man benutzt hierzu folgendes Modell:

$$\mu_{tot}(d) = \mu_{vol} + \frac{\mu_{oberfl} + \mu_{grenzfl} - 2\mu_{vol}}{d} \quad (4.2)$$

Hier wird angenommen, daß sich das gesamte Moment des Filmes $d \cdot \mu_{tot}$ aus dem Moment der

Ni-Dicke (ML)	μ ($\mu_B/Atom$)	
	unbedeckt	bedeckt
2,0	0,51(11)	—
2,5	0,53(11)	0,38(12)
3,0	0,48(10)	—
4,0	0,61(9)	0,47(9)
4,9	0,57(9)	0,51(9)
5,0	0,58(9)	0,56(9)
5,7	0,59(8)	0,57(8)
6,8	0,61(7)	
7,9	0,63(7)	0,55(7)
8,8	0,62(7)	—
9,0	0,60(7)	0,58(7)
10,0	0,62(7)	0,61(7)
12,0	0,62(7)	0,61(7)

Tabelle 4.2.: Totale magnetische Momente aus der für $T \rightarrow 0$ extrapolierten Magnetisierung berechnet (s. Gl. 2.11). Es ist jeweils der Wert für den unbedeckten und bedeckten Film angegeben. *Kursiv:* Film senkrecht zur Filmebene magnetisiert.

Oberflächenschicht μ_{oberfl} , dem Moment der Grenzflächenschicht $\mu_{grenzfl}$ und den restlichen $d - 2$ Schichten des Volumens mit jeweils μ_{vol} zusammensetzt. Unter der Annahme, daß das Moment der Volumenschichten dem Bulk-Moment entspricht, erhält man:

$$\mu_{tot}(d) = \mu_{tot}(Bulk) + \frac{\mu_{tot}(bulk) \cdot (R + E - 2)}{d} \quad (4.3)$$

Die relativen Größen R und E beschreiben die Reduktion an der Grenzschicht bzw. die Erhöhung des Momentes an der Oberfläche. Unter der Annahme, daß sich die Cu-bedeckte Oberfläche und die Grenzfläche zum Cu-Substrat identisch verhalten, kann man den Ausdruck $R + E$ durch $2R$ ersetzen und erhält so ein Gleichungssystem um das Moment der Oberflächenschicht und das der Grenzflächenlage auszurechnen.

$$R = \frac{d(\mu_{bedeckt}(d) - \mu_{tot}(Bulk))}{2\mu_{tot}(Bulk)} + 1 \quad (4.4)$$

$$E = \frac{d(\mu_{unbedeckt}(d) - \mu_{tot}(Bulk))}{\mu_{tot}(Bulk)} - R + 2 \quad (4.5)$$

Leider streuen die Meßwerte sehr stark, so daß eine Auswertung des magnetischen Momentes durch einen $1/d$ -Plot nach Gl. (4.3) zwar möglich ist (s. Abb. 4.6), aber zu keinem verlässlichen Ergebnis führt. Die beiden Fit-Geraden schneiden nicht, wie theoretisch zu erwarten wäre, die y -Achse beim Volumenkrillmoment. Man erhält hier eine Reduktion von 55%

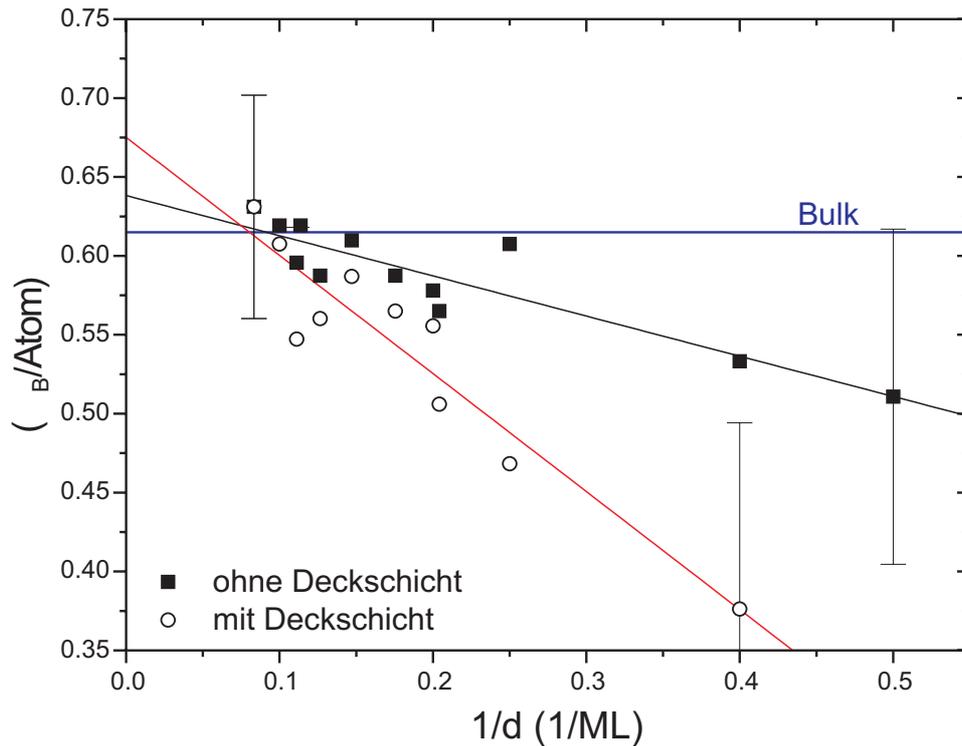


Abb. 4.6.: Magnetisches Moment unbedeckter (■) und bedeckter (○) Ni-Filme als Funktion der inversen Filmdicke.

und eine Erhöhung um nur 16%. Für einzelne Filme ergibt sich hingegen eine Erhöhung des magnetischen Momentes an der Oberfläche gegenüber dem Volumen von 20 bis 60% auf $0,73$ bis $0,98 \mu_B/\text{Atom}$ und eine Reduktion an der Grenzfläche um 20 bis 50% auf $0,49$ bis $0,31 \mu_B/\text{Atom}$. Die Erhöhung und die Reduktion gleichen sich in etwa aus, so daß sich insgesamt über den Film gemittelt das Ni-Bulk-Moment von $0,62 \mu_B/\text{Atom}$ ergibt.

Die Ursache für die Erhöhung des totalen magnetischen Momentes der obersten Ni-Lage liegt in der verringerten Koordination der Atome an der Oberfläche im Gegensatz zu den Atomen im Volumen [37 und darin enthaltene Referenzen]. Die kleinere Koordination verursacht eine Verkleinerung der Breite der Ni-*d*-Bänder, wodurch sich das Spinmoment erhöht. Dies beeinflusst auch das Bahnmoment. Angenommen, durch das erhöhte Spinmoment ist ein Spinband voll und das andere Band nur teilweise besetzt, dann vergrößert sich dadurch auch das Bahnmoment, da ein voll besetztes Spinband alleine kein Bahnmoment besäße. Aber auch durch die verringerte Symmetrie wird das Bahnmoment erhöht, da das Quenching des Bahnmoments durch den Kristall verkleinert wird. Eine dritte Ursache ist eine dem Volumen gegenüber größere Besetzungszahldichte (DOS) an der Fermikante E_F . Diese hat ein größeres Bahnmoment zur Folge [38]. Zusammengenommen ergibt sich so die Erhöhung des totalen Momentes.

An der Grenzfläche zum Cu hingegen treten Hybridisierungseffekte zwischen den Cu-*d*- und Ni-*d*-Bändern auf [37,39–41], die einen Ladungstransfer vom Cu zum Ni *d*-Orbital be-

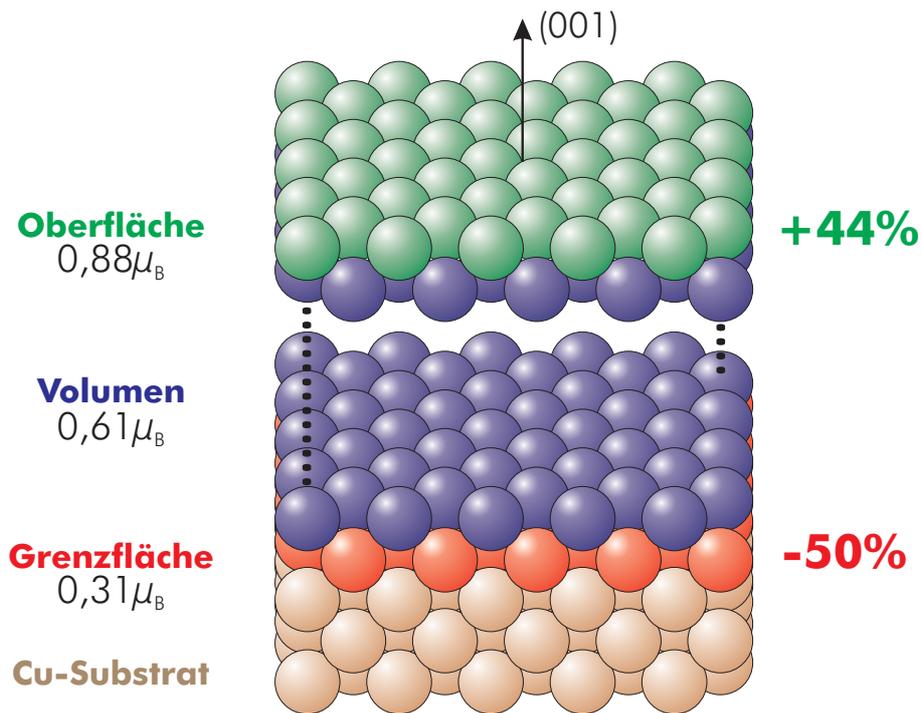


Abb. 4.7.: Aufteilung des totalen magnetischen Momentes von Ni in Oberflächen-, Volumen- und Grenzflächenanteil. Das Moment an der Oberfläche ist um 44% gegenüber dem Volumen erhöht, während es an der Grenzfläche um 50% reduziert ist.

wirken und damit die Zahl der Ni-*d*-Löcher im Minoritätsband reduziert. Dies führt zu einer Reduzierung des totalen Momentes.

4.4. Diskussion widersprüchlicher Resultate („Contesting Results“)

Mit den SQUID-Messungen am System Ni/Cu(001) konnten Widersprüche bzgl. des totalen magnetischen Momentes von Ni in diversen Veröffentlichungen [7,42–44] geklärt werden. Van der Laan *et. al.* [45] prägten hier den Begriff der „Contesting Results“ für diese widersprüchlichen Darstellungen. Eine Übersicht über experimentelle Ni-Momente gibt Tabelle 4.3 und über theoretisch berechnete Momente Tabelle 4.4.

Ni-Filmdicke	tot. Moment (μ_B/Atom)	
4 ML	0,3(1)	(Ref. [42])
2 bis 12 ML	0,61(9)	(hier und Ref. [7])
11 bis 14 ML	$\approx 0,65$	(Ref. [43])
3 nm (17 ML)	0,10(9)	(Ref. [44])
8 nm (45 ML)	0,23(5)	
10 nm (56 ML)	0,41(4)	
15 nm (85 ML)	0,63(3)	

Tabelle 4.3.: Widersprüchliche experimentelle Werte für das totale magnetische Moment dünner Ni-Filme aus verschiedenen Arbeiten. Der Nickel-Bulkwert beträgt $0,615 \mu_B/\text{Atom}$

Die experimentellen Ergebnisse schwanken sehr stark und sind widersprüchlich. In älteren Arbeiten [42,44] wurden Momente bestimmt, die deutlich unter dem Ni-Bulk-Wert von $0,615 \mu_B/\text{Atom}$ liegen. So geben Hope *et. al.* [44] für dünne Ni-Filme von 17 ML ein Moment von nur $0,10(9) \mu_B/\text{Atom}$ an. Erst ein 85 ML dicker Film zeigt hier das Bulk-Moment. Diese starke Reduktion steht im Widerspruch zu den Ergebnissen dieser Arbeit [7] und auch von Ref. [43]. Die SQUID-Messungen ergaben das Bulk-Moment für Ni-Filme im Bereich von 2-12 ML, d. h. keine Reduzierung des Momentes und keine Dickenabhängigkeit. Es kann auch ausgeschlossen werden, daß Cu vom Substrat auf den Ni-Film aufschwimmt und damit das Moment reduziert, wie IV-LEED-Messungen zeigen sollen [46]. Hier haben die SQUID-Messungen gezeigt, daß sich das Moment erst durch das Aufdampfen einer Cu-Deckschicht reduziert. Es hätte keine Wirkung gezeigt, wäre bereits Cu auf dem Film gewesen.

Eine klare Ursache für diese Diskrepanzen läßt sich zwar nicht angeben, jedoch können schlechte Film- und Kristallpräparation, also zu rauhe oder gestufte Substrate oder inselartig gewachsene Filme, ein möglicher Grund sein. Auch ein zu schlechter Druck, speziell auch beim Aufdampfen kann eine Abweichung erklären, da bereits geringe Mengen Sauerstoff oder anderer Restgase wie CO auf der Ni-Oberfläche ausreichen, um die Filmmagnetisierung bei weniger als 8 ML senkrecht zur Oberfläche zu drehen. Dieses ist der gleiche Effekt wie der der Cu-Bedeckung.

tot. Ni-Moment (μ_B /Atom)	Experiment hier	Theorie	
		Ref. [45]	Ref. [47]
Bulk	0,61(8)	0,57 ^a	0,72 ^b (0,65)
4 ML unbedeckt	0,61(9)	0,52	0,69 (0,62)
4 ML bedeckt	0,47(9)	—	0,61 (0,55)
Oberfläche	0,88(12)	0,64	0,81 (0,73)
Volumen	0,61(8)	0,55	0,71 (0,64)
Grenzfläche	0,31(10)	0,37	0,51 (0,46)

Tabelle 4.4.: Vergleich des totalen magnetischen Momentes aus SQUID-Messungen mit neueren theoretischen Arbeiten [45,47] für Ni-Bulk und 4 ML Ni/Cu(001). Im unteren Teil sind die Beiträge der Ni-Oberfläche und der Ni/Cu-Grenzfläche gegenüber dem Ni-Volumen angegeben.

^a Die angegebenen Momente [45] wurden mittels des Korringa-Kohn-Rostoker-Ansatzes (KKR) berechnet und enthalten das Spin- und Bahnmoment.

^b Die Momente [47] wurden mittels der Generalized Gradient Approximation (GGA) berechnet und enthalten das Spin- und Bahnmoment. Nach Meinung der Autoren [48] werden diese um 8-10 % zu groß berechnet, da bei einer Anpassung der GGA andernfalls die Struktur falsch bestimmt würde. Daher sind um 10 % reduzierte Werte in Klammern angegeben.

Die theoretisch berechneten Momente von Yang *et. al.* [47] tragen zur Klärung der beschriebenen Widersprüche bei, da sie die SQUID-Messungen bestätigen (s. Tabelle 4.4). So zeigen sich gute Übereinstimmungen, sowohl für das totale Ni-Bulk-Moment als auch für 4 ML Ni/Cu(001) mit und ohne Cu-Deckschicht. Hier zeigt sich auch, daß die Reduktion des Momentes durch die Cu-Bedeckung durch die Theorie gut wiedergegeben wird. Ebenso läßt sich die Erhöhung des Momentes an der Oberfläche und die Reduzierung an der Grenzfläche mit beiden Theorien gleich gut beschreiben (Erhöhung um 16 bzw. 14 % und Reduktion um 33 bzw. 28 %). Diese fallen zwar nicht so stark aus, wie die für den 4 ML Film experimentell bestimmten, jedoch zeigt sich über alle gemessenen Filme gemittelt ein ähnliches Ergebnis (s. Abschnitt 4.3).

4.5. Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung und der β -Exponent

Dieser Abschnitt behandelt die Messungen der temperaturabhängigen Magnetisierung für 4,7 ML und 4,2 ML Ni/Cu(001). Ferner sollte die Eignung des SQUID-Systems zur Bestimmung der Curie-Temperatur und des kritischen Exponenten β untersucht werden.

Die Bestimmung von T_C wie auch des Exponenten β geht mit dem Problem einher, die Ma-

netisierung in der Nähe des Ordnungspunktes T_C zu messen. Da die Magnetisierung hier aber immer kleiner wird und schließlich verschwindet, gestaltet sich dies außerordentlich schwer, wenn zudem die Curie-Temperatur nicht exakt genug, d. h. nur auf 5 Kelvin genau bekannt ist und ein magnetischer Untergrund¹ die Messung beeinflusst.

Da mit dem UHV-SQUID in einem Bereich von 40 bis 300 K gemessen werden kann, wurde eine Ni-Filmdicke von weniger als 5 ML gewählt werden, um ein T_C unter Raumtemperatur zu gewährleisten. Darüberhinaus wurde der Film mit Cu bedeckt, um ihn für die nun längere Meßreihe zu schützen. Dies führt zu einem relativ kleinen zu messenden Signal, im Gegensatz z. B. zu den Fe/V-Multilag, die im Kapitel 5 beschrieben werden. Deren Signale sind bis zu 20 mal größer und dementsprechend unempfindlich gegen Rauschen.

Im Kapitel 3 wurden bereits die Schwierigkeiten einer genauen Temperaturbestimmung erläutert. Die Temperatur-Auflösung der Meßpunkte ist durch die Auftauration und die Temperaturstabilität während einer Meßfahrt bestimmt und beträgt 1 bis 2 K. Um bis zu 1,5 K variiert auch die Proben-Temperatur während einer Messung, bedingt durch den kälteren/wärmeren Glasfinger (s. Abschnitt 3.2.3). Damit ist die Genauigkeit der relativen T_C -Bestimmung schon allein durch die Temperaturmessung auf ± 3 K begrenzt. Um starke Temperaturschwankungen während einer Messung zu verhindern, wurde die Probe nur innerhalb der Abschirmung bewegt, so daß die für die normale Auswertung ebenso wichtige Nulllinie (außerhalb der Abschirmung gemessen) nicht zur Verfügung stand². Dadurch läßt sich ein linearer Untergrund, wie er durch die Drift der SQUID-Elektronik auftritt, nicht mehr ohne weiteres abziehen, wodurch ein unbekannter Offset übrigbleibt.

Für die Auswertung dieser kürzeren Streufelder wurde deswegen ein etwas anderer Weg gewählt. Zuerst wurde von den Rohdaten eine lineare Hilfsfunktion abgezogen, so daß Anfang und Ende der Kurve auf der x -Achse liegen. Durch einen direkten Vergleich dieser Daten untereinander zeigte sich, daß sich das Maximum kontinuierlich bis auf einen konstanten Wert verkleinert. Die Temperatur, bei der sich der konstante Wert einstellte, wurde zunächst als Curie-Temperatur festgelegt. Hierdurch ergibt sich der zweite Anteil am Fehler von T_C , der so bis zu ± 6 K betragen kann. Durch Integration wurde dann für alle Datensätze jeweils die Fläche unter dem Maximum bestimmt. (Dieser Wert ist proportional zur Magnetisierung, da die Amplitude der Streufeldkurven proportional zur Magnetisierung ist, sofern sich die Form der Streufeldkurven nicht ändert.) Hiervon wurde nun ein konstanter Untergrund abgezogen, der aus dem Mittelwert der Flächeninhalte der Messungen oberhalb der zuvor festgelegten Curie-

¹Ein magnetischer Untergrund kann aufgrund der ortsabhängigen Messung des Streufeldes nicht direkt als konstanter Wert abgezogen werden. Er kann durch Berührungen der Probenaufhängung mit der μ -Metallabschirmung entstehen oder durch größere Ni-Partikel, die sich beim Aufdampfen trotz guter Fokussierung und Maske nach und nach auf dem Probenhalter ablagern.

²Zu Beginn und Ende der Meßreihe sowie zwischendurch wurde im Abstand von ca. 70 K das gesamte Streufeld aufgenommen, um die Magnetisierung zum Vergleich direkt bestimmen zu können.

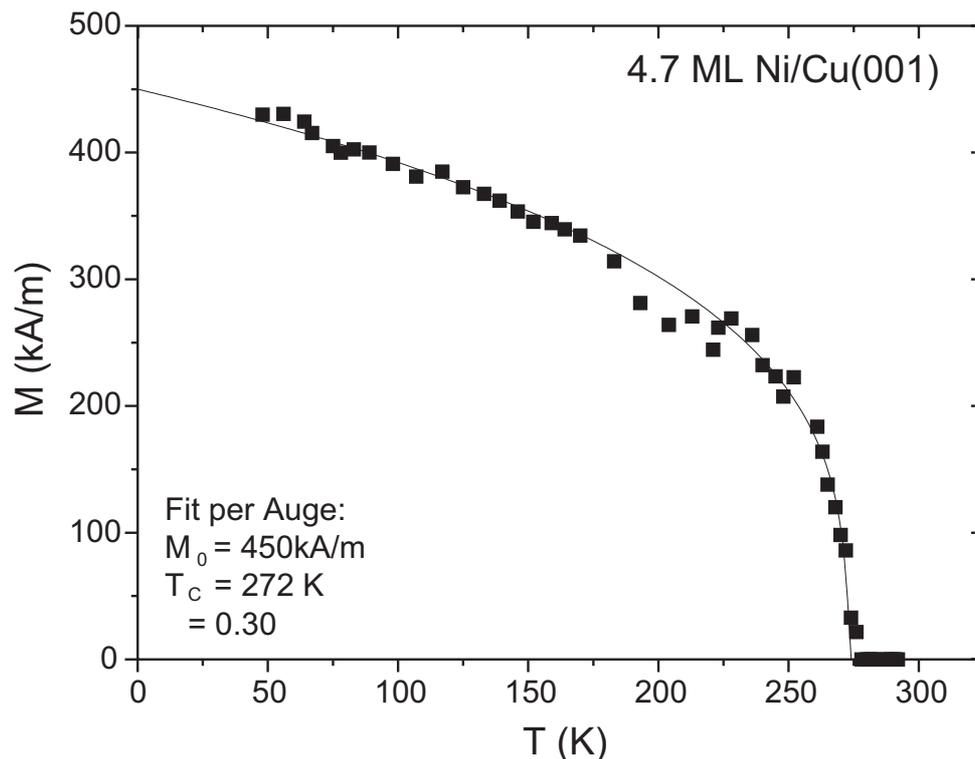


Abb. 4.8.: Temperaturabhängige Magnetisierung von 4,7 ML Ni/Cu(001). Die Daten wurden wie im Text beschrieben um einen Untergrund korrigiert, daher ergibt sich die horizontale Linie ab $T=276 \text{ K}$. Die extrapolierte Sättigungsmagnetisierung liegt bei 450 kA/m und die Curie-Temperatur bei 272 K . Die dünne Linie stellt einen Fit per Auge dar.

Temperatur gebildet wurde. Anschließend wurden dann die Flächeninhalte auf die zu Anfang der Meßreihe und zwischendurch direkt bestimmten Magnetisierungen skaliert. Damit ergeben sich die in den Abbildungen 4.8 bzw. 4.10 gezeigten $M(T)$ -Kurven.

4.5.1. Temperaturabhängige Magnetisierung von 4,7 ML Ni/Cu(001)

Die erste Meßreihe wurde an dem Cu-bedeckten 4.7 ML Ni/Cu(001)-Film durchgeführt. Der Vergleich der Rohdaten zeigte hier eine gleichbleibende Kurve ab einer Temperatur von 276 K , die zunächst als T_C festgelegt wurde. Die Rohdaten wurden wie beschrieben ausgewertet, der mittlere Untergrund abgezogen und auf die bei $T=40 \text{ K}$ direkt gemessene Magnetisierung von 430 kA/m skaliert.

In Abb. 4.9 sind diese Daten doppelt-logarithmisch dargestellt, d. h. die reduzierte Magnetisierung $m = M/M_0$ ist über der reduzierten Temperatur $(T_C - T)/T_C$ aufgetragen³. Zeigt

³Die reduzierte Temperatur wird bei der Betrachtung von kritischen Exponenten üblicherweise als $t = (T_C - T)/T_C$ definiert. Bei der Extrapolation der Momente wird nur der Quotient $t = T/T_C$ angegeben.

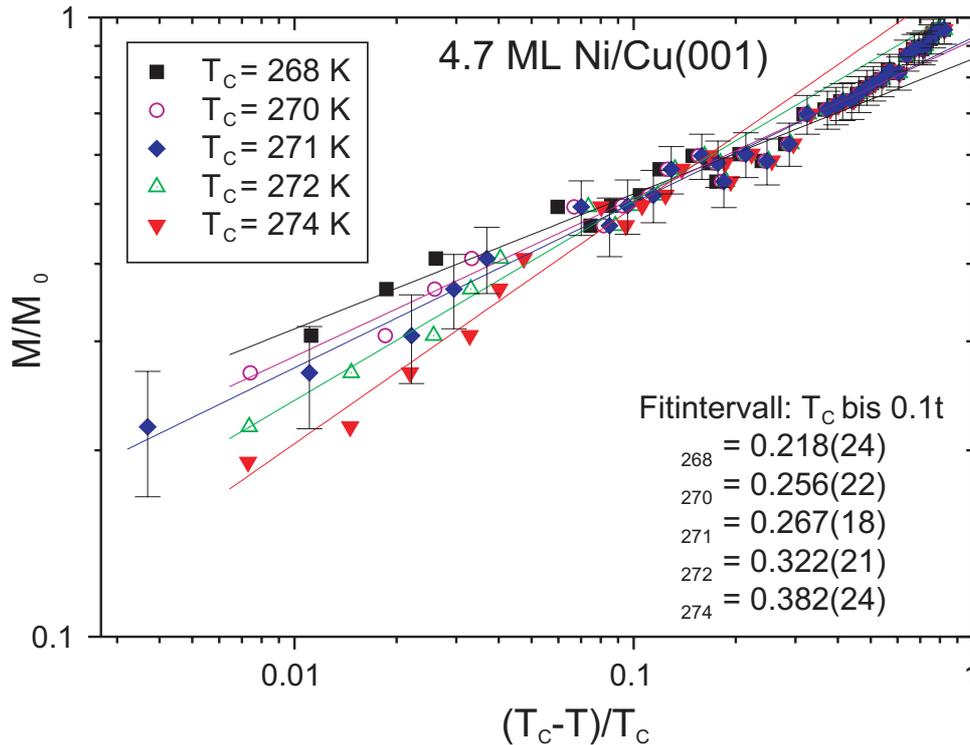


Abb. 4.9.: Temperaturabhängige Magnetisierung von 4,7 ML Ni/Cu(001). Die Daten sind für 5 verschiedene Curie-Temperaturen im Bereich von 268 bis 274 K doppelt-logarithmisch dargestellt. Es ist jeweils ein linearer Fit durch die Daten im Bereich T_C bis $0,1 \cdot t$ angegeben aus dessen Steigung sich der kritische Exponent β ergibt. Der Fehler in der Steigung ist für $T_C = 271$ K am kleinsten und beträgt etwa 7%. Dies ergibt $\beta = 0,27(2)$. Innerhalb von ± 1 K um dieses T_C liegt β im Bereich von $0,26(2)$ bis $0,32(2)$.

das untersuchte System ein kritisches Verhalten am Ordnungspunkt, so erwartet man aufgrund des β -Potenzgesetzes (Gl. 2.15) in der doppelt-logarithmischen Darstellung ein lineares Verhalten. Aus der Steigung der Geraden ergibt sich der kritische Exponent β . Um nun den relativ großen Fehler von ± 8 K in der T_C -Bestimmung zu minimieren, wurde die reduzierte Magnetisierung für mehrere leicht unterschiedliche Curie-Temperaturen aufgetragen und dann diejenige Temperatur als T_C gewählt, für die die lineare Regression den kleinsten Fehler in der Steigung aufweist (s. a. Dürr *et. al.* [49]). In Abb. 4.9 erkennt man, daß ein zu kleines T_C eine Abweichung der Daten von der Geraden für kleine t nach oben zeigt, während ein zu großes T_C eine Abweichung nach unten verursacht. Auf diese Art und Weise ergibt sich für den 4,7 ML-Film eine Curie-Temperatur von $271(3)$ K mit $\beta = 0,27(2)$. Innerhalb von ± 1 K um dieses T_C ändert sich der Fehler in der Steigung kaum. Dies liegt an der relativ großen Streuung der Daten speziell im Bereich von $0,06$ bis $0,1 \cdot t$. Diese Streuung erkennt man auch deutlich in der $M(T)$ -Kurve (Abb.4.8) zwischen 200 und 250 K. Bei der Messung trat hier ein stärkeres Rauschen auf, das auf siedenden Stickstoff zurückzuführen ist. Insofern sollte man einen größeren Fehler als nur den Steigungsfehler annehmen, so daß man für $T_C = 271(3)$ K ein β von $0,27(3)$ erhält.

Ni-Dicke (ML)	β
3,9 (Ref. [34])	0,32(6)
4,0	0,29(6)
5,0	0,36(6)
2 bis 3 (Ref. [50])	0,24(7)
8,0	0,32(9)
3,6 (Ref. [16])	0,28(7)
4,1	0,23(5)
4,4	0,29(7)
5,0	0,25(5)
5,1	0,26(7)
7,2	0,38(4)
4,2 (diese Arbeit)	0,38(1)
4,7	0,27(4)
<i>Ni-Bulk</i> (Ref. [51])	0,394

(a) Experimentelle Werte für β

Modell	β
2D-Ising (Ref. [14])	0,125
2D-XY (Ref. [14])	0,231
3D-Ising (Ref. [52])	0,325
3D-XY (Ref. [52])	0,345
3D-Heisenberg (Ref. [52])	0,365

(b) Theoretische Modelle

Tabelle 4.5.: Übersicht über β -Exponenten für Ni/Cu(001). In (a) sind experimentelle Werte für verschiedene Filmdicken aufgeführt. In (b) sind universelle kritische Exponenten für verschiedene theoretische Modelle angegeben.

In Tab. 4.5 sind verschiedene Werte für β -Exponenten von Ni/Cu(001) aufgeführt. Vergleicht man mit den Werten von Tischer [34], so zeigt sich, daß das hier bestimmte β für einen 4,7 ML-Film etwas zu klein wäre. Im Vergleich mit Kerr-Effektmessungen von Huang *et al.* [16] stimmt der Wert für β hier gut überein. Diese erhalten für Filmdicken von 4,4 bis 5,1 ML ein β von 0,25(5) bis 0,29(7). Diese Werte gehören zu keiner der universellen Klassen, sondern man befindet sich hier offensichtlich gerade im Bereich eines *Crossover* vom 3D- zum 2D-Verhalten⁴, wie er von Li *et al.* [53,54] für Ni/W beschrieben wird. Dort findet der Übergang im Bereich zwischen 4 und 7,5 ML statt, wobei allerdings für einen 5 ML Ni-Film $\beta = 0,17(6)$ angegeben wird. Das heißt, daß man für kleine Filmdicken ein 2D-Ising-Verhalten erhält. Huang *et al.* [16] beschreibt demgegenüber für Ni/Cu nur einen *Crossover* zum 2D-XY-Verhalten. Der Übergang vollzieht sich dort im Bereich von 5 bis 7,5 ML. Zwischen 1,8 und 5 ML Filmdicke ergibt sich dort $\beta = 0,23(5)$. Zu berücksichtigen ist hierbei allerdings der

⁴Ein ultradünner Film verhält sich magnetisch 2-dimensional, wenn keine Spinwellen senkrecht zur Filmebene angeregt werden können. Da die senkrechte Komponente des Wellenvektors mit $K_{\perp} = (m\pi/da_0)$ quantisiert ist, wird für kleine Dicken d im Crossover-Bereich nur noch der unterste Spinwellen-Zweig mit $M=1$ besetzt. Bei noch dünneren Filmen ist auch dieser Zweig „eingefroren“.

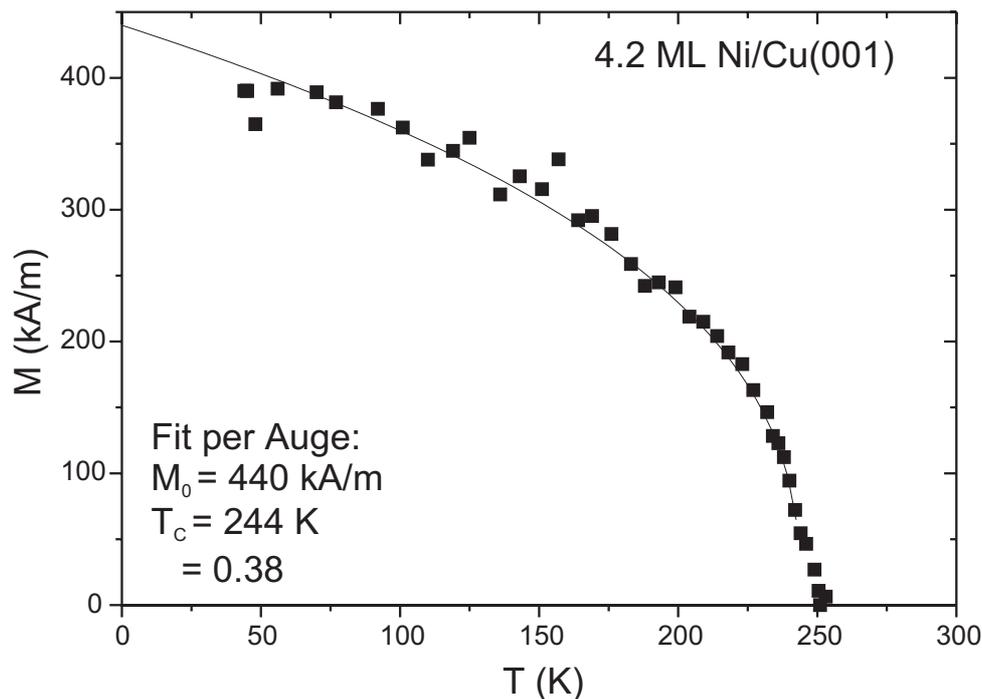


Abb. 4.10.: Temperaturabhängige Magnetisierung für 4,2 ML Ni/Cu(001). Die extrapolierte Sättigungsmagnetisierung liegt bei 390 kA/m und die Curie-Temperatur bei 242 K. Die Linie stellt einen Fit per Auge dar.

Einfluß der beiden unterschiedlichen Substrate auf das kritische Verhalten, denn W besitzt eine ausgeprägte uniaxiale Anisotropie. Gemäß dem Mermin-Wagner-Theorem [55] sollte ein isotropes, 2-dimensionales Heisenberg-System keine langreichweitige magnetische Ordnung oberhalb $T=0$ zeigen. Das 2D-XY-Modell unterstützt ebenfalls keine Ordnung, sondern zeigt einen sog. Kosterlitz-Thouless-Übergang [56]. Durch Anisotropie kann sich jedoch eine ferromagnetische Ordnung stabilisieren [57], was auch für verschiedene 2D-Systeme gezeigt wurde [58]. Eine kubische Anisotropie hat dann in einem 2D-XY-System nicht-universelle kritische Exponenten zur Folge.

4.5.2. Temperaturabhängige Magnetisierung von 4,2 ML Ni/Cu(001)

Eine weitere temperaturabhängige Messung wurde an einem 4,2 ML Ni/Cu(001)-Film (mit Cu-Deckschicht) durchgeführt. Die Messung wurde auf gleiche Art und Weise ausgewertet, wie die des 4,7 ML Films. In Abb. 4.10 ist die Magnetisierung in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt und in Abb. 4.11 wieder die doppelt-logarithmische Auftragung der reduzierten Magnetisierung über der reduzierten Temperatur. In der $M(T)$ -Kurve sieht man, daß die Daten bis 150 K leicht streuen. Darüber liegen sie gut auf einer per Auge angepaßten Kurve. In der logarithmischen Darstellung zeichnet sich dies durch einen linearen Verlauf mit geringem

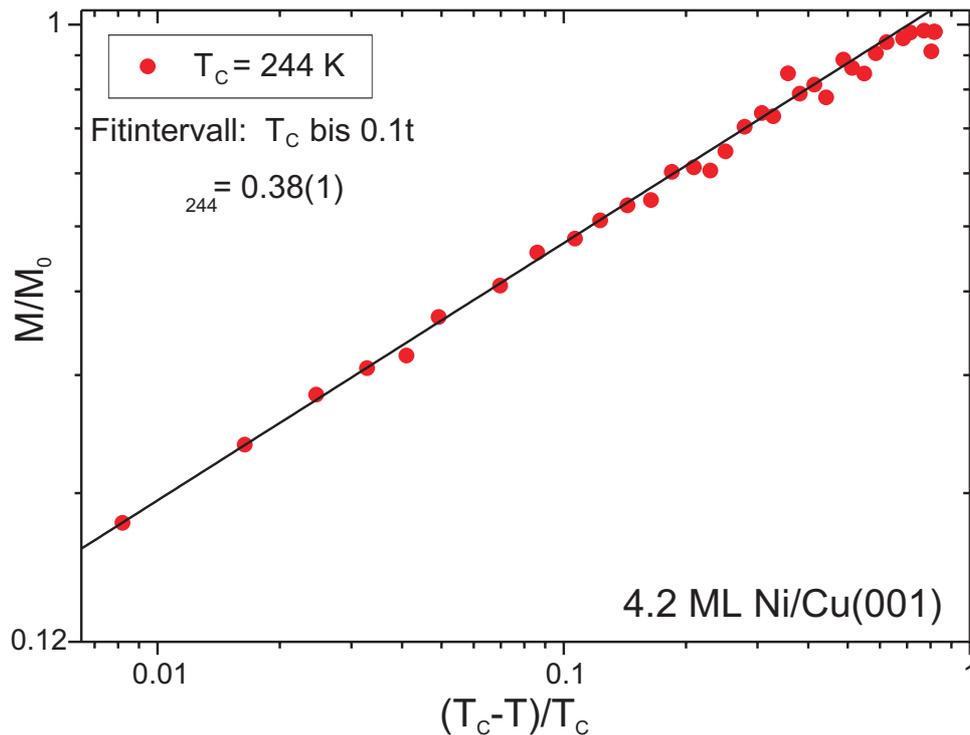


Abb. 4.11.: Temperaturabhängige Magnetisierung von 4,2 ML Ni/Cu(001). Die Daten sind für eine Curie-Temperatur von 244 K doppelt-logarithmisch dargestellt. Der lineare Fit im Bereich T_C bis $0,1 \cdot T_C$ ergibt $\beta = 0,38(1)$.

Fehler fast über den gesamten Temperaturbereich aus. Die Curie-Temperatur wurde genauso wie vorher beschrieben, durch lineare Anpassung an verschiedene Kurven bestimmt und ergibt hier ein T_C von 244 K mit einem β von $0,38(1)$. Dieses β stimmt im Rahmen des Fehlers mit dem Literatur-Wert für volumenartige Ni-Proben ($\beta = 0,39$ Ref. [51]) gut überein, ist aber im Vergleich zu den Daten aus Tab. 4.5 viel zu groß. β liegt hier für vergleichbare Ni-Filme mit Dicken um 4 ML bei ungefähr $0,24(6)$. Auch ist der Wert für den kritischen Exponenten für diesen dünneren 4,2 ML-Film größer als bei dem dickeren 4,7 ML-Film. Bei letzterem zeigte sich auch keine Linearität über den gesamten Temperaturverlauf, wie aus Abb. 4.9 ersichtlich ist. Eine mögliche Ursache für dieses deutlich zu große β ist schwer zu bestimmen. Denn der „glatte“ Verlauf der Daten im kritischen Bereich in der logarithmischen Darstellung legt einem eigentlich diesen Wert nahe. Ein deutlich anderer Verlauf ergäbe sich nur, wenn man eine kleinere Curie-Temperatur annehme, was allerdings im Widerspruch zur Magnetisierungskurve stünde. Insofern bleibt unklar, wie dieses Ergebnis zu werten ist.

5. Fe_n/V_m -Multilagen

Um die Bestimmung der Curie-Temperatur und des β -Exponenten mit dem SQUID zu vereinfachen und weitere Erfahrung bzgl. deren Auswertung zu sammeln, wurden vorgefertigte Fe/V-Multilagen [59] untersucht. Dieselben, die bereits durch andere Meßverfahren innerhalb der Arbeitsgruppe charakterisiert worden sind [60–62]. Dadurch liegen Vergleichswerte vor, die speziell bei der T_C -Bestimmung sehr hilfreich sind. Ebenso vorteilhaft ist das gegenüber Nickel deutlich größere magnetische Moment der Multilagen, das eine Auswertung der SQUID-Messungen deutlich vereinfacht und einen geringeren Fehler ergibt. Da die Proben durch eine Deckschicht geschützt sind, konnten diese mit dem SQUID unter *ex situ* Bedingungen gemessen werden, d. h. es reichte aus, ein normales Vakuum in der Kammer zu erzeugen. So war auch ein schnellerer Probenwechsel möglich. Für diese Proben wurde der hierfür neu konstruierte Probenhalter (s. Abb. 3.10) verwendet, da diese nicht wie der Cu-Einkristall in einer Drahtschleife aufgehängt werden können.

Es wurden 3 verschiedene Systeme untersucht: $(\text{Fe}_2/\text{V}_5)_{50}$, $(\text{Fe}_{1.6}/\text{V}_5)_{50}$ und $(\text{Fe}_4/\text{V}_2)_{60}$. Alle Multilagen befinden sich auf einem MgO(001)-Substrat. Für die ersten beiden Systeme wurde temperaturabhängig im Bereich von 40 bis 300 K gemessen, für die dritte Probe wurde nur die Magnetisierung bei Raumtemperatur bestimmt.

Diese Systeme zeichnen sich durch ein induziertes V-Moment aus, das aufgrund antiferromagnetischer Kopplung das Fe-Moment an der Grenzfläche reduziert [60]. Dieser Effekt wird speziell bei dem Fe_4/V_2 -System (Abschnitt 5.3) diskutiert, da hier das V-Moment besonders groß ist.

5.1. Temperaturabhängige Magnetisierung von Fe_2/V_5

An der $(\text{Fe}_2/\text{V}_5)_{50}$ -Probe wurden die ersten Messungen unter *ex situ* Bedingungen durchgeführt. Deren temperaturabhängige Magnetisierung wurde bereits mit FMR (Ferromagnetische Resonanz), VSM (Vibrationsmagnetometrie) (beides Ref. [62]), ac-Suszeptibilität [63] und SQUID-Messungen [64] untersucht. Daher ist die Curie-Temperatur sehr gut bekannt und liegt bei 304,75 K. Dies vereinfachte zwar die Auswertung der Daten im Hinblick auf einen Untergrund,

in Bezug auf eine genauere Bestimmung der Curie-Temperatur bzw. des kritischen Exponenten β stellte dies einen Nachteil dar, da die höchste erreichbare Meßtemperatur nur 302 K beträgt. In Abb. 5.2 sind die Ergebnisse aller Meßmethoden zusammen dargestellt. Die Sättigungsmagnetisierung liegt gut übereinstimmend bei 560(40) kA/m. Die Messungen zeigen bzgl. der Kurvenform, d. h. in der Temperaturabhängigkeit leichte Abweichungen. Dies ist vor allem auf die Messung unter angelegtem Feld (FMR und externes SQUID) zurückzuführen und kann auch durch leicht unterschiedliche Probenstücke entstehen. Bei der SQUID-Messung sieht man bei 302 K dicht unterhalb von T_C einen schlagartigen Abfall der Magnetisierung von 75 kA/m auf Null. Um überhaupt eine Temperatur oberhalb der Raumtemperatur zu erreichen, wurde die Probe aus der Abschirmung herausgefahren und durch die Abwärme des Ion-Gauge „beheizt“. Dadurch kann aber die Proben temperatur kurzzeitig die Curie-Temperatur überschritten und somit die magnetische Ordnung verloren haben. Auch kleinere Restfelder am Rand der Abschirmung können beim Zurückfahren die nur noch sehr kleine Magnetisierung der Probe zerstört haben. Damit fehlt leider ein wesentlicher Bereich des Kurvenverlaufs der für die Bestimmung der Curie-Temperatur (und damit des kritischen Exponenten) fundamental ist. Folgt man dem Kurvenverlauf der SQUID-Messung in Abb. 5.2, so würde man zunächst das T_C bei ca. 303 K erwarten. Aus der doppelt-logarithmischen Darstellung 5.3 läßt sich, wie im vorherigen Kapitel

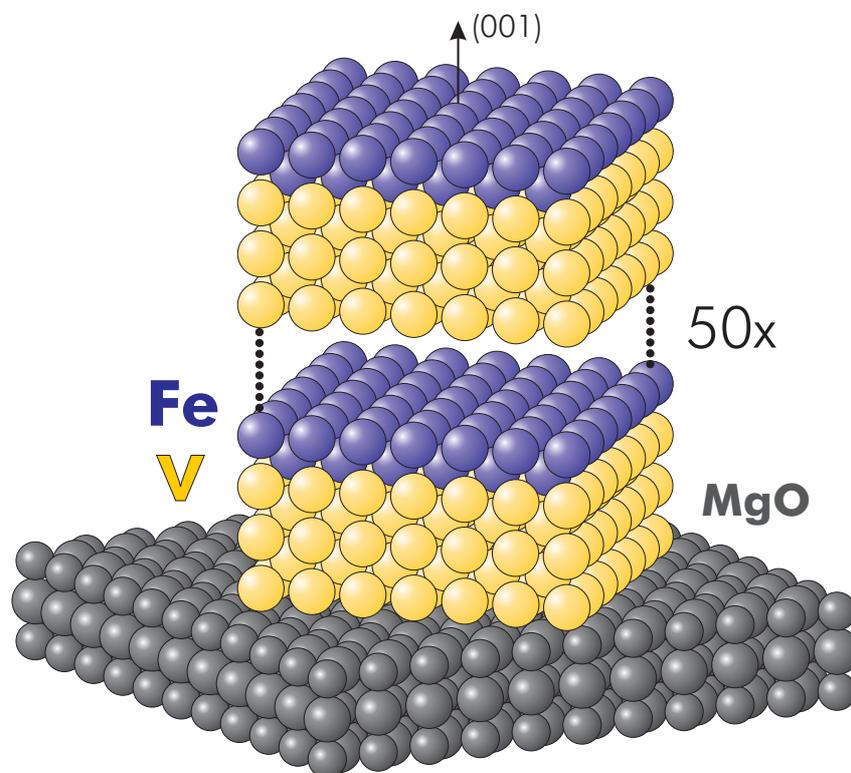


Abb. 5.1.: Struktureller Aufbau einer $(Fe_2/V_5)_{50}$ -Multilage. Auf einem MgO-Substrat sind abwechselnd 5 Lagen V und 2 Lagen Fe aufgebracht. Sowohl Fe als auch V liegen in bcc-(001)-Struktur vor.

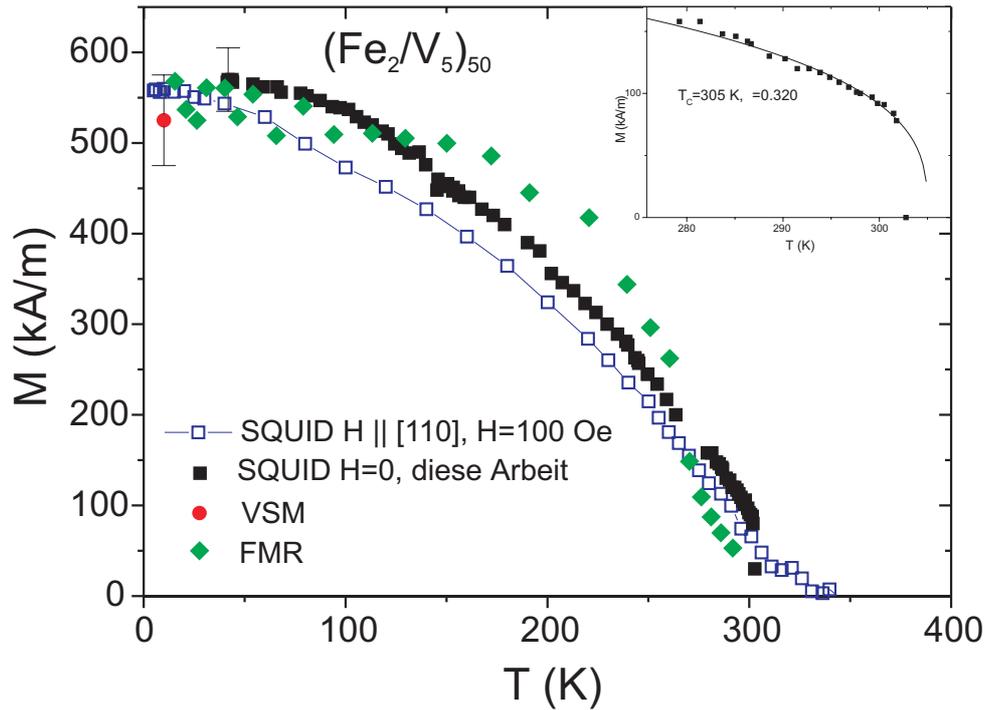


Abb. 5.2.: Temperaturabhängige Magnetisierung einer $(\text{Fe}_2/\text{V}_5)_{50}$ -Multilage. Die Messungen wurden mit 4 verschiedenen Methoden durchgeführt: (\square) SQUID-Messung mit angelegtem Feld ($H=100$ Oe) [64], (\bullet) VSM und (\blacklozenge) FMR [62] und (\blacksquare) UHV-SQUID in Remanenz [diese Arbeit]. Die FMR-Daten wurden auf die SQUID-Daten skaliert.

Im Inset ist ein Ausschnitt der SQUID-Messung mit einer Fit-Kurve für eine Curie-Temperaturen von 305 K und einem β von 0,320(9) gezeigt. Der Temperaturbereich entspricht etwa $0,1 \cdot t$.

für Ni/Cu(001) gezeigt, bei bekannter Curie-Temperatur der kritische Exponent β ermitteln.

Als Kriterium für eine gute Bestimmung von T_C wird hier wieder die Linearität im kritischen Bereich $T < 0,1 \cdot t$ herangezogen. Hiernach ergibt sich ein T_C von 305 K. Man erkennt, daß für kleinere Werte die Steigung abnimmt und für größere zunimmt. Ferner ist deutlich sichtbar, daß der Verlauf bei $T_C=303$ K nicht mehr ganz linear ist, sondern sich nach oben krümmt. Aus der linearen Regression für $T_C=305$ K erhält man einen Wert für den kritischen Exponenten β von 0,32(1), der sehr gut mit dem universellen β nach dem 3D-Ising-Modell (0,325) übereinstimmt. Wie man im Inset (in Abb. 5.2) an der guten Übereinstimmung der Daten mit der Fit-Kurve sieht, zeigt sich das 3D-Ising-Verhalten im gesamten kritischen Bereich unterhalb der Curie-Temperatur bis 285 K. Dieses Verhalten läßt sich durch die starke Kopplung der Fe-Lagen erklären. Zum Vergleich: ac-Suszeptibilitäts-Messungen von Rüdts *et. al.* [63,65] ergaben ein T_C von 304,75 K. Für volumenkristallartige Fe-Proben werden in der Literatur β -Exponenten von 0,363(4) (Ref. [66]) und 0,389 (Ref. [67]) angegeben. Hieraus ist ersichtlich, daß sich die Multilagen, trotz Interlagenaustauschkopplung und ihrer großen Anzahl an Fe-Lagen nicht wie ein Volumenfestkörper verhalten.

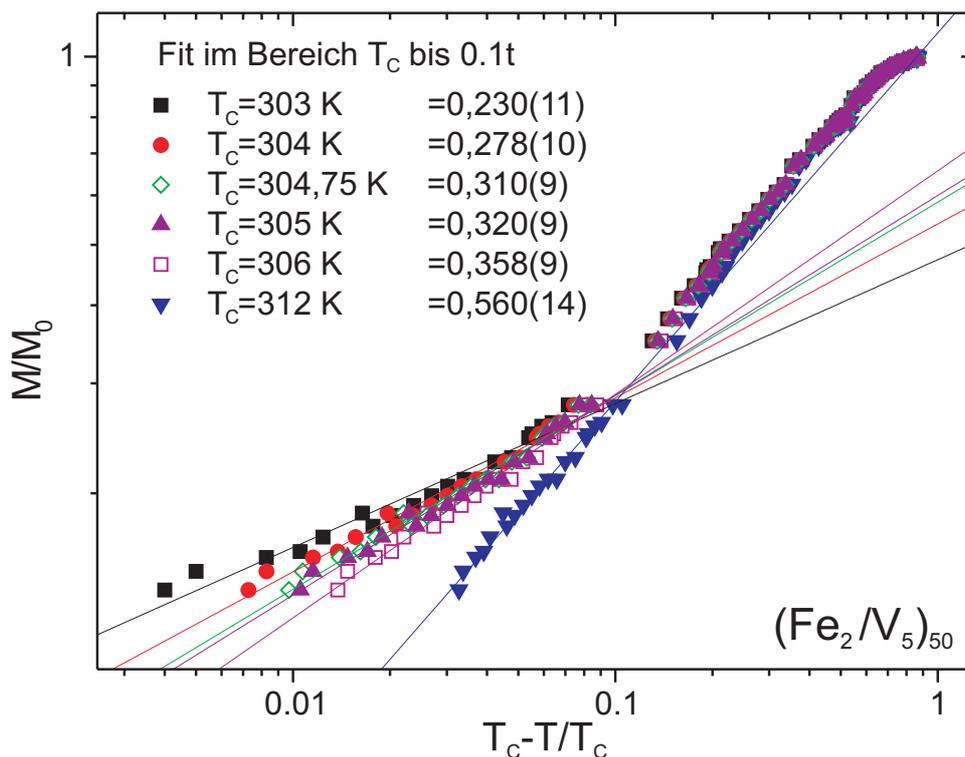


Abb. 5.3.: Temperaturabhängige Magnetisierung der $(Fe_2/V_5)_{50}$ -Multilage, doppelt-logarithmisch dargestellt. Es sind die Anpassungen für verschieden gewählte Curie-Temperaturen für eine Fitbereich von T_C bis $0,1 \cdot t$ angegeben. Die Anpassung für $T_C=305$ K liefert den kleinsten Fehler in der Steigung, so daß die Linearität als Kriterium für die T_C -Bestimmung dient. Für die so bestimmte Curie-Temperatur von 305 K ergibt sich ein kritischer Exponent $\beta=0,32(1)$.

5.2. Temperaturabhängige Magnetisierung von $Fe_{1,6}/V_5$

Für die $(Fe_{1,6}/V_5)_{50}$ -Probe liegen außer FMR-Daten [61] keine weiteren Vergleichsmessungen vor. Diese Probe zeigt ein äußerst ungewöhnliches Temperaturverhalten (s. Abb. 5.4 und 5.5). Darin unterscheiden sich auch die FMR-Messungen von den SQUID-Messungen. Die SQUID-Messungen zeigen eine nahezu lineare Abnahme der Magnetisierung im Bereich von 50 bis 100 K. Danach ist die Abnahme hyperbolisch, d. h. die Magnetisierung verschwindet nicht schlagartig, sondern wird immer weniger (magnetisches „Tail“). Bei 125 K ist keine Magnetisierung mehr meßbar. Die Streuung um die Nullage entsteht dadurch, daß von den Rohdaten ein linearer Untergrund abgezogen wurde (s. auch Abb. 5.7). Eine Messung des leeren Probenhalters zuvor ergab ein Untergrundsignal von 90(7) kA/m, das sich auch qualitativ deutlich von den nahezu rauschfreien Signalen der Probe unterscheidet (s. Abb. 5.6). Vor der zweiten Messung wurde der Probenhalter mittels Korundschleifpapier und Ultraschallbad gereinigt. Der lineare Untergrund konnte dadurch nahezu halbiert werden. Daher ist anzunehmen, daß der

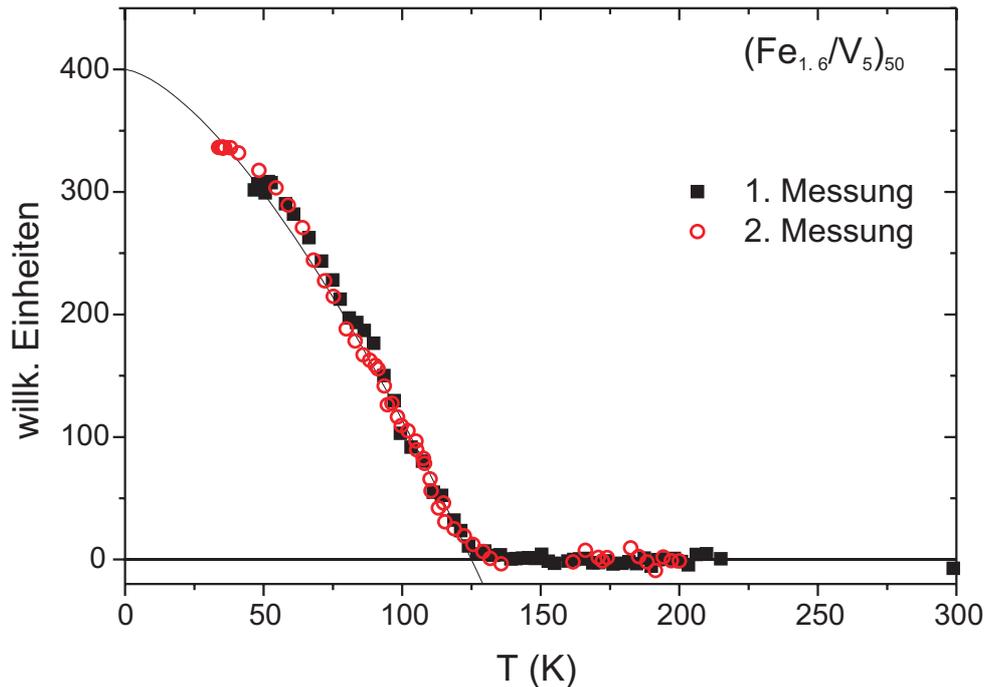


Abb. 5.4.: Zwei Messungen der temperaturabhängigen Magnetisierung einer $(\text{Fe}_{1.6}\text{V}_5)_{50}$ -Multilage. Die Messungen wurden im Abstand von einem Monat durchgeführt. Die Probe zeigt keine gewöhnliche Temperaturabhängigkeit. Im Bereich von 40 bis 120 K fällt die Magnetisierung bis auf Null stark ab. Jedoch verschwindet die Magnetisierung nicht wie üblich mit senkrechter Tangente bei der Curie-Temperatur, sondern zeigt ein „Tail“.

Probenhalter die Abschirmung gestreift haben muß.

Die FMR-Messung zeigte, daß es zwei FMR-Peaks mit unterschiedlichem Verhalten der FMR-Intensität¹ gibt (Abb. 5.5). Die eine Intensitätskurve zeigt ein nahezu konstantes Signal, daß erst bei 225 K verschwindet, während die andere Komponente eine zur SQUID-Messung ähnliche Abnahme bis ca. 100 K zeigt. Der Abnahmebereich ist hier allerdings zu kälteren Temperaturen hin verschoben.

Hierfür scheint ein superparamagnetischer Anteil der Magnetisierung verantwortlich zu sein, der hier nicht weiter diskutiert werden kann [61].

¹Die FMR-Intensität ist in erster Näherung proportional zur Magnetisierung

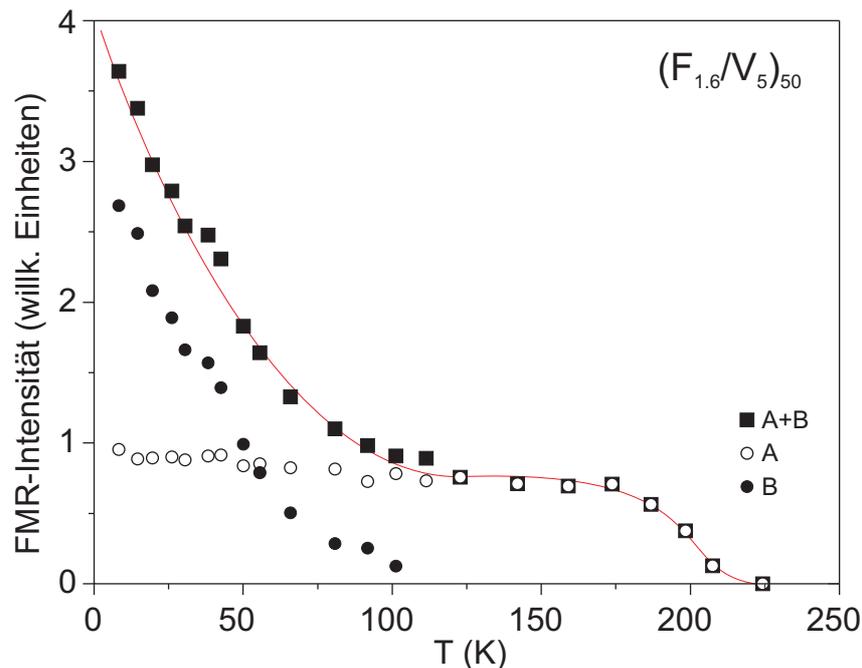


Abb. 5.5.: Temperaturabhängigkeit der Intensitäten zweier FMR-Signale A und B von der gleichen Probe wie in Abb. 5.4 (aus Ref. [61]). Die normierte Intensität ist proportional zur Magnetisierung. Die Kurve B zeigt einen zur SQUID-Messung ähnlichen Verlauf. Die Komponente A tritt in der SQUID-Messung nicht auf.

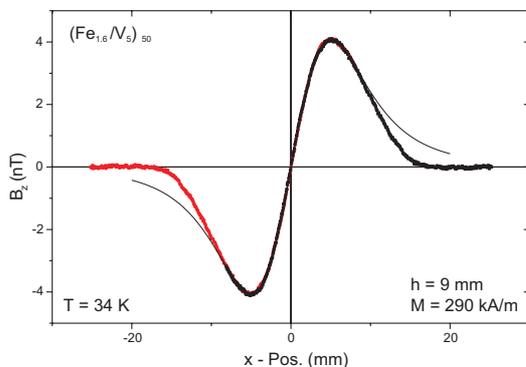


Abb. 5.6.: Streufeld der $(Fe_{1.6}/V_5)_{50}$ -Probe bei $T=34$ K. Man erkennt den deutlichen Unterschied zum Streufeld des leeren Probenhalters bzgl. Kurvenform, Rauschen und Signalgröße.

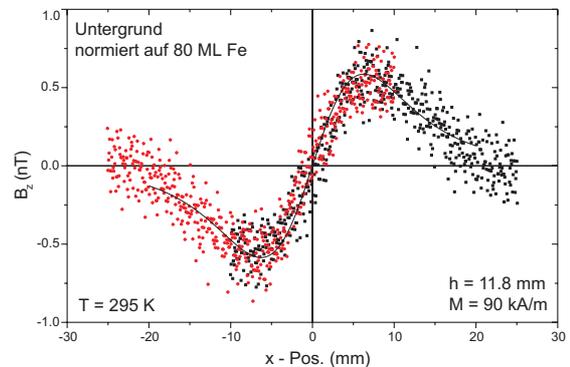


Abb. 5.7.: SQUID-Messung des (*ex situ*) Probenhalters um die Größe des magnetischen Untergrundes zu bestimmen. Auf 80 ML Fe normiert (entspricht der $(Fe_{1.6}/V_5)_{50}$ -Probe) ergibt sich ein Untergrund von 90(7) kA/m. Gegenüber anderen Messungen ist der Abstand h (SQUID \leftrightarrow Probe) um ca. 2 mm größer. Das läßt vermuten, daß die magnetischen Partikel nicht direkt auf der Oberfläche des Probenhalters sitzen, sondern eher in der Nut des Thermoelements.

5.3. Magnetisierung von Fe_4/V_2 bei Raumtemperatur

VSM- und XMCD-Messungen [60] haben gezeigt, daß das induzierte V-Moment beim System $(\text{Fe}_4/\text{V}_2)_{60}$ viermal größer als bei $(\text{Fe}_2/\text{V}_5)_{50}$ ist (s. Tab. 5.2). Das Moment von jeweils zwei V-Lagen kompensiert hier gerade das einer Lage Fe, somit ergibt sich ein mittleres Moment der gesamten Probe von $1,06 \mu_B/\text{Atom}$. Dies entspricht einer effektiven Schichtdicke von nur 180 ML Fe anstelle von 240 ML.

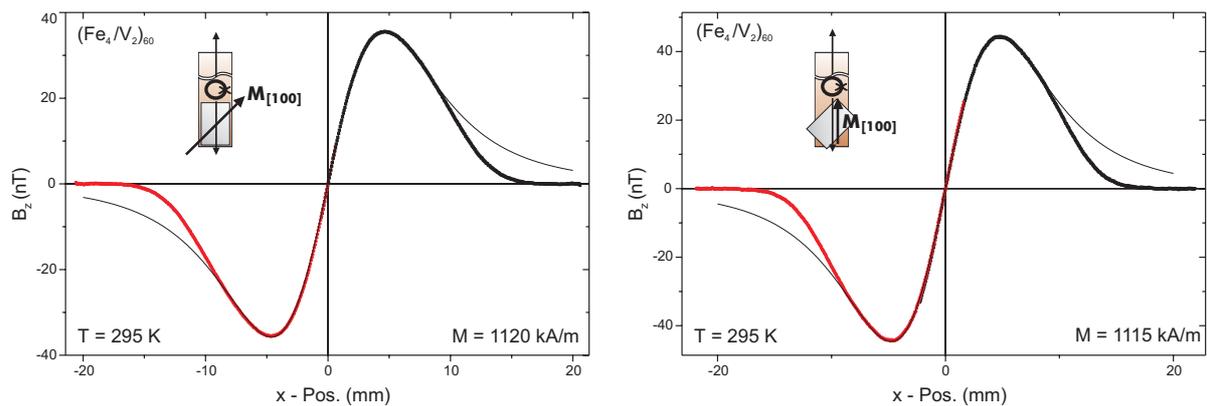
Technik	T (K)	M_{Fe} (kA/m)	$M_{\text{Fe+V}}$ (kA/m)
VSM	10	1230(20)	820(20)
	100	1350(20)	900(20)
SQUID	295	1115(20)	—

Tabelle 5.1.: Magnetisierung einer $(\text{Fe}_4/\text{V}_2)_{60}$ -Multilage gemessen mit VSM [61] und SQUID. Die Magnetisierung ist einmal nur auf Fe und einmal auf Fe+V normiert.

Probe		μ_{tot} (μ_B/Atom)	μ_{Fe} (μ_B/Atom)	μ_{V} (μ_B/Atom)
$(\text{Fe}_4/\text{V}_2)_{60}$	VSM	1,59	2,12	-1,06
	SQUID	1,54(3)		-1,16(2)
$(\text{Fe}_2/\text{V}_5)_{50}$	VSM	0,67	1,34	-0,27
	SQUID	0,71(5)		-0,25(2)

Tabelle 5.2.: Übersicht über die magnetischen Momente von Fe und V in Multilagen gemessen mit XMCD und VSM [60]. Das Fe-Moment wurde direkt durch XMCD bestimmt. Das totale magnetische Moment wurde mittels VSM bestimmt (normiert auf die Anzahl der Fe-Atome). Aus beiden Werten zusammen wurde dann das V-Moment berechnet. Zum Vergleich wurden für die SQUID-Messungen ebenfalls die Momente bestimmt. Die Fehler für die VSM- und XMCD-Messungen liegen bei 5-10%.

Die Magnetisierung der $(\text{Fe}_4/\text{V}_2)_{60}$ -Multilage wurde nicht temperaturabhängig sondern nur bei Raumtemperatur gemessen. Im Gegensatz zu den beiden anderen gemessenen Multilagensystemen ist bei dieser Probe die leichte Richtung der Magnetisierung gegenüber den Probenkanten und der Meßrichtung um 45° gedreht ([100]-Richtung). Die Probe wurde zunächst entlang der schweren in-plane-Richtung ([110]-Richtung) mit dem Pulsmagneten magnetisiert. Die daraus bestimmte Magnetisierung zeigte aber verglichen mit den VSM-Messungen einen deutlich zu kleinen Wert. Daher wurden Fitkurven für eine um 45° gedrehte Magnetisierung berechnet (s. Abb. 5.8(a)). Damit ergibt sich dann eine Magnetisierung bei Raumtemperatur von $1120(20)$ kA/m (normiert auf 240 ML Fe). Um dieses Ergebnis zu überprüfen, wurde die Probe anschließend gedreht montiert, so daß die leichte Richtung nun parallel zur Meßrichtung stand, entlang derer dann auch die Probe aufmagnetisiert wurde. Auch für diesen Fall benötigt man einen anderen Satz Fitkurven, da sich das Integrationsintervall durch die Drehung verändert



(a) Messung der senkrecht montierten Probe. Die leichte Richtung liegt dazu um 45° gedreht. Die Magnetisierung beträgt $1120(20)$ kA/m.

(b) Messung an der um 45° gedreht montierten Probe. Die leichte Richtung liegt parallel zur Meßrichtung. Die Magnetisierung beträgt $1115(20)$ kA/m.

Abb. 5.8.: SQUID-Messungen an einer $(Fe_4/V_2)_{60}$ -Multilage bei Raumtemperatur. Die Probe wurde in zwei Richtungen gemessen. Die Magnetisierung zeigte entlang der leichten Richtung. In beiden Fällen erhält man die gleiche Magnetisierung.

hat. Auf diese Weise erhält man eine Magnetisierung von $1115(20)$ kA/m (s. Abb. 5.8(b)). Beide SQUID-Messungen stimmen also hervorragend überein. Damit ergibt sich gegenüber den VSM-Messungen aber noch eine um ca. 120 kA/m kleinere Magnetisierung. Hierfür kommen zwei unterschiedliche Ursachen in Betracht. Erstens liegt eine reduzierte Magnetisierung durch die höhere Meßtemperatur von 295 K vor. Legt man die Curie-Temperatur für den Fe-Volumenfestkörper zugrunde ($T_C = 1044$ K), so ergibt sich nach dem $T^{3/2}$ -Gesetz eine Reduktion der Magnetisierung von 8% gegenüber M_0 . Dies entspricht gerade einer Differenz von 100 kA/m. Zweitens wurden die Proben nach der Präparation in kleinere Stücke geschnitten, damit ist eine Oxidation an den Probenkanten nicht ganz auszuschließen. Messungen des Untergrundes haben gezeigt, daß dieser bezogen auf diese Probe nur $23(6)$ kA/m beträgt und somit vernachlässigbar ist.

Somit sind die mit dem VSM und dem SQUID ermittelten Werte für die Magnetisierung sehr gut vergleichbar.

6. Diskussion

6.1. Fehlerquellen in temperaturabhängigen Messungen

Dieser Abschnitt befaßt sich mit möglichen Fehlerquellen und deren Eliminierung, die speziell bei den temperaturabhängigen Messungen auftreten können.

6.1.1. Magnetischer Untergrund

Generell kann ein magnetischer Untergrund auftreten. Verursacht wird dieser durch ferromagnetische Partikel, die sich am Probenhalter abgelagert haben, z. B. durch unbemerktes Kratzen an der Abschirmung. Sofern diese nicht durch Reinigung des Probenhalters entfernt werden können (s. Abschnitt 5.2), muß der Untergrund im fraglichen Temperaturbereich direkt gemessen und auf die der Probe entsprechende Atomanzahl skaliert werden. Auf diese Art und Weise läßt sich dann ein Untergrund auf einfachem Wege vom Signal abziehen. Dies gilt allerdings nur bedingt für temperaturabhängige Messungen, da sich hier natürlich auch der Untergrund temperaturabhängig verhält. Hierzu müßte die gesamte Temperaturabhängigkeit des Untergrundes aufgenommen werden, für jeden einzelnen Meßpunkt getrennt ausgewertet und dann jeweils abgezogen werden. Ein einfaches Subtrahieren des „rohen“ Untergrundstrefeldes von den Rohdaten der SQUID-Messung ist nahezu unmöglich, da hierzu der Abstand zwischen SQUID und Probe bei beiden Messungen identisch sein müßte und jeweils exakt von der gleichen x -Position aus gemessen werden müßte.

6.1.2. Auswertung eines gemessenen Streufeldes

Im allgemeinen stellt die Auswertung einer SQUID-Messung kein Problem dar, sofern die Probe aus der Abschirmung herausgefahren wurde, so daß es einen Bereich in der Streufeldmessung gibt, den man als feldfrei annehmen kann. Damit lassen sich eine Drift der SQUID-Elektronik oder ein linearer Untergrund sofort eliminieren. Aber auch die Position des Nulldurchgangs des Streufeldes ist dadurch eindeutig festgelegt. Bei den temperaturabhängigen

Messungen wurde jedoch zugunsten einer besseren Temperaturstabilität während einer Meßfahrt nur innerhalb der Abschirmung gemessen. Damit läßt sich u. U. die Lage des Nulldurchgangs nicht mehr eindeutig bestimmen, wenn nur das Streufeldmaximum und nicht auch das Minimum gemessen wurde. Es sollten daher in regelmäßigen Abständen Messungen des gesamten Streufeldes durchgeführt werden. Damit kann dann auch die Magnetisierung der ausgewerteten Daten kontrolliert werden, wenn diese, wie im Abschnitt 4.5 beschrieben, relativ zu einer einzigen Messung bestimmt wurden.

Durch die neue größere Abschirmung ist der Meßbereich innerhalb der Abschirmung nun so groß, daß auch das Minimum gemessen werden kann.

6.1.3. Temperatursteuerung

Wie sich gezeigt hat, stellt die fehlende Temperaturregelung das größte Problem bei den temperaturabhängigen Messungen dar. Um einen kritischen Exponenten mit ausreichender Genauigkeit bestimmen zu können, muß eine entsprechend hohe Punktdichte im Bereich unterhalb von T_C erreicht werden. Die Meßpunkte sollten sich in der reduzierten Temperatur bis zu $10^{-4} \cdot t$ erstrecken, unabhängig von der genauen Lage von T_C . Momentan ist nur ein Punktabstand von 1 K möglich, weswegen ein relativ großer Fehler bei der β und T_C -Bestimmung unausweichlich ist. Für eine höhere Punktdichte ist daher eine Probenheizung notwendig, die, wie im Abschnitt 3.2.3 beschrieben, die Temperatur während einer Messung konstant hält und die die Messung nicht durch Magnetfelder stört.

7. Zusammenfassung

Die dickenabhängigen Messungen der Magnetisierung ultradünner Ni/Cu(001)-Filme mittels des UHV-SQUID-Magnetometers haben dazu beigetragen, Widersprüche in der Literatur zu klären (s. Abschnitt 4.4). Ferner konnte durch die *in situ* Technik der direkte Einfluß einer Cu-Deckschicht auf die Magnetisierung untersucht werden. Mit den Messungen der temperaturabhängigen Magnetisierung, speziell im Bereich der Ordnungstemperatur, wurden weitere Erfahrungen zur Bestimmung der Curie-Temperatur und des kritischen Exponenten β mittels SQUID-Magnetometrie gewonnen. Die Messungen an Fe/V-Multilagen zeigten, daß die SQUID-Technik reproduzierbare und mit anderen Techniken sehr gut vergleichbare Ergebnisse liefert. Sie trugen auch dazu bei, die Auswertetechnik wie auch die Meßtechnik sukzessive zu verbessern.

Die Ergebnisse sind in Einzelnen:

Ultradünne Ni/Cu(001)-Filme zeigen im Dickenbereich von 2 bis 12 ML sowohl mit als auch ohne Cu-Deckschicht keine effektive Dickenabhängigkeit. Die unbedeckten Ni-Filme zeigen ein volumenkristallartiges, totales magnetisches Moment von $0,61(9) \mu_B/\text{Atom}$. Die bedeckten Filme zeigen ein etwas kleineres Moment von $0,57(9) \mu_B/\text{Atom}$. Es konnte damit gezeigt werden, daß die in Tab. 4.3 gezeigten älteren Ergebnisse diverser Veröffentlichungen zu klein sind. Die SQUID-Messungen zeigen auch eindeutig die Reorientierung der leichten Richtung von in der Ebene zu senkrechter Magnetisierung bei Ni-Filmdicken zwischen 10 und 12 ML. Bei Cu-bedeckten Filmen tritt diese Reorientierung bereits zwischen 8 und 9 ML auf.

Anhand der dickenabhängigen Messungen an Ni/Cu(001) läßt sich auch zeigen, daß das magnetische Moment an der Ni-Oberfläche gegenüber den inneren Lagen um 20 bis 60% auf $0,73$ bis $0,98 \mu_B/\text{Atom}$ erhöht ist, während es an der Cu-Grenzfläche um 20 bis 50% auf $0,49$ bis $0,31 \mu_B/\text{Atom}$ reduziert ist. Die Ursache für die Erhöhung liegt in der geringeren Koordination an der Oberfläche und für die Reduktion in Hybridisierungseffekten zwischen den Cu-*d* und Ni-*d*-Bändern.

Durch temperaturabhängige Messungen der Magnetisierung an 4,7 ML und 4,2 ML dicken Ni-

Für den Film wurde jeweils die Curie-Temperatur und der kritische Exponent β bestimmt. Für 4,7 ML Ni/Cu(001) ergab sich ein T_C von 271(1) K mit $\beta = 0,27(2)$. Dieser Wert läßt sich keiner der universellen Klassen für kritisches Verhalten zuordnen. Anhand anderer Arbeiten [16,53,54] läßt sich dieser Wert aber gut vergleichen und liegt offensichtlich gerade im Bereich eines *Crossover* vom 3-dimensionalen zum 2-dimensionalen Verhalten. Ob dem 2D-Verhalten nun das Ising- oder XY-Modell zugrundeliegt, kann hier nicht geklärt werden.

Der 4,2 ML Film zeigt ein außerordentlich großes β von 0,38(1), das nahezu dem β des Ni-Volumenkristalls entspricht. Dieser Wert liegt trotz geringerer Filmdicke deutlich über allen in der Literatur verzeichneten Werten dieser Dicke. Die Curie-Temperatur von 244 K zeigt aber, daß die Filmdicke nicht grundlegend falsch sein kann. Genausowenig kann ein unberücksichtigter Untergrund die Ursache sein.

An $(\text{Fe}_2/\text{V}_5)_{50}$, $(\text{Fe}_4/\text{V}_2)_{60}$ und $(\text{Fe}_{1,6}/\text{V}_5)_{50}$ -Multilagenn wurden temperaturabhängige Messungen zur unabhängigen Überprüfung der Ergebnisse anderer Meßtechniken unter *ex situ* Bedingungen durchgeführt. Die Messungen an der $(\text{Fe}_2/\text{V}_5)_{50}$ -Probe haben eine sehr gute Übereinstimmung mit FMR-, VSM- und SQUID-Messungen mit externem Feld gezeigt. Die Sättigungsmagnetisierung lag gut übereinstimmend bei 560(40) kA/m. Es konnte eine Curie-Temperatur von 305 K und ein β von 0,32(1) bestimmt werden. Dies entspricht einem kritischen Verhalten nach dem 3D-Ising-Modell ($\beta = 0,325$).

Die Magnetisierungskurve der $(\text{Fe}_{1,6}/\text{V}_5)_{50}$ -Probe zeigte ein außergewöhnliches Temperaturverhalten, das nur bedingt mit dem der FMR-Messungen verglichen werden kann. Nach einem sehr starken fast linearen Abfall verschwindet die Magnetisierung nicht mit senkrechter Tangente sondern hyperbelartig. Die FMR-Daten zeigen zwar einen ähnlichen Verlauf, jedoch sind dort noch weitere Komponenten zu sehen, die zu einer Gesamtmagnetisierung beitragen, die so nicht mit dem SQUID beobachtet wurde.

Für die $(\text{Fe}_4/\text{V}_2)_{60}$ -Probe ergaben die SQUID-Messungen bei Raumtemperatur eine Magnetisierung von 1120(20) kA/m, die einer extrapolierten Sättigungsmagnetisierung von 1220(20) kA/m entsprechen. Dieser Wert stimmt sehr gut mit den VSM-Messungen überein.

Neben den Messungen wurde die SQUID-Apparatur noch technisch verbessert. Eine vergrößerte μ -Metallabschirmung ermöglicht es nun, einen größeren Bereich des Streufeldes zu messen, so daß nun auch das Streufeldminimum zur Verfügung steht und somit die Auswertung vereinfacht wird. Ferner wird hierdurch im Hinblick auf temperaturabhängige Messungen eine Verbesserung der Temperaturstabilität erreicht.

A. Programme

A.1. Bedienungsanleitung für die Meß- und Auswertesoftware

In diesem Abschnitt werden kurz die Bedienung der Computer-Programme, die zur Messung und Auswertung dienen beschrieben. Die entsprechenden Listings befinden sich im Anhang A.2.

A.1.1. Das Meßprogramm SSP-VER9

Das Meßprogramm SSP-VER9 ist in C++ geschrieben. Das Listing befindet sich hier im Anhang A.2 (ab S. 67). Nach dem Start muß man die Anzahl der Meßpunkte eingeben. Normale Werte sind hier 450 (800) Punkte für die kleine (große) Abschirmung. Danach muß die momentan an der Motorsteuerung eingestellte Schrittweite (durch 2 dividiert entspricht sie der Teilung des Triggers) eingegeben werden. Dann wird man nach einem Dateinamenpräfix von max. 6 Zeichen gefragt. Das Programm legt automatische fortlaufende Dateinamen für die Messungen fest. Diese können per Kommando zwischen numerischer (0, 1, 2...) oder alphabetischer (a, b, ..., aa, ab, ...) Endung umgeschaltet werden. Die Daten werden als ASCII-Datei gespeichert. Man kann jederzeit auch die Anzahl der Punkte oder die Teilereinstellung ändern. Mit der Taste »m« gelangt man ins Meßmenü. Dort reicht ein Druck auf »Return« aus und eine automatische Messung wird durchgeführt. Der Dateiname wird automatisch eingesetzt. Mit »1« läßt sich die jeweils letzte Messung überschreiben.

A.1.2. Berechnung der Streufeld-Fitkurven mit SQSIM

Um eine Messung auszuwerten, benötigt man zu jeder Probe einen eigenen Satz an Fitkurven. Diese Fitkurven enthalten das berechnete Streufeld einer Dipolverteilung in Abhängigkeit von der x -Position der Probe und dem Abstand h .

Berechnet werden diese Kurven mit dem C++-Programm SQSIM, dessen Listing sich auch im Anhang A.2 (ab S. 73) befindet. Nach dem Start werden die Parameter für die Probe und

Parameter	Funktion	Auswahl/Wert
Filmmagnetisierung	Richtung von \vec{M}	0 = \vec{M} out-of-plane 1 = \vec{M} in-plane, vertikal 2 = \vec{M} in-plane, horizontal 3 = \vec{M} in-plane, 45°
Probengeometrie	bestimmt die Form der Probe	0 = elliptisch 1 = rechteckig
Ausgabefilename	Präfix für den Dateinamen	z.B. ni_
Kleinste Höhe	Startwert für Serien-Berechnung (in mm)	z. B 5.0
Größte Höhe	Endwert für Serien-Berechnung (in mm)	z. B 11.0
Magnetisierung	Bulkwert in Gauss	z. B. Ni = 527, Fe = 1766
Interlagenabstand	in Ångström	z. B. Ni = 1.77, Fe = 1.4
x-Schrittweite	in mm	typisch: 0.1
x-Intervall	in mm	typisch: 20 oder 40
Probengröße x	vertikale Länge oder Durchmesser (in mm)	<i>ausmessen!</i>
Probengröße y	horizontale Breite oder Durchmesser (in mm)	<i>ausmessen!</i>
Probendicke	Anzahl der Lagen in ML	normal: 1
Integrationskonstante	<i>nicht bei rechteckig-inplane</i>	0.00001

Tabelle A.1.: Parameter und Beispielwerte zur Berechnung der Fitkurven mit SQSIM. Die Reihenfolge in der Tabelle entspricht auch der Abfragefolge im Programm.

die Integration abgefragt. Tab. A.1 enthält hierzu weitere Informationen. Danach wird eine komplette h -Abstands-Serie von Fitkurven in 0,1-mm-Schritten berechnet. Dazu werden die Streufeld-Integrale mit den entsprechenden Parametern numerisch gelöst. Ausnahme ist das Integral für rechteckige in-plane-Proben, da hierfür eine kurze analytische Lösung existiert.

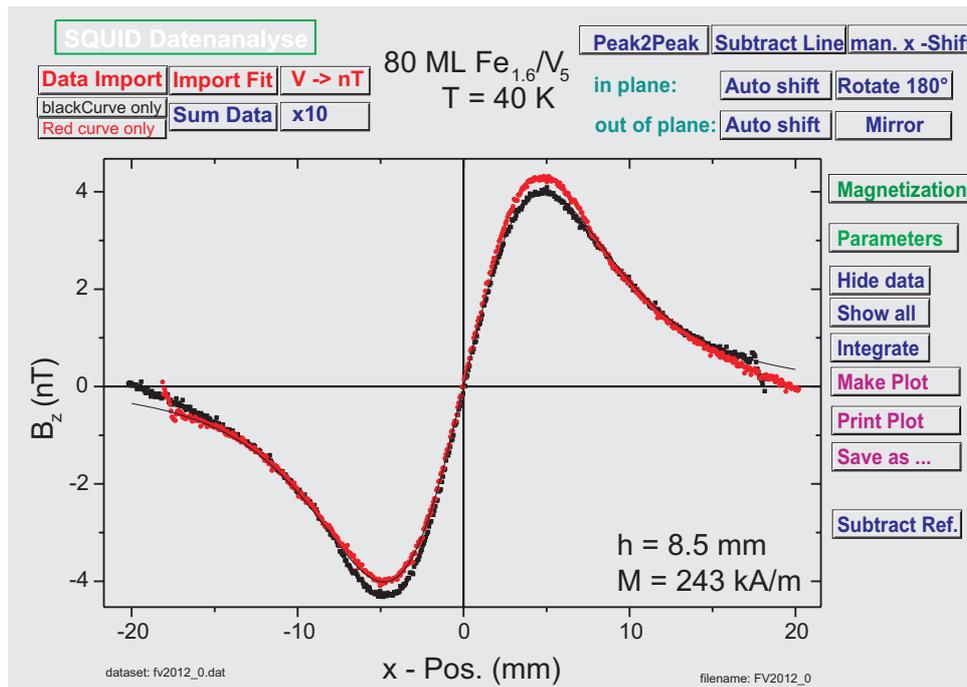


Abb. A.1.: Bildschirmkopie der Auswertumgebung, die als Script unter ORIGIN[©] zur Verfügung steht. Als Beispiel ist hier eine Messung der $\text{Fe}_{1.6}/\text{V}_5$ -Probe dargestellt.

A.1.3. Benutzung des ORIGIN-Scripts zur Auswertung

Das Datenanalyse- und Visualisierung-Programm ORIGIN[©] [68] wird dazu benutzt eine komplette Umgebung zur Auswertung der SQUID-Messungen bereitzustellen. Dazu existieren Scripte, die die in der Bildschirmkopie (Abb. A.1) dargestellte Ansicht steuern. Nach dem Start des SQUID-Scripts muß als erstes ein Datensatz geladen werden (Button »Data Import«). Dieser Rohdatensatz kann dann weiterbearbeitet werden. In Tab. A.2 sind die Funktionen der Schaltflächen in der üblichen Benutzungsreihenfolge aufgeführt.

Die Rohdaten werden zuerst gemittelt, wovon dann ein linearer Untergrund abgezogen wird, so daß der lineare rechte Rand des gemessenen Streufeldes, bei dem sich die Probe außerhalb der Abschirmung befand, auf der x -Achse liegt. Dies ist erlaubt, da das SQUID in diesem Fall kein Signal mehr von der Probe mißt. Durch eine Punktspiegelung und verschieben des Signales kann ein komplettes Streufeld mit Maximum und Minimum angezeigt werden, an das dann die Fitkurven angepaßt werden können. Je nach Lage des Maximums (proportional zum Abstand h) muß eine berechnete Streufeldkurve hinzugeladen werden. Aus der Anpassung der Höhe der Fitkurve an die Daten ergibt sich dann die Magnetisierung der Probe.

Wichtig: Es ist darauf zu achten, daß in den Einstellungen für die Einheitenumrechnung auch der korrekte SQUID-Kalibrierungsfaktor (s. auch Abschnitt 3.1.1) eingestellt wurde. Auch die Bulk magnetisierung der untersuchten Probe muß in den jeweiligen Button-Einstellungen (»Import Fit«, »Magnetization« und »Parameter«) angepaßt werden.

Schaltfläche	Funktion
Data Import	Öffnet das Dateiauswahlfenster für Meßdaten
Subtract Line	Dient zum Subtrahieren einer Referenzlinie
Sum Data	Bildet den Mittelwert aus beiden Teilmessungen
black Curve only	Löscht die rote Kurve
red Curve only	Löscht die schwarze Kurve
V-> nT	Konvertiert die Einheiten in nT
x10	Multipliziert die Meßwerte mit Faktor 10
Rotate 180°	Fügt eine um 180° gedrehte Kopie des Streufeldes hinzu. (Für in-plane-Filme)
Auto shift	Automatisches (horizontales) Ausrichten der beiden Kurve an der Mittenlinie
Man. x-shift	Manuelles horizontales Ausrichten
Import Fit	Lädt eine Fitkurve hinzu. Es wird nach dem Abstand h und dem Verzeichnis der Fitkurven gefragt.
Parameters	Einstellen der Werte für M, T und h
Magnetization	Eingabe der Magnetisierung für die Skalierung der Fitkurve
Peak2Peak	Vertikales Ausrichten der Kurven, Maxima auf Maxima.
Mirror	Fügt Achsenspiegelung des Originalspektrums hinzu. (Für out-of-plane-Filme)
Integrate	Integriert einen vorher festgelegten Bereich
Make Plot	Erstellt eine druckbare Graphik ohne die Schaltflächen
Print Plot	Druckt den Bildschirminhalt aus
Save as...	Speichern des Projektes
Subtract Ref.	Dient zum Abzug eines gespeicherten Referenz-Streufeldes.

Tabelle A.2.: Funktionen der Schaltflächen im SQUID-Analyse-Script in ORIGIN[®]. Die Reihenfolge entspricht der Reihenfolge der Arbeitsschritte bei der Analyse.

A.2. Programmlistings

A.2.1. SQUID-Meßprogramm SSP-VER9.CPP

```

2 #include <stdio.h>
  #include <iostream.h>
4 #include <conio.h>
  #include <string.h>
6 #include <dos.h>
  #include "C:\squidpro\AD_DA4.C"
8
  #define ABORT 0
10
  /* Beginn Hauptprogramm */
12
  /* Version 9.2
14   Aenderungen von Kilian Lenz
     date 12-12-2001
16 */

18 char prefix[7]="";
  char filename[13];           //Gesamtfilename
20 char lastname[13];         //letzter Filename
  char infix0[4];             //infix fuer Buchstabenumerierung
22 char infix1[4];           //infix fuer Zahlennumerierung

24 int zahl0=0;
  int zahl1=0;
26 int step=0;                // Zahl der Messschritte
  int divisor=0;              // Teilerstellung
28 int numMode=1;            //Numerierungsmodus fuer Infix

30

32 void setPrefix() {
  /* Eingabe des Dateinamen-prefixes*/
34   int leng;
  do {
36     cout<<"\nPrefix aendern:      alter Prefix = "<<prefix<<"\n";
     cout<<"Dateinamenprefix? (max. 6 Zeichen)= ";
38     cin>>prefix;
     leng=strlen(prefix);
40     if (leng>6) cout<<"Prefix zu lang!\n";
  } while (leng>6);
42 }

44 void changeStep() {
  cout<<"\nSchrittzahl aendern:      alter Wert = "<<step<<"\n";
46   cout<<"      neue Schrittzahl (max. 4000) = ";
  cin>>step;                  /*Anzahl der Punkte die gelesen werden */
48 }

50 void changeDiv() {
  cout<<"\nTeilereinstellung aendern: alter Wert = "<<divisor<<"\n";
52   cout<<"      neuer Wert = ";
  cin>>divisor;              /*Umrechnungsfaktor von Schritten in mm*/
54 }

56 void manual() {
  /* drive motor manually up and down with given pointsize*/

```

A. Programme

```
58     cout<<"\nNot implemented yet!\n";
    }
60

62 void runSQUID(char * aus_datei) {
    int i;                               /* Zahl der Durchlufe */
64     int j;                               /* Zhlvariable Durchlauf */
    int um;                               /* Zhlvar. Schritte auf */
66     int umd;                             /* Zhlvar. Schritte ab */
    char drive;                           /* Steuervariable Motor */
68     unsigned int dum;                    /* Inhalt Mekanal */
    unsigned int mess1[4000];
70     unsigned int mess2[4000];
    double x, y;

72     FILE *ausgabe;                       /* Ausgabefile Init. */
74

76     cout<<"\nSpeichere Daten in File: "<<filename<<"\n";
    cout<<"Starte Messung:"<<endl;
78     cout<<"    Position - up:";

80     /* Beginn Durchlaufschleife */

82     /* Beginn Schrittschleife (hoch) */

84     Set_CsrGcr(0x3, 0x0, 0x0);
    Motor('u');                           /* Motor ansteuern (hoch) */
86

    for(um = 1 ; um <= step ; um++) {
88         printf("%4d",um);
        Read_Channel0(&dum);               /* Kanal auslesen */
90         mess1[um-1] = dum;
        cout<<"\b\b\b\b";
92     }
    outport(ad_csr , 0x0);
94     Motor('s');                           /* Motor ansteuern (halt) */
    cout<<"\n    Position - down:";
96     delay(2000);
    Set_CsrGcr(0x3, 0x0, 0x0);
98     Motor('d');                           /* Motor ansteuern (ab) */

100    /* Beginn schrittschleife (ab) */

102    for(um = 1 ; um <= step ; um++) {
        umd = step - um +1;               /* Zhlvar. (ab) setzen */
104        printf("%4d",umd);
        Read_Channel0(&dum);               /* Kanal auslesen */
106        mess2[umd-1] = dum;
        cout<<"\b\b\b\b";
108    }
    outport(ad_csr , 0x0);
110    Motor('s');                           /* Motor ansteuern (halt) */

112    cout<<"\n- save data to file\n";
    ausgabe=fopen(aus_datei,"w");         /* Datei oeffnen */
114    for(um = 1 ; um <= step ; um++) {
        x = um * divisor / 125.;
116        y = (mess1[um-1] - 2048.) / 2048. * 10.;
        fprintf(ausgabe,"%e " , x);       /* File schreiben */
118        fprintf(ausgabe, "%e \n", y);
```

```

    }
120
    for (um = 1 ; um <= step ; um++) {
122        x = um * divisor / 125.;
        y = (mess2[um-1] - 2048.) / 2048. * 10.;
124        fprintf(ausgabe, "%e " , x);      /* File schreiben */
        fprintf(ausgabe, " %e \n", y);
126    }
    fclose (ausgabe);      /* File schlieen */
128 }

130
void setName(int modus) {
132     int leng;

134     if (modus==0) {                //naechstes Filename
        strcpy(filename,prefix);
136
        if (numMode==1) {                //0..9
138            strcat(filename,infix1);
            strcat(filename, ".dat");
140            strcpy(lastname,filename);
            zahl1++;                    //generating next filename
142            if (zahl1<10) {
                infix1[0]='_';
144                infix1[1]='0'+zahl1;
            }
146            else if (zahl1<20) {
                infix1[0]='1';
148                infix1[1]='0'+zahl1-10;
            }
150            else if (zahl1<30) {
                infix1[0]='2';
152                infix1[1]='0'+zahl1-20;
            }
154            infix1[2]=0;
        }
156        else if (numMode==0) {        //a..z
            strcat(filename,infix0);
158            strcat(filename, ".dat");
            strcpy(lastname,filename);
160            zahl0++;                    //generating next filename

162            if (zahl0<26) {
                infix0[0]='_';                //_a bis _z
164                infix0[1]='a'+zahl0;
            }
166            else if (zahl0<52) {
                infix0[0]='a';                // aa bis az
168                infix0[1]='a'+zahl0-26;
            }
170            else if (zahl0<78) {
                infix0[0]='b';                //ba bis bz
172                infix0[1]='a'+zahl0-52;
            }
174            else if (zahl0<104) {
                infix0[0]='c';                //ca bis cz
176                infix0[1]='a'+zahl0-78;
            }
178            else if (zahl0<130) {
                infix0[0]='d';                //da bis dz

```

A. Programme

```
180     infix0[1]='a'+zahl0-104;
181     }
182     infix0[2]=0;
183     }
184 }
185 else if (modus==1) { //overwrite last file
186     strcpy(filename,lastname);
187 }
188 else if (modus==2) { //ask for filename
189     do {
190         cout<<"\n Bitte Filename eingeben (max. 8+3 Zeichen): ";
191         cin>>filename;
192         leng=strlen(filename);
193         if (leng>11) cout<<"Dateiname zu lang!\n";
194     } while (leng>11);
195     strcpy(lastname,filename);
196 }
197 /* cout<<"writing to "<<filename<<"\n";
198 char c;
199     do {} while (!kbhit());
200     c=getch();
201 */
202 runSQUID(filename);
203
204 }
205
206 void runMenue(){
207 /* Menue fuer Runmodus */
208     char c;
209     int refresh=1;
210     do {
211         if (refresh) {
212             clrscr();
213             cout<<"Messmodus-Auswahl:\n\n";
214
215             cout<<"          [s] Numerierungsmodus umschalten (aktuell=";
216             if (numMode) cout<<"0..9)\n";
217             else cout<<"a..z)\n";
218             cout<<"          [Return] naechste Messung starten\n";
219             cout<<"          [l] Letzte Messung ueberschreiben\n";
220             cout<<"          [a] Einzelmessung\n";
221             cout<<"          [p] Anzahl der Punkte aendern... ("<<step<<")\n";
222             cout<<"          [m] Manueller Modus...\n\n";
223             cout<<"          [ESC] Hauptmenue...\n";
224             cout<<"\nFilename fuer naechste Messung = "<<prefix;
225             if (numMode) cout<<infix1<<".dat\n";
226             else cout<<infix0<<".dat\n";
227             cout<<"Parameter: Teiler="<<divisor<<" Schritte="<<step<<"\n";
228         }
229     } do {} while (!kbhit()) /* do nothing*/;
230     c=getch();
231
232     switch (c) {
233     case 's': {
234         refresh=1;
235         if (numMode) numMode=0;
236         else numMode=1;
237         break;
238     }
239     case '\r': refresh=1;setName(0);break;
```

```

242         case 'l': refresh=1;setName(1);break;
243         case 'p': refresh=1;changeStep();break;
244         case 'a': refresh=1;setName(2);break;
245         case 'm': refresh=1>manual();break;
246         default : refresh=0;break;
247     }
248     } while (c!='\033');
249     return;
250 }
251 void mainMenue() {
252     /* Menue fuer Parametereingabe und Abfragen... */
253     char c;
254     int refresh=1;
255     do {
256         if (refresh) {
257             clrscr();
258             cout<<"Auswahl:\n\n";
259
260             cout<<"      [p] Anzahl der Punkte aendern... ("<<step<<")\n";
261             cout<<"      [f] Filename-Prefix aendern... ("<<prefix<<")\n";
262             cout<<"      [t] Teilereinstellung aendern... ("<<divisor<<")\n";
263             cout<<"      [m] Messungen...\n\n";
264             cout<<"      [q] Programm beenden\n";
265         }
266         do {} while (!kbhit()) /* do nothing*/;
267         c=getch();
268
269         switch (c) {
270             case 'p': refresh=1;changeStep();break;
271             case 'f': refresh=1;setPrefix();break;
272             case 't': refresh=1;changeDiv();break;
273             case 'm': refresh=1;runMenue();break;
274             default : refresh=0;break;
275         }
276     } while (c!='q');
277     return;
278 }
279
280 int c_break(void) {
281     cout<<"\n\naProgramm-Abbruch!"<<endl;
282     return (ABORT);
283 }
284
285
286 main () {
287     clrscr();
288     ctrlbrk(c_break);
289     int leng;
290
291     /* Karte Initialisieren */
292     define_ad();
293     init_ad(&csr);
294     // Set_CsrGcr(0x3, 0x0, 0x0);
295     // Motor('u'); /* Motor ansteuern (hoch) */
296     outport(ad_csr , 0x0);
297     Motor('s'); /* Motor ansteuern (halt) */
298
299     cout<<"**** SQUID PROGRAMM V 9.2 ****\n\n";
300     cout<<"      by A. Ney & K. Lenz"<<endl;

```

A. Programme

```
302 cout<<"Geben Sie die Zahl der Schritte an (max. 4000): ";
    cin>>step;          /*Anzahl der Punkte die gelesen werden sollen*/
304
    cout<<"Teilereinstellung des Triggers: ";
306 cin>>divisor;       /*Umrechnungsfaktor von Schritten in mm*/

308 do {
    cout<<"Dateinamenprefix? (max. 6 Zeichen): ";
310 cin>>prefix;
    leng=strlen(prefix);
312 if (leng>6) cout<<"Prefix zu lang!\n";
    } while (leng>6);
314 strcpy(infix0,"_a");
    strcpy(infix1,"_0");
316 char a[2];
    a[1]=0;

318 /* for (int k=0;k<110;k++){
320     printf("%4d",k);
322     delay(50);
    cout<<"\b\b\b\b";
324 }
    */ mainMenue();
326
    return 0;
328 }
```

A.2.2. Streufeld-Simulation SQSIM.CPP

```

1  /*****
2  /*  Streufeld-Simulation fuer SQUID                               */
3  /*                               */
4  /*  Programm zur Berechnung des Streufeldes                       */
5  /*  fuer verschiedene Probenarten und Geometrien                */
6  /*                               */
7  /*  author: Kilian Lenz und Andreas Ney                           */
8  /*  version: 8.6                                                 */
9  /*  last modification: 7-dec-2001                                */
10 /*                               add 45deg rotated sample        */
11 /*****
12
13 #include "iostream.h"
14 #include "math.h"
15 #include "fstream.h"
16 #include <stdio.h>
17
18 /* Berechnet das Streufeld-Integral fuer rechteckige inplane-Proben,
19    deren Kanten entlang der Messrichtung stehen und deren
20    easy-axis ebenfalls parallel zur Messrichtung steht
21    auf analytischem Weg.
22 */
23 void inplane(double a,double b,double h,double xinter,double xstep,
24             double m,double d,double interlage,char dateiname[12]) {
25
26     //feld=0.0001416*d*h*m*b*(zaehl/nenn); nur fuer ni/cu
27     // Alter Rechnung - Zur Erklaerung:
28     // Der Vorfaktor ist  $8 \cdot \mu_0 / 4 \cdot \pi$  und muss in Mikrometern angegeben
29     // werden daher noch mal  $1E6$ 
30     // das ergibt als Vorfaktor: 0.8Mikrometer
31     // in unserem Fall war der Ni-Abstand 1.77A in Mikrometern bereits
32     // multipliziert man erhielt:  $0.8 \cdot 1.77e-4 \text{ym} = 0.0001416 \text{ym}$ 
33     // da wir den Interlagenabstand in A eingeben wurde dann durch 1.77
34     // dividiert und anschliessend mit dem neuen Abstand multipliziert.
35     // In neuen Fall muss jetzt die 0.8 noch mit  $1e-4$  multipliziert
36     // werden da der Interlagenabstand in ym multipliziert werden muss
37     // aber in A eingegeben wird.
38
39     double u;
40     double var1,var2,zaehl,nenn,feld,feld2;
41     double aq=a*a;
42     double bq=b*b;
43     double hq=4*h*h;
44     double abh=aq+bq+hq;
45     ofstream datei(dateiname);
46
47     for (u=-1*xinter;u<=xinter;u=u+xstep) {
48         var1=sqrt(4*u*u+4*u*a+a*a+b*b+4*h*h);
49         var2=sqrt(4*u*u-4*u*a+a*a+b*b+4*h*h);
50         zaehl=(4*var1*u*u-4*var2*h*h+4*var1*u*a+var1*a*a+4*var1*h*h
51              -4*var2*u*u+4*var2*u*a-var2*a*a);
52         nenn=(4*u*u-4*u*a+a*a+4*h*h)*var2*(4*u*u+4*u*a+a*a+4*h*h)*var1;
53         feld=0.00008*interlage*d*h*m*b*(zaehl/nenn);
54         datei <<u*1000<<" "<<feld<<endl;
55     }
56     datei.close();
57 }
58
59 /* Berechnet das Streufeld-Integral fuer rechteckige inplane-Proben,
60    deren Kanten um 45grad gegenueber der Messrichtung im Uhrzeigersinn

```

A. Programme

```
gedreht sind und deren easy-axis dann parallel zu den Kanten des
62 Films steht. (Also auch um 45grad gegen die Messrichtung)
Voraussetzung ist, dass der Film exakt 45grad und mittig
64 positioniert ist, da das Integral in 3 Streifen berechnet wird und
die Probenkanten als Geraden berechnet werden.
66 auf numerischem Weg
*/
68 void inplane_R45(double a,double b,double h,double xinter,double xstep,
double m,double d,double intervall,double interlage,
70 char dateiname[12]) {
double u;
72 double var1,var2,zaehl,nenn,grundfeld,feld;
double ax,ay,bx,by,cx,cy,dx,dy; //Koordinaten der Ecken nach Drehung
74 double sin45=-0.707106781;
double cos45=0.707106781;
76 double hq=h*h,yq;
double integral=0;
78 double x,y,r;
double ivq=intervall*intervall;
80 ofstream datei(dateiname);

82 grundfeld=3*h*m*d*interlage/100000.;

84 //Berechnen der gedrehten Punktkoordinaten:
// Probenabmessung war Laenge=a Breite=b
86 ax=0.5*a*cos45+0.5*b*sin45;
ay=-0.5*a*sin45+0.5*b*cos45;
88 bx=0.5*a*cos45-0.5*b*sin45;
by=-0.5*a*sin45-0.5*b*cos45;
90 cx=-0.5*a*cos45-0.5*b*sin45;
cy=+0.5*a*sin45-0.5*b*cos45;
92 dx=-0.5*a*cos45+0.5*b*sin45;
dy=0.5*a*sin45+0.5*b*cos45;
94
for (u=-1*xinter;u<=xinter;u=u+xstep) {
96 //Integration in 3 teilen

98 //Teil1
for (y=cy;y<=dy;y+=intervall) {
100 yq=y*y;
for (x=(cy+cx-y);x<=(y-by+bx);x+=intervall) {
102 r=sqrt((u-x)*(u-x)+yq+hq);
integral+=ivq*(u-x)/pow(r,5);
104 }
}
106
//Teil2
108 for (y=dy;y<=by;y+=intervall) {
yq=y*y;
110 for (x=(y-dy+dx);x<=(y-by+bx);x+=intervall) {
r=sqrt((u-x)*(u-x)+yq+hq);
112 integral+=ivq*(u-x)/pow(r,5);
}
}
114
//Teil3
116 for (y=by;y<=ay;y+=intervall) {
yq=y*y;
118 for (x=(y-dy+dx);x<=(ay+ax-y);x+=intervall) {
120 r=sqrt((u-x)*(u-x)+yq+hq);
integral+=ivq*(u-x)/pow(r,5);
```

```

122     }
123     }
124     feld=grundfeld*integral;
125     datei <<u*1000<<" "<<feld<<endl;
126     integral=0;
127 }
128 datei.close();
129 }
130 }
131
132 /* Berechnet das Streufeld-Integral fuer rechteckige inplane-Proben,
133 deren Kanten entlang der Messrichtung stehen und deren
134 easy-axis um 45grad gegenueber der Messrichtung gedreht ist
135 auf numerischem Weg
136 */
137 void inplane_hard(double a,double b,double h,double xinter,
138                 double xstep,double m,double d,double intervall,
139                 double interlage,char dateiname[12]) {
140
141     double u;
142     double var1,var2,zaehl,nenn,feld;
143     double hq=h*h;
144     double integral=0;
145     double x,y,r;
146     ofstream datei(dateiname);
147
148     for (u=-1*xinter;u<=xinter;u=u+xstep) {
149         for (x=-0.5*a;x<=0.5*a;x+=intervall) {
150             for (y=-0.5*b;y<=0.5*b;y+=intervall) {
151                 r=sqrt((u-x)*(u-x)+y*y+hq);
152                 integral+=intervall*intervall*(u-x-y)/pow(r,5);
153             }
154         }
155     }
156     feld=3/1.4142136*h*m*d*interlage/100000.*integral;
157     datei <<u*1000<<" "<<feld<<endl;
158     integral=0;
159 }
160 datei.close();
161 }
162 }
163
164 /* Berechnet das Streufeld-Integral fuer rechteckige
165 out-of-plane-Proben, deren Kanten entlang der Messrichtung
166 stehen und deren easy-axis senkrecht aus der Filmebene steht.
167 auf numerischem Weg
168 */
169 void outofplane(double a,double b,double h,double xinter,
170               double xstep,double m,double d,double intervall,
171               double interlage,char dateiname[12]) {
172
173     double u;
174     double var1,var2,zaehl,nenn,feld;
175     double hq=h*h;
176     double integral=0;
177     double x,y,r;
178     ofstream datei(dateiname);
179
180     for (u=-1*xinter;u<=xinter;u=u+xstep) {
181         for (double x=-0.5*a;x<=0.5*a;x=x+intervall) {
182             for (double y=-0.5*b;y<=0.5*b;y=y+intervall) {

```

A. Programme

```
        integral+=intervall*intervall*(3*hq/pow(r,5)-1./pow(r,3));
184    }
    }
186    feld=m*d*interlage/100000.*integral;
    datei <<u*1000<<" "<<feld<<endl;
188    integral=0;
    }
190    datei.close();
    }
192

194 /* Berechnet das Streufeld-Integral fuer elliptische in-plane-Proben,
    deren Kanten entlang der Messrichtung stehen und deren
196    easy-axis parallel zur Messrichtung steht.
    auf numerischem Weg
198 */
    void inplane_C(double a,double b,double h,double xinter,double xstep,
200                double m,double d,double intervall,double interlage,
                char dateiname[12]) {
202
    double u;
204    double var1,var2,zaehl,nenn,feld;
    double hq=h*h;
206    double integral=0;
    double x,y,r;
208    ofstream datei(dateiname);

210    for (u=-1*xinter;u<=xinter;u=u+xstep) {
        for (y=-0.5*b;y<=0.5*b;y+=intervall) {
212            for (x=-1*a*sqrt(0.25-y*y/b/b);
                    x<=a*sqrt(0.25-y*y/b/b);x+=intervall) {
214                r=sqrt((u-x)*(u-x)+y*y+hq);
                integral+=intervall*intervall*(u-x)/pow(r,5);
216            }
        }
218        feld=3*h*m*d*interlage/100000.*integral;
        datei <<u*1000<<" "<<feld<<endl;
220        integral=0;
    }
222    datei.close();
    }
224

226 /* Berechnet das Streufeld-Integral fuer elliptische
    out-of-plane-Proben, deren Kanten entlang der Messrichtung
228    stehen und deren easy-axis senkrecht aus der Filmebene steht.
    auf numerischem Weg
230 */
    void outofplane_C(double a,double b,double h,double xinter,
232                    double xstep,double m,double d,double intervall,
                    double interlage,char dateiname[12]) {
234

    double u;
236    double var1,var2,zaehl,nenn,feld;
    double hq=h*h;
238    double integral=0;
    double x,y,r;
240    ofstream datei(dateiname);

242    for (u=-1*xinter;u<=xinter;u=u+xstep) {
        for (y=-0.5*b;y<=0.5*b;y+=intervall) {
```

```

244     for (x=-1*a*sqrt(0.25-y*y/b/b);
                x<=a*sqrt(0.25-y*y/b/b);x+=intervall) {
246         r=sqrt((u-x)*(u-x)+y*y+hq);
            integral+=intervall*intervall*(3*hq/pow(r,5)-1./pow(r,3));
248     }
    }
250     feld=m*d*interlage/100000.*integral;
    datei <<u*1000<<" " <<feld<<endl;
252     integral=0;
    }
254     datei.close();
    }
256

258 /* Hauptprogramm und Auswahl/Eingabe der Parameter
    */
260 int main() {

262     double h,M,xstep,xinter,u,b,var1,var2,zaehl,nenn,interlage;
    double a,feld,am,bm,hm,hm2,xinterm,xstepm,zaehl2,d,intervall;
264     char dateiname[12],prefix[12];
    int mode,geom,t;

266     //Einlesen der parameter
268     cout <<"-----\n";
    cout <<"           Willkommen           \n";
270     cout <<"   bei der Streufeldberechnung   \n";
    cout <<"           f r SQUID-Proben           \n";
272     cout <<"-----\n\n";

274     cout <<"Bitte Filmmagnetisierung waehlen: 1=inplane easy axis"<<endl;
    cout <<"                                           2=inplane hard axis"<<endl;
276     cout <<"                                           3=inplane 45 deg "<<endl;
    cout <<"                                           0=out-of-plane"<<endl;
278     cin >>mode;

280     if (mode<2) {
        cout <<"Bitte Probengeometrie waehlen: (1=rechteck,0=elliptisch) ";
282         cin >>geom;
        cout <<"Es werden automatisch Fitkurven in 1mm-Abstand berechnet."
284 <<endl;
        cout <<"Der Dateiname wird um den Abstand automatisch ergaenzt.";
286         cout <<" (ni_ 45mm.dat)"<<endl;
    }
288     else {
        cout<<"Die Probe muss rechteckig sein!";
290         geom=1;
    }

292     cout <<"Name des Ausgabefile (Prefix: z.B. ni_): ";
294     cin >>prefix;

296     cout <<"Kleinste Hoehe h in mm eingeben (z.B. 4.0): ";
    cin >> hm;
298     cout <<"Groesste Hoehe h in mm eingeben (z.B. 7.0): ";
300     cin >> hm2;

302     cout <<"Magnetisierung in Gauss eingeben: ";
    cin >> M;
304

```

A. Programme

```
    cout <<"Interlagenabstand in A eingeben: ";
306  cin  >> interlage;

308  cout <<"x-Schrittweite in mm eingeben (z.B. 0.1): ";
    cin >> xstepm;

310
312  cout <<"x-Intervall in mm eingeben (z.B. 20):";
    cin >>xinterm;

314  if (geom==1) cout <<"Probengroesse in mm (x):";
else cout<<"Probendurchmesser in mm (x-Achse=vertikal):";
316  cin >>am;

318  if (geom==1) cout <<"Probengroesse in mm (y):";
else cout<<"Probendurchmesser in mm (y-Achse=horizontal):";
320  cin >>bm;

322  cout <<"Probendicke in ML:";
    cin >>d;

324
326  if ((mode==0) || (geom==0) || (mode==2) || (mode==3)) {
    cout <<"Bitte Integrationsschrittweite eingeben (z.B. 0.00001):";
328  }
    cin >>intervall;

330  //skalieren der Werte auf mikroMeter
    //h=hm/1000.;
332  a=0.001*am;
    b=0.001*bm;
334  xstep=0.001*xstepm;
    xinter=0.001*xinterm;

336
338  for(t=int(hm*10);t<=hm2*10;t++) {
    sprintf(dateiname,"%s%iimm.dat",prefix,t);
    h=0.0001*t;
340  cout<<"Calculating stray-field for h="<<h<<"m"<<endl;
if ((mode==1) && (geom==1))
342  inplane(a,b,h,xinter, xstep, M, d,interlage, dateiname);
else if ((mode==1) && (geom==0))
344  inplane_C(a,b,h,xinter, xstep, M, d,intervall,
    interlage, dateiname);
346  else if ((mode==2) && (geom==1))
    inplane_hard(a,b,h,xinter,xstep,M,d,intervall,
348  interlage,dateiname);
else if ((mode==3) && (geom==1))
350  inplane_R45(a,b,h,xinter,xstep,M,d,intervall,
    interlage,dateiname);
352  else if ((mode==0) && (geom==1))
    outofplane(a,b,h,xinter, xstep, M, d,intervall,
354  interlage, dateiname);
else if ((mode==0) && (geom==0))
356  outofplane_C(a,b,h,xinter, xstep, M, d,intervall,
    interlage, dateiname);
358  }
return 0;
360 }
```

B. Technische Zeichnungen und Skizzen

B.1. Vergrößerte μ -Metall-Abschirmung

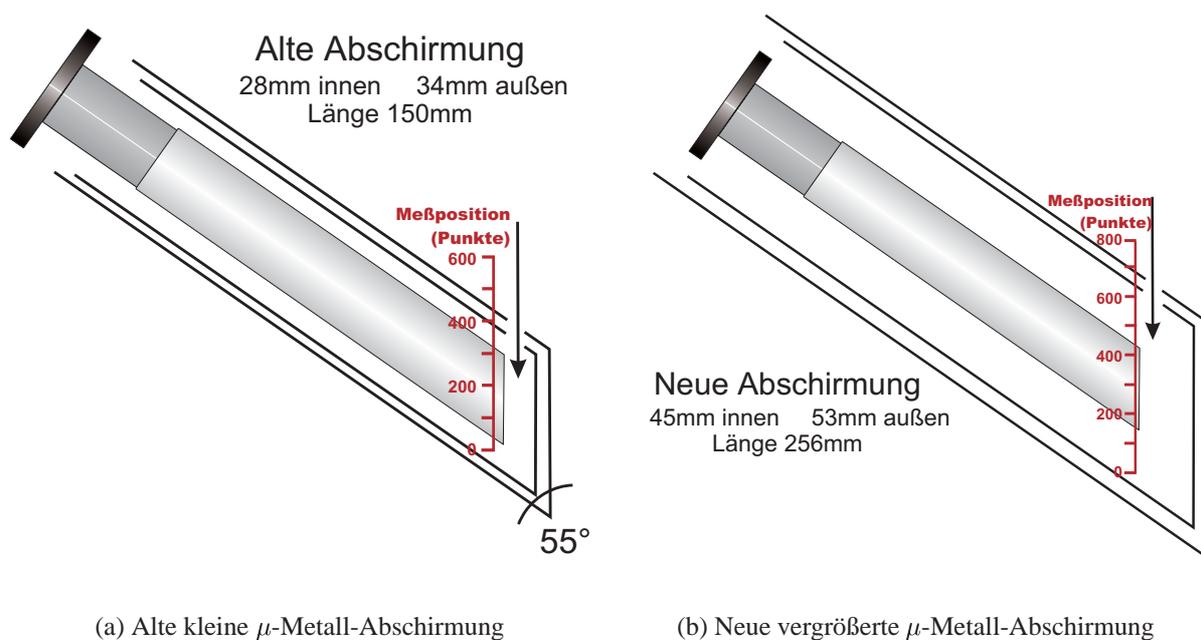


Abb. B.1.: Skizzen der beiden Abschirmungen. Sie bestehen aus 2 ineinander gesteckten zylindrischen Röhren aus μ -Metall, deren eines Ende jeweils unter 55° abgeschrägt verschlossen ist. Die Schlitze haben eine Größe von 4×8 mm und wurden ebenfalls im Winkel von 55° geschnitten.

Die große neue Abschirmung wird von je einer Halterung (s. nächste Seite) getragen, auf die sie aufgeschoben und mit je drei M2-Schrauben fixiert wird. Die Halterungen werden auf den beiden Seiten eines CF16-Flansches, einer Verlängerung zwischen Glasfinger und Dewar, montiert.

B.2. Halterung für vergrößerte Abschirmung

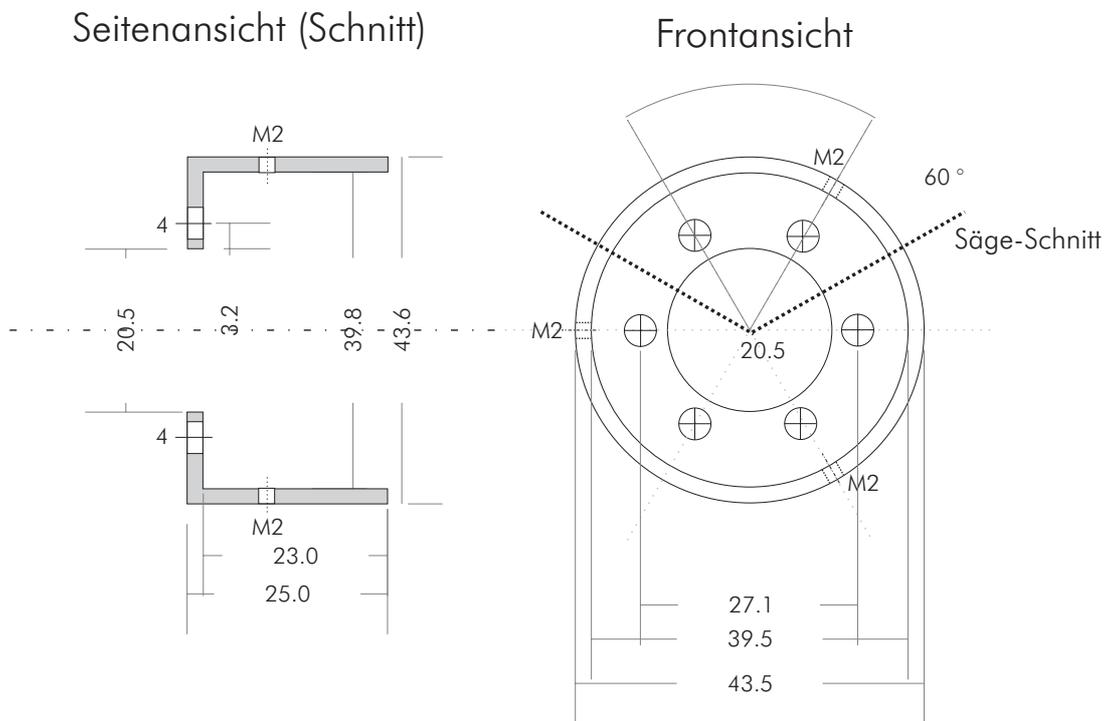


Abb. B.2.: Kleine Halterung für μ -Metall-Abschirmung. Hergestellt aus V2A-Stahl.

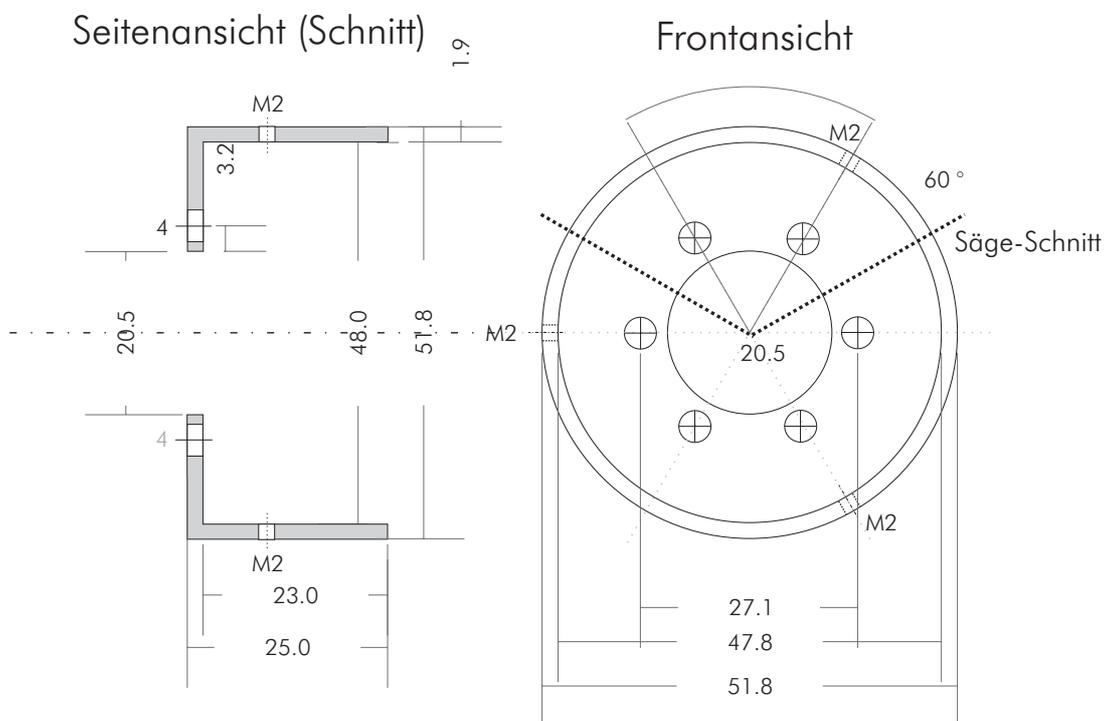


Abb. B.3.: Große Halterung für μ -Metall-Abschirmung. Hergestellt aus V2A-Stahl.

B.3. Neuer Probenhalter für *ex-situ*-Proben

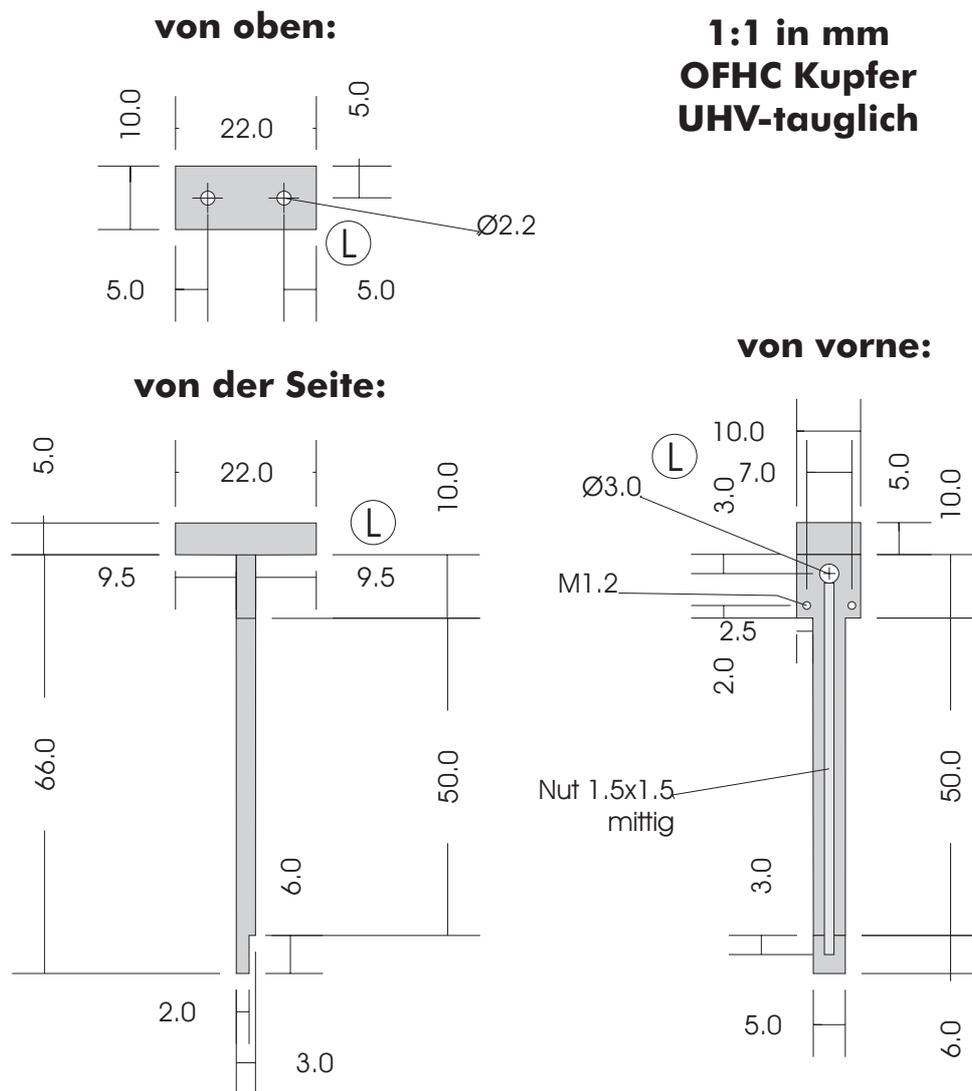


Abb. B.4.: Probenhalter für *ex-situ*-Proben aus OFHC-Kupfer hergestellt. Die Proben werden mit Vakuumfett auf das untere Ende geklebt. In der Nut wird ein Keramikröhrchen für das Thermoelement befestigt.

C. Pallaplat-Temperaturtabelle

PallaPlat Thermocouple: K <-> mV (from measurement <294K)

Kelvin	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
0	-5.247	-5.206	-5.166	-5.128	-5.091	-5.056	-5.022	-4.989	-4.958	-4.928	-4.899	0
10	-4.899	-4.871	-4.844	-4.819	-4.794	-4.771	-4.748	-4.726	-4.705	-4.685	-4.666	10
20	-4.666	-4.647	-4.629	-4.612	-4.595	-4.579	-4.564	-4.549	-4.534	-4.520	-4.507	20
30	-4.507	-4.494	-4.481	-4.469	-4.457	-4.446	-4.435	-4.424	-4.413	-4.402	-4.392	30
40	-4.392	-4.382	-4.372	-4.363	-4.353	-4.344	-4.335	-4.325	-4.316	-4.307	-4.298	40
50	-4.298	-4.289	-4.280	-4.272	-4.263	-4.254	-4.245	-4.236	-4.227	-4.218	-4.209	50
60	-4.209	-4.200	-4.191	-4.181	-4.172	-4.163	-4.153	-4.143	-4.134	-4.124	-4.114	60
70	-4.114	-4.104	-4.094	-4.083	-4.073	-4.062	-4.051	-4.040	-4.029	-4.018	-4.007	70
80	-4.007	-3.995	-3.983	-3.972	-3.960	-3.947	-3.935	-3.923	-3.910	-3.897	-3.884	80
90	-3.884	-3.871	-3.858	-3.845	-3.831	-3.818	-3.804	-3.790	-3.776	-3.762	-3.747	90
100	-3.747	-3.733	-3.718	-3.703	-3.688	-3.673	-3.658	-3.643	-3.628	-3.612	-3.596	100
110	-3.596	-3.581	-3.565	-3.549	-3.533	-3.517	-3.501	-3.484	-3.468	-3.451	-3.435	110
120	-3.435	-3.418	-3.401	-3.385	-3.368	-3.351	-3.334	-3.317	-3.300	-3.283	-3.265	120
130	-3.265	-3.248	-3.231	-3.213	-3.196	-3.179	-3.161	-3.144	-3.126	-3.109	-3.091	130
140	-3.091	-3.073	-3.056	-3.038	-3.021	-3.003	-2.985	-2.968	-2.950	-2.932	-2.915	140
150	-2.915	-2.897	-2.879	-2.862	-2.844	-2.826	-2.809	-2.791	-2.773	-2.756	-2.738	150
160	-2.738	-2.720	-2.703	-2.685	-2.667	-2.650	-2.632	-2.615	-2.597	-2.580	-2.562	160
170	-2.562	-2.544	-2.527	-2.509	-2.492	-2.474	-2.457	-2.439	-2.422	-2.404	-2.387	170
180	-2.387	-2.369	-2.352	-2.334	-2.317	-2.299	-2.282	-2.264	-2.247	-2.229	-2.212	180
190	-2.212	-2.194	-2.176	-2.159	-2.141	-2.123	-2.106	-2.088	-2.070	-2.052	-2.034	190
200	-2.034	-2.017	-1.999	-1.981	-1.963	-1.944	-1.926	-1.908	-1.890	-1.871	-1.853	200
210	-1.853	-1.834	-1.816	-1.797	-1.779	-1.760	-1.741	-1.722	-1.703	-1.684	-1.664	210
220	-1.664	-1.645	-1.626	-1.606	-1.586	-1.567	-1.547	-1.527	-1.507	-1.486	-1.466	220
230	-1.466	-1.446	-1.425	-1.404	-1.384	-1.363	-1.342	-1.320	-1.299	-1.278	-1.256	230
240	-1.256	-1.234	-1.213	-1.191	-1.169	-1.146	-1.124	-1.102	-1.079	-1.057	-1.034	240
250	-1.034	-1.011	-0.988	-0.965	-0.941	-0.918	-0.895	-0.871	-0.847	-0.824	-0.800	250
260	-0.800	-0.776	-0.752	-0.728	-0.704	-0.680	-0.656	-0.632	-0.607	-0.583	-0.559	260
270	-0.559	-0.535	-0.510	-0.486	-0.462	-0.438	-0.414	-0.390	-0.366	-0.342	-0.318	270
280	-0.318	-0.295	-0.271	-0.248	-0.225	-0.202	-0.179	-0.157	-0.134	-0.112	-0.091	280
290	-0.091	-0.069	-0.048	-0.027	-0.007	0.013	0.033	0.052	0.070	0.088	0.106	290
300	0.120	0.147	0.174	0.201	0.228	0.255	0.283	0.310	0.337	0.365	0.392	300
310	0.392	0.420	0.447	0.475	0.503	0.531	0.559	0.587	0.615	0.643	0.671	310
320	0.671	0.699	0.728	0.756	0.785	0.813	0.842	0.871	0.899	0.928	0.957	320
330	0.957	0.986	1.015	1.044	1.074	1.103	1.132	1.162	1.191	1.221	1.250	330
340	1.250	1.280	1.310	1.339	1.369	1.399	1.429	1.459	1.490	1.520	1.550	340
350	1.550	1.581	1.611	1.642	1.672	1.703	1.733	1.764	1.795	1.826	1.857	350
360	1.857	1.888	1.919	1.950	1.982	2.013	2.044	2.076	2.107	2.139	2.171	360
370	2.171	2.202	2.234	2.266	2.298	2.330	2.362	2.394	2.426	2.458	2.491	370
380	2.491	2.523	2.556	2.588	2.621	2.653	2.686	2.719	2.752	2.784	2.817	380
390	2.817	2.850	2.884	2.917	2.950	2.983	3.016	3.050	3.083	3.117	3.150	390
400	3.150	3.184	3.218	3.252	3.285	3.319	3.353	3.387	3.421	3.456	3.490	400
410	3.490	3.524	3.558	3.593	3.627	3.662	3.696	3.731	3.766	3.800	3.835	410
420	3.835	3.870	3.905	3.940	3.975	4.010	4.045	4.080	4.116	4.151	4.186	420
430	4.186	4.222	4.257	4.293	4.329	4.364	4.400	4.436	4.472	4.508	4.544	430
440	4.544	4.580	4.616	4.652	4.688	4.724	4.761	4.797	4.833	4.870	4.906	440
450	4.906	4.943	4.980	5.016	5.053	5.090	5.127	5.164	5.201	5.238	5.275	450
460	5.275	5.312	5.349	5.386	5.424	5.461	5.498	5.536	5.573	5.611	5.649	460
470	5.649	5.686	5.724	5.762	5.799	5.837	5.875	5.913	5.951	5.989	6.027	470
480	6.027	6.066	6.104	6.142	6.180	6.219	6.257	6.296	6.334	6.373	6.411	480
490	6.411	6.450	6.489	6.528	6.566	6.605	6.644	6.683	6.722	6.761	6.800	490
Kelvin	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	

C. Pallaplat-Temperaturtabelle

PallaPlat Thermocouple: K <-> mV (from polynome Tref = - 4.009 mV)

Kelvin	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
500	6.800	6.839	6.879	6.918	6.957	6.996	7.036	7.075	7.115	7.154	7.194	500
510	7.194	7.233	7.273	7.313	7.353	7.392	7.432	7.472	7.512	7.552	7.592	510
520	7.592	7.632	7.672	7.712	7.752	7.793	7.833	7.873	7.914	7.954	7.995	520
530	7.995	8.035	8.076	8.116	8.157	8.197	8.238	8.279	8.320	8.361	8.401	530
540	8.401	8.442	8.483	8.524	8.565	8.607	8.648	8.689	8.730	8.771	8.813	540
550	8.813	8.854	8.895	8.937	8.978	9.020	9.061	9.103	9.144	9.186	9.228	550
560	9.228	9.269	9.311	9.353	9.395	9.437	9.479	9.521	9.563	9.605	9.647	560
570	9.647	9.689	9.731	9.773	9.815	9.857	9.900	9.942	9.984	10.027	10.069	570
580	10.069	10.112	10.154	10.197	10.239	10.282	10.325	10.367	10.410	10.453	10.496	580
590	10.496	10.539	10.581	10.624	10.667	10.710	10.753	10.796	10.839	10.882	10.926	590
600	10.926	10.969	11.012	11.055	11.098	11.142	11.185	11.228	11.272	11.315	11.359	600
610	11.359	11.402	11.446	11.489	11.533	11.577	11.620	11.664	11.708	11.752	11.795	610
620	11.795	11.839	11.883	11.927	11.971	12.015	12.059	12.103	12.147	12.191	12.235	620
630	12.235	12.279	12.323	12.368	12.412	12.456	12.500	12.545	12.589	12.634	12.678	630
640	12.678	12.722	12.767	12.811	12.856	12.901	12.945	12.990	13.034	13.079	13.124	640
650	13.124	13.169	13.213	13.258	13.303	13.348	13.393	13.438	13.483	13.528	13.573	650
660	13.573	13.618	13.663	13.708	13.753	13.798	13.843	13.889	13.934	13.979	14.024	660
670	14.024	14.070	14.115	14.160	14.206	14.251	14.297	14.342	14.388	14.433	14.479	670
680	14.479	14.524	14.570	14.616	14.661	14.707	14.753	14.798	14.844	14.890	14.936	680
690	14.936	14.982	15.028	15.074	15.119	15.165	15.211	15.257	15.304	15.350	15.396	690
700	15.396	15.442	15.488	15.534	15.580	15.627	15.673	15.719	15.765	15.812	15.858	700
710	15.858	15.904	15.951	15.997	16.044	16.090	16.137	16.183	16.230	16.276	16.323	710
720	16.323	16.370	16.416	16.463	16.510	16.556	16.603	16.650	16.697	16.744	16.790	720
730	16.790	16.837	16.884	16.931	16.978	17.025	17.072	17.119	17.166	17.213	17.260	730
740	17.260	17.307	17.355	17.402	17.449	17.496	17.543	17.591	17.638	17.685	17.733	740
750	17.733	17.780	17.827	17.875	17.922	17.970	18.017	18.065	18.112	18.160	18.207	750
760	18.207	18.255	18.303	18.350	18.398	18.446	18.493	18.541	18.589	18.637	18.684	760
770	18.684	18.732	18.780	18.828	18.876	18.924	18.972	19.020	19.068	19.116	19.164	770
780	19.164	19.212	19.260	19.308	19.356	19.404	19.452	19.501	19.549	19.597	19.645	780
790	19.645	19.694	19.742	19.790	19.839	19.887	19.935	19.984	20.032	20.081	20.129	790
800	20.129	20.178	20.226	20.275	20.323	20.372	20.421	20.469	20.518	20.567	20.615	800
810	20.615	20.664	20.713	20.762	20.810	20.859	20.908	20.957	21.006	21.055	21.104	810
820	21.104	21.153	21.202	21.251	21.300	21.349	21.398	21.447	21.496	21.545	21.594	820
830	21.594	21.643	21.692	21.742	21.791	21.840	21.889	21.939	21.988	22.037	22.087	830
840	22.087	22.136	22.185	22.235	22.284	22.334	22.383	22.433	22.482	22.532	22.581	840
850	22.581	22.631	22.681	22.730	22.780	22.829	22.879	22.929	22.979	23.028	23.078	850
860	23.078	23.128	23.178	23.228	23.277	23.327	23.377	23.427	23.477	23.527	23.577	860
870	23.577	23.627	23.677	23.727	23.777	23.827	23.877	23.927	23.977	24.027	24.078	870
880	24.078	24.128	24.178	24.228	24.278	24.329	24.379	24.429	24.480	24.530	24.580	880
890	24.580	24.631	24.681	24.732	24.782	24.832	24.883	24.933	24.984	25.034	25.085	890
900	25.085	25.136	25.186	25.237	25.287	25.338	25.389	25.439	25.490	25.541	25.591	900
910	25.591	25.642	25.693	25.744	25.795	25.845	25.896	25.947	25.998	26.049	26.100	910
920	26.100	26.151	26.202	26.253	26.304	26.355	26.406	26.457	26.508	26.559	26.610	920
930	26.610	26.661	26.712	26.763	26.814	26.865	26.917	26.968	27.019	27.070	27.121	930
940	27.121	27.173	27.224	27.275	27.327	27.378	27.429	27.481	27.532	27.583	27.635	940
950	27.635	27.686	27.738	27.789	27.841	27.892	27.944	27.995	28.047	28.098	28.150	950
960	28.150	28.201	28.253	28.304	28.356	28.408	28.459	28.511	28.563	28.614	28.666	960
970	28.666	28.718	28.769	28.821	28.873	28.925	28.976	29.028	29.080	29.132	29.184	970
980	29.184	29.236	29.287	29.339	29.391	29.443	29.495	29.547	29.599	29.651	29.703	980
990	29.703	29.755	29.807	29.859	29.911	29.963	30.015	30.067	30.119	30.171	30.223	990
Kelvin	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	

Abb. C.1.: Umrechnungstabelle K ↔ mV für Pallaplat. Die Werte wurden mit dem in Abb. 3.11 angegebenen Polynom aus einer Kalibrierung berechnet.

Abbildungsverzeichnis

2.1.	Temperaturabhängigkeit der Suszeptibilität	5
2.2.	Energiebänder in Nickel	7
2.3.	Temperaturabhängige Magnetisierung und Extrapolation	8
2.4.	Dickenabhängigkeit von T_C	9
2.5.	Koordinatenskizze zur Streufeldberechnung	11
2.6.	3D-Darstellung der Streufelder	12
2.7.	Streufelder für ultrakleine Abstände (1)	14
2.8.	Prinzipskizze eines dc-SQUID	16
2.9.	ac-Josephson-Effekt	17
2.10.	Prinzipskizze eines rf-SQUID	17
3.1.	Skizze der SQUID-Kammer	20
3.2.	Schnittbild durch den SQUID-Aufbau	21
3.3.	Meßgeometrie	22
3.4.	Kalibrierung des neuen SQUID	23
3.5.	Kalibrierkurve für neues SQUID	24
3.6.	Signal-Rausch-Verhältnis für das neue SQUID	25
3.7.	Signal-Rausch-Verhältnis für das alte SQUID	26
3.8.	Streufelder mit großer und kleiner Abschirmung	27
3.9.	Probenhalter für Cu-Einkristalle	28
3.10.	Probenhalter für „ <i>ex-situ</i> “-Proben	28
3.11.	Pallaplat-Thermocouple-Kalibrierkurve	30
3.12.	Probentemperatur während einer Messung	31
3.13.	Auftaurate der Probe ohne Kühlung	32
3.14.	Temperaturänderung ohne Kühlung	32
4.1.	Auger-Spektrum Ni/Cu(001)	34
4.2.	LEED-Bilder der Cu(001) und Ni/Cu(001)-Oberflächen	35
4.3.	SQUID-Messung an 2 bis 7,9 ML Ni/Cu(001)	36

4.4.	SQUID-Messung an 10 und 12 ML Ni/Cu(001)	37
4.5.	Dickenabhängigkeit der Magnetisierung bei Ni/Cu(001)	38
4.6.	Magnetisches Moment von Ni/Cu(001)	41
4.7.	Momenteverteilung in Ni/Cu(001)	42
4.8.	M(T)-Kurve für 4,7 ML Ni/Cu(001)	46
4.9.	LogLog-Plot für 4,7 ML Ni/Cu(001)	47
4.10.	M(T)-Kurve für 4,2 ML Ni/Cu(001)	49
4.11.	LogLog-Plot für 4,2 ML Ni/Cu(001)	50
5.1.	Aufbau der Fe/V-Multilagen	52
5.2.	Temperaturabhängige Magnetisierung von $(\text{Fe}_2/\text{V}_5)_{50}$	53
5.3.	LogLog-Plot der Magnetisierung von $(\text{Fe}_2/\text{V}_5)_{50}$	54
5.4.	Temperaturabhängige Magnetisierung von $(\text{Fe}_{1,6}/\text{V}_5)_{50}$	55
5.5.	Temperaturabhängige FMR-Intensität von $(\text{Fe}_{1,6}/\text{V}_5)_{50}$	56
5.6.	Streufeld der $(\text{Fe}_{1,6}/\text{V}_5)_{50}$ -Probe	56
5.7.	Untergrundsignal des leeren Probenhalters	56
5.8.	SQUID-Messungen einer $(\text{Fe}_4/\text{V}_2)_{60}$ -Multilage	58
A.1.	Bildschirmkopie des Auswerteprogramms	65
B.1.	Große und kleine μ -Metall-Abschirmung	79
B.2.	Kleine Halterung	80
B.3.	Große Halterung	80
B.4.	Neuer Probenhalter	81
C.1.	Pallaplat-TC-Umrechnung	84

Tabellenverzeichnis

2.1. Magnetische Eigenschaften von Fe,Co,Ni	6
4.1. Übersicht aller Messungen an Ni/Cu(001)	39
4.2. Magnetisches Moment von Ni/Cu(001)	40
4.3. Widersprüchliche experimentelle Ni-Momente	43
4.4. Magnetische Momente für Ni aus Experiment und Theorie	44
4.5. Übersicht über β -Exponenten von Ni/Cu(001)	48
5.1. Magnetisierung von $(\text{Fe}_4/\text{V}_2)_{60}$ -Multilagen	57
5.2. Magnetische Momente von Fe/V-Multilagen	57
A.1. Parameter für SQSIM	64
A.2. Funktion der Schaltflächen des ORIGIN [®] -Scripts	66

Literaturverzeichnis

- [1] A. Ney, *A New Design of an UHV-High- T_c -SQUID-Magnetometer: Absolute Determination of Magnetic Moments of 3d-Transition Metal Films*, Doktorarbeit, Freie Universität Berlin, dissertation.de - Verlag im Internet (2001), ISBN 3-89825-311-2
- [2] J. C. Gallop, *SQUIDS, the Josephson Effect and Superconducting Electronics*, Adam Hilger (1991)
- [3] D. P. Pappas, G. A. Prinz und M. B. Ketchen, *Appl. Phys. Lett.* **65**, 3401 (1994)
- [4] S. Spagna, R. E. Sager und M. B. Maple, *Rev. Sci. Instrum.* **66**, 5570 (1995)
- [5] A. Ney, P. Pouloupoulos, M. Farle und K. Baberschke, *Phys. Rev. B* **62**, 11336 (2000)
- [6] A. Ernst, G. van der Laan, W. M. Temmerman, S. S. Dhesi und Z. Szotek, *Phys. Rev. B* **62**, 9543 (2000)
- [7] A. Ney, A. Scherz, P. Pouloupoulos, K. Lenz, H. Wende und K. Baberschke, *Phys. Rev. B* **65**, 024411 (2002)
- [8] Sôshin Chikazumi, *Physics of Ferromagnetism*, Oxford University Press, Oxford New York, 2. Aufl. (1997)
- [9] Charles Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik*, R. Oldenbourg Verlag, München, 12. Aufl. (1999)
- [10] H. Ibach und H. Lüth, *Festkörperphysik, Einführung in die Grundlagen*, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg New York, 3. Aufl. (1989)
- [11] H. N. Russell und F. A. Saunders, *Astrophys. J.* **61**, 38 (1925)
- [12] A. Abragam und B. Bleaney, *Electron Paramagnetic Resonance of Transition Ions*, Clarendon Press, Oxford (1970)

- [13] P. Pouloupoulos und K. Baberschke, *Phase Transitions in Coupled Two-Dimensional Ferromagnetic Layers*, in *Band-Ferromagnetism, Ground-State and Finite-Temperature Phenomena*, Hrsg. K. Baberschke, M. Donath und W. Nolting, Lecture Notes in Physics, Springer, Berlin Heidelberg New York (2001)
- [14] W. Gebhardt und U. Krey, *Phasenübergänge und kritische Phänomene*, Vieweg, Braunschweig Wiesbaden (1980)
- [15] R. P. Erickson und D. L. Mills, *Phys. Rev. B* **46**, 861 (1992)
- [16] F. Huang, M. T. Kief, G. J. Mankey und R. F. Willis, *Phys. Rev. B* **49**(6), 3962 (1994)
- [17] G. A. T. Allan, *Phys. Rev. B* **1**, 352 (1970)
- [18] R. Bergholz und U. Gradmann, *J. Magn. Magn. Mat.* **45**, 389 (1984)
- [19] O. V. Snigirev, K. E. Andreev und A. M. Tishin, *Phys. Rev. B* **55**, 14429 (1997)
- [20] B. D. Josephson, *Phys. Rev. Lett.* **1**, 251 (1962)
- [21] Fa. FINO AG, SQUID Magnetometer Modell HM-1 (1994), FINO AG, Bodenburger Str. 25/26, 31158 Bad Salzdetfurth, Deutschland, ehem. F.I.T. Meßtechnik GmbH
- [22] Fa. FINO AG, SQUID Magnetometer Modell HM-2 (2000), FINO AG, Am Flughafen 13, 31137 Hildesheim, Deutschland, ehem. F.I.T. Meßtechnik GmbH
- [23] W. L. O'Brien, T. Droubay und B. P. Tonner, *Phys. Rev. B* **54**, 9297 (1996)
- [24] Fa. MSL, μ -Metallabschirmung, Magnetic Shields Ltd., Headcorn Road, Staplehurst, Kent TN 12 0 DS, England
- [25] A. Mager, *Z. angew. Phys.* **23**, 381 (1967)
- [26] A. Mager, *J. Appl. Phys.* **39**, 1914 (1968)
- [27] P. Pouloupoulos, J. Lindner, M. Farle und K. Baberschke, *Surf. Sci.* **437**, 277 (1999)
- [28] J. Shen, J. Giergiel und J. Kirschner, *Phys. Rev. B* **52**, 8454 (1995)
- [29] S. Müller, B. Schulz, G. Kostka, M. Farle, K. Heinz und K. Baberschke, *Surf. Sci.* **364**, 235 (1996)
- [30] W. Platow, U. Bovensiepen, P. Pouloupoulos, M. Farle, K. Baberschke, L. Hammer, S. Walter, S. Müller und K. Heinz, *Phys. Rev. B* **59**, 12 641 (1999)

-
- [31] H. Magnan, P. le Fèvre, A. Midoir, D. Chandesris, H. Jaffrès, A. R. Fert und J. P. Peyrade, *Surf. Sci.* **454-456**, 723 (2000)
- [32] J. Lindner, P. Pouloupoulos, F. Wilhelm, M. Farle und K. Baberschke, *Phys. Rev. B* **62**, 10 431 (2000)
- [33] M. B. Stearns, *Properties of Magnetic Materials*, in *Landold Börnstein*, Hrsg. H. P. J. Wijn, Bd. 19a von *New Series Group III*, Springer, Berlin Heidelberg New York (1986)
- [34] M. Tischer, *Temperaturabhängige Untersuchung der magnetischen Eigenschaften ultradünner Filme der 3d-Übergangsmetalle mit Magnetischem Zirkularem Röntgendiffraktionismus*, Doktorarbeit, Freie Universität Berlin (1995), unveröffentlicht
- [35] U. Bovensiepen, *Phasenübergänge in magnetischen Monolagen und austauschgekoppelten Schichten. Eine in situ Studie mit ac-Suszeptibilität und Kerr-Effekt*, Doktorarbeit, Freie Universität Berlin, Shaker Verlag, Aachen (2000), ISBN 3-8265-7503-2
- [36] A. Ney, P. Pouloupoulos und K. Baberschke, *Europhys. Lett.* **54**, 820 (2001)
- [37] O. Hjortstam, J. Trygg, J. M. Wills, B. Johansson und O. Eriksson, *Phys. Rev. B* **53**, 9204 (1996)
- [38] H. Ebert, R. Zeller, B. Drittler und P. H. Dederichs, *J. Appl. Phys.* **67**, 4576 (2000)
- [39] J. Tersoff und L. M. Falicov, *Phys. Rev. B* **26**, 6186 (1982)
- [40] D. Wang, J. Freeman und H. Krakauer, *Phys. Rev. B* **26**, 1340 (1982)
- [41] F. Wilhelm, *Magnetic Properties of Ultrathin Films, Coupled Trilayers and 3d/5d Multilayers studied by X-ray Magnetic Circular Dichroism*, Doktorarbeit, Freie Universität Berlin, dissertation.de - Verlag im Internet (2000), ISBN 3-89825-177-2
- [42] P. Srivastava, F. Wilhelm, A. Ney, M. Farle, H. Wende, N. Haack, G. Ceballos und K. Baberschke, *Phys. Rev. B* **58**, 5701 (1998)
- [43] W. Kuch, J. Gilles, S. S. Kang, S. Imada, S. Suga und J. Kirschner, *Phys. Rev. B* **62**, 3824 (2000)
- [44] S. Hope, J. Lee, P. Rosenbusch, G. Lauffhoff, J. A. C. Bland, A. Ercole, D. Bucknall, J. Penfold, H. J. Lauter, V. Lauter und R. Cubitt, *Phys. Rev. B* **55**, 11 422 (1997)
- [45] A. Ernst, M. Lueders, W. M. Temmerman, Z. Szotek und G. van der Laan, *J. Phys.: Condens. Matter* **12**, 5599 (2000)

- [46] S. H. Kim, K. S. Lee, H. G. Min, J. Seo, S. C. Hong, T. H. Rho und J.-S. Kim, *Phys. Rev. B* **55**, 7904 (1997)
- [47] Z. Yang, V. I. Gavrilenko und R. Wu, *Surf. Sci.* **447**, 212 (2000)
- [48] R. Wu, *private Mitteilung* (2001)
- [49] W. Dürr, M. Taborelli, O. Paul, R. Germar, W. Gudat, D. Pescia und M. Landoldt, *Phys. Rev. Lett.* **62**, 206 (1989)
- [50] C. A. Ballentine, R. L. Fink, J. Araya-Pochet und J. L. Erskine, *Phys. Rev. B* **41**, R2631 (1990)
- [51] M. Seeger, S. N. Kaul, H. Kronmüller und R. Reisser, *Phys. Rev. B* **51**, 12585 (1995)
- [52] J. C. le Guillou und J. Zinn-Justin, *Phys. Rev. Lett.* **39**, 95 (1977)
- [53] Y. Li, *Magnetic Critical Behavior and Anisotropy of Ultrathin Ni Films on W(110): A Magnetic Resonance Study in UHV*, Doktorarbeit, Freie Universität Berlin (1991), unveröffentlicht
- [54] Y. Li und K. Baberschke, *Phys. Rev. Lett.* **68**, 1208 (1992)
- [55] N. D. Mermin und H. Wagner, *Phys. Rev. Lett.* **17**, 1133 (1966)
- [56] J. M. Kosterlitz und D. J. Thouless, *J. Phys. C: Solid St. Phys.* **6**, 1181 (1973)
- [57] D. L. Mills, *J. Magn. Magn. Mat.* **100**, 515 (1991)
- [58] H. J. Elmers, *Int. J. Mod. Phys.* **9**, 3115 (1995)
- [59] P. Isberg, E. B. Svedberg, B. Hjörvarsson, L. Hultman, R. Wäppling, *Vacuum* **48**, 483 (1997)
- [60] A. Scherz, H. Wende, P. Pouloupoulos, J. Lindner, K. Baberschke, P. Blomquist, R. Wäppling, F. Wilhelm und N. B. Brookes, *Phys. Rev. B* **64**, 180407(R) (2001)
- [61] J. Lindner, A. Scherz, P. Pouloupoulos, C. Rüdert, A. N. Anisimov, H. Wende, K. Baberschke, P. Blomquist, R. Wäppling, F. Wilhelm und N. B. Brookes, *eingereicht bei J. Phys.: Cond. Matter*
- [62] J. Lindner, *private Mitteilung* (2002)
- [63] C. Rüdert, P. Pouloupoulos, K. Baberschke, P. Blomquist und R. Wäppling, *Phys. Stat. Sol. (a)* **189**, 363 (2002)

-
- [64] Szymchak *et. al.*, *private Mitteilung* (2001)
- [65] C. Rüdert, P. Pouloupoulos, J. Lindner, H. Wende, K. Baberschke, P. Blomquist und R. Wäppling, *eingereicht bei Phys. Rev. Lett.*
- [66] N. Stüsser, M. Th. Rekveldt und T. Spruijt, *Phys. Rev. B* **31**, 5905 (1985)
- [67] S. N. Kau, *J. Magn. Magn. Mat.* **53**, 5 (1985)
- [68] Fa. OriginLab Corp., Origin 4.1, Analyse- und Visualisierungssoftware, ehem. Microcal Software, USA

Danksagung 😊

Ich möchte mich bei all jenen bedanken, die mich bei meiner Diplomarbeit unterstützt haben und mit Rat und Tat zur Seite standen. Dieser Dank gilt insbesondere:

Prof. Dr. Klaus Baberschke für seine geschätzte Betreuung, seine stete Bereitschaft zur Diskussion während der gesamten Diplomarbeit und das Vertrauen, das er in mich gesetzt hat.

Dr. Andreas Ney für die erstklassige Einarbeitung und die vielen wertvollen Tips, Tricks und Kniffe zur UHV- und SQUID-Technik. Ohne ihn, hätte es dieses einzigartige SQUID-Magnetometer so nicht gegeben.

Dr. Panagiotis Pouloupoulos für seine unerschöpflichen Fach- und Literaturkenntnisse.

Christoph Rüdt, Jürgen Lindner und **Ramona Nünthel** für ihre Unterstützung bei technischen Schwierigkeiten und die außerordentliche Ausdauer bei der Interpretation der Ergebnisse. Ganz besonderen Dank auch für das Korrekturlesen dieser Arbeit.

Dr. Heiko Wende und **Andreas Scherz** für viele Anregungen bezüglich der Auswertung.

Ela Kosubek für ihre stets freundliche Art und die nette Atmosphäre im „Computerraum“.

Christian Litwinski, Tobias Gleitsmann und **Steffen Rüttinger**, die als „Leidensgenossen“ immer für ein bißchen Abwechslung, Motivation und Spaß gesorgt haben.

Dipl.-Ing. J. P. Kallmeyer – FINO AG für die technische Unterstützung und Kulanz bei Problemen mit der SQUID-Elektronik.

Mirko Vogel und **Susanne Müller** für die „aufwändige“ Fehlerkorrektur.

/e

Nina Jankowiak, die mich immer wieder ermunterte und tröstete, wenn die SQUID-Messungen mal nicht so liefen, wie ich es mir vorgestellt hatte.

Meinen Eltern **Angelika** und **Prof. Dr. Hans-Joachim Lenz** für die Unterstützung in jeglicher Hinsicht und die hervorragende Unterkunft im „Hotel Mama“.



Institut für Experimentalphysik
Freie Universität Berlin