

4. Experimentelles

In diesem Kapitel werden zunächst kurz die technologischen Besonderheiten bei der Herstellung der granularen Schichten mittels der Sputtertechnik erläutert. Die zur strukturellen Charakterisierung benutzte instrumentelle Ausrüstung wird vorgestellt, (Röntgenapparaturen zur Reflektometrie und Röntgenbeugung unter streifendem Einfall, Transmissionselektronenmikroskopie und Energiegefilterte Transmissionselektronenmikroskopie) ebenso die Instrumente zur Messung des Magnetowiderstands (Vier-Punkt-Methode) und der magnetischen Eigenschaften (SQUID).

4.1. Sputtern (Kathodenzerstäubung)

Die Herstellungstechnik Sputtern wurde in dieser Arbeit gewählt, da dieses Verfahren für die Herstellung von magnetischen und granularen Schichten geeignet ist.

Beim Sputtern entsteht durch die Ionisierung des Edelgases (in unserem Falle Argon) ein Entladungsplasma. Die Atome werden durch die hochenergetischen Edelgasionen aus dem Target herausgeschlagen. Dieser Prozess wird als Sputterdeposition (Kathodenzerstäubung) bezeichnet. Dabei geht der größte Teil der eingeführten Energie (bis 75 %) durch die Erwärmung der Kathode verloren. Die aus dem Target herausgeschlagenen Atome bzw. Ionen besitzen Energien von 3 bis 30 eV. Durch die Kollision mit dem Edelgas geben sie einen Teil dieser Energie vor der Abscheidung auf dem Substrat ab. Der Prozess hängt daher stark von dem Argondruck ab. Typischerweise liegen Argondrücke zwischen 10^{-3} mbar und 10^{-1} mbar. Bei niedrigeren Druckwerten ist keine Plasmazündung möglich. Mittels zwei Arten von Sputtern, RF- und DC-Sputtern, ist die Herstellung von Schichten aus einer großen Palette von leitenden und nichtleitenden Materialien möglich. DC-Sputtern ist eine bevorzugte Betriebsart und ist geeignet für die Abscheidung von leitenden und magnetischen Schichten. Das RF-Sputtern wird meist für die Herstellung von nichtleitenden Materialien eingesetzt. Im Gegensatz zum DC-Sputtern wird hier an die Kathode ein Wechselstrom im Radiofrequenzbereich angelegt. Beim RF-Sputtern tritt eine hohe Kathodenerwärmung auf und die Sputterraten sind im Vergleich zum DC-Sputtern niedriger. Die üblichen Frequenzen liegen zwischen 2 und 30 MHz. Ein ausführlicher Überblick über Sputtern ist in [Vossen91] und [Parsons91] gegeben.

4.1.1. Sputteranlage

Zur Herstellung von granularen CoAg und CoAlAg Schichten wurde eine Sputteranlage mit einer RF- und zwei DC-Sputterquellen (Fachgebiet Dünne Schichten, Fachbereich Material- und Geowissenschaften TU Darmstadt) benutzt. Der Aufbau der verwendeten Sputteranlage ist in der Abb.4.1. dargestellt. Der Basisdruck vor der Schichtherstellung bzw. vor der Argonzufuhr betrug in der Hauptkammer der Sputteranlage weniger als 1×10^{-7} mbar. Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei DC-Sputterquellen zur Schichtherstellung benutzt. Der Argondruck wird bei der Zerstäubung mittels Argonfluss- und Argondruckregler eingestellt. Durch regelbare Schutter auf den Sputterquellen lassen sich die Schichten in beliebiger Abfolge bzw. gleichzeitig aus mehreren Quellen sputtern (Ko-Sputtern). Mittels eines elementspezifisch kalibrierbaren Schwingquarz-Sensors (bzw. Schichtdickensensor) lassen sich die Sputterraten bestimmen.

Als Substrate dienten in Form 10x20 mm geschnittene Silizium-Wafer unterschiedlicher Orientierung, die durch thermische Oxidation mit einer 1000 nm dicken SiO_2 Passivierungsschicht versehen waren (Institut für Halbleitertechnik, TU Darmstadt).

Die Abscheidung der **granularen** GMR Schichten erfolgte mittels Ko-Sputtern. Durch die Variation der Sputterrate des entsprechenden Materials werden die Anteile in granularen Schichten festgestellt. Die eingestellten Herstellungsparameter für die **granularen** $\text{Co}_{25}\text{Ag}_{75}$ und $(\text{Co}_{90}\text{Al}_{10})_x\text{Ag}_{1-x}$ ($x = 19 - 50$) Schichten werden im folgenden Abschnitte erläutert.

4.2. Herstellung von $\text{Co}_{25}\text{Ag}_{75}$ Schichten

Die granularen $\text{Co}_{25}\text{Ag}_{75}$ Schichten wurden mittels Ko-Sputtern aus zwei DC-Sputterquellen bei **Raumtemperatur** hergestellt. Die Target-Materialien waren Co und Ag mit der Reinheit von >99,9 % (K. J. Lesker Company, UK). Der Basisdruck betrug weniger als 1×10^{-7} mbar. Der Argon-Druck während der Zerstäubung wurde durch einen Gasdruckregler auf 1×10^{-2} mbar eingestellt und konstant gehalten. Die Dicke und die Anteile von Co und Ag in den Proben wurden durch die Sputterraten definiert.

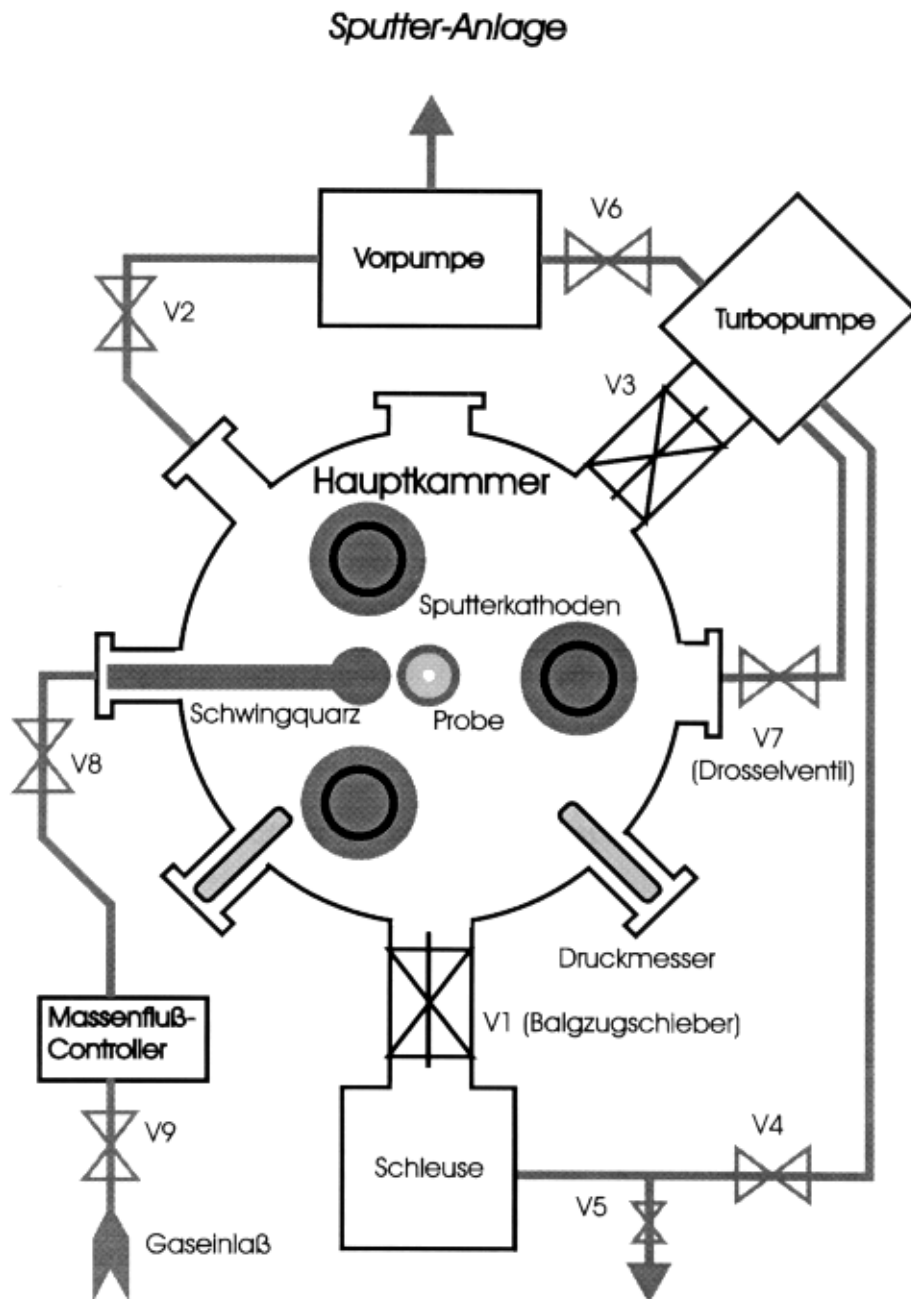


Abb. 4.1 Schematische Darstellung der verwendeten Sputteranlage (Bild aus [Escoto98]).

Als Sputterraten wurden 0.3 nm/s für Ag und 0.1 nm/s für Co gewählt. Daraus ergibt sich die nominale Zusammensetzung $\text{Co}_{25}\text{Ag}_{75}$. Die hergestellten $\text{Co}_{25}\text{Ag}_{75}$ Proben sind in der Tabelle 4.1. aufgelistet.

4.3. Herstellung von $(\text{Co}_{90}\text{Al}_{10})_x\text{Ag}_{1-x}$ Schichten

Das Verfahren des Ko-Sputterns wurde auch für die Herstellung der granularen $(\text{Co}_{90}\text{Al}_{10})_x\text{Ag}_{1-x}$ Schichten verwendet. Dabei wurden die Schichten aus zwei DC-Sputterquellen bei Raumtemperatur abgeschieden. Die Target-Materialien waren Ag und $\text{Co}_{90}\text{Al}_{10}$ mit der Reinheit von >99,9 % (K. J. Lesker Company, UK). Das Vakuum bzw. der Basisdruck betrug weniger als 1×10^{-7} mbar. Der Argondruck während der Zerstäubung wurde durch einen Gasflusskontroller geregelt und bei 1×10^{-2} mbar konstant gehalten. Die Schichtdicken betragen für alle Zusammensetzungen ca. 200 nm. Die Dicke und die Zusammensetzung (x; vol. %) wurden in den $(\text{Co}_{90}\text{Al}_{10})_x\text{Ag}_{1-x}$ Schichten durch variable Sputterraten festgelegt. Die Sputterraten wurden für Ag von 0.1 nm/s bis 0.3 nm/s variiert und für $\text{Co}_{90}\text{Al}_{10}$ bei 0,08 nm/s konstant gehalten. Daraus ergeben sich die nominalen Zusammensetzungen für $(\text{Co}_{90}\text{Al}_{10})$ 19 – 50 vol. % und für Ag 81 – 50 vol. % : $(\text{Co}_{90}\text{Al}_{10})_x\text{Ag}_{1-x}$ (x = 19 – 50). Die hergestellten Proben sind in der Tabelle 4.1. zusammen mit den $\text{Co}_{25}\text{Ag}_{75}$ Proben aufgelistet.

$\text{Co}_{25}\text{Ag}_{75}$ Proben		$(\text{Co}_{90}\text{Al}_{10})_x\text{Ag}_{1-x}$ (x = 19 – 50) Proben	
Zusammensetzung	Dicke (nm)	Zusammensetzung	Dicke (nm)
$\text{Co}_{25}\text{Ag}_{75}$	7,0	$(\text{Co}_{90}\text{Al}_{10})_{19}\text{Ag}_{81}$	200
$\text{Co}_{25}\text{Ag}_{75}$	9,5	$(\text{Co}_{90}\text{Al}_{10})_{21}\text{Ag}_{79}$	200
$\text{Co}_{25}\text{Ag}_{75}$	12,0	$(\text{Co}_{90}\text{Al}_{10})_{23}\text{Ag}_{77}$	200
$\text{Co}_{25}\text{Ag}_{75}$	18,0	$(\text{Co}_{90}\text{Al}_{10})_{25}\text{Ag}_{75}$	200
$\text{Co}_{25}\text{Ag}_{75}$	32,0	$(\text{Co}_{90}\text{Al}_{10})_{28}\text{Ag}_{72}$	200
$\text{Co}_{25}\text{Ag}_{75}$	54,0	$(\text{Co}_{90}\text{Al}_{10})_{31}\text{Ag}_{69}$	200
$\text{Co}_{25}\text{Ag}_{75}$	118,0	$(\text{Co}_{90}\text{Al}_{10})_{33}\text{Ag}_{67}$	200
$\text{Co}_{25}\text{Ag}_{75}$	190,0	$(\text{Co}_{90}\text{Al}_{10})_{36}\text{Ag}_{64}$	200
		$(\text{Co}_{90}\text{Al}_{10})_{40}\text{Ag}_{60}$	200
		$(\text{Co}_{90}\text{Al}_{10})_{45}\text{Ag}_{55}$	200
		$(\text{Co}_{90}\text{Al}_{10})_{50}\text{Ag}_{50}$	200

Tabelle 4.1. Durch Ko-Sputtern hergestellte Proben. Granulare $\text{Co}_{25}\text{Ag}_{75}$ Schichten mit konstanter Zusammensetzung und unterschiedlicher Dicke. Granulare $(\text{Co}_{90}\text{Al}_{10})_x\text{Ag}_{1-x}$ Proben mit konstanter Dicke und unterschiedlicher Zusammensetzung.

4.4. Vier-Punkt-Methode zur Messung des GMR-Effektes

Der Magnetowiderstand von Proben wurde mittels Vier-Punkt-Methode gemessen. Dies ist eine Standardmethode zur Messung des elektrischen Widerstandes. Dabei werden vier gefederte Kontaktstifte benutzt, deren Spitzen mit Gold versehen sind. Die Kontakte werden durch schwachen Druck der Spitzen an die Probenoberfläche hergestellt. Wie in der Abb. 4.2. gleich dargestellt ist, wird an den äußeren Messspitzen ein konstanter Strom I angelegt und die abfallende Gleichspannung U an den beiden inneren Spitzen gemessen. Anhand der Spannung lässt sich die relative Widerstandsänderung in Abhängigkeit des äußeren Magnetfeldes bestimmen. Bei der Messung liegen die Magnetfeldlinien senkrecht zum Strom in der Schicht. Der Strom und das äußere Magnetfeld liegen innerhalb der Schichtebene (Abb. 4.2.). Über ein Steuerungsprogramm für die verwendeten Apparaturen lassen sich die äußeren Magnetfelder variieren und die Spannungswerte registrieren (Abb. 4.3.).

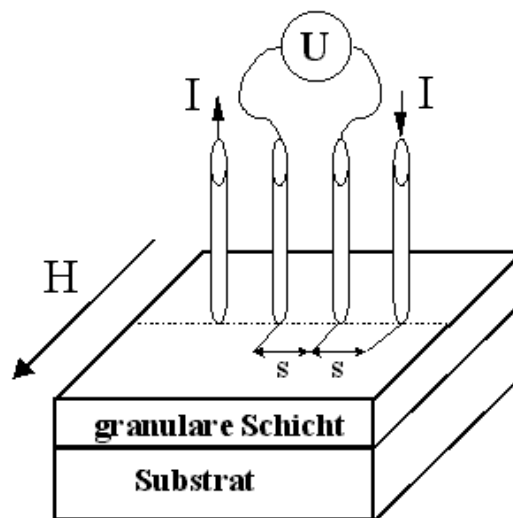


Abb. 4.2. Anordnung der Messspitzen zur Messung des elektrischen Widerstandes für Ströme innerhalb der Schichtebene (Fachgebiet Dünne Schichten, Fachbereich Material- und Geowissenschaften TU Darmstadt).

Der Konstantstrom wurde möglichst klein gehalten, um eine Temperatur- und damit eine Widerstandserhöhung zu vermeiden. Bei den Messungen an den hergestellten Proben betrug der Strom 10 mA und das Magnetfeld wurde zwischen -1.5 Tesla bis 1.5 Tesla variiert.

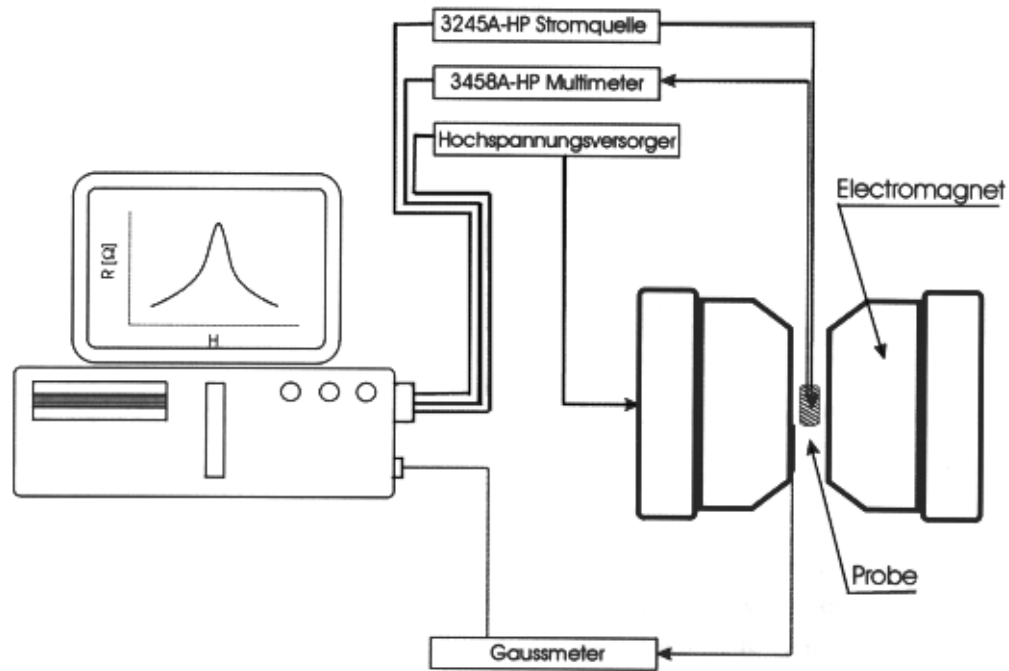


Abb. 4.3. Schematische Darstellung der Magnetowiderstandsmessanordnung (Bild aus [Escoto98]).

4.5 Röntgenreflektometrie und Röntgendiffraktometrie

Die Untersuchungen der Proben mittels Röntgenbeugung unter streifendem Einfall (Grazing Incidence X-Ray Diffraction, GIXD) und Röntgenreflektometrie (X-Ray Reflectivity, XRR) wurden auf einem neuen Vierkreisdiffraktometer System (XRD 3003 PTS) der Firma Seifert durchgeführt. Die Abb. 4.4. zeigt schematisch die Achsenanordnung des PTS Systems. Das Vierkreisdiffraktometer verfügt über verschiedene optische Komponenten, so dass unterschiedliche Messaufbauten zur Untersuchung der dünnen Schichten möglich sind. In Abb. 4.5. und Abb. 4.6. werden die Messaufbauten für die in dieser Arbeit eingesetzten Messverfahren dargestellt.

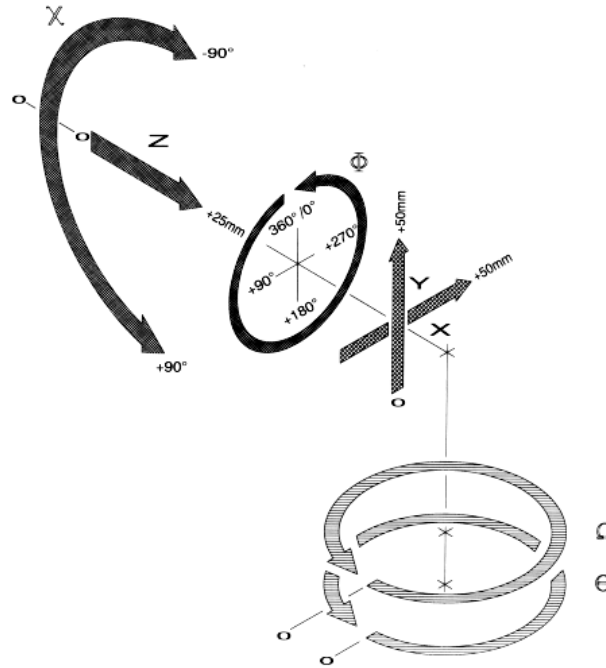


Abb. 4.4. Schematische Darstellung der Achsenanordnung des PTS Systems, bestehend aus dem Zweikreisgoniometer (Achsen Omega und Theta) und dem TS-Goniometer mit X/Y-Schlitten. Für jede Achse sind die Nullpositionen und die Bewegungsrichtungen eingezeichnet. Nach dieser Anordnung stellt die Richtung -X die Richtung des einfallenden Strahls und Z die Richtung der Probennormale und χ den Kreis um die Richtung X dar.

4.5.1. Röntgenreflektometrie

Die spekulären Reflektometrie-Messungen wurden auf einem Vier-Kreis Diffraktometer (Seifert XRR 3003 HR) durchgeführt, der mit einem Vierfach-Ge(220)-Monochromator (horizontale Divergenz $\Delta\theta_h \cong 0,0033^\circ$) und Blenden vor der Probe und dem Detektor ausgestattet ist. Der Abstand zwischen der Mitte der Probe bzw. der Goniometermitte und dem Detektor betrug 200 mm und die durch die Blendengeometrie bestimmte Reflektions-Auflösung $\Delta\theta \approx 0,014^\circ$. Eine Schemazeichnung ist in Abb. 4.5. dargestellt.

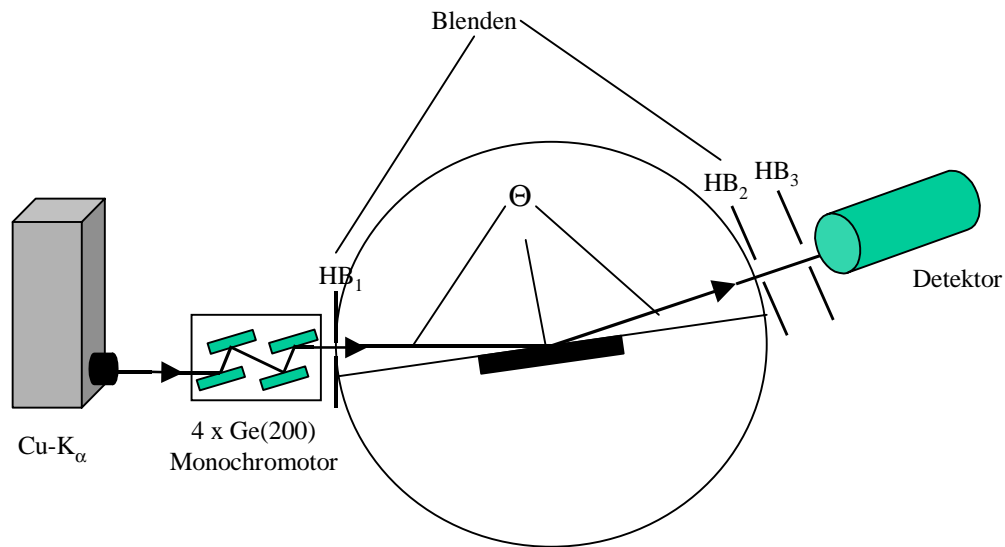


Abb. 4.5. Schematische Darstellung des verwendeten Vierkreisdiffraktometers für die Reflektometriemessungen. HB bedeutet Horizontalblende. Die Probenhöhe in der Goniometermitte kann durch Schrittmotoren entlang der Probennormale verstellt und die Probe kann in der Einfallsebene (festgelegt durch Probennormale und einfallenden Strahl) um den Auftreffpunkt des Strahls gedreht werden. Der Detektor (Szintillationszählrohr) bewegt sich auf einem Kreis in der Einfallsebene, der seinen Mittelpunkt beim Auftreffpunkt des Strahls auf die Probe hat. Der Detektor kann unabhängig von der Probe bewegt werden.

Um Verfälschungen der gemessenen Intensität durch diffuse Anteile zu minimieren, ist ein gut monochromatisierter Röntgenstrahl von Vorteil. Er wird in der benutzten Anordnung durch primärseitige, ebene Ge(220)-Monochromatoren und durch eine vor der Probe angebrachte Horizontalblende (HB₁) mit schmalen Schlitz gewährleistet. Die Blende vor dem Detektor ist einerseits schmal zu wählen, um die diffuse Streustrahlung möglichst auszuschließen, andererseits sollte die Blendenöffnung so groß sein, dass etwaige Fehljustagen der Probenoberfläche zur Drehachse nicht zu einem Abschneiden der spiegelnd reflektierten Strahlung führen. In der verwendeten Apparatur wurden vor dem Detektor die Blenden HB₂ und HB₃ verwendet. Die in den Reflektometriemessungen erforderliche hohe Winkelauflösung wird durch einen Stellmotor erreicht. Dieser erlaubt es, Schrittweiten von 0.002° zu realisieren. Da die von der Probe reflektierte Intensität mit zunehmendem Winkel rasch abfällt, ist ein hinreichend großer dynamischer Messbereich der Intensität notwendig. Dieser beträgt bei der verwendeten Apparatur etwa 6 Größenordnungen und ist damit für die untersuchten Proben ausreichend.

Für ein optimales Ergebnis ist auf die genaue Probenjustage zu achten. Insbesondere ist es erforderlich, dass die Probenoberfläche genau in den Drehachsen liegt. Um dies zu gewährleisten, wurde an der verwendeten Röntgenapparatur die Justage vor jeder Messung wie folgt durchgeführt. Mit Hilfe des Primärstrahls und des Schrittmotors des Probenaufnehmers kann gewährleistet werden, dass die Höhe der Probenoberfläche genau in der Goniometermitte liegt. Weiterhin müssen die Drehachsen zueinander kalibriert werden. Dies geschah für Winkel im Bereich des Plateaus der Totalreflexion (typischerweise bei $\omega=0.2^\circ$). Die exakte Anordnung der Detektorachse erfolgte über die Einstellung der maximalen Intensität der reflektierten Strahlung bei $\omega=\Theta$. Weiterhin muss die Oberfläche der Probe genau in der Drehachse des χ -Kreises liegen, d.h. die Probenoberfläche muß parallel zum Strahl in horizontaler Richtung liegen. Dies wird durch χ -Abtastung (Scan) bei der Einstellung der maximalen Intensität der reflektierten Strahlung bei $\omega=\Theta$ kontrolliert und korrigiert.

4.5.2. Röntgenbeugung unter streifendem Einfall

Der verwendete Aufbau zur Röntgenbeugung unter streifendem Einfall mit der Bragg Brentano Geometrie (Seifert XRD 3003 TT) ist in Abb. 4.6. dargestellt. Er ist geeignet für die Untersuchungen von polykristallinen dünnen Schichten.

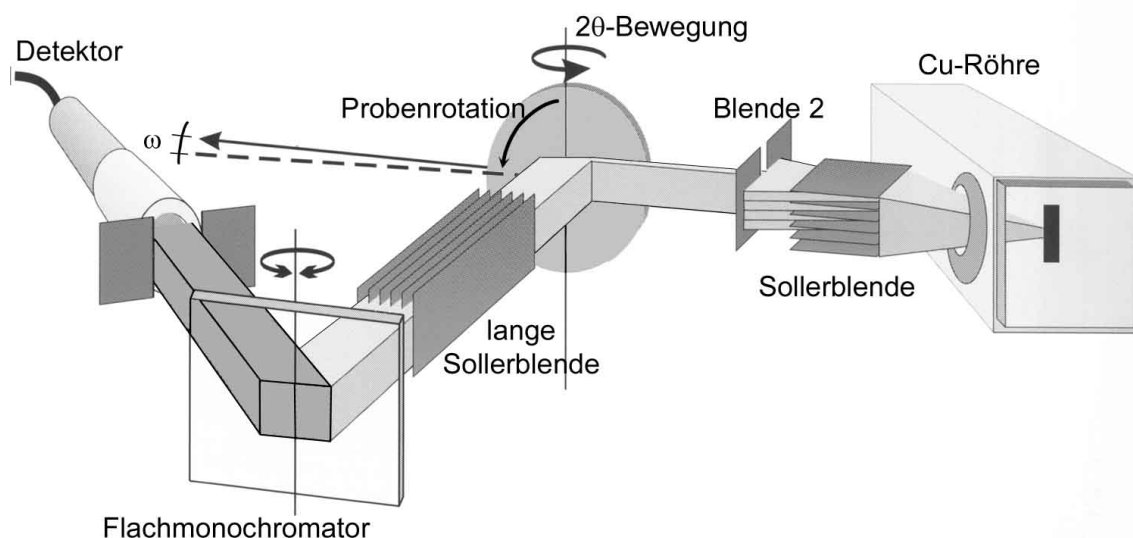


Abb. 4.6. Verwendeter Messaufbau am Seifert XRD 3003 TT (nach einem Poster der Fa. Seifert).

Zur Messung unter streifendem Einfall wurde eine Röntgenröhre mit Strichfokus und CuK_α Strahlung, bei festem Einfallswinkel von $\omega=1^\circ$ eingestellt. Im Strahlengang wurden für alle Messungen folgende Komponenten benutzt. Dem $\text{Ni}_{K\beta}$ -Filter folgten primärseitig eine horizontale Blende 1 (0.2 mm), eine vertikale Sollerblende und eine horizontale Blende 2 (0.1 mm). Somit trifft der in vertikaler und horizontaler Richtung beschränkte Röntgenstrahl auf die Probe mit einem Querschnitt von ca. 3,0 x 10,0 mm. Sekundärseitig sind eine lange horizontale Sekundär-Sollerblende mit einer Divergenz von 0,4 Grad, ein Flachmonochromator (Ge(220)) und der Detektor (Szintillatorkristall mit SEV) angeordnet. Der Einsatz von Sollerblenden verringert die Winkeldivergenz und erhöht – bei einer Schwächung der Strahlintensität um ca. 50 % - erheblich das Auflösungsvermögen. Die Verwendung eines Germanium-Monochromators im Sekundärstrahl hat neben der Monochromatisierung den Vorteil, dass die durch Röntgenfluoreszenz in der Probe entstehende Streustrahlung unterdrückt wird.

4.6. Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

Die prinzipiellen Möglichkeiten der TEM zur Untersuchung der Struktur von Schichtsystemen wurden bereits erläutert (Kapitel 3). In diesem Abschnitt wird überwiegend die Querschnitts-Präparation der Proben für die TEM und EFTEM Untersuchung dargestellt.

Die in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen wurden mit einem JEOL 3010UHR Elektronenmikroskop bei 300 kV durchgeführt. Die Punkt-Auflösung des Mikroskops beträgt 0,17 nm. Im Mikroskop wird eine LaB_6 -Kathode als Elektronenemitter verwendet. Zusätzlich verfügt das Mikroskop über einen „Post-Column“ Gatan Imaging Filter (GIF).

Hochauflösungsbilder (HTREM-Aufnahmen) und Elektronenbeugung von dünnen Probenbereichen wurden auf Film aufgenommen und mit einer Video CCD Kamera (Dage MIT, Model CCD72E) digitalisiert. Die Auswertung der digitalisierten Bilder erfolgte mittels der Programme CRISP and ELD (Calidris, Sollentuna, Sweden). Die HRTEM-Simulationen erfolgten mit dem Programm NCEMSS (The National Center for Electron Microscopy, Simulations-Software).

4.6.1. Präparation von TEM-Querschnittsproben

Eine der Grundvoraussetzungen für die Arbeit am TEM ist die Verfügbarkeit von dünnen, durchstrahlbaren Präparaten. Nach der Präparation sollen die Objektdetails möglichst artefaktfrei vorliegen (geringe Verschmutzung, keine Strukturänderung). Die in dieser Arbeit untersuchten granularen Schichten wurden querschnittspräpariert. Der Verlauf einer Querschnittspräparation wird im folgenden erläutert und ist schematisch in Abb. 4.7. dargestellt.

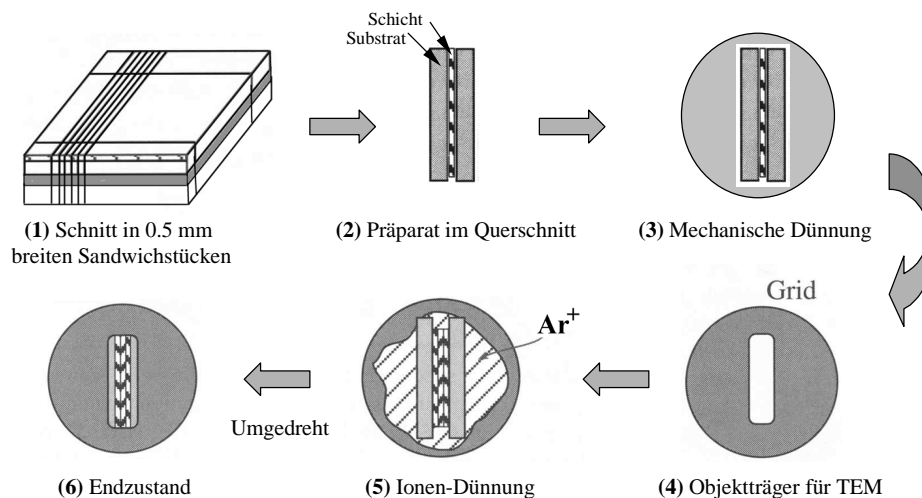


Abb. 4.7. Schematische Darstellung der Querschnittspräparation.

Bei der Querschnittspräparation wird ein Teil der Probe zuerst in Streifen der Größe 3 x 5 mm gespalten. Diese werden mit Kleber (M-Bond 601) mit den beschichteten Seiten aufeinandergeklebt. Dieser „Sandwich“ (Abb.4.7.(1)) wird zunächst bei 70 °C ca. 30 Min. zum Aushärten des Klebers getempert und danach mit Hilfe einer Wolframdrahtsäge in 0,5 mm breite Stücke (Präparate) geschnitten (Abb.4.7.(2)). Im weiteren Verlauf der Präparation wird das Präparat geschliffen (Manual-Lapping-Machine, Firma Casalin) und mechanisch bis auf 15 – 20 µm abgedünnt und danach beidseitig dünnpoliert (20 nm bis 5 µm) (Abb.4.7.(3)). Zum Schleifen werden Diamantpartikel-beschichtete Schleiffolien (Diamond-Lapping-Film, Firma Imperial) mit unterschiedlicher Korngröße (6 µm bis 0,1 µm) benutzt. Anschließend wird das mechanisch dünnpolierte Präparat auf einen Objektträger aus Kupfer aufgebracht (Abb.4.7.(4)). Die weitere Dünnung, und der letzte Schritt der Präparation erfolgt durch Ionenätzen in der Ionenätzenanlage (Rapid Etching System 010, Firma Baltec), (Abb.4.7.(5)).

Die Probe soll so homogen wie möglich gedünnt werden. Bei der mechanischen Dünnung muss eine möglichst geringe Dicke erreicht werden und das Präparat beidseitig ohne Riss gut dünnpoliert sein. Dies verringert die Ätzzeiten und vor allem die durch die sehr langen Ätzzeiten eventuell auftretenden Strukturschäden. Um den Schicht-Substrat-Bereich homogen ätzen zu können, wurde nach dem Vorätzen bei großem Einfallswinkel (10° bis 15°) eine zusätzliche Funktion der Ionenätzenanlage eingesetzt. Hierbei werden Argon-Ionen durch ein angelegtes elektrisches Feld abgelenkt, so dass sie unter sehr kleinen Winkeln auf die Präparatoberfläche auftreffen und die Atome abtragen. Durch die kleineren Einfallswinkel ($< 5^\circ$) wird eine homogene Präparatabtragung begünstigt.

4.7. Energiefilternde TEM (EFTEM)

Die Elementverteilungsbilder wurden mit einer slow-scan CCD-Kamera aufgenommen, die im GIF (YAG Scintillator Kristall 1024x1024 Pixel Bereich) integriert ist. Da sich der optimale Defokus für ein energiegefiltertes Bild von dem für ein aus elastisch gestreuten Elektronen entstehenden Bild unterscheidet, wurde die Fokussierung in dem energiegefilterten Bild durch die real-time CCD-Kamera des GIF's nachjustiert. Danach wurde das energiegefilterte Bild mit der slow-scan CCD-Kamera aufgenommen. Um hohe Intensitäten im Endbild zu erreichen, ist die Elektronenstrahlung dabei auf den interessierenden Bereich der Probe fokussiert. Dieses hat natürlich eine hohe Belastung der Probe zur Folge und setzt deshalb ein gewisses Mindestmaß an Stabilität voraus. Zur Aufnahme der Elementverteilungsbilder wurden die Drei-Fenster und Zwei-Fenster-Methode verwendet. Die Elementverteilungsbilder wurden mit dem Programm Digital Micrograph (GATAN) verarbeitet. Trotz der relativ kurzen Aufnahmezeiten (4-5 s. für Ag-M_{4,5}-Kante bei 367 eV und 6-8 s. für Co-L₃ 779 eV), war eine merkliche Probendrift erkennbar. Diese wurde nach der Aufnahme durch gegenseitiges Verschieben der Bilder korrigiert. Höhere Energiekanten ($\Delta E > 1000$ eV) haben geringere Wirkungsquerschnitte für die Anregung der inneren Schalen und benötigen daher längere Aufnahmezeiten. Dieses ist ein Nachteil bei der Elementanalyse von Elementen mit höherer Ordnungszahl.

4.8. SQUID-Magnetometer (Superconducting Quantum Interferometer Device)

Die Magnetisierungs- und Hysterese-Messungen in dieser Arbeit wurden in SQUID-Magnetometer MPMS (Magnetic Property Measurement System, Fa. Quantum Design), am Max-Planck-Institut für Festkörperforschung in Stuttgart, durchgeführt. Das Gerät erlaubt Messungen bei Feldern von $-7 \text{ T} < \mu_0 H_{\text{ext}} < 7 \text{ T}$ im Temperaturbereich von $1.8 \text{ K} < T < 400 \text{ K}$. Es ist dazu mit einem NbTi-Magneten und einem Temperatureinsatz ausgestattet. Bei tiefen Temperaturen und kleinen äußeren Magnetfeldern können magnetische Momente bis zu $m \cong 10^{-9} \text{ Am}^2$ ($\cong 10^{-6} \text{ emu}$) aufgelöst werden, wobei die Temperatur mit einer Genauigkeit von 5 mK eingestellt werden kann. Das Remanenzfeld beträgt typischerweise 10^{-1} mT . Zur Steuerung und Messwerterfassung wird das Magnetometer mit einem Rechner betrieben. Die relevanten Messgrößen sind die Temperatur T (in Kelvin), das äußere Feld $\mu_0 H_{\text{ext}}$ (in Tesla) und das magnetische Moment m in der cgs-Einheit „emu“ (electro magnetic unit). Das Funktionsprinzip eines SQUID-Magnetometers ist in [Buckel94] beschrieben.