

Funktionelle PVD-Viellagenschichten aus den Systemen Fe-Co-Hf-N, Ti-N und Ti-Al-N für die Hochfrequenz-Sensorik

Zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Ingenieurwissenschaften

der Fakultät für Maschinenbau
Karlsruher Institut für Technologie (KIT)

genehmigte
Dissertation

von

Dipl.-Phys. Kathrin Krüger

aus Moers

Tag der mündlichen Prüfung:	26.02.2015
Hauptreferent:	Priv.-Doz. Dr. Sven Ulrich
Korreferent:	Prof. Dr. Oliver Kraft

Kurzfassung

Der Schwerpunkt dieser Arbeit lag auf der Entwicklung von Verschleißschutzschichten mit integrierter Sensorfunktionalität zur berührungslosen Erfassung von Änderungen der Schichteigenschaften in Echtzeit mittels hochfrequenter elektromagnetischer Wechselfelder. Dazu wurde das Schichtkonzept von nanoskaligen Viellagenschichten mit einstellbaren Eigenschaftsprofilen bestehend aus TiN Hartstofflagen und ferromagnetischen Fe-Co-Hf-N Funktionslagen verfolgt und die Sensorfunktionalität in Hinblick auf Dehnung, Temperaturänderung und Materialabtrag charakterisiert.

Die Abscheidung der Viellagenschichten erfolgte mittels der Hochleistungskathodenzerstäubung in reaktiver Ar/N₂-Prozessgasatmosphäre. Anschließend wurden die Schichten für eine Stunde in einem externen statischen Magnetfeld bei Temperaturen von $T = 400\text{ °C}$ bzw. $T = 600\text{ °C}$ im Vakuum konditioniert, um eine uniaxiale Anisotropie in der Ebene der Funktionslagen zu induzieren sowie Eigenspannungen abzubauen. Die Schichtcharakterisierung erfolgte hinsichtlich der Konstitution und Mikrostruktur sowie der magnetischen und mechanischen Eigenschaften. Anhand einer systematischen Variation der Doppellagenanzahl n und des magnetischen Schichtanteils $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ wurde der Einfluss der Grenzflächen sowie des ferromagnetischen Volumenanteils auf die Schichteigenschaften gezielt untersucht. In Viellagenschichten mit $n \leq 28$ gelang es, eine uniaxiale Anisotropie in der Schichtebene zu induzieren. Gleichzeitig besaßen diese Schichten weichmagnetische Eigenschaften und eine hohe Sättigungspolarisation, was in Grenzfrequenzen von über 2 GHz und hohen Anfangspermeabilitäten über 200 resultierte. Des Weiteren wiesen diese Schichten nach der Konditionierung Härten im Bereich der TiN Referenzschicht und sehr geringe Eigenspannungen auf. Bei Erhöhung des magnetischen Volumenanteils ließen sich die erzielten magnetischen Hochfrequenzeigenschaften bis zu einem magnetischen Volumenverhältnis von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,51$ beibehalten. Insgesamt konnten somit in Viellagenschichten mit $n \leq 28$ und $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \leq 0,51$ geeignete mechanische und magnetische Eigenschaften vereint werden. Darüber hinaus wurde die Oxidationsbeständigkeit der Viellagenschichten durch die Verwendung einer Ti-Al-N Decklage anstelle der TiN Decklage von 600 °C auf 800 °C heraufgesetzt.

Zur Charakterisierung der Sensorfunktionalität wurde der Einfluss von mechanischen Spannungen, Volumen- und Temperaturänderungen auf die statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften untersucht. Mechanisch in der Schicht induzierte Zug- oder Druckspannungen führten zu einer Verschiebung der Grenzfrequenz zu niedrigeren bzw. höheren Frequenzen, wohingegen eine Temperaturerhöhung der Schicht zu einer Verschiebung zu kleineren Grenzfrequenzen führte. Eine Verringerung der Gesamtdicke der magnetischen Lagen, realisiert durch Materialabtrag mittels Plasmaätzen, resultierte in einer dem Ausgangsvolumen gegenüber reduzierten Messsignalintensität. Somit konnte eine lineare Abnahme der experimentell bestimmten Sättigungspolarisation mit sinkender magnetischer Gesamtdicke bezogen auf die Ausgangsschicht beobachtet werden. Die

Grenzfrequenz zeigte erwartungsgemäß keine Abhängigkeit von einer Reduzierung der magnetischen Gesamtdicke.

In dieser Arbeit ist es gelungen, mechanisch induzierte Schichtspannungen als auch Temperaturerhöhungen der Schicht über eine Verschiebung der Grenzfrequenz bei einer Schrittweite von $\Delta\sigma_s = 4,8 \text{ MPa}$ bzw. $\Delta T = 25 \text{ °C}$ zu detektieren. Eine modellhafte Beschreibung der spannungs- und temperaturabhängigen Resonanzfrequenz ermöglichte es, Aussagen über die Schichteigenschaften aus der Messung der Grenzfrequenz abzuleiten.

Abstract

The main research of this work based on the development of wear resistant coatings with an integrated sensor function to detect in-situ film property changes via contactless high frequency electromagnetic fields. For this purpose, the concept of nanoscaled multilayer thin films consisting of TiN hard material layers and ferromagnetic Fe-Co-Hf-N functional layers with adjustable properties was used, and the sensor functionality was characterized with regard to strain, temperature changes and material removal.

The multilayer films were deposited by means of reactive magnetron sputter deposition in an Ar/N₂-atmosphere. Subsequently, the films were annealed in vacuum for one hour in an external static magnetic field at temperatures of $T = 400\text{ °C}$ or $T = 600\text{ °C}$, in order to induce a uniaxial anisotropy field in the film plane and to reduce residual stresses. Afterwards, the multilayer films were investigated with regard to their chemical composition and microstructure as well as their magnetic and mechanical properties. The influence of interfaces and ferromagnetic phase fraction on the film properties has been studied by a systematically variation of the number of bilayers n and of the magnetic volume fraction $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$, respectively. An in-plane uniaxial anisotropy field could be induced in multilayer films with $n \leq 28$. Furthermore, these films offered soft magnetic properties and a high saturation magnetization resulting in cut-off frequencies above 2 GHz along with high initial permeabilities above 200. Also high hardness in the range of the TiN reference thin film, and low residual stresses could be achieved in these multilayer films after annealing. With increasing magnetic volume the high frequency magnetic properties were maintained up to a magnetic volume fraction of $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0.51$. Therefore, suitable mechanical and magnetic properties were combined in multilayer films with $n \leq 28$ and $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \leq 0.51$. Additionally, the oxidation resistance of the multilayer films has been increased from 600 °C to 800 °C by using a Ti-Al-N top layer instead of the TiN top layer.

The influence of mechanical stress, volume and temperature changes on the static and dynamic magnetic properties was investigated in order to characterize the sensor functionality of the multilayer films. Mechanically induced tensile or compressive film stress led to a shift of the cut-off-frequency towards lower or higher frequencies, respectively, whereas a temperature increase of the films resulted in a shift of the cut-off-frequency to smaller frequencies. A reduction of the total ferromagnetic layer thickness due to plasma etching led to a decrease of the measuring signal intensity compared to the original signal. Consequently, a linear decrease of the saturation polarization with decreasing total ferromagnetic layer thickness could be observed with respect to the initial sample. As expected, the cut-off frequency showed no dependence on the reduction of the total ferromagnetic layer thickness. It was possible to detect mechanically induced film stress and an increase in the film temperature by a shift of the cut-off frequency with a step size of $\Delta\sigma_s = 4.8\text{ MPa}$ and $\Delta T = 25\text{ °C}$, respectively. A theoretical description of the stress and temperature dependent resonance frequency was used to derive information about the film properties from the measurement of the cut-off-frequency.

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungsverzeichnis	vii
Symbolverzeichnis	xi
1 Motivation und Zielsetzung	1
2 Grundlagen	3
2.1 Magnetismus von Festkörpern.....	3
2.1.1 Magnetische Anisotropie	5
2.1.2 Magnetostriktion und Villari-Effekt	9
2.1.3 Statische Eigenschaften	10
2.1.4 Hochfrequenzeigenschaften	13
2.2 Eigenschaften der verwendeten Werkstoffe.....	15
2.2.1 Eisenkobalt-Hafniumnitrid	15
2.2.2 Titannitrid	20
2.2.3 Titanaluminiumnitrid	21
2.3 Abscheidung dünner Schichten	24
2.3.1 Kathodenzerstäubung	24
2.3.2 Schichtwachstum.....	27
3 Stand der Forschung	31
3.1 Schichtwerkstoffe	31
3.1.1 Hartstoffschichten basierend auf dem Schichtsystem TiN	31
3.1.2 Weichmagnetische, magnetostriktive Dünnschichten für Hochfrequenz- und Sensoranwendungen	34
3.2 Sensorik basierend auf magnetostriktiven Dünnschichten	39
3.3 Sensorik zur Überwachung von Werkzeugverschleiß	41
3.3.1 Verschleißüberwachung	41
3.3.2 Messung der Werkzeugtemperatur.....	42
3.3.3 Verschleißüberwachung mittels Dünnschichtsensoren	43
4 Experimentelles	45
4.1 Konzept der berührungslosen Hochfrequenz-Sensorik und Systematik der Experimente	45
4.2 Schichtherstellung und Nachbehandlung.....	50
4.2.1 Hochleistungskathodenzerstäubung.....	50
4.2.2 Wärmenachbehandlung.....	53
4.2.3 Plasmaätzen.....	54
4.3 Charakterisierung des Schichtaufbaus.....	54

4.3.1	Gesamtschichtdicke und Rauheit.....	54
4.3.2	Chemische Zusammensetzung.....	55
4.3.3	Schichtstruktur und –gefüge	56
4.3.4	Oxidationsverhalten	59
4.4	Charakterisierung der magnetischen Eigenschaften	59
4.4.1	Statische magnetische Eigenschaften	59
4.4.2	Dynamische magnetische Eigenschaften	61
4.5	Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften	63
4.5.1	Härte und Elastizitätsmodul	63
4.5.2	Schichteigenspannungen.....	65
5	Ergebnisse	67
5.1	Schichtsystem Fe-Co-Hf-N/Ti-N.....	67
5.1.1	Variation der Doppellagenanzahl n	67
5.1.2	Variation des magnetischen Schichtanteils	92
5.1.3	Ti-Al-N Deckschicht	106
5.2	Charakterisierung und Modellierung der Sensoreigenschaften unter mechanischer und thermischer Belastung	116
5.2.1	Einfluss der mechanisch induzierten Schichtspannungen auf die dynamischen magnetischen Eigenschaften	117
5.2.2	Einfluss der Schichttemperatur auf die statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften sowie Untersuchung der Oxidationsbeständigkeit.....	125
5.2.3	Einfluss des Schichtvolumens auf die magnetischen, strukturellen und mechanischen Eigenschaften	144
6	Diskussion.....	155
6.1	Schichtsystem Fe-Co-Hf-N/Ti-N.....	155
6.1.1	Mikrostruktur.....	155
6.1.2	Magnetische Eigenschaften	162
6.1.3	Mechanische Eigenschaften	169
6.1.4	Erkenntnisse zur Herstellung von multifunktionalen Viellagenschichten für die Hochfrequenz-Sensorik.....	173
6.2	Sensor- und Schutzeigenschaften unter Belastung.....	174
6.2.1	Magnetische Eigenschaften	175
6.2.2	Mikrostruktur und mechanische Eigenschaften	181
6.2.3	Beurteilung der Sensorfunktionalität und der Oxidationsbeständigkeit... ..	186
7	Zusammenfassung	189
A	Anhang	195
	Abbildungsverzeichnis.....	197
	Tabellenverzeichnis.....	207
	Literaturverzeichnis	209

Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Beschreibung
AES	Augerelektronenspektroskopie
Ag	Silber
Al	Aluminium
Al₂O₃	Aluminiumoxid
AlN	Aluminiumnitrid
Ar	Argon
At.-%	Atomprozent
Au	Gold
B	Bor
C	Kohlenstoff
Ca	Kalzium
c-BN	Kubisches Bornitrid
Co	Kobalt
Cr	Chrom
CsCl	Cäsiumchlorid
Cu	Kupfer
CVD	Chemische Gasphasenabscheidung (engl.: chemical vapour deposition)
DC	Gleichstrom (engl.: direct current)
Dy	Dysprosium
EPMA	Elektronenstrahlmikroanalyse (engl.: electron probe microanalysis)
Fe	Eisen
FeCo	Eisenkobalt
FIB	Ionenfeinstrahlanlage (engl.: focused ion beam)
FM	ferromagnetisch
FWHM	Halbwertsbreite (engl.: full width at half maximum)
GMR	Riesenmagnetowiderstand (engl.: giant magnetoresistance)
hdp	hexagonal-dichteste Kugelpackung
HF	Hochfrequenz
Hf	Hafnium
HfO	Hafniumoxid
HIPIMS	Hochleistungsimpulsmagnetronzerstäubung (engl.: high power impulse magnetron sputtering)
HRTEM	Hochauflösende Transmissionselektronenmikroskopie (engl.: high

	resolution transmission electron microscopy)
Im	Imaginärteil
kfz	kubisch flächenzentriert
krz	kubisch raumzentriert
L-L-G	Landau-Lifschitz-Gilbert Gleichung
LMR	Lineare Mischungsregel
Mg	Magnesium
Mn	Mangan
Mo	Molybdän
N	Stickstoff
NaCl	Natriumchlorid
Nb	Niob
Ni	Nickel
NMI	Nicht magnetisch isolierend
NMM	Nicht magnetisch metallisch
O	Sauerstoff
PDF	Referenzdatenbank (engl.: Powder-Diffraction-File), herausgegeben vom International Centre For Diffraction Data
PLD	Gepulste Laserstrahldeposition (engl.: pulsed laser deposition)
PVD	Physikalische Gasphasenabscheidung (engl.: physical vapour deposition)
Re	Realteil
REM	Rasterelektronenmikroskopie
RF	Radiofrequenzband (engl.: radio frequency)
RT	Raumtemperatur
SAD	engl.: selected area diffraction
Se	Selen
Si	Silizium
SI	Spannungs-Impedanz Effekt
Si₃N₄	Siliziumnitrid
SiC	Siliziumcarbid
SiO₂	Siliziumdioxid
Ta	Tantal
Tb	Terbium
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
TFT	Dünnschichtthermoelement (engl.: thin film thermocouple)
Ti	Titan
TiN	Titannitrid
TiO₂	Titandioxid
TMR	Tunnelmagnetowiderstand (engl.: tunnel magnetoresistance)

V	Vanadium
VNA	Vektor-Netzwerkanalysator
VSM	Vibrationsmagnetometer (engl.: vibration sample magnetometer)
XRD	Röntgendiffraktometrie (engl.: X-ray diffraction)
XRR	Röntgenreflektometrie (engl.: X-ray reflectivity)
Y	Yttrium
Zn	Zink
ZnO	Zinkoxid
Zr	Zirkonium
ZrC	Zirkoniumcarbid

Symbolverzeichnis

Symbol	Einheit	Beschreibung
α	K^{-1}	Thermischer Ausdehnungskoeffizient
α_{eff}	1	Effektiver Dämpfungsparameter
α_F	K^{-1}	Thermischer Ausdehnungskoeffizient der Schicht
$\alpha_{Grenzflächen}$	1	Dämpfungsparameter aufgrund nicht-magnetischer Lagen
α_i	1	Richtungskosinus in Richtung $i = 1, 2, 3$
α_S	K^{-1}	Thermischer Ausdehnungskoeffizient des Substrats
α_{VL}	1	Dämpfungsparameter der Viellagenschichten
β	1	Searle-Parameter
γ	$Hz \cdot T^{-1}$	Gyromagnetisches Verhältnis
θ	$^\circ$	Winkel zwischen Magnetisierungs- und Spannungsrichtung
Θ	$^\circ$	Beugungswinkel
ϵ_{eff}^{leer}	1	Effektive Permittivität der leeren Streifenleitung
ϵ_{eff}^{Sub}	1	Effektive Permittivität des Substrats
ϵ_{ij}	1	Dehnung in Richtung $i, j = x, y, z$
κ	$Wm^{-1}K^{-1}$	Wärmeleitfähigkeit
Λ	m	Doppellagendicke
λ	1	Magnetostriktion
$\lambda_{100}, \lambda_{111}$	1	Magnetostruktionskonstanten
λ_e	m	De-Broglie Wellenlänge des Elektrons
λ_s	1	Sättigungsmagnetostruktionskonstante
λ_w	m	Wellenlänge
μ_{Anf}	1	Anfangspermeabilität
μ_B	$J \cdot T^{-1}$	Bohrsches Magneton
μ_r	1	Relative magnetische Permeabilität
μ_r'	1	Realteil der relativen Permeabilität
μ_r''	1	Imaginärteil der relativen Permeabilität
μ_0	$V \cdot s \cdot (A \cdot m)^{-1}$	Magnetische Feldkonstante
ν_{ij}	1	Querkontraktionszahl in Richtung $i, j = x, y, z$
ν_M	1	Molekularfeldkonstante
ρ	Ωm	Spezifischer Widerstand
σ	Pa	Mechanische Spannung
$\sigma_{\dot{A}tz}$	Pa	Durch Plasmaätzen erzeugte Schichtspannungen

σ_e	Pa	Schichteigenspannung
σ^λ	Pa	Interne magnetostruktive Spannung
$\sigma_{x,y}^\lambda$	Pa	Magnetostruktive Spannungskomponente in x, y-Richtung
σ_s	Pa	Mechanisch induzierte Spannung an der Probenoberfläche
χ	1	Magnetische Suszeptibilität
A	$J \cdot m^{-1}$	Austauschkonstante
a	m	Gitterparameter
A_c	m^2	Kontaktfläche zwischen Spitze und Probe
b	m	Probenbreite
B	T	Magnetische Flussdichte
B_1, B_2, B_3	$J \cdot m^{-3}$	Magnetoelastische Konstanten
c_0	$m \cdot s^{-1}$	Vakuumlichtgeschwindigkeit
D	m	Korngröße
d	m	Substratdicke
$\tilde{D}(E_F)$	eV^{-1}	Zustandsdichte an der Fermikante
d_A	m	Ätztiefe
d_{hkl}	m	Abstand der Netzebenenchar (h, k, l)
dl	m	Längenänderung
E	Pa	Elastizitätsmodul
E_{ij}	Pa	Elastizitätstensor
E_{kin}	eV	Kinetische Energie
E_r	Pa	Reduzierter Elastizitätsmodul
$E_{r,LMR}$	Pa	Nach der linearen Mischungsregel berechneter reduzierter Elastizitätsmodul
E_r^*	Pa	Unkorrigierter reduzierter Elastizitätsmodul
F	N	Last
f_e	$J \cdot m^{-3}$	Elastische Energiedichte
f_k	$J \cdot m^{-3}$	Kristallenergiedichte
F_{max}	N	Maximallast
f_{me}	$J \cdot m^{-3}$	Magnetoelastische Energiedichte
f_r	Hz	Ferromagnetische Resonanzfrequenz
f_g	Hz	Grenzfrequenz
G	Hz	Gilbert-Dämpfungsparameter
g_s	1	Spin-g-Faktor des Elektrons
H	Pa	Härte
H_{LMR}	Pa	Nach der linearen Mischungsregel berechnete Härte
h	m	Eindringtiefe
h_B	m	Biegehöhe
h_c	m	Kontakttiefe
H_c	$A \cdot m^{-1}$	Koerzitivfeldstärke

H_d	$A \cdot m^{-1}$	Entmagnetisierungsfeldstärke
H_{eff}	$A \cdot m^{-1}$	Effektive Anisotropiefeldstärke
h_{ein}	$A \cdot m^{-1}$	Einfallende elektromagnetische Welle
h_G	m	Höhenunterschied zwischen Schicht und Substrat
H_k	$A \cdot m^{-1}$	Magnetokristalline Anisotropiefeldstärke
H_m	$A \cdot m^{-1}$	Magnetische Feldstärke
h_{max}	m	Maximale Eindringtiefe
H_{me}	$A \cdot m^{-1}$	Magnetoelastische Anisotropiefeldstärke
h_{refl}	$A \cdot m^{-1}$	Reflektierte elektromagnetische Welle
h_{sl}	m	Gesamthöhe der Streifenleitung
H_u	$A \cdot m^{-1}$	Uniaxiale Anisotropiefeldstärke
$H_{u,eff}$	$A \cdot m^{-1}$	Effektive biaxiale Anisotropiefeldstärke
h_x	$A \cdot m^{-1}$	Externes Wechselfeld in x-Richtung
I	eV	Stoner-Parameter
J	T	Polarisation
J_R	T	Remanenzpolarisation
J_s	T	Sättigungspolarisation
$J_{s,R}$	1	Auf Referenzvolumen normiertes Sättigungssignal
K_1, K_2	$J \cdot m^{-3}$	Kristallanisotropiekoeffizienten
$\langle K \rangle$	$J \cdot m^{-3}$	Effektiver Anisotropiekoeffizient
$\langle K_1 \rangle$	$J \cdot m^{-3}$	Mittlerer Anisotropiekoeffizient
k_B	$J \cdot K^{-1}$	Boltzmann-Konstante
K_G, K_S, K_V	$J \cdot m^{-3}$	Grenzflächenanisotropiekoeffizient mit Oberflächen- und Volumenbeitrag
K_{me}	$J \cdot m^{-3}$	Magnetoelastischer Anisotropiekoeffizient
K_u	$J \cdot m^{-3}$	Uniaxialer Anisotropiekoeffizient
l	m	Länge
L	m	Abstand der Biegestempel
L_{Aus}	m	Ferromagnetische Austauschlänge
L_k	m	Kameralänge
l_{leer}	m	Länge der Streifenleitung, in der sich keine Probe befindet
L_{Strip}	m	Abstand der unteren Loslager
l_{Sub}	m	Länge des Substrats
m	$A \cdot m^{-1}$	Magnetisches Moment
M	$A \cdot m^{-1}$	Magnetisierung
$M_{(001)}^{Si}$	Pa	Biaxialer Elastizitätsmodul von einkristallinem Silizium mit Oberflächennormalenvektor in [001]-Richtung
M_R	$A \cdot m^{-1}$	Remanenz
M_s	$A \cdot m^{-1}$	Sättigungsmagnetisierung
m_x, m_y, m_z	$A \cdot m^{-1}$	Komponenten des magnetischen Moments

<i>n</i>	1	Anzahl an Doppellagen
<i>N</i>	1	Entmagnetisierungstensor
<i>N_g</i>	1	Anzahl der Grenzflächen
<i>N_{Ion}</i>	1	Anzahl an ferromagnetischen Ionen
<i>N_m</i>	1	Anzahl an magnetischen Momenten
<i>N_x, N_y, N_z</i>	1	Komponenten des Entmagnetisierungstensors
<i>p</i>	Pa	Prozessgasdruck
<i>P</i>	W	Targetleistung
<i>R</i>	m	Krümmungsradius
<i>R_a</i>	m	Mittlere Rauheit
<i>r_a</i>	m·s ⁻¹	Ätzrate
<i>R_b</i>	m	Beugungsradius
<i>r_m</i>	m	Metallischer Atomradius
<i>R_q</i>	m	Quadratische Rauheit
<i>R_t</i>	m	Rautiefe
<i>R_x, R_{x'}</i>	m	Krümmungsradius bei Dehnung in x-Richtung
<i>R_z</i>	m	Mittlere Rautiefe
<i>s</i>	m	Absenkstrecke der Biegestempel
<i>S</i>	N·m ⁻¹	Steifigkeit
<i>S₁₁</i>	1	Reflexionskoeffizient
<i>t</i>	m	Schichtdicke
<i>T</i>	°C	Temperatur
<i>t_A</i>	s	Ätzzeit
<i>T_c</i>	°C	Curie-Temperatur
<i>t_{krit}</i>	m	Kritische Schichtdicke
<i>t_m</i>	m	Gesamtdicke des magnetischen Materials
<i>T_{Schmelz}</i>	°C	Schmelztemperatur
<i>V</i>	m ³	Volumen
<i>V_{ges}</i>	m ³	Gesamtvolumen
<i>V_{mag}</i>	m ³	Gesamtvolumen des magnetischen Materials
<i>x</i>	m	Durch Biegung induzierte Höhe in der Probenmitte
<i>X_{TiN}, X_{FeCoHfN}</i>	1	TiN bzw. FeCoHfN Schichtanteil zur Berechnung der linearen Mischungsregel unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Kontaktflächen
<i>Z</i>	Ω	Impedanz
<i>Z₀</i>	Ω	Wellenwiderstand

1 Motivation und Zielsetzung

Im Maschinenbau eingesetzte Bauteile und Werkzeuge sind während des Betriebs oft hohen mechanischen und thermischen Belastungen ausgesetzt, die zum Verschleiß führen können. Dieser ist verantwortlich für Lebensdauer- und Standzeitverkürzungen, geringere Produktivität und höhere Kosten. Oberflächenschutzschichten dienen der Verbesserung der Verschleißbeständigkeit und werden industriell mittels der chemischen Gasphasenabscheidung (*Abk.:* CVD, *engl.:* chemical vapour deposition), oder mithilfe der physikalischen Gasphasenabscheidung (*Abk.:* PVD, *engl.:* physical vapour deposition) aufgebracht. Insbesondere bei den PVD-Verfahren wird neben dem etablierten Lichtbogenverdampfen vermehrt die Hochleistungskathodenzerstäubung eingesetzt.

Die Lebenszeit eines Bauteils oder Werkzeugs und damit seine Wirtschaftlichkeit werden durch Verschleißschutzschichten erhöht. Der Zustand der Bauteil- oder Werkzeugoberfläche in Bezug auf Materialabtrag durch Verschleiß, Deformation und Temperatur ist während des Einsatzes aber oft nicht direkt zugänglich. Daher ist es üblich, Wartungsintervalle basierend auf Erfahrungswerten durchzuführen. Diese oft zeit-, material- und kostenintensive Überwachung ließe sich mithilfe einer Verschleißschutzschicht mit integrierter Sensorfunktion zur berührungslosen und kontinuierlichen Bestimmung der Schichteigenschaften in Bezug auf Deformation, Temperatur und Materialabtrag während des Einsatzes optimieren, was die Wirtschaftlichkeit und die Betriebssicherheit erhöhen würde.

Daher wird in dieser Arbeit der Ansatz von Verschleißschutzschichten mit integrierter Sensorfunktion zur berührungslosen Erfassung von Änderungen der Schichteigenschaften in Echtzeit verfolgt. Ferromagnetische Eigenschaften zeigen eine Dehnungs- und Temperaturabhängigkeit und sind deswegen für die Detektion thermomechanischer Eigenschaftsänderungen gut geeignet. Ein weiterer entscheidender Vorteil ist, dass sich ferromagnetische Eigenschaften aufgrund ihrer hohen magnetischen Permeabilität berührungslos mittels Spulen oder Hochfrequenzsignalen auslesen lassen. Insbesondere ändern sich die Hochfrequenzeigenschaften, wie beispielsweise die frequenzabhängige Permeabilität, bei Dehnung und Temperaturänderungen. Zur Realisierung einer Schutzschicht mit integrierter sensorischer Funktion werden in dieser Arbeit erstmalig harte TiN Lagen mit ferromagnetischen Fe-Co-Hf-N Lagen in einem Viellagenverbund kombiniert und hinsichtlich ihrer Sensorfunktionalität charakterisiert. Frühere Konzepte zur Kombination von mechanischen und ferromagnetischen Eigenschaften basierten auf der Verwendung von FeCo/TiN Viellagenschichten [1], [2]. Zur Herstellung der Viellagenschichten wird die Hochleistungskathodenzerstäubung verwendet, da diese Methode viele Vorteile bietet. Beispielsweise lassen sich das Schichtwachstum und die Mikrostruktur über die Einstellung der Prozessparameter modifizieren, sodass gezielt Einfluss auf die Schichteigenschaften genommen werden kann. Darüber hinaus lassen sich verschiedene Materialien mit den unterschiedlichsten Eigenschaften in einem Viellagenverbund kombinieren. Die Abscheidung der Materialien lässt sich dabei unabhängig voneinander kontrollieren, sodass im Viellagenverbund zielgerichtet Lagenstrukturen im Nanometerbereich eingestellt werden

können. Auch die hohe Anzahl an Lagengrenzflächen kann die Eigenschaften des Viellagenverbundes positiv beeinflussen.

In dieser Arbeit sollen multifunktionale Viellagenschichten mit kombinierten Schutz- und Sensoreigenschaften hergestellt und die Sensorfunktionalität im Hinblick auf Dehnung, Temperaturänderung und Materialabtrag untersucht werden. Die Kombination der beiden Werkstoffe TiN und Fe-Co-Hf-N in einem Viellagenverbund zur Realisierung ferromagnetischer Sensorschutzschichten für die berührungslose Erfassung von Schichteigenschaftsänderungen soll erstmalig im Rahmen dieser Doktorarbeit durchgeführt werden. Die Vorgehensweise zur Umsetzung der Ziele gliedert sich in zwei übergeordnete Meilensteine. Zunächst sollen TiN Hartstofflagen und ferromagnetische Fe-Co-Hf-N Lagen in einem Fe-Co-Hf-N/TiN Dünnschichtviellagenverbund kombiniert und die Zusammenhänge zwischen Konstitution und Mikrostruktur mit den erzielten mechanischen und magnetischen Eigenschaften werkstoffwissenschaftlich untersucht werden. Aus diesen Ergebnissen sollen materialwissenschaftliche Erkenntnisse über die Herstellung von Viellagenfunktionschichten für die Hochfrequenz-Sensorik gewonnen werden.

Der zweite Meilenstein besteht in der Charakterisierung der Sensorfunktion der optimierten Viellagenschicht. Anhand der Abhängigkeiten des ferromagnetischen Resonanzverhaltens von mechanisch induzierten Schichtspannungen, Änderungen des Schichtvolumens und der Schichttemperatur soll die Sensorfunktionalität nachgewiesen werden. Dazu sollen die magnetischen Eigenschaften mit den entsprechenden externen Einflussgrößen korreliert werden. Eine modellhafte Beschreibung der spannungs- und temperaturabhängigen Resonanzfrequenz soll es schließlich ermöglichen, Aussagen über Änderungen der Schichteigenschaften aus der Messung der Resonanzfrequenz abzuleiten.

2 Grundlagen

Die Entwicklung neuartiger Schichtwerkstoffe für die berührungslose Sensorik von Verschleißschutzschichten basierend auf Änderungen der ferromagnetischen Schichteigenschaften erfordert grundlegende Kenntnisse in den Bereichen des statischen und dynamischen Magnetismus, der Materialentwicklung und der Herstellung dünner Schichten, die in diesem Kapitel vorgestellt werden.

2.1 Magnetismus von Festkörpern

Zur Beschreibung eines Magnetfeldes dienen die magnetische Feldstärke \vec{H}_m und die magnetische Flussdichte \vec{B} , wobei beide Größen im Vakuum über die magnetische Feldkonstante μ_0 miteinander verknüpft sind

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H}_m. \quad (2.1)$$

Erfährt Materie eine Magnetisierung \vec{M} im äußeren Feld \vec{H}_m , so erweitert sich Gleichung (2.1) zu

$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{H}_m + \vec{M}). \quad (2.2)$$

Die Magnetisierung \vec{M} setzt sich aus der Anzahl N_m der magnetischen Dipolmomente \vec{m} pro Volumen V zusammen

$$\vec{M} = \vec{m} \frac{N_m}{V}. \quad (2.3)$$

Für schwache bis mittlere Feldstärken besteht ein linearer Zusammenhang zwischen Magnetisierung und äußerem Feld

$$\vec{M} = \chi \vec{H}_m = (\mu_r - 1) \cdot \vec{H}_m, \quad (2.4)$$

wobei die Proportionalitätskonstante χ als magnetische Suszeptibilität und μ_r als relative magnetische Permeabilität bezeichnet wird. Die magnetische Suszeptibilität definiert die Stärke und Richtung der Magnetisierung eines Materials in Abhängigkeit des äußeren Feldes. Hinsichtlich der magnetischen Eigenschaften von Festkörpern kann folgende Klassifizierung vorgenommen werden:

- **Diagnagnetismus** ($-1 < \chi < 0$): Durch die Wirkung eines externen Feldes werden magnetische Momente im Festkörper induziert, welche eine endliche Magnetisierung hervorrufen. Die induzierten magnetischen Momente sind dem äußeren Magnetfeld entgegengerichtet (Lenzsche Regel).
- **Paramagnetismus** ($0 < \chi < 10^{-2}$): Bereits vorhandene magnetische Momente werden im externen Feld ausgerichtet, woraus eine in Feldrichtung orientierte Magnetisierung resultiert.
- **Kollektiver Magnetismus** ($\chi \gg 0$): Ohne äußeres Feld ist die Magnetisierung von Dia- und Paramagneten gleich Null. Materialien mit einer spontanen Magnetisierung

weisen auch in Abwesenheit eines externen Feldes einen kollektiven Magnetismus auf. Abhängig von der Orientierung der magnetischen Momente bezeichnet man ein Material als ferro-, ferri- oder antiferromagnetisch.

Das magnetische Moment eines Ferromagneten entsteht durch eine spontane parallele Ausrichtung der magnetischen Momente. Verantwortlich dafür ist die quantenmechanische Austauschwechselwirkung zwischen Elektronen mit überlappender Aufenthaltswahrscheinlichkeit. Das Stoner-Kriterium [3]

$$I \cdot \tilde{D}(E_F) > 1 \quad (2.5)$$

liefert eine Bedingung für die ferromagnetische Ordnung delokalierter Elektronen. Der Stoner-Parameter I ist ein Maß für den Energiegewinn eines Elektrons durch die parallele Ausrichtung der Spins und $\tilde{D}(E_F)$ ist die elektronische Zustandsdichte bei der Fermienergie. Bei Raumtemperatur wird das Kriterium nur von den 3d-Metallen Fe, Co und Ni erfüllt, die als einzige Reinelemente ferromagnetisch sind. Des Weiteren liefert das Stoner-Kriterium die Temperatur, bei der die spontane Magnetisierung verschwindet. Oberhalb dieser Übergangstemperatur T_c , welche Curie-Temperatur genannt wird, liegt paramagnetisches Verhalten vor. In Abbildung 2-1 ist der gesamte Temperaturverlauf der Magnetisierung bis zur Curie-Temperatur gezeigt, der qualitativ durch die Molekularfeldtheorie beschrieben wird. Bei tiefen Temperaturen dominiert die Austauschwechselwirkung, sodass die Spins parallel ausgerichtet sind und die Magnetisierung maximal ist. Durch eine Temperaturerhöhung nimmt die thermische Energie zu, die der parallelen Ausrichtung der Spins entgegenwirkt. Dominiert die thermische Energie über die Austauschenergie, kann die parallele Ausrichtung der Spins nicht aufrechterhalten werden und die spontane Magnetisierung verschwindet bei T_c .

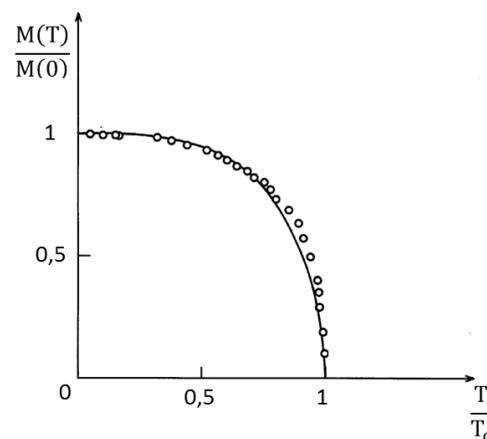


Abbildung 2-1: Darstellung der temperaturabhängigen Magnetisierung $M(T)$ normiert auf die Magnetisierung $M(0)$ bei 0 K für Nickel, nach [3]. Die Temperatur T ist auf die Curie-Temperatur T_c normiert. Der Verlauf der spontanen Magnetisierung wird qualitativ durch die Molekularfeldtheorie beschrieben.

Makroskopisch betrachtet besitzt ein ferromagnetischer Festkörper aber Bereiche gleicher Magnetisierung, die als Domänen bezeichnet werden. Der Übergangsbereich zwischen Magnetisierungen unterschiedlicher Orientierung wird Domänenwand genannt. Je nach Drehung der magnetischen Momente beim Übergang von einer Domäne zur nächsten unterscheidet man zwischen Bloch- und Néel-Wänden. Erfolgt der Übergang durch Rotation

um eine Achse senkrecht zur Domänenwand, spricht man von einer Bloch-Wand. Erfolgt die Drehung der Magnetisierung stattdessen planar zur Magnetisierung in den Domänen, spricht man von einer Néel-Wand.

Für die Ausbildung einer Domänenwand muss Energie aufgebracht werden. Eine Verkleinerung der Domänen minimiert hingegen die Streufeldenergie und damit die Entmagnetisierungsenergie (siehe Abschnitt 2.1.1.4), sodass sich in einem ferromagnetischen Material eine geschlossene Domänenstruktur ausbildet.

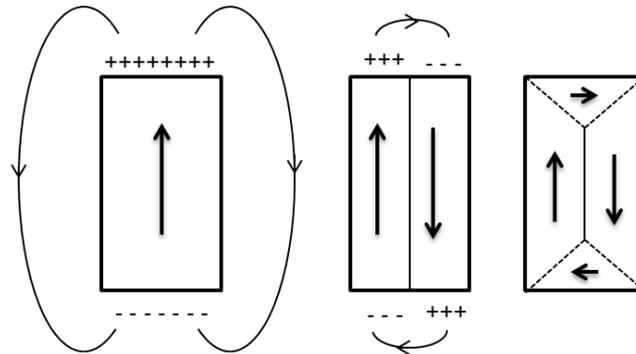


Abbildung 2-2: Reduzierung der Streufeld- und Entmagnetisierungsenergie in einem ferromagnetischen Kristall durch Bildung einer geschlossenen Domänenstruktur.

2.1.1 Magnetische Anisotropie

Der Magnetisierungszustand eines idealen einkristallinen ferromagnetischen Festkörpers wird über die Minimierung der freien magnetischen Energie bestimmt. Dabei können unterschiedliche Kristallrichtungen verschiedene Energiebeträge besitzen. Die Richtung mit der niedrigsten Energie wird als leichte Achse bezeichnet, diejenige mit der höchsten als schwere Achse. Zur Drehung der Magnetisierung aus der Vorzugsrichtung wird Energie benötigt (Anisotropie-Energie). Im Folgenden werden die verschiedenen Anisotropie-Arten vorgestellt.

2.1.1.1 Magnetokristalline Anisotropie

Als magnetokristalline Anisotropie versteht man die Richtungsabhängigkeit der Vorzugsrichtung der Magnetisierung gegenüber den Kristallachsen. Die Ursache der magnetokristallinen Anisotropie liegt in der Spin-Bahn-Wechselwirkung, durch die die Spin-Richtung an das Bahnmoment gekoppelt ist. Deshalb kann das Kristallgitter über die Spin-Bahn-Kopplung die Richtung der Spins beeinflussen. Infolgedessen ist die Gesamtenergie von der Orientierung der Spins relativ zu den Kristallachsen abhängig. Man erhält für die Energie pro Volumen für einen kubischen Kristall [4]

$$f_K = K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2) + K_2\alpha_1^2\alpha_2^2\alpha_3^2 + \dots \quad (2.6)$$

α_i bezeichnen die Richtungskosinusse des Magnetisierungsvektors in Richtung $i = 1, 2, 3$. Die Konstanten K_1, K_2 werden erste und zweite Kristallanisotropiekoeffizienten genannt. Aus der richtungsabhängigen magnetokristallinen Energie ergibt sich das magnetokristalline Anisotropiefeld H_k , dessen Stärke durch die Größe der Kristallanisotropiekoeffizienten

bestimmt wird. Das Vorzeichen und die relative Größe der Anisotropiekoeffizienten zueinander entscheiden über die Richtung der leichten Achse. Die magnetokristalline Anisotropie lässt sich somit über ein magnetokristallines Anisotropiefeld ausdrücken, welches linear von dem mittleren Anisotropiekoeffizienten $\langle K_1 \rangle$ abhängt [4]

$$H_K = \frac{2\langle K_1 \rangle}{\mu_0 \cdot M_S} = \frac{2\langle K_1 \rangle}{J_S}. \quad (2.7)$$

M_S , beziehungsweise J_S , bezeichnet die Sättigungsmagnetisierung oder Sättigungspolarisation. Die Kristallanisotropie nano- und polykristalliner Materialien, deren Korngröße D kleiner als die ferromagnetische Austauschlänge L_{Aus} ist, ist von der Kristallitgröße abhängig. Somit lassen sich bestimmte magnetische Größen, wie zum Beispiel das Koerzitivfeld, über die Korngröße beeinflussen (siehe Abschnitt 2.1.3.2).

2.1.1.2 Magnetoelastische Anisotropie

Eine durch Dehnung hervorgerufene Gitterdeformation verursacht aufgrund der Spin-Bahn-Kopplung eine Änderung der Kristallenergie f_k , wie im vorherigen Abschnitt gezeigt wurde. Dieser Energiebeitrag wird als magnetoelastische Energie f_{me} bezeichnet. Gleichzeitig entsteht durch die Dehnung ein zusätzlicher Energiebeitrag, die elastische Energie des Kristalls f_e . Für einen kubischen Kristall gilt für die elastische und magnetoelastische freie Energie pro Volumen [4]

$$f_e = \frac{1}{2} E_{11} (\varepsilon_{xx}^2 + \varepsilon_{yy}^2 + \varepsilon_{zz}^2) + \frac{1}{4} E_{44} (\varepsilon_{xy}^2 + \varepsilon_{yz}^2 + \varepsilon_{zx}^2) + E_{12} (\varepsilon_{yy} \varepsilon_{zz} + \varepsilon_{xx} \varepsilon_{zz} + \varepsilon_{xx} \varepsilon_{yy}) \quad (2.8)$$

$$f_{me} = B_1 (\alpha_1^2 \varepsilon_{xx} + \alpha_2^2 \varepsilon_{yy} + \alpha_3^2 \varepsilon_{zz}) + B_2 (\alpha_1 \alpha_2 \varepsilon_{xy} + \alpha_2 \alpha_3 \varepsilon_{yz} + \alpha_3 \alpha_1 \varepsilon_{zx}). \quad (2.9)$$

Die elastische Energie des Kristalls ist somit eine Funktion der Dehnungen ε_{ij} und der Elastizitätsmoduli E_{ij} in Richtung $i, j = x, y, z$. Die Größen B_1, B_2 werden als magnetoelastische Konstanten bezeichnet, da sie die Kopplung zwischen f_{me} und der Dehnung angeben.

Zur phänomenologischen Beschreibung werden anstatt der magnetoelastischen Konstanten sogenannte Magnetostruktionskonstanten $\lambda_{100}, \lambda_{111}$ [4]

$$\lambda_{100} = -\frac{2}{3} \frac{B_1}{(E_{11} - E_{12})} \quad (2.10)$$

$$\lambda_{111} = -\frac{1}{3} \frac{B_2}{E_{44}} \quad (2.11)$$

verwendet, da diese im Experiment leichter zugänglich sind. Mit ihrer Hilfe lassen sich die durch eine spontane Magnetisierung hervorgerufenen relativen Längenänderungen entlang der [100]- und [111]-Richtung eines kubischen Kristalls ausdrücken.

Da eine elastische Dehnung nach dem Hookeschen Gesetz mit einer mechanischen Spannung verknüpft ist, lässt sich die magnetoelastische Energie auch als Funktion einer mechanischen Spannung ausdrücken. Für ein polykristallines, ferromagnetisches Material lässt sich anstatt der Magnetostruktionskonstanten eine Sättigungsmagnetostruktionskonstante λ_s angeben. Man erhält für die freie magnetoelastische Energiedichte unter Einwirkung einer homogenen mechanischen Spannung σ [4]

$$f_{me} = -\frac{3}{2}\lambda_S\sigma\cos^2\theta. \quad (2.12)$$

Anhand von Gl. (2.12) lässt sich erkennen, dass für eine gegebene Sättigungsmagnetostruktionskonstante λ_S das Energieminimum von f_{me} vom Winkel θ zwischen dem Magnetisierungsvektor und der Spannungsrichtung abhängt. Somit wird die Orientierung der Magnetisierung über das Energieminimum definiert. Für Zugspannungen ($\sigma > 0$) und $\lambda_S > 0$ stellt sich der Magnetisierungsvektor parallel zur Spannungsrichtung ein ($\theta = 0$). Im Falle von Druckspannungen ($\sigma < 0$) ergibt sich stattdessen eine senkrechte Ausrichtung von \vec{M} zur Spannungsachse ($\theta = 90^\circ$). Somit wird deutlich, dass die magnetoelastische Energie eine uniaxiale magnetoelastische Anisotropie mit dem effektiven Anisotropiekoeffizienten $K_{me} = 3/2 \cdot \lambda_S \cdot \sigma$ hervorruft. Die Stärke der magnetoelastischen Anisotropie wird durch das magnetoelastische Anisotropiefeld H_{me} beschrieben [4]

$$H_{me} = \frac{2K_{me}}{\mu_0 \cdot M_S} = \frac{3\lambda_S}{\mu_0 \cdot M_S} \sigma. \quad (2.13)$$

Magnetoelastische Effekte beeinflussen die magnetischen Eigenschaften von beispielsweise ultradünnen epitaktischen Filmen, sowie dünnen amorphen Schichten und Nanostrukturen. Eine Gitterfehlpassung zwischen Substrat und Schicht von epitaktisch gewachsenen dünnen Filmen induziert eine Spannung, die zu einer isotropen oder auch uniaxialen anisotropen Filmdehnung in der Schichtebene führen kann [5]. Aufgrund von Spannungen können sich diverse Domänenkonfigurationen einstellen, wie zum Beispiel Streifendomänen [6]–[8]. Darüber hinaus kann, ausgelöst durch Spannungen, auch eine Magnetisierungskomponente senkrecht zur Filmebene auftreten [9], [10].

2.1.1.3 Grenzflächenanisotropie

Durch geänderte Symmetriebedingungen der Atome an Ober- und Grenzflächen im Vergleich zu Volumenatomen entsteht ein Grenzflächenenergiebeitrag zur gesamten magnetischen Energie. Aus diesem Grund tritt die Grenzflächenanisotropie besonders bei sehr dünnen Schichten und bei Viellagenschichten in Erscheinung. Zur Beschreibung der Grenzflächenanisotropie wird der Anisotropiekoeffizient K_G in seine Volumen- und Oberflächenbeiträge K_V , K_S aufgespalten [11]

$$K_G = K_V + \frac{N_g K_S}{t}, \quad (2.14)$$

wobei t die Schichtdicke und N_g die Anzahl der Grenzflächen ist. In Abhängigkeit der kritischen Schichtdicke t_{krit} stellt sich für Schichten mit $t < t_{krit}$ eine Magnetisierung senkrecht zur Filmebene ein [11]. In dicken Schichten mit $t > t_{krit}$ überwiegt der Volumenanteil, sodass sich die Magnetisierung tendenziell parallel zur Filmebene orientiert [11].

2.1.1.4 Formanisotropie

Das Streufeld eines Körpers wird durch den Entmagnetisierungstensor N und die Magnetisierung \vec{M} beschrieben [4]

$$\vec{H}_d = -N\vec{M}. \quad (2.15)$$

Durch Gleichung (2.15) wird ausgedrückt, dass das Streufeld ein inneres Feld im magnetischen Material hervorruft, welches zum äußeren Feld entgegengesetzt gerichtet ist und als Entmagnetisierungsfeld bezeichnet wird. Da N von der Form und den Abmessungen eines Körpers abhängt, wird diese Anisotropie als Formanisotropie bezeichnet. Für den Fall einer dünnen Schicht deren Filmebene in der xy -Ebene liegt, gilt näherungsweise $N_x = N_y = 0$, $N_z = 1$. Dadurch bedingt entsteht das Entmagnetisierungsfeld senkrecht zur Filmoberfläche, und die Magnetisierung dünner Schichten liegt aufgrund der Formanisotropie in der Filmebene.

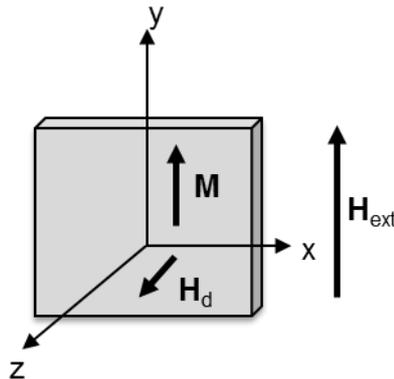


Abbildung 2-3: Schematische Darstellung des Entmagnetisierungsfeldes einer dünnen Schicht und ihrer Magnetisierung.

2.1.1.5 Diffusionsanisotropie

Die Anordnung und Konfiguration der Atome im Kristallgitter werden durch dessen freie Energie bestimmt. Das Einnehmen der Konfiguration mit der kleinsten freien Energie setzt eine Beweglichkeit der Atome voraus. Durch eine Temperaturerhöhung kann die Beweglichkeit der Atome und damit die Diffusion gesteigert werden. In einem ferromagnetischen binären Mischkristall mit den Atomsorten A und B hängt die Energie jeder Bindung von ihrer Orientierung gegenüber der Magnetisierungsrichtung ab [12], [13]. Im äußeren magnetischen Feld und bei genügend hohen Temperaturen wird die Lage der Atome durch Platzwechselfvorgänge oder Leerstellenbesetzung energetisch stabilisiert, indem sich Paare oder Ketten gleicher Atome bilden und diese sich in Feldrichtung anordnen (siehe Abbildung 2-4). Diese induzierte magnetische Nahordnung bedingt eine uniaxiale magnetische Anisotropie, deren Achse parallel zur Magnetisierungsrichtung liegt.

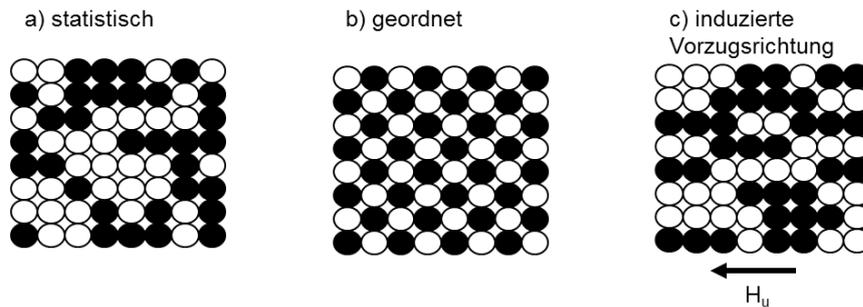


Abbildung 2-4: Schematische Darstellung einer a) statistischen, b) geordneten und c) gerichteten Atomverteilung eines binären Mischkristalls [14].

Bei einer hinreichend schnellen Abkühlung im Magnetfeld wird die Beweglichkeit der Atome wieder herabgesetzt, sodass die vorhandene Atomkonfiguration „eingefroren“ wird. Das Material weist eine thermisch induzierte uniaxiale Anisotropie der Stärke

$$H_u = \frac{2K_u}{\mu_0 \cdot M_s} \quad (2.16)$$

auf, die aufgrund ihrer Entstehung auch Diffusionsanisotropie genannt wird.

Die beschriebene Vorgehensweise zum Induzieren einer Anisotropie lässt sich auch auf amorphe Schichten übertragen, da sich hier ebenfalls eine Richtungsordnung im Nahbereich über wenige Atome hinweg einstellt. Zudem wird in amorphen und polykristallinen Schichten das Einprägen der Diffusionsanisotropie aufgrund der fehlenden beziehungsweise schwachen magnetokristallinen Anisotropie erleichtert.

2.1.2 Magnetostriktion und Villari-Effekt

Unter Magnetostriktion versteht man die elastische Änderung der Gestalt oder des Volumens eines ferromagnetischen Materials in einem äußeren Magnetfeld. Die magnetostriktive Längenänderung d/l bezogen auf die ursprüngliche Länge l entlang einer bestimmten Richtung nennt man Magnetostriktion

$$\lambda = \frac{dl}{l}. \quad (2.17)$$

Verantwortlich für die Längenänderung des Materials im äußeren Magnetfeld ist die magnetoelastische Kopplung (siehe Abschnitt 2.1.1.2). Abhängig davon, ob ein Material im Magnetfeld eine Dehnung oder Kompression erfährt, spricht man von positiver ($\lambda > 0$) oder negativer ($\lambda < 0$) Magnetostriktion. In kubischen Kristallen existieren für die verschiedenen Kristallachsen unterschiedliche Magnetostriktionskonstanten, wie in Abschnitt 2.1.1.2 gezeigt wurde. Im Falle eines polykristallinen, kubischen Materials ist die Magnetostriktion makroskopisch betrachtet isotrop. Aus diesem Grund wird ein gewichteter Mittelwert der Magnetostriktion angegeben

$$\lambda = \frac{2}{5}\lambda_{100} + \frac{3}{5}\lambda_{111}. \quad (2.18)$$

Der Villari-Effekt, oder auch inverse Magnetostriktion genannt, bezeichnet den umgekehrten Fall zur Magnetostriktion, nämlich die Abhängigkeit der Magnetisierung von mechanischen Spannungen.

Die obigen Überlegungen gelten in Festkörpermaterialien, jedoch nicht für dünne Filme [15]. In dünnen Schichten ist eine freie Ausdehnung in alle Raumrichtungen nicht möglich, da die Schicht mit dem Substrat verbunden ist. Stattdessen entsteht eine magnetoelastische Spannung in der Schicht, die zu einer Durchbiegung des Schicht-Substratverbundes führen kann [15].

2.1.3 Statische Eigenschaften

2.1.3.1 Magnetische Hysterese

Die Magnetisierungskurve eines ferromagnetischen Festkörpers wird durch eine Hysterese beschrieben, wie in Abbildung 2-5 gezeigt wird. Bei einem unmagnetisierten ferromagnetischen Material ist die Magnetisierung Null, da sich die Magnetisierungen der einzelnen Domänen kompensieren. Wird das Material einem äußeren Magnetfeld ausgesetzt, so wachsen die Domänen mit der energetisch günstigen Magnetisierungsorientierung parallel zum äußeren Feld auf Kosten anderer Domänen infolge von Domänenwandverschiebungen. Bei weiterer Erhöhung des magnetischen Feldes werden schließlich alle magnetischen Momente durch Rotation parallel zum äußeren Feld ausgerichtet. Das Material befindet sich in Sättigung bei der Magnetisierung M_S , die als Sättigungsmagnetisierung bezeichnet wird. Bei Abschaltung des äußeren Feldes verbleibt eine Restmagnetisierung M_R , die Remanenz genannt wird. Zum Umklappen der Magnetisierung ist ein äußeres Feld in entgegengesetzter Richtung notwendig. Die Feldstärke bei der die Magnetisierung verschwindet, wird als Koerzitivfeldstärke H_c bezeichnet. Durch eine weitere Erhöhung des äußeren Feldes in entgegengesetzter Richtung findet eine Umorientierung der magnetischen Momente in Feldrichtung statt, und die Hysteresekurve wird in umgekehrter Richtung durchlaufen. Für die Ummagnetisierung des Materials muss Energie aufgewendet werden. Die von der Hysteresekurve eingeschlossene Fläche ist ein Maß für die Ummagnetisierungsenergie.

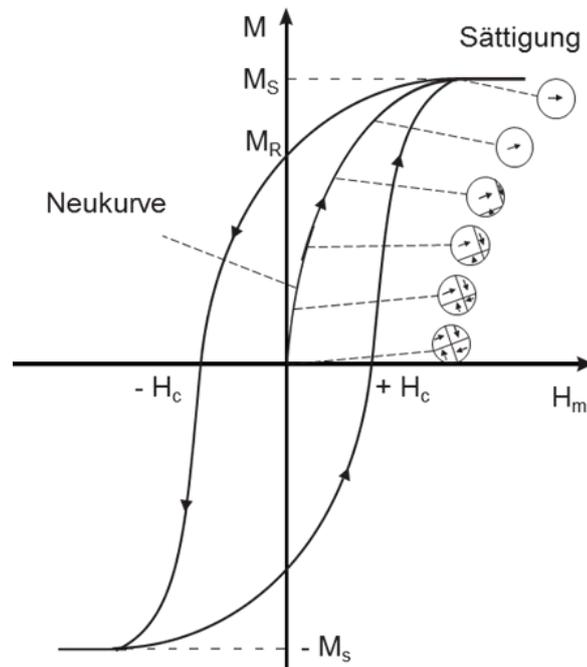


Abbildung 2-5: Schematische Darstellung einer Magnetisierungskurve und der Domänenstruktur eines ferromagnetischen Festkörpers.

Anhand der Koerzitivfeldstärke lassen sich ferromagnetische Materialien in weich- und hartmagnetisch einteilen. Als weichmagnetisch gelten Materialien mit $\mu_0 H_c < 1,3 \text{ mT}$ [16], während Materialien mit $\mu_0 H_c > 40 \text{ mT}$ [16] als hartmagnetisch bezeichnet werden. Zwischen diesen Bereichen gibt es eine Gruppe magnetisch halbharter Werkstoffe [16]. Hartmagnetische Materialien weisen eine breite Magnetisierungskurve auf und benötigen für die Ummagnetisierung hohe Felder. Diese Eigenschaft wird bei magnetischen Speichermedien ausgenutzt. Im Falle weichmagnetischer Materialien sind Verluste durch Ummagnetisierung vergleichsweise klein. Deshalb werden weichmagnetische Materialien zum Beispiel als Transformatorkerne verwendet.

2.1.3.2 Einfluss der Korngröße auf die Koerzitivfeldstärke

In den bisherigen Betrachtungen wurde von einem idealen einkristallinen ferromagnetischen Festkörper ausgegangen, dessen Magnetisierungszustand über die Minimierung der freien Energie bestimmt wird. Die Magnetisierungseigenschaften amorpher, nano- und polykristalliner Materialien werden jedoch stark von der Korngröße D beeinflusst. Zunächst wurde von Alben *et al.* ein Modell zur Beschreibung der weichmagnetischen Eigenschaften amorpher Materialien aufgestellt [17], das von Herzer für nano- und polykristalline Festkörper erweitert wurde [18].

Das Modell für amorphe und nanokristalline Materialien basiert auf der Annahme, dass der Korndurchmesser D kleiner als die ferromagnetische Austauschlänge

$$L_{Aus} = \sqrt{A/K_1} \quad (2.19)$$

ist, wobei A die Austauschkonstante bezeichnet. L_{Aus} gibt die charakteristische Größenordnung für die Reichweite der Austauschwechselwirkung an. Aufgrund von $D < L_{\text{Aus}}$ wird die magnetokristalline Anisotropie K_1 der Körner von der ferromagnetischen Austauschwechselwirkung unterdrückt, die die Spins parallel ausrichtet. Die Magnetisierung folgt den leichten Richtungen der individuellen, zufällig orientierten Körner. Die effektive Anisotropie $\langle K \rangle$

$$\langle K \rangle \approx \langle K_1 \rangle = \frac{K_1^4}{A^3} D^6 \quad (2.20)$$

ist somit ein Mittelwert über mehrere Körner, weswegen ihre Stärke insgesamt reduziert ist. Gleichung (2.20) verdeutlicht die starke Abhängigkeit der effektiven Anisotropie von der Korngröße. Auch für die Koerzitivität ergibt sich diese Abhängigkeit von D

$$H_c \sim \frac{\langle K \rangle}{J_s} \sim \frac{K_1^4}{J_s A^3} D^6. \quad (2.21)$$

Besitzt das Material eine uniaxiale Anisotropie K_u welche gegenüber der magnetokristallinen Anisotropie K_1 dominiert, wird anstatt der $\sim D^6$ eine $\sim D^3$ Abhängigkeit beobachtet [19].

Die beschriebenen Zusammenhänge sind gültig, solange der Korndurchmesser kleiner als die ferromagnetische Austauschlänge ist. Für polykristalline Materialien mit $D > L_{\text{Aus}}$ hängt die Koerzitivfeldstärke

$$H_c \sim \frac{\sqrt{AK_1}}{J_s D} \quad (2.22)$$

in der Form $\sim 1/D$ von der Korngröße ab. Die Grenze zwischen dem Verhalten nano- und polykristalliner Materialien wird im Wesentlichen von der Austauschlänge L_{Aus} bestimmt und liegt in der Größenordnung einiger 10 nm. In Abbildung 2-6 wird die Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke von der Korngröße zusammenfassend dargestellt.

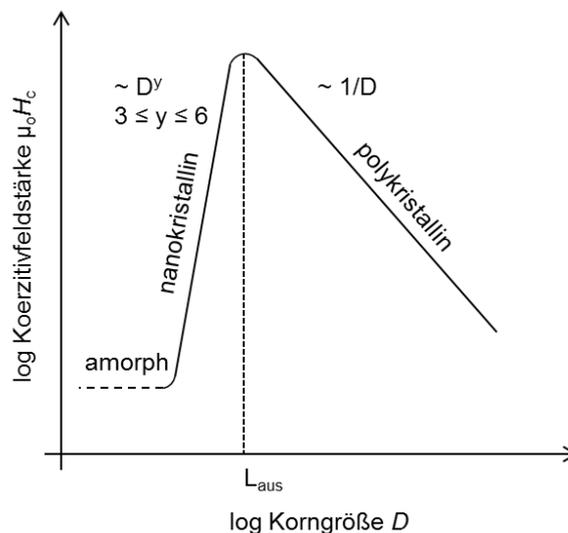


Abbildung 2-6: Zusammenfassende Darstellung der Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke von der Korngröße für amorphe, nano- und polykristalline Materialien, nach [18].

2.1.4 Hochfrequenzeigenschaften

Im Folgenden werden die dynamischen magnetischen Eigenschaften eines ferromagnetischen Festkörpers beschrieben. In einem externen oszillierenden magnetischen Feld ergibt sich die relative magnetische Permeabilität als

$$\mu_r = \mu' - i\mu'' \quad (2.23)$$

eine Funktion der Frequenz f des anregenden Feldes und ist daher eine komplexe Größe. Der Imaginärteil μ'' ist ein Maß für die auftretenden Verluste. Das Frequenzverhalten ferromagnetischer Momente in einem äußeren Feld wird durch die Landau-Lifschitz-Gilbert-Gleichung (*Abk.:* L-L-G) beschrieben [20]:

$$\frac{\partial \vec{M}}{\partial t} = -\gamma \vec{M} \times \vec{H}_{eff} + \frac{\alpha_{eff}}{M_s} \left(\vec{M} \times \frac{\partial \vec{M}}{\partial t} \right). \quad (2.24)$$

Zur Berücksichtigung von Wirbelströmen wird die Landau-Lifschitz-Gilbert Gleichung mit den Maxwell Gleichungen kombiniert [21].

Der erste Term der Bewegungsgleichung (2.24) stellt die Präzessionsbewegung der magnetischen Momente in einem effektiven Feld \vec{H}_{eff} dar, wobei γ das gyromagnetische Verhältnis ist. Dieses bezeichnet die Proportionalitätskonstante zwischen dem Elektronenspin und dem magnetischen Spinmoment, das sich für verschiedene magnetische Elemente mittels des Landé-Faktors berechnen lässt. Die Präzession wird durch die Auslenkung des Magnetisierungsvektors aus der Gleichgewichtslage in einem externen Wechselfeld h_x hervorgerufen, wie Abbildung 2-7 verdeutlicht. Dämpfungen im ferromagnetischen Material führen zu einem Abklingen der Bewegung, sodass der Magnetisierungsvektor keine Kreis- sondern eine Spiralbahnbewegung beschreibt. Dieses Verhalten wird durch den zweiten Term in Gleichung (2.24) ausgedrückt. Der effektive Dämpfungsparameter α_{eff} setzt sich aus intrinsischen (z. B. durch Streuung an Leitungselektronen oder Wechselwirkung der Spin-Bahn-Kopplung mit dem Gitter) und extrinsischen Dämpfungsmechanismen (z. B. durch Zwei-Magnonenstreuung an nicht-magnetischen Körnern) zusammen [22], [23].

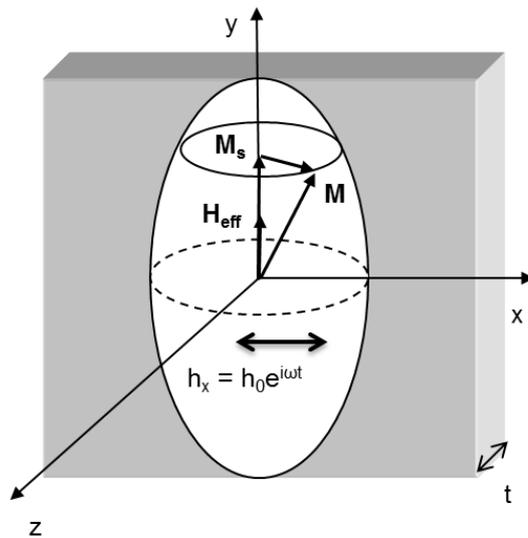


Abbildung 2-7: Schematische Darstellung einer dünnen ferromagnetischen Schicht, deren magnetische Momente durch die Anregung eines äußeren Wechselfeldes um ihre Gleichgewichtslage präzedieren, nach [24].

Das effektive Feld \vec{H}_{eff} wird für eine dünne ferromagnetische Schicht mit einem uniaxialen Anisotropiefeld \vec{H}_u in der Schichtebene, welche einem nahezu linear polarisiertem Hochfrequenzfeld \vec{h} ausgesetzt ist, durch die Summe seiner Vektorbeiträge

$$\vec{H}_{eff} = \vec{H}_u + \vec{h} + \vec{H}_d = \begin{pmatrix} 0 \\ H_u \\ 0 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} h_x \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} -N_x m_x \\ -N_y M_s \\ -N_z m_z \end{pmatrix} \quad (2.25)$$

ausgedrückt [24]. \vec{H}_d beschreibt das Entmagnetisierungsfeld. Für eine dünne Schicht, deren Schichtdicke klein gegenüber ihren lateralen Abmessungen ist, gilt näherungsweise $N_x = N_y = 0$ und $N_z = 1$ (siehe Abschnitt 2.1.1.4). Im Grenzfall kleiner Felder ($h_x \rightarrow 0$) und schwacher Dämpfung ($\alpha_{eff} \ll 1$) folgt daraus die exakte Kittel Resonanzformel für die ferromagnetische Resonanzfrequenz f_r

$$f_r = \frac{\gamma}{2\pi} \mu_0 H_{eff} = \frac{\gamma}{2\pi} \cdot \sqrt{(\mu_0 H_u)^2 + J_s \cdot \mu_0 H_u}, \quad (2.26)$$

mit der die magnetischen Momente im Resonanzfall präzedieren [25]. Kann die Dämpfung und das Hochfrequenzfeld nicht als klein gegen eins bzw. null abgeschätzt werden, so wird die Resonanzfrequenz f_r selbst eine Funktion der Dämpfung α_{eff} und des Feldes h_x [26]. Neben der ferromagnetischen Resonanzfrequenz stellt die Permeabilität bei sehr niedrigen Frequenzen, die sogenannte Anfangspermeabilität

$$\mu_{Anf} = \frac{J_s}{\mu_0 H_u} + 1, \quad (2.27)$$

eine wichtige Kenngröße der frequenzabhängigen Permeabilität ferromagnetischer Materialien dar. Insbesondere bei weichmagnetischen Materialien, die sich aufgrund ihrer geringen Verluste gut für Hochfrequenzanwendungen eignen, ist eine möglichst hohe Resonanzfrequenz im Gigahertz- Bereich, sowie eine hohe Anfangspermeabilität erwünscht.

Wie aus Gleichung (2.26) und (2.27) ersichtlich wird, lassen sich beide Größen über die Sättigungspolarisation J_s und das uniaxiale Anisotropiefeld H_u einstellen. Um Verluste durch Wirbelströme zu vermeiden, sollte die Schichtdicke möglichst dünn, und/oder der spezifische Widerstand der Schicht hoch sein.

2.2 Eigenschaften der verwendeten Werkstoffe

Ein Ziel dieser Arbeit ist es, die magnetischen Eigenschaften eines ferromagnetischen Materials mit den mechanischen Eigenschaften eines Hartstoffes in einem Viellagenverbund geeignet miteinander zu kombinieren. Dazu wurde das Materialsystem Fe-Co-Hf-N als ferromagnetischer Werkstoff und die Systeme Ti-N und Ti-Al-N als Hartstoffmaterialien verwendet. In den folgenden Abschnitten werden die grundlegenden Eigenschaften und Phasendiagramme der verwendeten Werkstoffe vorgestellt. Phasendiagramme beschreiben Gleichgewichtszustände und sind daher nur für Materialien im thermodynamischen Gleichgewicht gültig. Aufgrund der vergleichsweise hohen Abscheideraten und der niedrigen Substrattemperatur dominieren bei der Hochleistungskathodenzerstäubung kinetische Prozesse, sodass sich die in dieser Arbeit hergestellten Schichten abseits des thermodynamischen Gleichgewichts befinden. Dennoch können Phasendiagramme Anhaltspunkte für die Bildung möglicher Phasen geben.

2.2.1 Eisenkobalt-Hafniumnitrid

Um ein Maximum an Sensitivität des ferromagnetischen Sensormaterials zu erreichen, ist ein weichmagnetisches und magnetostriktives Material mit einer Resonanzfrequenz f_r im GHz Bereich und einer hohen Anfangspermeabilität μ_{Anf} erforderlich. Zur Erfüllung dieser Anforderungen sollte der ferromagnetische Werkstoff ein amorphes beziehungsweise nanokristallines Gefüge mit einem kleinen Koerzitivfeld H_c , einem kleinen magnetokristallinen Anisotropiekoeffizienten K_1 , einem großen uniaxialen Anisotropiekoeffizienten K_u in der Schichtebene, einer hohen Sättigungspolarisation J_s , und einer hohen Magnetostriktion λ besitzen.

In Abschnitt 2.1.3.2 wurde beschrieben, dass in polykristallinen Materialien sowohl der effektive magnetokristalline Anisotropiekoeffizient $\langle K_1 \rangle$ als auch die Koerzitivfeldstärke H_c stark vom Korndurchmesser D abhängen und über diesen beeinflusst werden können. Bei der thermischen Einprägung der uniaxialen Anisotropie nach Abschnitt 2.1.1.5 findet im magnetischen Material auch Kornwachstum statt, wodurch der Betrag der magnetokristallinen Anisotropie zunimmt. Durch eine Verkleinerung des Korndurchmessers lassen sich kleinere effektive magnetokristalline Anisotropiekoeffizienten und kleinere Koerzitivfeldstärken erzielen. Eine Unterdrückung des Kornwachstums während des Einprägens der Diffusionsanisotropie kann somit eine Zunahme des effektiven magnetokristallinen Anisotropiekoeffizienten $\langle K_1 \rangle$ verhindern und gleichzeitig die weichmagnetischen Eigenschaften erhalten. Daher wird das weichmagnetische Material Fe-Co mit der refraktären Metall-Nitrid Verbindung Hf-N zum ferromagnetischen Werkstoff Fe-Co-Hf-N kombiniert. Diese Nanokompositschicht liegt zweiphasig in den Phasen FeCo und HfN vor, wobei die FeCo Körner von einer HfN Phase umgeben sind [27]. Die HfN

Korngrenzen behindern während der Wärmebehandlung zum Einprägen der uniaxialen Anisotropie das Wachstum der FeCo Körner und agieren damit als FeCo Kornverfeinerer [27]. Durch das Unterdrücken der effektiven magnetokristallinen Anisotropie wird ein Einprägen der uniaxialen Anisotropie erleichtert, was nach Gleichung (2.26) in einer höheren Resonanzfrequenz resultiert. Für den Werkstoff $\text{Fe}_{36}\text{Co}_{44}\text{Hf}_9\text{N}_{11}$ konnte eine uniaxiale Anisotropie in der Filmebene von $K_u \approx 1800 \text{ J/m}^3$ erreicht werden [27].

Durch das zusätzliche nicht-magnetische Material HfN verkleinern sich die Sättigungspolarisation J_s und die Curie-Temperatur T_c von Fe-Co-Hf-N im Vergleich zu Fe-Co. Zudem erhöht sich der spezifische Widerstand von Fe-Co-Hf-N Legierungen (z. B. $\rho = 120 \mu\Omega\text{cm}$ [22] von $\text{Fe}_{34}\text{Co}_{43}\text{Hf}_{12}\text{N}_{11}$), im Vergleich zu $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ mit $\rho = 1,95 \mu\Omega\text{cm}$ [28]. Dieser Umstand führt zu der gewünschten Reduzierung von Wirbelstromverlusten, sodass in Kombination mit einer zu erwartenden höheren Resonanzfrequenz das Hochfrequenzverhalten von Fe-Co-Hf-N-Schichten gegenüber von Fe-Co-Schichten verbessert werden kann.

Für das System Fe-Co-Hf-N existiert in der Literatur kein quaternäres Phasendiagramm. Auch für das System Fe-Co-Hf ist kein Phasendiagramm vorhanden. In der Literatur wurde allerdings über die magnetischen Eigenschaften von $\text{Hf}(\text{Fe}_x\text{Co}_{1-x})_2$ mit $x = 0 - 1$ berichtet [29], [30].

Es existiert jedoch ein Phasendiagramm für das ternäre System Fe-Co-N. Der isotherme Schnitt bei $600 \text{ }^\circ\text{C}$ offenbart, dass für Schichten mit der chemischen Zusammensetzung $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ ein $(\text{Fe}_4\text{N}, \text{Co}_4\text{N})$ Substitutionsmischkristall gebildet werden könnte [31]. Dieser Fall ist aber sehr unwahrscheinlich, da die Bildungsenthalpie von HfN (-369 kJ/mol bei $25 \text{ }^\circ\text{C}$ [32]) sehr viel höher als für Fe_4N (-11 kJ/mol bei $25 \text{ }^\circ\text{C}$ [33]) ist. Daher wird die Bildung eines zweiphasigen Systems mit einer FeCo und einer HfN Phase bevorzugt. Im Folgenden werden die Eigenschaften und Phasendiagramme dieser beiden Phasen kurz dargestellt.

2.2.1.1 Eisenkobalt

Magnetische Eigenschaften

Die magnetischen Eigenschaften hängen von der Zusammensetzung und von der Wärmebehandlung ab [34], [35]. Die Legierung $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ eignet sich aufgrund ihrer weichmagnetischen Eigenschaften sowie der hohen Sättigungsmagnetisierung $J_s = 2,3 \text{ T}$ [36], des niedrigen magnetokristallinen Anisotropiekoeffizienten $K_1 = -15 \text{ kJ/m}^3$ [36], der hohen Curie-Temperatur $T_c = 983 \text{ }^\circ\text{C}$ und der großen Magnetostriktion gut für Hochfrequenz- und Sensoranwendungen. Die Sättigungsmagnetostruktionskonstante λ_s für nanokristalline $\text{Fe}_{100-x}\text{Co}_x$ Materialien hängt stark vom Co-Gehalt ab. Der Verlauf von λ_s zeigt ein Maximum bei 50 At.\% Co [37]. Für polykristallines $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ beträgt $\lambda_s = 82 \text{ ppm}$ [38]. Aufgrund der kleinen magnetokristallinen Anisotropie wird das Einprägen einer uniaxialen Anisotropie erleichtert. Der uniaxiale Anisotropiekoeffizient eines bei $600 \text{ }^\circ\text{C}$ im statischen Magnetfeld wärmebehandelten FeCo-Einkristalls beträgt etwa $K_u \approx 100 \text{ J/m}^3$ [39].

Kristallographische Eigenschaften

Das Phasendiagramm des binären Systems Fe-Co ist in Abbildung 2-8 gezeigt. $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ existiert bei niedrigen Temperaturen im kubisch raumzentrierten (krz) Gitter (α -Phase) und

bei Temperaturen oberhalb von 983 °C im kubisch flächenzentrierten (kfz) Gitter (γ -Phase) [40]. Die krz-Phase ordnet sich für Temperaturen unterhalb von 730 °C in der Cäsiumchlorid (CsCl)-Struktur an (α_2 -Phase). Zwischen 730 °C und 983 °C liegt eine ungeordnete krz-Phase (α -Phase) vor, deren Gitterparameter geringfügig gegenüber dem der geordneten Phase erhöht ist. Die Schmelztemperatur von $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ beträgt $T_{\text{Schmelz}} = 1480 \text{ °C}$ [41].

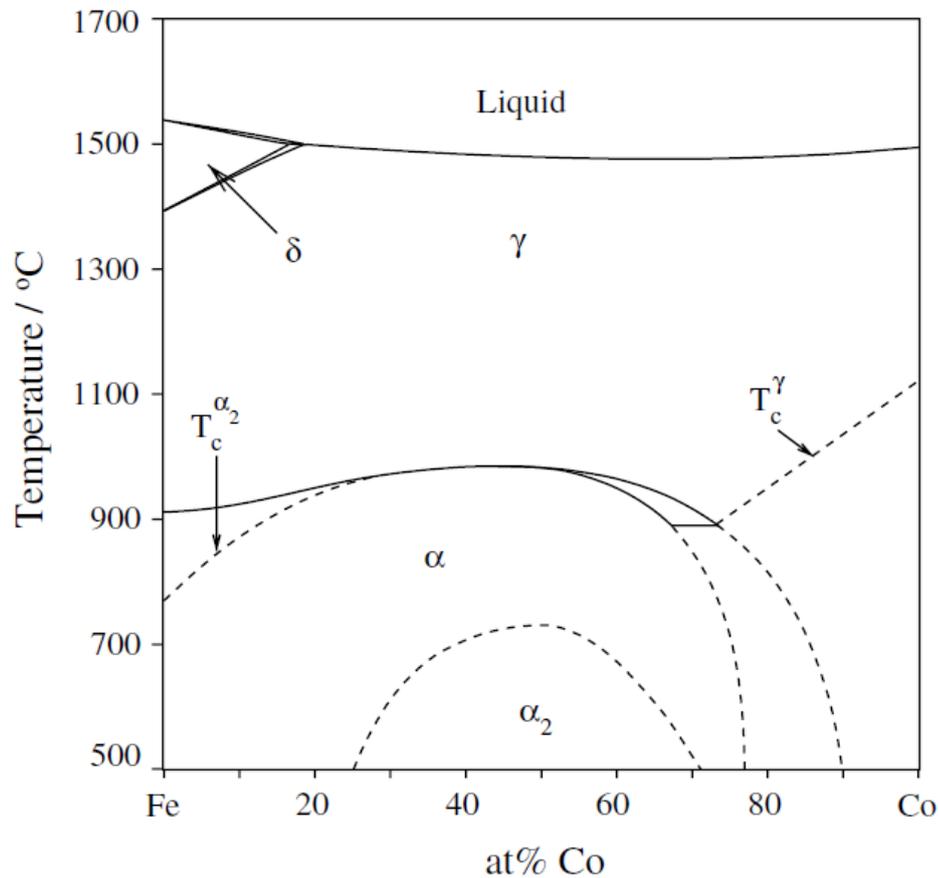


Abbildung 2-8: Phasendiagramm des binären Systems Fe-Co, nach [42]. T_c bezeichnet die Curie-Temperatur.

Die α -Phase von $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ weist ferromagnetisches und die γ -Phase paramagnetisches Verhalten auf. Demnach ist bei $T_c = 983 \text{ °C}$ der strukturelle Phasenübergang mit einem magnetischen Phasenübergang verbunden. Die Umordnung bei 730 °C von einer geordneten α_2 -Phase zu einer ungeordneten α -Phase beeinflusst neben den mechanischen Eigenschaften auch die magnetischen, da die α_2 -Phase und die α -Phase unterschiedliche Magnetisierungswerte aufweisen [43]. Einen Überblick über die Gitterparameter der jeweiligen Phasen für die Zusammensetzung $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ gibt Tabelle 2-1:

Tabelle 2-1: Phasen und Gitterparameter für die Zusammensetzung Fe₅₀Co₅₀

Phase	Struktur	Typ/Raumgruppe	Gitterparameter a [nm]	Temperaturbereich [°C]	Referenz
α_2	kubisch	CsCl/Pm-3m	0,2856	< 730	[44], [40]
α	kubisch	ungeordnet krz	0,2857	730 < T < 983	[44], [40]
γ	kubisch	kfz/Fm-3m	0,3595	> 983	[44], [40]

In Tabelle 2-2 sind die wichtigsten Eigenschaften von α_2 -Fe₅₀Co₅₀ aufgeführt.

Tabelle 2-2: Übersicht über verschiedene Eigenschaften von α_2 -Fe₅₀Co₅₀

Dichte	9,45 g/cm ³ [45]
Schmelzpunkt	1480 °C [41]
Bildungsenthalpie (25 °C)	-7,450 kJ/mol [46], [47]
Thermischer Ausdehnungskoeffizient (20 °C)	12,3 ppm 1/K [48]
Spezifischer Widerstand	1,95 μΩcm [28]

2.2.1.2 Hafniumnitrid

Das Phasendiagramm des Systems Hf-N mit der refraktären Metall-Nitrid Verbindung HfN ist in Abbildung 2-9 dargestellt. Die HfN Phase bildet sich im kfz-Gitter in der Natriumchloridstruktur (NaCl) aus. Allerdings ist diese Phase nur für Zusammensetzung Hf_{1-x}N_x in einem engen Stickstoffbereich von x = 0,48 – 0,65 (bei 327 °C) stabil. Für höhere N-Gehalte mit x > 0,65 können die zusätzlichen Stickstoffatome nicht mehr im Gitter gelöst werden. Im Bereich kleinerer Stickstoffgehalte mit x < 0,48 bilden sich die hexagonalen Phasen Hf₃N₂ und Hf₄N₃. Die Zusammensetzung Hf₅₀N₅₀ liegt unterhalb der Schmelztemperatur von T_{Schmelz} = 3387 °C im kfz-Gitter in der NaCl-Struktur vor.

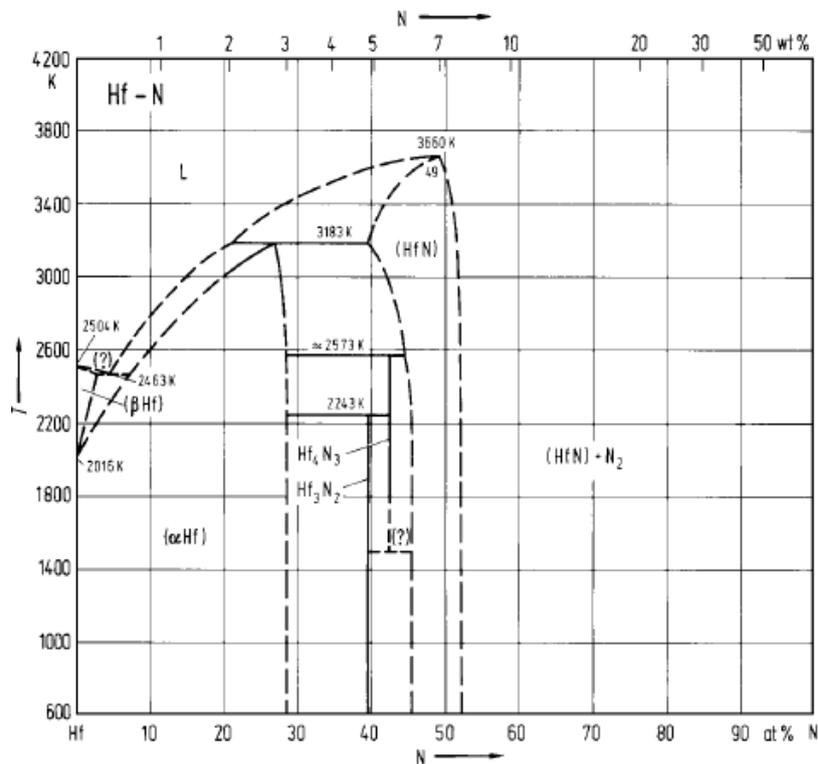


Abbildung 2-9: Phasendiagramm des binären Systems Hf-N, nach [49].

Die wichtigsten Phasen und Gitterparameter des binären Systems Hf-N werden in Tabelle 2-3 zusammengefasst.

Tabelle 2-3: Phasen und Gitterparameter für das binäre System Hf-N

Phase	Struktur	Typ/Raumgruppe	Gitterparameter a [nm]	Gitterparameter c [nm]	Referenz
Hf ₃ N ₂	hexagonal	AgCrSe ₂ /R-3m	0,3206	2,326	[50], [51]
Hf ₄ N ₃	hexagonal	C ₃ V ₄ /R-3m	0,3214	3,112	[50]
HfN	kubisch	NaCl/Fm-3m	0,452	-	[52]

Eine Übersicht über die wichtigsten Eigenschaften der Zusammensetzung Hf₅₀N₅₀ gibt Tabelle 2-4.

Tabelle 2-4: Übersicht über verschiedene Eigenschaften von Hf₅₀N₅₀, nach [53].

Dichte	13,8 g/cm ³
Schmelzpunkt	3387 °C
Bildungsenthalpie (25 °C)	-369,4 kJ/mol
Thermischer Ausdehnungskoeffizient (20 °C)	6,9 ppm 1/K
Vickers Härte	16,3 GPa
Spezifischer Widerstand	33 μΩcm

2.2.2 Titannitrid

Als Hartstoff wurde der bekannte Werkstoff TiN verwendet, der aufgrund seiner hohen Härte als Verschleißschicht etabliert ist.

Abbildung 2-10 zeigt das Phasendiagramm des binären Systems Ti-N für einen Stickstoffanteil zwischen 0 At.-% und 60 At.-%. Oberhalb einer Stickstoffkonzentration von 50 At.-% existiert $TiN+N_2$ [54]. Die Zusammensetzung $Ti_{50}N_{50}$ liegt unterhalb der Schmelztemperatur von $T_{Schmelz} = 3290\text{ °C}$ in einem kfz-Gitter der NaCl-Struktur vor.

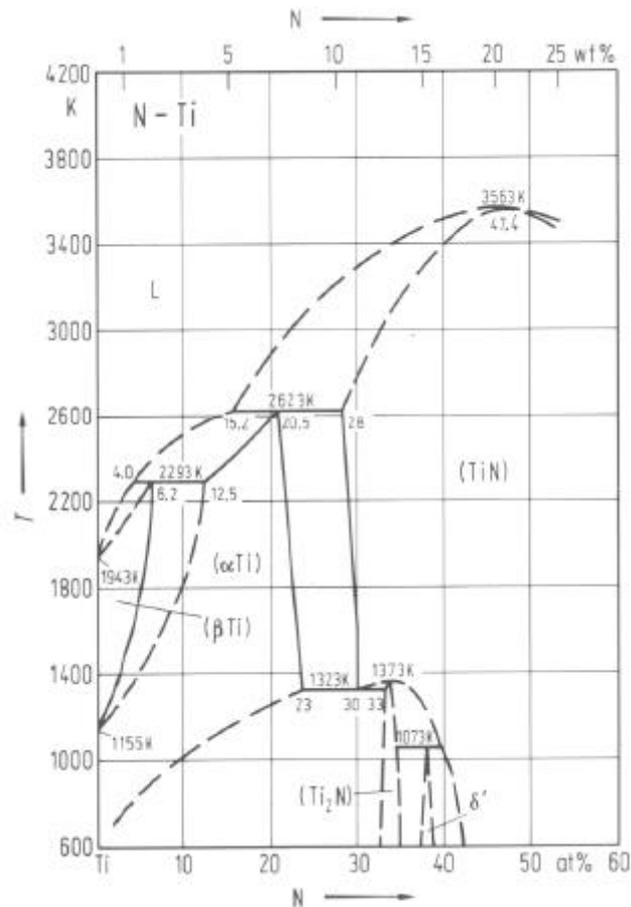


Abbildung 2-10: Phasendiagramm des binären Systems Ti-N, nach [49].

In Tabelle 2-5 werden die wichtigsten Phasen und Gitterparameter des binären Systems Ti-N zusammengefasst.

Tabelle 2-5: Phasen und Gitterparameter für das binäre System Ti-N

Phase	Struktur	Typ/Raumgruppe	Gitterparameter a [nm]	Gitterparameter c [nm]	Referenz
αTi	hexagonal	Mg/P6 ₃ /mmc	0,2972	0,9783	[55]
TiN	kubisch	NaCl/Fm-3m	0,4235	-	[56]
Ti ₂ N	tetragonal	Ti ₂ N/I41/amd	0,4140	0,8805	[57]

Einen Überblick über die wichtigsten Eigenschaften von $Ti_{50}N_{50}$ liefert Tabelle 2-6.

Tabelle 2-6: Übersicht über verschiedene Eigenschaften von $Ti_{50}N_{50}$, nach [53].

Dichte	5,4 g/cm ³
Schmelzpunkt	3290 °C
Bildungsenthalpie (25 °C)	-338 kJ/mol
Thermischer Ausdehnungskoeffizient (20 °C)	9,35 ppm 1/K
Vickers Härte	18 – 21 GPa
Elastizitätsmodul	250 - 640 GPa [58]
Spezifischer Widerstand	20 ± 10 μΩcm

2.2.3 Titanaluminiumnitrid

Neben TiN wurde in dieser Arbeit der metastabile Hartstoff $Ti_{1-x}Al_xN$ aufgrund seiner höheren Oxidationsbeständigkeit gegenüber TiN verwendet. Metastabiles kubisches $Ti_{1-x}Al_xN$ ist bis 800 °C oxidationsbeständig, wohingegen TiN bereits bei 600 °C oxidiert [59]. Die bessere Oxidationsbeständigkeit von $Ti_{1-x}Al_xN$ beruht auf der Ausbildung einer dichten Al_2O_3 Decklage, wodurch die Sauerstoffdiffusion in die Schicht reduziert wird [59]. Weiterhin durchläuft die metastabile kubische $Ti_{1-x}Al_xN$ Phase bei hohen Temperaturen eine spinodale Entmischung, bei der neben der kfz- $Ti_{1-x}Al_xN$ Phase die kubischen Phasen kfz-TiN und kfz-AlN gebildet werden [60]. Aufgrund unterschiedlicher Gitterparameter entsteht ein Spannungsfeld zwischen der $Ti_{1-x}Al_xN$ Matrix und den kubischen kohärenten Bereichen, welches zu einem Härteanstieg führen kann. Bei weiterer Temperaturerhöhung geht die kfz-AlN Phase in die stabile hdp-AlN Phase über. Damit verbunden ist eine Härteabnahme. Wie ab initio Berechnungen von Mayrhofer et al. zeigen, werden die chemischen Bedingungen für eine spinodale Entmischung der metastabilen kfz- $Ti_{1-x}Al_xN$ Phase in einem weiten Zusammensetzungs- und Temperaturbereich erfüllt [61]. Beispielweise findet die spinodale Entmischung für $Ti_{0,34}Al_{0,66}N$ bei 900 °C statt.

Das Gleichgewichtsphasendiagramm des ternären Systems Ti-Al-N weist neben den binären Phasen TiN, AlN und TiAl eine Vielzahl an intermetallischen Verbindungen auf. Daneben existieren im thermodynamischen Gleichgewicht die kubische Ti_3AlN , sowie die hexagonalen Ti_2AlN und Ti_4AlN_3 ternären Phasen [62], [63]. Die Phase Ti_4AlN_3 ist allerdings an Normalatmosphäre nur im Temperaturbereich zwischen 1250 °C und 1400 °C stabil [64]. Abbildung 2-11 zeigt den isothermen Schnitt durch das Phasendiagramm Ti-Al-N bei 1000 °C.

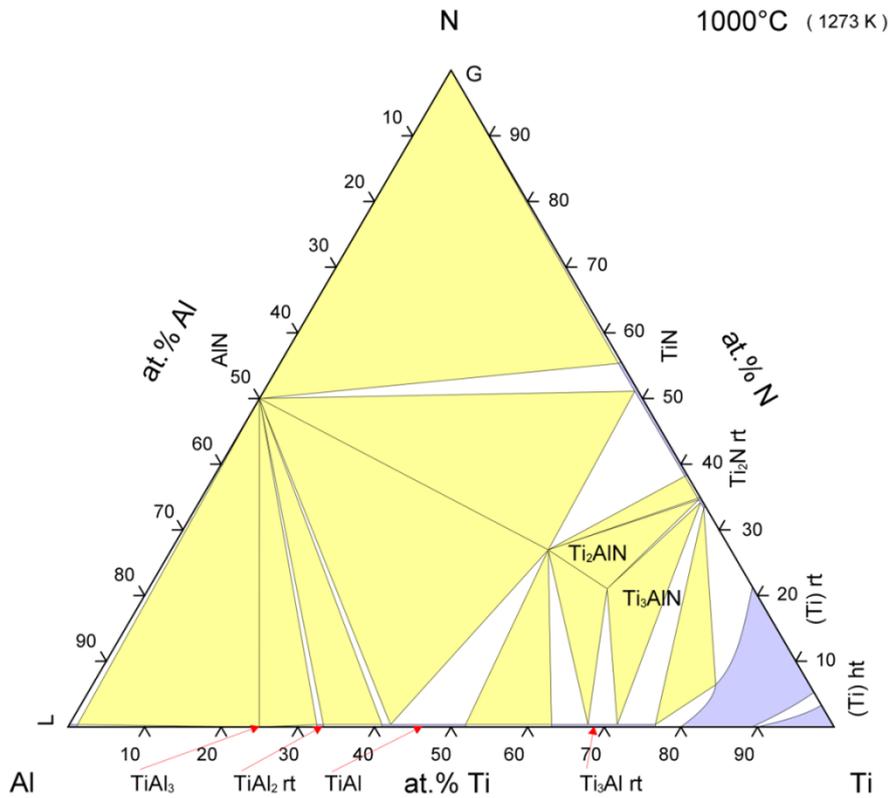


Abbildung 2-11: Isothermer Schnitt des ternären Phasendiagramms Ti-Al-N bei 1000 °C, nach [65].

Im Gleichgewichtsphasendiagramm ist keine $Ti_{1-x}Al_xN$ Phase ($x > 0$) enthalten, da diese Hartstoffverbindung den Gleichgewichtszustand aufgrund großer Diffusionswege nicht erreicht und somit metastabil ist. Ein pseudobinäres Phasendiagramm TiN-AlN wurde von Holleck basierend auf dem Modell der regulären Löslichkeit für die Festphasen und dem Modell einer idealen Löslichkeit der Schmelze berechnet [66], [67]. Abbildung 2-12 zeigt das Diagramm, welches aufgrund des zu niedrig angenommenen Schmelzpunktes von TiN (3290 °C statt 2930 °C) von Perrot und Tomashik modifiziert wurde [68].

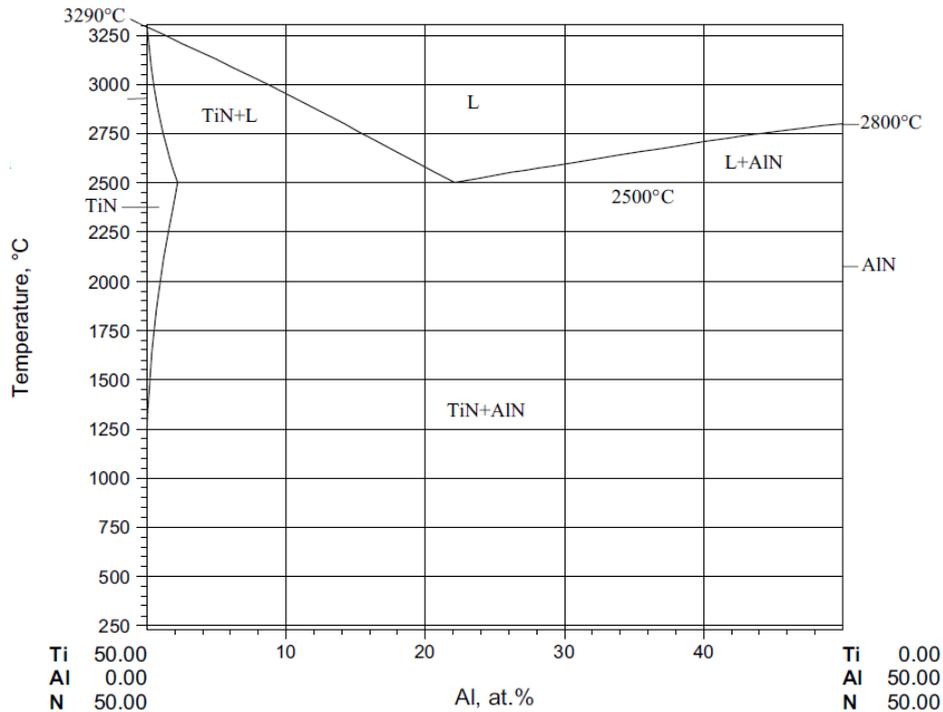


Abbildung 2-12: Berechnetes pseudobinäres Phasendiagramm TiN-AlN [66], [67]. Das Diagramm wurde aufgrund des zu niedrigen Schmelzpunktes für TiN entsprechend modifiziert [68].

Die metastabile Phase $Ti_{1-x}Al_xN$ kristallisiert für einen Al-Stoffmengenanteil zwischen $0 \leq x < 0,7$ in der NaCl-Struktur, basierend auf der TiN_{1-x} Phase [69], [70]. Für einen Al-Stoffmengenanteil zwischen $0,7 < x \leq 1$ kristallisiert $Ti_{1-x}Al_xN$ stattdessen in der Wurtzit-Struktur [71]–[74].

Tabelle 2-7 fasst die wichtigsten Phasen und ihre Gitterparameter im ternären System Ti-Al-N zusammen. Wie zu erkennen ist, nimmt der Gitterparameter der metastabilen $Ti_{1-x}Al_xN$ Phase mit zunehmender Al-Konzentration ab.

Tabelle 2-7: Phasen und Gitterparameter für das ternäre System Ti-Al-N

Phase	Struktur	Typ/ Raumgruppe	Gitterparameter a [nm]	Gitterparameter c [nm]	Referenz
AlN	hexagonal	ZnO/P6 ₃ mc	0,311	0,498	[75]
TiN	kubisch	NaCl/Fm-3m	0,4239	-	[76]
TiAl	tetragonal	CuAu/P4/mmm	0,2829	0,4071	[77]
Ti ₂ AlN	hexagonal	Cr ₂ AlC/ P6 ₃ /mmc	0,2994	1,361	[78]
Ti ₄ AlN ₃	hexagonal	Ti ₄ AlN ₃ / P6 ₃ /mmc	0,2988	2,3372	[64]
Ti ₃ AlN	kubisch	CaTiO ₃ /Pm-3m	0,4112	-	[65]

Ti_{1-x}Al_xN metastabil	kubisch	NaCl/Fm-3m	0,424, x = 0,1	-	[79]
			0,4226, x = 0,2	-	[79]
			0,4206, x = 0,3	-	[73]
			0,4199, x = 0,42	-	[73]
			0,4169, x = 0,5	-	[73]
			0,416, x = 0,7	-	[80]

Eine Übersicht über die wichtigsten Eigenschaften der metastabilen Ti_{0,5}Al_{0,5}N Phase gibt Tabelle 2-8.

Tabelle 2-8: Übersicht über verschiedene Eigenschaften der metastabilen Ti_{0,5}Al_{0,5}N Phase

Härte	≈ 30 GPa [80], [81]
Elastizitätsmodul	650 GPa [82]
Thermischer Ausdehnungskoeffizient (20 °C)	7,5 ppm 1/K [83]

2.3 Abscheidung dünner Schichten

Zur Abscheidung von dünnen Schichten können Verfahren der chemischen Gasphasenabscheidung (*Abk.:* CVD, *englisch:* chemical vapour deposition) und physikalischen Gasphasenabscheidung (*Abk.:* PVD, *englisch:* physical vapour deposition) genutzt werden. Das aus der Gasphase abgeschiedene Material bildet je nach verwendetem Verfahren aufgrund chemischer (CVD-Verfahren) oder physikalischer Prozesse (PVD-Verfahren) eine dünne Schicht auf dem Substrat.

Die Abscheidung der in dieser Arbeit hergestellten Schichten erfolgte mittels der Hochleistungskathodenzerstäubung. Im folgenden Abschnitt werden die Grundlagen zur Schichtabscheidung und zum Schichtwachstum dünner Schichten in Bezug auf das verwendete Verfahren erläutert.

2.3.1 Kathodenzerstäubung

Die Kathodenzerstäubung gehört zu den PVD-Prozessen. Hierbei werden aus einem Festkörpermateriale (Target) mittels energiereicher Ionen überwiegend Atome aus dem Festkörperverbund herausgeschlagen. Das zerstäubte Material bewegt sich im Halbraum vor dem Target auch in Richtung des Substrats, kondensiert auf diesem und bildet eine dünne Schicht.

Die einfachste Variante der Kathodenzerstäubung ist die Gleichstrom-Dioden-Zerstäubung, die in Abbildung 2-13 schematisch dargestellt wird. Hierbei wird an das Target eine negative Gleichspannung angelegt. Das Substrat befindet sich im Abstand einiger Zentimeter auf der Anode. Die beiden Elektroden sind parallel zueinander angeordnet und befinden sich in einem Rezipienten im Hochvakuum, um Verunreinigungen und Kontaminationen durch Fremdatome zu minimieren. In den Rezipienten wird ein Inertgas, meist Argon, eingeleitet

und ein Niederdruckplasma zwischen Target und Substrat gezündet. Die positiv geladenen Ar-Ionen werden in Richtung Kathode beschleunigt und treffen auf die Targetoberfläche. Dort treten, abhängig von ihrer kinetischen Energie, verschiedene Effekte auf. Besitzen die Ionen eine gewisse Mindestenergie, die je nach Target-Material im Bereich von 10 - 30 eV [84] liegt, so werden Atome aus der Kathode herausgeschlagen. Die Energie der Ar-Ionen beträgt, je nach angelegter Spannung und Arbeitsgasdruck, typischerweise zwischen einigen 100 eV bis 1000 eV und liegt somit weit über der Bindungsenergie von Atomen im Festkörperverbund [85].

Das auftreffende Ion überträgt seine kinetische Energie und seinen Impuls auf Atome des Festkörpertargets. Durch Stoßkaskaden werden weitere Kollisionen ausgelöst, bis schließlich Targetatome nahe der Oberfläche einen genügend großen Impuls erhalten, der vom Target weggerichtet ist. Bei genügend hohen Energien der Atome kann somit der Festkörperverbund aufgrund von partieller Impulsumkehr verlassen werden. Die Zerstäubungsausbeute wird durch das Verhältnis der Ionen- und Targetatommasse zueinander, der kinetischen Energie des Ions, des Auftreffwinkels, der Bindungsenergie des Targetatoms, sowie von der Ordnungszahl des Ions und des Targetatoms bestimmt.

Durch den Ionenbeschuss werden neben Targetatomen und $-$ ionen beispielsweise auch Sekundärelektronen ausgelöst. Diese bewegen sich aufgrund des negativ geladenen Targets von der Kathode weg. Besitzen die Sekundärelektronen eine Energie von mehr als 10 eV, können im Plasma Ionisationsprozesse zum Beispiel durch Stöße ausgelöst werden [86], [87]. Somit ionisieren Sekundärelektronen wie auch Elektronen aus dem Plasma weitere Ar-Atome und tragen zur Aufrechterhaltung des Plasmas bei [88]. Zusätzlich ist ein genügend hoher Arbeitsgasdruck und damit verbunden eine hohe Stoßwahrscheinlichkeit, sowie eine ausreichend hohe Beschleunigungsspannung notwendig, um ein stabiles Plasma zu erhalten. Dennoch sollte der Arbeitsgasdruck nicht zu hoch gewählt werden, da sonst die mittlere freie Weglänge der Atome zu klein wird und die Bewegung der Atome zum Substrat behindert wird.

Des Weiteren kann dem Ar-Gas ein Reaktivgas zugegeben werden. Diese Methode wird genutzt um eine Vielzahl an Hartstoffkompositionen auf Basis von Karbiden, Nitriden oder Oxiden abzuscheiden. Die Ionen und Radikale des Reaktivgases reagieren mit den Schichtatomen in der Vakuumkammer und scheiden sich auf der Substratoberfläche ab. Von Nachteil ist allerdings die dabei entstehende „Targetvergiftung“, da die Ionen des Reaktivgases sowohl mit den ausgeschlagenen Targetatomen als auch mit dem Kathodenmaterial eine chemische Reaktion eingehen und dadurch die Zerstäubungsausbeute gesenkt wird. Die Depositionsrate ist eine nicht-lineare Funktion des Reaktivgasflusses und zeigt eine Hysterese [89], [90]. Sie sinkt bei steigendem Reaktivgasangebot und ist dabei vom Pfad des eingestellten Reaktivgasflusses abhängig.

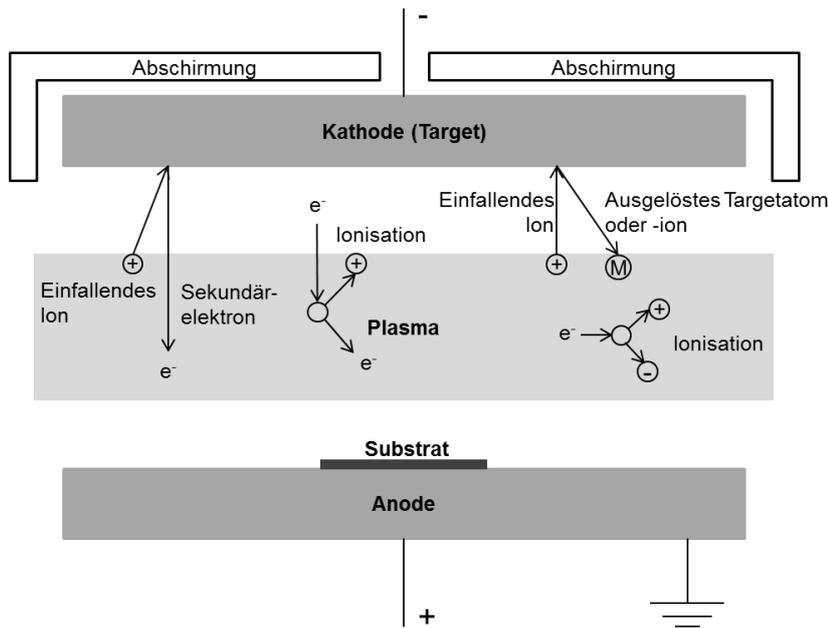


Abbildung 2-13: Schematische Darstellung einiger wichtiger Prozesse der Kathodenzerstäubung im Gleichstrom-Modus, nach [91].

Die hier vorgestellte Gleichstrom-Dioden-Zerstäubung (DC-Modus) erfordert leitende Targetmaterialien. Zum Abscheiden von nicht-leitenden Materialien wird statt eines konstanten elektrischen Feldes ein hochfrequentes Wechselfeld von 13,56 MHz angelegt (RF-Modus). Die Elektronen werden durch das Wechselfeld abwechselnd in beide Richtungen beschleunigt. Aufgrund ihrer hohen Masse können die Ionen dem Wechselfeld bei hohen Frequenzen nicht folgen und es bildet sich eine Potentialdifferenz zwischen Kathode und Plasma sowie zwischen Anode und Plasma aus. Durch die Oszillation der Elektronen im Wechselfeld kommt es vermehrt zu Stoßionisationen der Ar-Atome. Die Ar-Ionen bewegen sich in Richtung Target und lösen dort Targetatome heraus, die anschließend auf dem Substrat kondensieren.

Eine Möglichkeit zur Erhöhung der Zerstäubungsausbeute bietet die Hochleistungskathodenzerstäubung. Hierbei wird hinter der Kathode ein Permanentmagnet platziert. Die Überlagerung aus elektrischen und magnetischen Feld zwingt die geladenen Teilchen im Plasma aufgrund der Lorentzkraft auf Spiralbahnen, sodass die Anzahl an Stoßionisationen zunimmt. Dadurch steigt die Anzahl an Ar-Ionen, welche wiederum eine erhöhte Anzahl an Targetatomen ausschlagen können. Das höhere Ionisationsvermögen führt damit zu höheren Zerstäubungsraten. Zudem kommt es aufgrund der erhöhten Anzahl an herausgeschlagenen Targetatomen zu höheren Beschichtungsraten bei gleichem Prozessgasdruck. Der Prozessgasdruck kann somit bei gleichen Depositionsraten verringert werden, wodurch die Ionen-Sättigungsstromdichte, die Ionen-Energie und die mittlere freie Weglänge erhöht werden.

2.3.2 Schichtwachstum

Aufgrund der vergleichsweise hohen Abscheideraten und der niedrigen Substrattemperatur dominieren bei der Abscheidung dünner Schichten mittels der Kathodenzerstäubung kinetische Prozesse. Damit lassen sich metastabile Schichten abseits des thermodynamischen Gleichgewichts herstellen. Des Weiteren lassen sich die physikalischen und chemischen Randbedingungen über die Einstellung der Prozessparameter modifizieren, sodass gezielt Einfluss auf das Gefüge und damit die Schichteigenschaften genommen werden kann.

Beim Auftreffen der Atome auf der Substratoberfläche erfolgt die Kondensation der Atome in drei Schritten [84]:

- 1) Das ankommende Atom überträgt seine kinetische Energie auf die Substratoberfläche und lagert sich als loses Adatom ab.
- 2) Die Schichtbildung erfolgt diffusionsgesteuert. Durch Energieaustausch mit bereits kondensierten Adatomen nimmt das Atom seinen energetisch günstigsten Platz ein (Adsorption), oder es verlässt die Oberfläche durch Desorption oder Zerstäubungseffekte.
- 3) Diffusion der kondensierten Atome im Schichtvolumen.

Die Diffusionslänge der Atome auf der Substratoberfläche bestimmt, ob ein Gleichgewichtszustand erreicht werden kann. Bei kleinen Diffusionslängen ($\sim 0,5 - 1$ nm) ist die Beweglichkeit der Atome auf der Substratoberfläche niedrig, sodass eine ungeordnete, amorphe Phase entsteht. Bei hohen Diffusionslängen (~ 100 nm) ist die Beweglichkeit hingegen groß genug, um eine geordnete kristalline Phase bilden zu können [92].

Über eine geeignete Wahl der Prozessparameter lassen sich gezielt das Schichtwachstum und das Gefüge der Schicht modifizieren. Beispielsweise beeinflusst die Substrattemperatur die Beweglichkeit der Atome auf dem Substrat. Movchan und Demchishin [93] stellten ein Drei-Zonenmodell zur Gefügestruktur aufgedampfter Schichten als Funktion des Temperaturverhältnisses $T_{\text{Substrat}}/T_{\text{Schmelz}}$ von Substrat- T_{Substrat} zu Schmelztemperatur des Schichtmaterials T_{Schmelz} auf. Die Unterteilung der Gefügestruktur in Zone 1 bis Zone 3 wird weiter unten beschrieben. Bei der Kathodenzerstäubung hingegen wird das Aufwachsen der Schicht von dem Ionen-Bombardement aus der Ar-Gasatmosphäre begleitet, welches einen starken Einfluss auf die Schichtstruktur und -eigenschaften hat [94], [95]. In einem erweiterten Modell von Thornton [96]–[98] für zerstäubte Schichten wird daher zusätzlich die Abhängigkeit der Gefügestruktur vom Ar-Prozessgasdruck betrachtet und das Modell durch eine weitere Zone T erweitert. Im Folgenden wird die Klassifizierung der Mikrostruktur in Zonen und ihre phänomenologische Erklärung beschrieben [96]–[98]:

Zone 1:

In diesem Bereich ist die Oberflächendiffusion der Atome klein und reicht nicht aus um Abschattungseffekte auszugleichen. Infolgedessen bilden sich Kristallite mit kuppelförmigen Enden (dendritische Struktur) und Hohlräume zwischen den Kristalliten in Aufwachsrichtung. Die Schicht ist porös und weist eine geringere Dichte auf als das entsprechende Festkörpermaterial.

Zone T:

Die Oberflächendiffusion in der Übergangszone T ist gegenüber der in Zone 1 erhöht. Dadurch können adsorbierte Atome Abschattungen zum Teil ausgleichen. Folglich weist die abgeschiedene Schicht eine faserförmige, dicht gepackte Gefügestruktur und eine glatte Schichtoberfläche auf.

Zone 2:

In Zone 2 nimmt die Oberflächendiffusion stark zu, sodass stängelförmige Strukturen großer Packungsdichte, sowie Schichtoberflächen geringer Rauheit gebildet werden (Kolumnarstruktur). Mit wachsender Substrattemperatur nimmt der Stängeldurchmesser zu, die Schicht wird dichter und die Haftfestigkeit wächst.

Zone 3:

In diesem Bereich dominiert die Volumendiffusion, sodass eine rekristallisierte Struktur (polykristallines Gefüge) hoher Packungsdichte und glatter Schichtoberfläche entsteht.

Des Weiteren können die Schichteigenschaften durch Beschuss energiereicher Ionen aus dem Ar-Gas über eine negativ angelegte Substratvorspannung (sogenanntes Bias) beeinflusst werden [99]. Daher wird der Prozessparameter Substratvorspannung von Messier et al. in einer weiteren Modifikation des vorgestellten Strukturzonenmodells berücksichtigt [100]. Weiterhin lässt sich bei der Abscheidung von beispielsweise mehrkomponentigen Schichten eine Abscheidung von Komponenten, die über die Konzentration zur Bildung der Stöchiometrie hinausgeht, schwer vermeiden. Barna und Adamik erstellten deswegen ein Konzept für ein reales Strukturzonenmodell, welches den Beitrag der Fremdatomkonzentration (zum Beispiel Kontamination, Dotier- oder Legierungselemente) zur Bildung der Mikrostruktur berücksichtigt [101]. Neue Depositionstechniken, wie beispielsweise das Hochleistungsimpulsmagnetronzerstäubungsverfahren (*engl.*: high power impulse magnetron sputtering, *Abk.*: HIPIMS), erfordern erweiterte Strukturzonenmodelle, die plasmarelevante Beschichtungsparameter berücksichtigen. So wurde von Anders ein Strukturzonenmodell vorgeschlagen, welches anstelle des Prozessgasdrucks die deponierte Energie pro schichtbildendem Teilchen betrachtet [102] und welches in Abbildung 2-14 gezeigt ist.

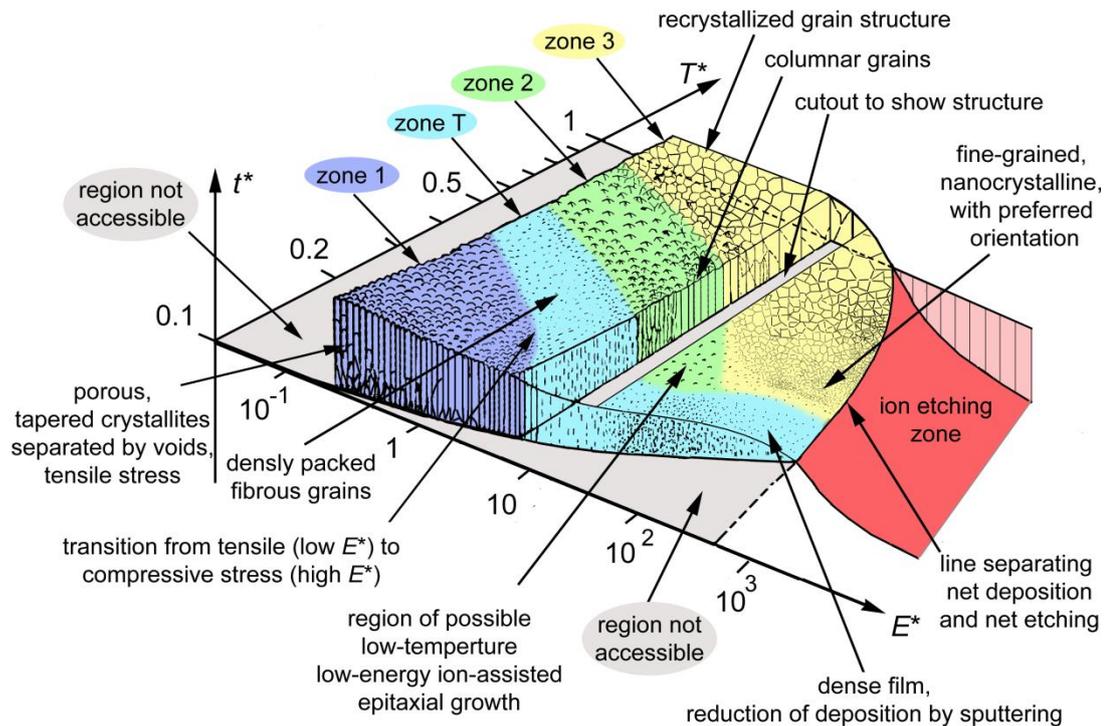


Abbildung 2-14: Das Strukturzonenmodell nach Thornton [96]–[98] unterteilt die Gefügestruktur abgeschiedener Schichten in Abhängigkeit des Temperaturverhältnisses $T^* = T_{\text{Substrat}}/T_{\text{Schmelz}}$ von Substrat- zu Schichttemperatur, sowie in Abhängigkeit des Prozessgasdrucks p . In der hier gezeigten Erweiterung von Anders [102] wird anstelle des Prozessgasdrucks die deponierte Energie E^* pro schichtbildendem Teilchen berücksichtigt.

Die vorgestellten Modelle unterliegen Einschränkungen. Das Strukturzonenmodell von Thornton wurde beispielsweise aufgrund empirischer Beobachtungen anhand von polykristallinen metallischen Schichten aufgestellt und ist daher nur für diese gültig. Dennoch liefern die Modelle ein besseres Verständnis für das Aufwuchsverhalten zerstäubter Schichten und der Beeinflussung ihrer Gefügestruktur über die Prozessparameter.

3 Stand der Forschung

In diesem Kapitel wird der aktuelle Stand der Forschung zu den verwendeten Schichtwerkstoffen hinsichtlich ihres jeweiligen Anwendungspotentials als Schutz- und magnetische Funktionsschicht für Hochfrequenz- und Sensoranwendungen beleuchtet. Darüber hinaus werden mögliche Sensorkonzepte basierend auf magnetostriktiven Dünnschichten zur Detektion mechanischer Größen, sowie Verschleißüberwachungsmethoden am Demonstrationsbeispiel von Werkzeugen für die Zerspanung vorgestellt.

3.1 Schichtwerkstoffe

3.1.1 Hartstoffschichten basierend auf dem Schichtsystem TiN

Übergangsmetallnitride zählen zu den refraktären Metallverbindungen und sind bekannt für ihre exzellenten mechanischen und chemischen Eigenschaften. Sie weisen hohe Härten (20 - 35 GPa), hohe Schmelztemperaturen (meistens über 3000 °C), gute Verschleißfestigkeit, hohe thermochemische Stabilität und kleine spezifische Widerstände auf [103], [104]. Ihre Atombindungen bilden eine Mischung aus ionischer, kovalenter und metallischer Bindung, wobei bei TiN der metallische Bindungsanteil überwiegt [67].

TiN als bekanntester Vertreter der Übergangsmetallnitride [53] besitzt eine hohe Härte [105], [106], eine hohe Verschleißfestigkeit [107], [108], gute chemische Stabilität [107], [108], einen hohen Schmelzpunkt, gute Korrosionsbeständigkeit [109], thermische Stabilität [41], [110] und hohe Schubfestigkeit.

Aufgrund der genannten positiven Eigenschaften werden TiN-Schichten in einem weiten Anwendungsbereich als Hartstoff- und Verschleißschutzschichten für Schneidwerkzeuge und hochbelastete Maschinenteile [111]–[116], als Diffusionsbarrieren in der Halbleitertechnologie [117], [118], sowie als optische [119] und dekorative Beschichtungen [120], [121] eingesetzt. Neuerdings wird TiN auch als Verschleißschutzschicht für Al-Legierungen in der Luft und Raumfahrt [122] sowie für biomedizinische Anwendungen und Implantate zur Verbesserung des Verschleißschutzes in Betracht gezogen [123], [124].

Die Herstellung von TiN Schutzschichten erfolgt typischerweise mittels CVD- und PVD-Prozessen wie gepulster Laserstrahldeposition (*Abk.:* PLD, *engl.:* pulsed laser deposition), Lichtbogenverdampfen, Ionenplattieren, Elektronenstrahlverdampfen und der Hochleistungskathodenzerstäubung [80], [107], [125]–[131]. CVD Beschichtungsprozesse sind in der industriellen Anwendung etabliert, benötigen aber hohe Reaktionstemperaturen (typischerweise 600 °C – 1000 °C). Dagegen erfolgt die Schichtabscheidung beim PLD Prozess bei niedrigeren Temperaturen. Allerdings ist bei diesem Prozess die Stabilisierung der Depositionsraten schwieriger [132]. Das Lichtbogenverdampfen bietet viele Vorteile, wie beispielsweise einen hohen Ionisationsgrad des Targetmaterialdampfes und hohe

Abscheideraten [133]. Nachteilig ist hingegen die Entstehung von Makropartikeln auf der Schicht [131]. Die Herstellung von Legierungen mittels Ionenplattieren erfordert das richtige Verhältnis der Komponenten zueinander, um die Stöchiometrie in der Schicht beizubehalten [134], [135]. Die Hochleistungskathodenzerstäubung ermöglicht die Kontrolle der Mikrostruktur der Schicht über die Wahl der Prozessparameter und somit das Abscheiden von vielfältigen Schichtsystemen mit gezielten Eigenschaften. Sie ist eine häufig verwendete Methode zur Herstellung von TiN Schichten [136]. Geringe kinetische Ionenenergien der einfallenden Ionen (≤ 20 eV) bei gleichzeitig hohem Ionen-zu-Metallflussverhältnis ($\geq 5,2$) während des Schichtwachstums führen zu einer dichten Gefügestruktur, hohen Korndurchmessern und geringen Eigenspannungen [137]. Das Hochleistungsimpuls-magnetronzerstäubungsverfahren verwendet hohe Targetleistungsdichten (~ 1 kWcm⁻²) in kurzen Pulsen (< 200 μ s) [138]. Merkmale dieser Methode sind der hohe Ionisationsgrad des zerstäubten Targetmaterials und die hohe Plasmadichte, die einen Metallionenanteil von bis zu 90 % im Fall von Tiⁿ⁺ (n = 1, 2) enthalten kann [139]. Das HIPIMS-Verfahren ermöglicht prinzipiell aufgrund des hohen Ionisationsgrads des zerstäubten Targetmaterials die Abscheidung von Schichten mit einer dichteren Gefügestruktur, verbesserter Adhäsion und verbesserten mechanischen Eigenschaften im Vergleich zu Schichten, die mit der klassischen Gleichstrom-Hochleistungskathodenzerstäubung hergestellt werden [139].

Die Anwendung von TiN als Verschleißschutzschicht ist auf Temperaturen bis 500 °C begrenzt, da TiN bereits ab 600 °C an Luft zu oxidieren anfängt [59]. (Ti,Al)N hingegen ist bis 800 °C oxidationsbeständig [59]. Die bessere Oxidationsbeständigkeit von (Ti,Al)N beruht auf der Ausbildung einer dichten Al₂O₃ Decklage, wodurch die Sauerstoffdiffusion in die Schicht reduziert wird [59]. Die Härte von (Ti_{1-x}Al_x)N variiert mit dem Al-Anteil und besitzt ihren Maximalwert $H = 31,4$ GPa bei $x = 0,6$ [80], [81]. Somit liefert die höhere Härte von (Ti_{0,4}Al_{0,6})N gegenüber TiN mit 18 - 20 GPa [53] einen weiteren Vorteil. Außerdem besitzt (Ti,Al)N mit $\kappa(\text{Ti}_{0,46}\text{Al}_{0,54}\text{N}) = 3,8$ Wm⁻¹K⁻¹ [140] eine kleinere Wärmeleitfähigkeit bei Raumtemperatur als TiN mit $\kappa(\text{TiN}) = 29$ Wm⁻¹K⁻¹ [141], wodurch das Substrat besser vor hohen Temperaturen bei der Prozessführung geschützt ist [142]. Als Folge dessen sind höhere Schnittgeschwindigkeiten mit (Ti,Al)N-Schichten möglich [143]. Allerdings sind bei Anwendungen mit kleinen Temperaturen die Leistungsfähigkeiten von TiN-Schutzschichten besser als die von (Ti,Al)N-Beschichtungen [144].

Eine Verbesserung der mechanischen Eigenschaften von metastabilen (Ti,Al)N Schichten kann durch die Verwendung des HIPIMS-Verfahrens erreicht werden. Greczynski et al. schieden Ti_{1-x}Al_xN Schichten mittels eines Hybrid-Depositionsprozesses, bestehend aus reaktiver Hochleistungsimpuls- und Gleichstrom-Hochleistungskathodenzerstäubung, von einem Al- (HIPIMS) und Ti-Target (DC-Hochleistungskathodenzerstäubung) und gepulster Substratvorspannung von -60 V bei einer Substrattemperatur von 500 °C ab [145]. Die metastabilen Schichten mit $0,55 \leq x \leq 0,60$ in der NaCl Struktur wiesen eine hohe Härte von 30 GPa sowie einen hohen Elastizitätsmodul von 408 GPa bei gleichzeitig geringen tensilen Eigenspannungen von 0,2 - 0,7 GPa auf. Die Autoren untersuchten weiterhin den Impulseinfluss der einfallenden Metallionen auf die Schichtoberfläche, indem sie die gepulste Substratvorspannung variierten [146]. Die Härte der Ti_{0,38}Al_{0,62}N Schichten nahm von 13,7 GPa auf 31,5 GPa und der Elastizitätsmodul von 322 GPa auf 420 GPa mit steigender negativer Substratvorspannung von -20 V auf -160 V bei gleichzeitig geringen kompressiven Eigenspannungen von -0,3 GPa bei -160 V beziehungsweise von -1,2 GPa

bei - 200 V zu. Die verbesserten mechanischen Eigenschaften erklären die Autoren mit dem höheren Impulsübertrag der Al-Ionen, welcher zu einer Kornverfeinerung führte.

Eine weitere Möglichkeit, die mechanischen Eigenschaften (z. B. Härte) oder Schutzeigenschaften (z. B. Oxidationsbeständigkeit) von TiN und (Ti,Al)N Schichten zu verbessern, besteht in der Entwicklung einphasiger kubischer ternärer Ti-X-N oder quaternärer Ti-Al-X-N Materialsysteme unter Verwendung von Übergangsmetallen wie beispielsweise $X = \text{Hf, Nb, Ta, Y, Zr}$ [147]–[153]. Die Bildung eines Substitutionsmischkristalls, bei dem die Ti-Atome durch die Metallatome substituiert werden, kann beispielsweise die Härte aufgrund von Mischkristallverfestigungsmechanismen positiv beeinflussen.

Zudem bietet die Kombination verschiedener Materialien unterschiedlicher Eigenschaften in Viellagenschichtsystemen zusätzliche Vorteile bei der Entwicklung neuartiger Hartstoffschichten. Beispielsweise lässt sich die Abscheidung der Materialien unabhängig voneinander kontrollieren, sodass zielgerichtet Schichtstrukturen im Nanometerbereich eingestellt werden können. Auch die hohe Anzahl an Lagengrenzflächen kann die Eigenschaften des Viellagenverbundes positiv beeinflussen. Die möglichen Materialkombinationen basierend auf dem metallischen Hartstoff TiN lassen sich in sechs Kategorien einteilen, die sich aus dem funktionalen und strukturellen Aufbau der Viellagenschicht ergibt [131]:

- 1) Metall/TiN
- 2) TiN/hdp metallischer Hartstoff
- 3) TiN/kfz metallischer Hartstoff
- 4) TiN/kovalenter Hartstoff
- 5) zwei metallische Hartstoffe/kovalenter Hartstoff
- 6) TiN/ionischer Hartstoff

Im Fall 1) werden die Zähigkeit des Metalls und die Härte von TiN im Viellagenverbund miteinander kombiniert. Ein Beispiel für diese Materialkombination ist das System Ti/TiN. In [154] wird berichtet, dass mit einer Erhöhung der Ti-Einzellagendicke zwar die Verformbarkeit des Viellagenverbundes gesteigert werden kann, die Härte und der Elastizitätsmodul allerdings abnehmen. Durch eine Abnahme der Ti-Einzellagendicke kann der Reibwert der Schicht gesenkt werden [154]. Eine Möglichkeit die Härte und den Elastizitätsmodul des Ti/TiN Viellagenverbundes zu steigern ist die Abscheidung unter hohem Druck [155]. Des Weiteren zeigten Wiklund et al. [156], dass Ti/TiN Viellagenschichten eine fast dreimal so hohe Beständigkeit gegen Rissbildung aufweisen wie TiN Schichten. Krella [157] untersuchte die Kavitationserosionsbeständigkeit von Stahlsubstraten, die durch eine Ti/TiN Viellagenbeschichtung gesteigert werden kann. Für den in dieser Arbeit verwendeten Viellagenverbund Fe-Co-Hf-N/TiN ist gemäß dem Materialkonzept Metall/TiN eine Zähigkeitssteigerung gegenüber TiN aufgrund der metallischen Zwischenlagen bei gleichzeitig hohen Härten im Bereich von TiN Einlagenschichten zu erwarten.

Fall 2) repräsentiert die Kombination des metallischen Hartstoffes TiN in der kfz-Struktur mit einem metallischen Hartstoff in der hdp-Struktur. Aufgrund der unterschiedlichen Kristallstrukturen kann ein Material an der Grenzfläche eine epitaktisch stabilisierte Nichtgleichgewichtsphase ausbilden, wobei das andere Material die Struktur vorgibt. So kann beispielsweise die metastabile kubische AlN-Phase in dünnen AlN-Lagen (< 3 nm) von

AlN/TiN Viellagenschichten stabilisiert werden, was in einer Steigerung der Härte resultiert [158], [159]. In kfz-TiN/hdp-AlSiN Viellagenschichten mit einer Doppellagendicke von 8 nm wird durch die Stabilisierung einer kubischen AlN-Phase an der Grenzfläche beider Materialien eine Härte von 52,5 GPa erreicht [160].

Der Ansatz 3) basiert auf dem Konzept von Holleck [161], zwei Hartstoffe mit verschiedenen funktionalen Eigenschaften miteinander zu kombinieren. Ananthakumar et al. berichteten von TiN/TiAlN Viellagenschichten, die einen kleineren Reibwert, eine kleinere Verschleißrate und eine bessere Korrosionsbeständigkeit als die jeweiligen Einlagenschichten aufweisen [162]. Auch die von Zheng et al. untersuchten TiN/TiCN Viellagenschichten zeigen eine exzellente Verschleiß- und Korrosionsbeständigkeit [163] sowie verbesserte Reibwerte [164]. Mit der Kombination TiN/ZrC konnten Härtewerte von 38 GPa erreicht werden [165].

Die Kombination eines kfz Hartstoffes mit einem kovalenten Hartstoff in 4) bietet die Möglichkeit der Bildung von Nichtgleichgewichtsphasen mittels der epitaktischen Stabilisierung in sehr dünnen Lagen in Nanoviellagenschichten. Dieser Effekt lässt sich auch in sonst amorphen Schichten beobachten, die aufgrund der epitaktischen Stabilisierung an der Grenzfläche zu TiN kristallisieren. Kong et al. berichteten von TiN/SiC Viellagenschichten mit einer Härte von 60,6 GPa, die die Autoren mit der Bildung einer epitaktisch gewachsenen kristallinen SiC Struktur begründen [166].

In Fall 5) besteht der Viellagenaufbau aus zwei metallischen und einem kovalenten Hartstoff. Der kovalente Hartstoff wird durch den Viellagenverbund mit dem Substrat verbunden, sodass sich keine Adhäsionsprobleme wie bei einlagigen kovalenten Hartstoffen ergeben [131]. Insbesondere erleichtert dieser Viellagenaufbau die Beschichtung von Bauteilen mit komplexen Geometrien in industriellen Beschichtungsanlagen, da die dünne amorphe Zwischenlage aus kovalenten Hartstoff ein homogenes Schichtwachstum ermöglicht [131].

Die Spitze des Schneidwerkzeuges erreicht bei der Trocken- und der Hochgeschwindigkeitszerspanung hohe Temperaturen von bis zu 1000 °C. Zur Verbesserung der Oxidationsbeständigkeit der Beschichtung bei hohen Temperaturen wird deswegen TiN mit einer Oxidschicht im Viellagenverbund kombiniert (Fall 6)). In superharten TiN/SiO₂ [167], TiN/Al₂O₃ [168] und TiN/AlON [169] Viellagenschichten konnten Härtewerte von jeweils 44,5 GPa, 37,9 GPa und 40,5 GPa aufgrund des epitaktischen Wachstums kristalliner SiO₂-, Al₂O₃- beziehungsweise AlON-Lagen auf den TiN-Lagen erzielt werden.

3.1.2 Weichmagnetische, magnetostruktive Dünnschichten für Hochfrequenz- und Sensoranwendungen

Weichmagnetische Dünnschichten für Hochfrequenzanwendungen

Weichmagnetische Materialien werden häufig als magnetische Kerne in Induktoren, Transformatoren und Sensoren für Hochfrequenzanwendungen eingesetzt. Die typischen Arbeitsfrequenzen von beispielsweise drahtlosen Kommunikationstechnologien liegen oberhalb von 1 GHz, weshalb die Verwendung von weichmagnetischen Materialien mit einer hohen Sättigungspolarisation und Resonanzfrequenzen im GHz Bereich erforderlich ist.

Die Koerzitivfeldstärke hängt, wie in Abschnitt 2.1.3.2 beschrieben, stark von der magnetokristallinen Anisotropie K_1 ab. Daher ist eine kleine magnetokristalline Anisotropie

zum Erlangen von weichmagnetischen Eigenschaften nötig, was von amorphen und nanokristallinen Materialien erfüllt wird. Ein weiterer Vorteil amorpher Metalle ist ihr höherer spezifischer Widerstand, der zur Reduzierung von Wirbelstromverlusten beiträgt. Aus diesen Gründen sind amorphe und nanokristalline weichmagnetische Materialien besonders für Anwendungen im GHz Bereich geeignet.

Abbildung 3-1 gibt eine Übersicht über die Einteilung weichmagnetischer Werkstoffe nach ihrer jeweiligen Koerzitivfeldstärke und Sättigungspolarisation.

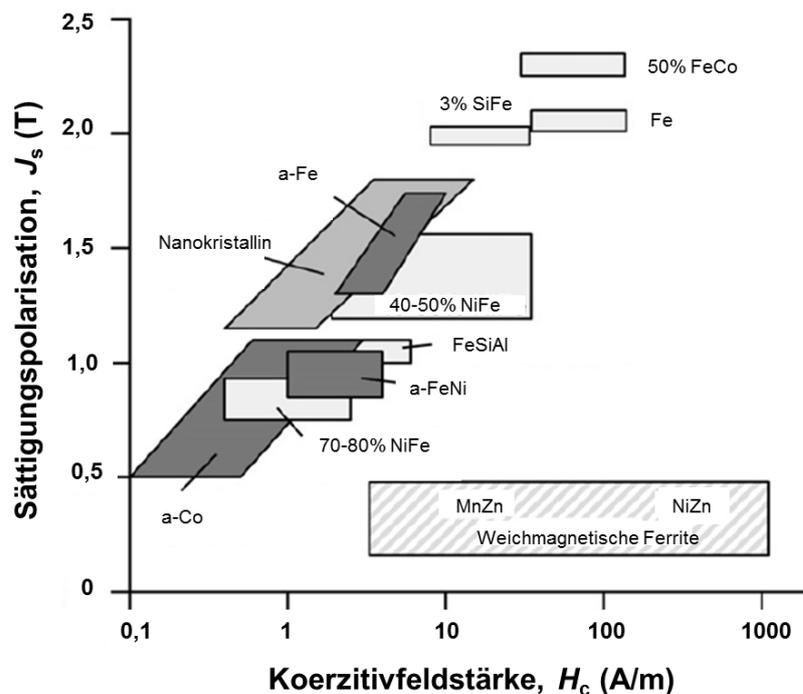


Abbildung 3-1: Übersicht über weichmagnetische Werkstoffe eingeteilt nach Koerzitivfeldstärke und Sättigungspolarisation, nach [16].

Fe und Fe-Si Legierungen werden hauptsächlich als Transformatorkerne für die Erzeugung elektrischer Energie in Motoren verwendet. Aufgrund ihrer hohen Wirbelstromverluste sind sie jedoch nicht für Hochfrequenzanwendungen geeignet. Weichmagnetische Ferrite basierend auf MnZn (Arbeitsfrequenz = 1 - 1000 kHz) oder NiZn (Arbeitsfrequenz = 1 - 1000 MHz) werden typischerweise für Hochfrequenzanwendungen eingesetzt [170]. Aufgrund ihrer geringen Sättigungspolarisation sind sie für Anwendungen im GHz Bereich jedoch ungeeignet. Daneben existiert eine weitere wichtige Gruppe bestehend aus weichmagnetischen FeCo und NiFe Legierungen. Letztere zeichnen sich durch eine hohe Permeabilität und niedrige Koerzitivität aus. FeCo Legierungen besitzen hingegen die höchste Sättigungspolarisation verglichen mit anderen weichmagnetischen Werkstoffen und sind deshalb besonders für Hochfrequenzanwendungen geeignet. Aufgrund der vergleichsweise hohen magnetokristallinen Anisotropie $K_1 = -15 \text{ kJ/m}^3$ [36] besitzt FeCo jedoch ein hohes Koerzitivfeld H_c , welches für mittels Kathodenzerstäubung hergestellte Dünnschichten im Bereich von 8 kA/m - 16 kA/m liegt [171]. Zur Verbesserung der Hochfrequenzeigenschaften von magnetischen Dünnschichten basierend auf FeCo liegen die Forschungsschwerpunkte in der Literatur auf der Reduzierung der effektiven Anisotropie $\langle K \rangle$ und der Koerzitivfeldstärke, sowie auf der Erhöhung des spezifischen elektrischen

Widerstands und auf der Verstärkung der uniaxialen Anisotropie. Zum Erreichen dieser optimierten Eigenschaften werden verschiedene Ansätze wie die Hinzugabe von nicht-magnetischen Elementen, das Einfügen einer nicht-magnetischen Zwischenschicht, magnetische/nicht-magnetische Viellagenschichten und die Herstellung von Schichten mit optimierter uniaxialer Anisotropie in der Literatur beschrieben.

Durch das Hinzufügen von nicht-magnetischen Elementen wie beispielsweise N [172], [173], Hf, Nb, Mo, oder Zr wird eine Amorphisierung der FeCo Phase erreicht [170]. Auch Stoffsysteme basierend auf Nitriden und Oxiden werden genutzt, um die amorphe FeCo Phase zu stabilisieren und den elektrischen Widerstand der Schicht zu erhöhen. Im Folgenden wird der Einfluss von nitridischen und oxidischen Stoffsystemen auf die weichmagnetischen und Hochfrequenzeigenschaften von FeCo diskutiert.

In FeCoN Schichten konnte der FeCo-Korndurchmesser durch die Zugabe von Stickstoff im Vergleich zu FeCo verkleinert und dadurch die magnetokristalline Anisotropie auf $K_1 = 2,8 \text{ kJ/m}^3$ gesenkt und die Koerzitivfeldstärke auf $H_c = 240 \text{ A/m}$ reduziert werden. Dies ermöglichte die Einprägung eines hohen uniaxialen Anisotropiefeldes von $H_u = 3 \text{ kA/m}$, was in Kombination mit einer hohen Sättigungspolarisation von $J_s = 1,83 \text{ T}$ in einer hohen Resonanzfrequenz $f_r = 2,4 \text{ GHz}$ resultierte [173]. Zudem wurde ein hoher spezifischer Widerstand $\rho = 152 \text{ } \mu\Omega\text{cm}$ erzielt. J. Li et al. [174] beobachteten die Bildung von Streifendomänen bei steigendem N-Gehalt aufgrund von zunehmenden Druckeigenstressungen in der Schicht. Die Streifendomänen führten zu mehreren Maxima im Frequenzspektrum und zum Zusammenbrechen des weichmagnetischen Verhaltens. Daneben kann ein hoher Stickstoffgehalt die Bildung einer FeN-Phase begünstigen. Um dies zu unterbinden, kann neben Stickstoff auch Hafnium hinzugefügt werden, sodass dieser durch das Hafnium gebunden wird. Die entstehende amorphe HfN Phase behindert das Wachstum der nanokristallinen FeCo-Körner. Aufgrund der hohen Sättigungspolarisation und weichmagnetischen Eigenschaften ist FeCoHfN für Hochfrequenzanwendungen von großem Interesse [27], [175], [176]. Seemann et al. [27] erzielten in $\text{Fe}_{36}\text{Co}_{44}\text{Hf}_9\text{N}_{11}$ Schichten FeCo Korngrößen unter 10 nm, was in einem niedrigen Koerzitivfeld von $H_c = 159 \text{ A/m}$ resultierte. Außerdem konnte durch die Unterdrückung der magnetokristallinen Anisotropie ein hohes uniaxiales Anisotropiefeld von $H_u = 3,6 \text{ kA/m}$ induziert werden, das in Kombination mit einer hohen Sättigungspolarisation $J_s = 1,4 \text{ T}$ zu einer hohen Resonanzfrequenz $f_r = 2,4 \text{ GHz}$ führte.

Die Nitridbildung von FeCo-Schichten erhöht zwar den spezifischen Widerstand, dennoch ist der Widerstand nicht ausreichend groß, um Wirbelstromverluste bei hohen Frequenzen zu minimieren [177]. Feinkörnige Metall-Isolator Schichten, in denen die magnetischen Nanokörner von einer elektrisch isolierenden oxidischen Phase umgeben sind, steigern den spezifischen Widerstand um ein Vielfaches. Zur Erhöhung des spezifischen Widerstandes werden deshalb beispielsweise FeCo-TiO₂-, FeCo-SiO₂-, FeCo-ZnO- und FeCo-HfO-Schichten verwendet, mit denen sich spezifische Schichtwiderstände von $\rho_{\text{FeCo-TiO}_2} = 360 \text{ } \mu\Omega\text{cm}$ [178], $\rho_{\text{FeCo-SiO}_2} = 1,6 \text{ m}\Omega\text{cm}$ [179], $\rho_{\text{FeCo-SiO}_2} = 13,4 \text{ m}\Omega\text{cm}$ [180], $\rho_{\text{FeCo-ZnO}} = 2,1 \text{ m}\Omega\text{cm}$ [177] und $\rho_{\text{FeCo-HfO}} = 3,6 \text{ m}\Omega\text{cm}$ [181] erzielen lassen. Allerdings führt die Erhöhung des elektrischen Widerstands zu einer Reduktion der Sättigungspolarisation, da eine hohe Magnetisierung und ein hoher elektrischer Widerstand nicht gleichzeitig erreicht werden können [182]. Des Weiteren führt das Einbringen eines Isolators in ein metallisches, magnetisches Material aufgrund des starken Demagnetisierungseffekts zu

einer Degradation der weichmagnetischen Eigenschaften, weswegen solche nur in einem engen Bereich des magnetischen Volumenanteils erzielt werden können [183].

Ein weiterer Ansatz zur Verbesserung der weichmagnetischen Eigenschaften von FeCo besteht in dem Einfügen einer weiteren Schicht zwischen Substrat und magnetischer Schicht. Y. P. Wu et al. untersuchten Co/FeCo-Schichten mit einer magnetischen Co-Zwischenschicht [171]. Diese diente zum einen der Reduzierung der FeCo Korngröße und der Schichteigenspannungen, zum anderen der Aufrechterhaltung der hohen Sättigungspolarisation des magnetischen Materials. Weiterhin wurde festgestellt, dass aufgrund der Co-Zwischenschicht ein säulenförmiges Wachstum der FeCo-Körner sowie eine Änderung der bevorzugten Orientierungsrichtung von FeCo von (100) zu (110) induziert werden. Gleichzeitig wurden verbesserte Hochfrequenzeigenschaften im Vergleich zu FeCo ohne Zwischenschicht beobachtet, die die Autoren mit der Änderung der Mikrostruktur begründen. Auch in Ru/FeCoB-Schichten mit einer Ru-Zwischenschicht wurde eine Modifizierung der FeCo-Textur sowie eine Reduzierung der Koerzitivfeldstärke beobachtet [184].

Anstelle einer Zwischenschicht lässt sich auch mittels eines Viellagenaufbaus Einfluss auf die Korngröße magnetischer Schichten nehmen. Über eine gezielte Einstellung der Einzellagendicken lässt sich das Kornwachstum begrenzen und Einfluss auf den elektrischen Schichtwiderstand und die uniaxiale Anisotropie nehmen. Um eine ausreichende Signalstärke in Hochfrequenzanwendungen zu erreichen, ist ein großer magnetischer Volumenanteil wünschenswert. Dicke magnetische Einlagenschichten begünstigen jedoch Wirbelstromverluste und sind daher für die Anwendung im GHz Bereich nicht geeignet. Mittels Viellagenschichten aus ferromagnetischen und nichtmagnetischen Materialien ist es allerdings möglich, einen hohen Volumenanteil magnetischen Materials bei gleichzeitiger Minimierung der Wirbelstromverluste aufgrund vieler dünner magnetischer Einzellagen zu erreichen. Der Viellagenaufbau besteht üblicherweise aus einem ferromagnetischen Material (FM), welches durch nichtmagnetische metallische (NMM) oder isolierende (NMI) Lagen separiert wird, um den spezifischen elektrischen Widerstand zu erhöhen und die Koerzitivfeldstärke zu reduzieren. In FM/NMM (Fe,Co)/Al Viellagenschichten konnte eine uniaxiale Anisotropie über die ferromagnetische Kopplung zwischen den Co und Fe Lagen induziert werden [185], während im Magnetfeld abgeschiedene FeCoZr/Cu Viellagenschichten eine Erhöhung der uniaxialen Anisotropie mit sinkender Cu Lagendicke zeigen [186]. Auch FM/NMI Viellagenschichten, wie beispielsweise CoFeB/MgO [187] und FeCoSi/natürliches Oxid [188], zeigen eine Abhängigkeit der uniaxialen Anisotropie von der metallischen Lagendicke, da unterschiedliche Oberflächenspannungen der metallischen und isolierenden Körner zu Änderungen in der Mikrostruktur und damit zu veränderten magnetischen Eigenschaften führen können [187]. Die weichmagnetischen Eigenschaften werden von der Lagenanzahl beeinflusst [187]. In FeCo-O/SiO₂ Viellagenschichten konnte aufgrund der Substratrotation bei der Schichtherstellung und die dadurch erzeugte Vorzugsrichtung der kristallinen FeCo-O-Körner eine uniaxiale Anisotropie eingepägt werden [189]. Die Korngröße und uniaxiale Anisotropie ließen sich in Abhängigkeit der SiO₂ Lagendicke variieren.

Über den Schichtaufbau und die Materialauswahl lassen sich mittels Viellagenschichten Einfluss auf die Mikrostruktur und auf die magnetischen Eigenschaften nehmen. Allerdings ist die Dämpfung der ferromagnetischen Resonanz in Viellagensystemen höher als in

magnetischen Einlagenschichten mit vergleichbarer Dicke. Bei FM/NMI Viellagenschichten bedingen Defekte und heterogene Grenzflächen eine höhere Dämpfung [190]. In FM/NMM Viellagenschichten ermöglichen die elektrisch leitfähigen Materialien den Transfer von Spins über Lagengrenzen hinweg, sodass eine zusätzliche Relaxation der intrinsischen Dämpfung auftritt [191], [192]. Überdies führt auch eine höhere Lagenrauheit an den Grenzflächen zu einer höheren Dämpfung [187], sodass der Resonanzpeak insgesamt verbreitert wird.

Die bisher aufgeführten Arbeiten zeigen, dass es in FeCo basierten Legierungen aufgrund des relativ kleinen uniaxialen Anisotropiefeldes von unter 5 kA/m schwierig ist, Resonanzfrequenzen über 3 GHz zu erzielen. Daher werden verschiedene Möglichkeiten in der Literatur diskutiert, mittels derer die uniaxiale Anisotropie verstärkt werden kann. Ein vielversprechender Ansatz ist die Schichtabscheidung unter einem Vorhaltewinkel, bei dem der Teilchenfluss nicht senkrecht auf das Substrat gerichtet ist. N. N. Phuoc et al. untersuchten FeCoHf Dünnschichten, die mittels Kathodenzerstäubung unter verschiedenen Vorhaltewinkeln im Magnetfeld hergestellt wurden [193]. Das uniaxiale Anisotropiefeld nahm mit steigendem Winkel auf bis zu $H_u = 5,6$ kA/m zu, was zu einer erhöhten Resonanzfrequenz von $f_r = 3,8$ GHz führte. Das Auftreten der hohen uniaxialen Anisotropie mit steigendem Vorhaltewinkel wird durch den Eigen-Schatten Effekt erklärt. Dieser führt zu einer schräg ausgerichteten säulenförmigen Struktur der Körner, welche zur Induzierung der magnetokristallinen Anisotropie beitragen, sowie zu teilweise vergrößerten Körnern, die eine Formanisotropie hervorrufen [194], [195]. Darüber hinaus lassen sich FeCoHf Schichten mittels des Gradientenzerstäubens herstellen, um eine verstärkte uniaxiale Anisotropie zu erreichen. Bei diesem Verfahren wird in der Schicht ein Hf-Zusammensetzungsgradient erzeugt. Die größeren Hf Atome ersetzen die kleineren Fe und Co Atome, was zu Verspannungen im FeCo Gitter führt. Diese Spannungen entlang des Gradienten erzeugen wiederum im magnetostriktiven Material eine uniaxiale magnetoelastische Anisotropie. FeCoHf-Schichten mit Hf-Gradient wurden von S. Li et al. im Magnetfeld entlang des Gradienten wärmebehandelt, um zusätzlich eine Umorientierung der Atome zu ermöglichen [196]. Mit diesem Verfahren ließ sich eine uniaxiale Anisotropie von $H_u = 43,5$ kA/m sowie eine Resonanzfrequenz von $f_r = 7,2$ GHz erzielen. Auch FeCoHfN Schichten lassen sich zur Erzeugung hoher uniaxialer Anisotropien mit demselben Verfahren herstellen. C. L. Kuo et al. erzielten mittels der Gradientenzerstäubung eine spannungsinduzierte uniaxiale Anisotropie von $H_u = 11$ kA/m und eine Resonanzfrequenz über 3 GHz in FeCoHfN Schichten [197]. N. N. Phuoc et al. erweiterten dieses Verfahren, indem sie den Hf-Gradienten über einen Schrägeinfall der Targetatome erzeugten [176]. Dadurch überlagert sich die durch den Hf-Gradienten erzeugte spannungsinduzierte Anisotropie mit der kristallinen Anisotropie verursacht durch die säulenförmigen Strukturen, welche durch den Schrägeinfall entstehen. Mit diesem Verfahren ist es gelungen, eine uniaxiale Anisotropie von $H_u = 16$ kA/m und eine Resonanzfrequenz von $f_r = 6,4$ GHz in FeCoHfN Schichten zu erzielen [176].

Eine weitere vielversprechende Möglichkeit zur Erzeugung hoher uniaxialer Anisotropiefelder bietet die Strukturierung von magnetischen Schichten. In FeCo Schichten wurden beispielsweise mittels Laserätzens Streifenstrukturen eingebracht, die eine hohe uniaxiale Anisotropie von $H_u = 56$ kA/m und eine Resonanzfrequenz von $f_r = 8,2$ GHz ermöglichten [198].

Durch hohe Anisotropiefelder lässt sich zwar die Resonanzfrequenz in einen höheren Frequenzbereich verschieben, gleichzeitig nimmt jedoch die Anfangspermeabilität mit zunehmendem Anisotropiefeld ab, sodass für die jeweilige Anwendung ein Kompromiss aus hoher Anfangspermeabilität bei gleichzeitig hoher Resonanzfrequenz gefunden werden muss.

Magnetostruktive Dünnschichten für Sensoranwendungen

Magnetische Materialien mit großer Magnetostruktion werden als magnetostruktive Materialien bezeichnet. Magnetostruktive Dünnschichten werden aufgrund der Abhängigkeit ihrer Magnetisierung von äußeren mechanischen Spannungen in vielen Sensoranwendungen beispielsweise für Dehnungs- und Drehmomentmessungen eingesetzt. Dabei spielt neben einer hohen Resonanzfrequenz und Permeabilität vor allem die Orientierung der Anisotropie eine entscheidende Rolle, da der maximale magnetoelastische Effekt durch eine Drehung der magnetischen Momente um 90° erreicht wird. Aus diesem Grund sollte das Material eine definierte leichte Achse in der Filmebene aufweisen, welche senkrecht zum anregenden Signal (z. B. Dehnung, statisches oder dynamisches Magnetfeld) orientiert ist. Die gewünschte Anisotropie lässt sich durch eine Schichtabscheidung im Magnetfeld, eine Wärmenachbehandlung im Magnetfeld, oder durch zusätzlich eingebrachte Spannungen induzieren. Um eine zusätzliche magnetoelastische Anisotropie einbringen zu können, wird die Schicht beispielsweise auf flexiblen Substraten abgeschieden [199], [200], oder auf gekrümmten Substraten elektrochemisch aufgebracht, die anschließend geglättet werden, um Druckspannungen einzubringen [201]. Zudem kann eine zusätzliche spannungsinduzierte Anisotropie in magnetostruktiven Schichten durch eine lokale Ionenimplantation [202] oder durch die Erhöhung des Substratvolumens durch Einbringen von Wasserstoff nach der Schichtabscheidung generiert werden [203].

Die Entwicklung von magnetostruktiven Dünnschichtfilmen basiert auf Seltenerd-Übergangsmetalllegierungen. Die asphärischen 4f-Orbitale der Seltenen Erden, die verantwortlich für eine große Magnetostruktion sind, koppeln mit den magnetischen Momenten von Fe oder Co, sodass diese in einem orientierten Zustand bleiben [204]. $(\text{Tb,Dy})_x(\text{Fe,Co})_{1-x}$ Dünnschichten [205] und TbFe/FeCo Viellagenschichten [206] kombinieren weichmagnetische und magnetostruktive Eigenschaften und besitzen deshalb ein vielversprechendes Potential für Dünnschichtsensoren basierend auf dem inversen magnetostruktiven Effekt.

3.2 Sensorik basierend auf magnetostruktiven Dünnschichten

Die Eigenschaften magnetostruktiver Materialien lassen sich durch äußere magnetische Felder oder mechanische Spannungen modifizieren. Die Volumenänderung eines magnetostruktiven Elements im äußeren Magnetfeld (Joule-Effekt) wird bei Aktuatoren ausgenutzt. Typische magnetische Sensoranwendungen basieren auf dem inversen magnetostruktiven Effekt (Villari-Effekt). Die magnetischen Eigenschaften, wie die statische und dynamische Permeabilität, werden durch die Einwirkung äußerer Spannungen geändert. Diese Änderungen können elektrisch ausgelesen und mit der zu detektierenden Größe korreliert werden. Magnetostruktive Materialien sind als Sensorelemente in Dehnungs-, Kraft-, Drehmoment- und Abstandssensoren [207]–[209] oder

Magnetfeldsensoren mittels multiferroischen Kompositen [210], sowie bei der Temperaturüberwachung [211] weit verbreitet. Dehnungs- und Spannungssensoren basierend auf magnetostriktiven Materialien weisen eine höhere Sensitivität als konventionelle Spannungssensoren, wie z. B. Dehnungsmessstreifen, auf [212].

Die hohe Kopplung zwischen mechanischem und magnetischem Zustand ermöglicht außerdem eine kontaktlose Detektion der Zustandsänderung in magnetostriktiven Materialien [213]. Berührungslose Spannungsmessungen basieren beispielsweise auf der Detektion von Änderungen der magnetischen Suszeptibilität, des magnetischen Moments oder der Hochfrequenzpermeabilität [214]–[216]. Als magnetostriktive Materialien werden Terfenol-D, amorphe Drähte, und Dünnschichten genutzt [207], wobei Dünnschichten besonders für kleine Sensorelemente und für die Mikroelektronik geeignet sind.

Um die Rotation der magnetischen Momente durch äußere mechanische Spannungen sensorisch nutzen zu können, muss die inverse Magnetostriktion mit anderen Effekten kombiniert werden, die ihrerseits sensitiv auf die Orientierung der magnetischen Domänen reagieren [204]. Dies können magneto-resistive Effekte, wie der Riesenmagnetowiderstand (*Abk.*: GMR, *engl.*: giant magnetoresistance) [217] und der Tunnelmagnetowiderstand (*Abk.*: TMR, *engl.*: tunnel magnetoresistance) [217], oder Magnetoimpedanz [218], induktive [219], oder magneto-elektrische Effekte [220] sein.

Riesenmagneto- oder Tunnelmagnetowiderstandsstapel sind als sensitive Magnetfeldsensoren bekannt [221], [222]. Prinzipiell bestehen diese Sensorstrukturen aus einer magnetischen Referenz- und einer magnetischen Sensorlage, welche durch eine metallische nichtmagnetische Lage bei GMR Sensoren, beziehungsweise durch eine nichtleitende Lage bei TMR Sensoren, separiert sind [204]. Zur Kombination von magnetostriktiven mit magneto-resistiven Effekten wurde anfangs NiFe als magnetostriktives Element in GMR Strukturen verwendet [204]. Durch die Verwendung von FeCo als freie Lage, konnte die Sensorsensitivität signifikant verbessert werden [223]. Die größte Sensitivitätssteigerung wurde jedoch in TMR Sensoren mit magnetostriktiven Materialien, wie kristallinem FeCo [224] oder amorphem FeCoSiB [225], erzielt.

Magnetostriktive magnetoimpedanz Sensoren basieren auf dem Spannungs-Impedanz Effekt (*Abk.*: SI), der die Änderung der Magnetoimpedanz durch die Änderung der Permeabilität aufgrund von äußeren mechanischen Spannungen beschreibt. Die Änderung der Permeabilität verändert die Skin-Tiefe des Materials. Wenn die Schichtdicke groß im Vergleich zur Skin-Tiefe ist, führt eine Änderung der Skin-Tiefe zu einer Änderung der Impedanz. Die starke Abhängigkeit der Impedanz des magnetostriktiven Materials mit äußeren Spannungen wird für hoch sensitive Spannungs- oder Dehnungssensoren genutzt [226]. Zusätzlich kann eine Änderung der Impedanz berührungslos über Hochfrequenzsignale detektiert werden [227], [228]. Für SI-Spannungssensoren werden magnetostriktive FeCoSiB und CoSiB Schichten verwendet [229]–[231].

Sensoren basierend auf induktiven Elementen mit magnetostriktiven Kernen bieten zahlreiche Anwendungsmöglichkeiten als magnetostriktive Kraft-, Drehmoment- und Spannungssensoren [208]. Die durch eine Dehnung hervorgerufene Änderung der Permeabilität des magnetostriktiven Kerns bewirkt eine Änderung der Induktivität der Messspule oder der Resonanzfrequenz eines LC Schwingkreises [209] und kann berührungslos mittels Radarreflektion, induktiver Kopplung [204] oder über

Hochfrequenzsignale [215], [232] ausgelesen werden. Die Arbeitsfrequenz von magnetostruktiven induktiven Sensoren, basierend auf der Verschiebung der Resonanzfrequenz des Schwingkreises, kann bis in den GHz Bereich reichen und wird durch die Resonanzfrequenz des magnetischen Materials begrenzt [215]. Dieses Sensorprinzip basiert auf einer breitbandigen HF-Messung der magnetischen Permeabilität des verspannten Materials [215]. FeCoSiB Dünnschichten und FeCo/CoB Viellagenschichten wurden aufgrund ihrer guten Hochfrequenzeigenschaften und hohen Magnetostruktion in den LC Schwingkreis integriert. Darüber hinaus wird das Prinzip des Frequenzmischverfahrens zur berührungslosen induktiven Detektion von Dehnung [209], [214], [216] oder Temperatur [233] basierend auf Änderungen der magnetischen Suszeptibilität in magnetostruktiven Kernen verwendet.

In magnetostruktiven, piezoelektrischen Sensoren wird die Dehnung eines magnetostruktiven Materials mittels piezoelektrischen Materialien in eine elektrische Spannung umgewandelt. Dieser magnetoelektrische Effekt basiert auf der Kopplung zwischen magnetischen und elektrischen Domänen über die mechanische Dehnung oder Spannung zwischen den Materialien [234]. Diese Sensoren besitzen ein großes Potential für sensitive Magnetfeldsensoren [210], [220], [235]. Mit magnetostruktiven Dünnschichtkompositen bestehend aus einer magnetostruktiven FeCoSiB und einer piezoelektrischen AlN Phase konnten hochsensitive Hochfrequenz Magnetfeldsensoren im Frequenzbereich 0,1 Hz - 1000 Hz realisiert werden [220].

3.3 Sensorik zur Überwachung von Werkzeugverschleiß

Werkzeuge für die Zerspanung sind im Einsatz hohen mechanischen und thermischen Belastungen ausgesetzt, die zum Werkzeugverschleiß führen. Zu den Verschleißursachen gehören der Adhäsionsverschleiß, abrasiver Verschleiß, Diffusionsverschleiß und der Verschleiß durch Rissbildung [236]. Werkzeugverschleiß ist verantwortlich für Standzeitverkürzungen, geringere Produktivität und höhere Kosten. Zudem ergeben sich durch die degradierte Werkzeugoberfläche negative Auswirkungen auf die Oberflächenqualität des Werkstücks. Wird der anhaltende Verschleiß nicht rechtzeitig erkannt, kann es zum Bruch des Werkzeuges kommen, sodass zeit- und kostenintensive Ausbaurbeiten notwendig werden.

3.3.1 Verschleißüberwachung

In der Massenfertigung muss die Standzeit von Werkzeugen komplett ausgeschöpft werden. Zur Leistungssteigerung werden die Schnittparameter daher voll ausgereizt. Trotzdem müssen die Prozesssicherheit und die Bauteilqualität weiterhin gewährleistet sein. Aus diesem Grund werden Verschleißerkennungssysteme eingesetzt. Man unterscheidet hierbei zwischen der direkten und indirekten Verschleißüberwachung. Bei der direkten Überwachung werden optische Methoden wie CCD Kameras und Laser eingesetzt, um beispielsweise die Verschleißfläche zu detektieren. Des Weiteren kann auch über eine Widerstandsmessung von elektrisch leitenden Beschichtungen der Verschleiß gemessen werden. Direkte, beziehungsweise offline, Messungen sind in der technischen Anwendung

aufgrund der dortigen Sichtverhältnisse und der Verwendung von Kühlflüssigkeiten aber schwierig umzusetzen [237]. Daher sind indirekte Methoden besser geeignet. Da viele Prozessparameter vom Werkzeugzustand beeinflusst werden, lässt sich über die Überwachung solcher Größen auf den Werkzeugverschleiß schließen. Die indirekte, beziehungsweise online, Verschleißerkennung basiert auf Messungen von akustischen Signalen, der akustischen Emission, der Werkzeug-Temperatur, der Schnittkräfte, der Vibration des Werkzeugs oder des Halters, der Werkstückoberflächenqualität oder der Reflexionsmessung am Span [236]–[240]. Allerdings sind diese Methoden ungenauer als die direkten, da die Zusammenhänge mit dem Verschleiß nur empirisch bestimmt werden können. Sie sind auf der anderen Seite aber weniger komplex im Aufbau und können besser in die Praxis integriert werden [237]. Von den online Verschleißerkennungsmethoden lassen sich bislang nur die beim Zerspanen erzeugten akustischen Signale und die Wärmeabstrahlung des Werkzeugs berührungslos erfassen. Zur Messung der akustischen Emission, der Schnittkräfte und der Vibration werden Piezoelektrosensoren bzw. Beschleunigungssensoren verwendet, welche am Werkzeughalter positioniert werden. Für die Korrelation der gemessenen Größen mit dem Verschleiß muss das Werkzeug in regelmäßigen Abständen ausgebaut und mikroskopisch untersucht werden.

3.3.2 Messung der Werkzeugtemperatur

Die Kenntnis der Werkzeug-Temperatur ist beim Drehen von großer Bedeutung, da an der Schneidkante Temperaturen über 800 °C auftreten können und zu einer hohen Belastung des Werkzeuges führen. Gängige Temperaturmessverfahren beim Zerspanen werden folgendermaßen klassifiziert [241], [242]:

- Direkt mittels Thermoelementen: Werkzeug- Span Thermoelemente [243]–[245], im Werkzeug eingebettete Thermoelemente [246], [247], Dünnschicht Thermoelemente [248]
- Indirekt durch Wärmeabstrahlung: mittels Pyrometer [249]–[256], Infrarot Photographie [257]–[259], Wärmebildkamera [260]–[262]
- Metallographisch: über Änderungen in der Mikrostruktur [263], [264]
- Materialien mit bekanntem Schmelzpunkt: Verwendung von Pulver mit konstantem Schmelzpunkt [265]

Temperaturmessungen mittels Thermoelementen erfordern die Platzierung des Thermoelements nahe der Schneidkante, um genügend genaue Messergebnisse zu erhalten [237]. Die dabei erforderliche elektrische Kontaktierung des Thermoelements kann das Zerspanen behindern. Außerdem werden die Kontaktierungsdrähte stark von den vorherrschenden hohen Temperaturen beeinträchtigt, sodass die Messgenauigkeit abnimmt. Dahingegen bieten indirekte Messungen der Wärmeabstrahlung den Vorteil der kontaktlosen Temperaturerfassung. Allerdings ist es mit diesen Methoden schwierig die Temperatur an der Schneidkante zu erfassen, da die Messung von Spänen und Kühlschmiermitteln beeinträchtigt wird [266]. Auch die metallographische Analyse und der Einsatz von Materialien mit bekanntem Schmelzpunkt bieten in der Hinsicht keine

Verbesserung, da die Werkzeugtemperatur nicht in Echtzeit erfasst werden kann. Eine berührungslose Bestimmung der Temperatur an der Schneidkante des Werkzeugs während des Betriebs mit ausreichender Genauigkeit ist mit den bisherigen Methoden nicht möglich.

3.3.3 Verschleißüberwachung mittels Dünnschichtsensoren

Intelligente Dünnschichtsensoren gewinnen an Bedeutung bei der Überwachung von Werkzeugverschleiß, da sie sowohl die Schneideigenschaften des Werkzeugs, wie Härte und Verschleißfestigkeit, erhöhen, als auch gleichzeitig die Funktion eines Sensors übernehmen. Sensorische Dünnschichten werden mittels PVD Verfahren auf das Werkzeug aufgebracht und als Temperatur-, magnetischer- oder elektrischer Leitfähigkeits-Sensor zur Verschleißerkennung eingesetzt.

Temperatur

Bereits 1996 wurden von Kato und Fujii PVD-Dünnschichtsensoren auf Schneidwerkzeugen zur Temperaturmessung vorgeschlagen [267]. Dazu benutzten sie Schichten mit verschiedenen Schmelzpunkten, um die Temperaturverteilung an der Werkzeugoberfläche erfassen zu können. Allerdings ist diese Methode nicht für online Messungen geeignet. Temperaturmessungen mittels Dünnschichtthermoelementen (*Abk.:* TFT, *engl.:* thin film thermocouple) basieren auf dem Seebeck-Effekt, bei dem zwischen zwei verschiedenen elektrischen Leitern mit unterschiedlichen Temperaturen eine Thermospannung herrscht. Diese elektrischen Leiter überlappen an einem Punkt und bilden ein Thermoelement. Meistens wird dazu eine Materialkombination aus Ni und Ni-Cr verwendet [268], welche auf die Spanfläche der Wendeschneidplatte beschichtet wird [269], [270], [271].

Elektrische Leitfähigkeit

Darüber hinaus kann die elektrische Leitfähigkeit von Dünnschichten zur Erfassung von Verschleiß gemessen werden. Das Patent DE 29824985 U1 von 2004 beschreibt beispielsweise Verschleißsensoren bestehend aus Leiterstrukturen mit abgestuften Widerstandswerten [272]. Damit ist eine zweidimensionale Lokalisierung des Verschleißes möglich. Das Stapeln der Sensorschichten (z. B. Ti, Mo, Cr) mit isolierenden Zwischenschichten (z.B. c-BN, Al₂O₃, Diamant- oder Si₃N₄-Schicht) ermöglicht eine dreidimensionale Lokalisierung.

Magnetische Eigenschaften

Dünnschichtsensoren zur Erkennung von Verschleiß basierend auf der Detektion von magnetischen Eigenschaften, bilden die Ausnahme. Im Patent DE 3706847 C2 von 1989 wird von einer Vorrichtung zur magnetinduktiven Verschleiß- und Bruchüberwachung von rotierenden Werkzeugen berichtet [273]. Das Werkzeug dient als Spulenkern, sodass Permeabilitätsänderungen des ferromagnetischen Bauteils über die Änderung der Messspuleninduktivität gemessen und elektronisch hinsichtlich des Bauteilverschleißes ausgewertet werden können. Somit lassen sich Aussagen über Druck- und Zugspannungen treffen, während die Messung der temperaturbedingten Induktivitätsänderung Aufschluss über die Werkzeugtemperatur gibt. Des Weiteren werden magnetostriktive Fe-Ni-Mo-B Schneidwerkzeugbeschichtungen für Kraft- und Drehmomentmessungen eingesetzt [274], wobei die Detektion der Dehnung über eine Impedanzänderung der Pick-up Spulen erfolgt, die durch die Änderung der magnetischen Permeabilität hervorgerufen wird.

4 Experimentelles

Im folgenden Kapitel werden das Konzept der berührungslosen Hochfrequenz-Sensorik, die daraus resultierende Systematik der Experimente, und die in dieser Arbeit verwendeten experimentellen Methoden vorgestellt.

4.1 Konzept der berührungslosen Hochfrequenz-Sensorik und Systematik der Experimente

Konzept der berührungslosen Hochfrequenz-Sensorik

Das in dieser Arbeit entwickelte und verwendete Konzept der berührungslosen Hochfrequenz-Sensorik basiert auf dem kontaktlosen Auslesen der ferromagnetischen Eigenschaften von Dünnschichten mittels hochfrequenter elektromagnetischer Wechselfelder. Wie in Abschnitt 2.1.4 beschrieben, regt dazu eine senkrecht zur Magnetisierung orientierte linear polarisierte elektromagnetische Welle h_x die magnetischen Momente zur Präzession an. Dabei wird die einfallende Welle teilweise absorbiert und, aufgrund der abweichenden Impedanz Z der Probe vom Wellenwiderstand $Z_0 = 50 \Omega$, als h_{refl} reflektiert. Der komplexe Reflexionskoeffizient S_{11} hängt von der Probenimpedanz $Z = i\omega L$ ab. Diese ist eine Funktion der Induktivität L der magnetischen Probe, welche selbst von der Permeabilität μ_r der Probe abhängt, sodass sich aus der Messung des komplexen Reflexionskoeffizienten die frequenzabhängige Permeabilität $\mu_r(f)$ der Schicht ableiten lässt.

Da, wie in Abschnitt 2.1.1.2 beschrieben, die magnetischen Eigenschaften von der Dehnung sowie äußeren mechanischen Spannungen abhängen, ist auch die Permeabilität eine Funktion externer mechanischer Größen. Schichtspannungen können zum Beispiel thermisch, mechanisch oder durch Verschleiß induziert sein. Zur quantitativen Analyse der Änderungen der magnetischen Eigenschaften eignet sich beispielsweise der Imaginärteil der komplexen Permeabilität μ'' , da dieser bei der Resonanzfrequenz f_r ein ausgeprägtes Resonanzmaximum aufgrund der absorbierten elektromagnetischen Energie zeigt. Über Änderungen des Resonanzverhaltens können Rückschlüsse auf Änderungen der Schichteigenschaften gezogen werden, die durch Spannungs-, Temperatur- oder Volumenänderungen hervorgerufen werden. Eine Herausforderung stellt hierbei die Unterscheidung zwischen den verschiedenen Einflüssen dar. Abbildung 4-1 zeigt eine schematische Darstellung der verschiedenen Beanspruchungen auf das Resonanzverhalten einer ferromagnetischen Schicht.

¹ Die Impedanz der Probe, auch bekannt als Wechselstromwiderstand, ist eine komplexe physikalische Größe, auf die an dieser Stelle nicht weiter eingegangen wird. Aufgrund der unterschiedlichen Impedanz der Probe und der Wellenimpedanz $Z_0 = 50 \Omega$ der Leitung kommt es zu einer Reflektion der einfallenden Welle. Dieses Phänomen ist auch in der Optik bekannt, wenn Licht auf die Grenzfläche zweier Medien mit unterschiedlichen Brechungsindizes trifft.

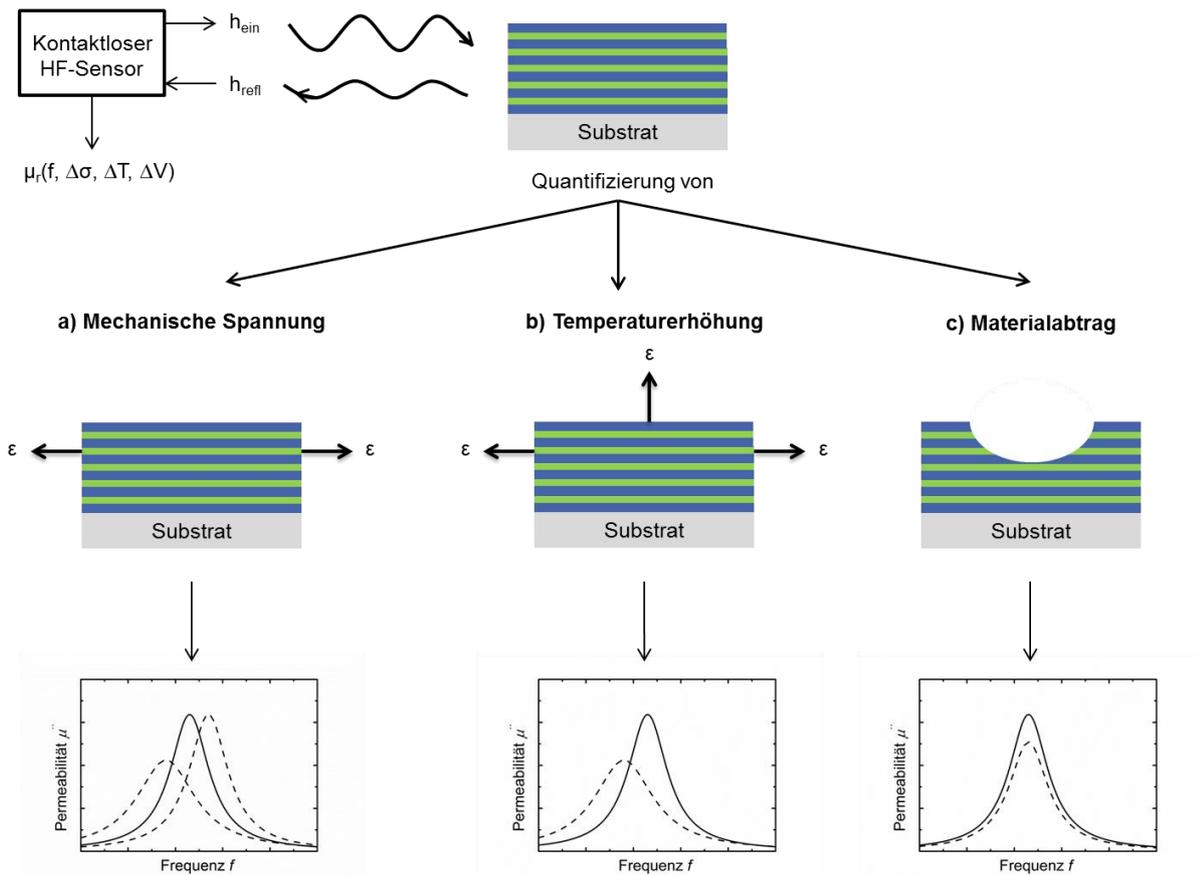


Abbildung 4-1: Darstellung des Sensorkonzepts basierend auf Änderungen der ferromagnetischen Permeabilität induziert durch Spannungs-, Temperatur- oder Volumenänderungen.

Zur Realisierung von ferromagnetischen Sensorschutzschichten wird in dieser Arbeit der Ansatz von multifunktionalen Viellagenschichten bestehend aus harten TiN und ferromagnetischen Fe-Co-Hf-N Lagen verfolgt. Die Sensorfunktionalität der Schichten wird im Hinblick auf Dehnung, Temperaturänderungen und Materialabtrag untersucht, woraus sich die nachfolgend beschriebene Systematik der Experimente ergibt. In dieser Modellbetrachtung werden die verschiedenen externen Einflüsse voneinander separiert, um gezielt die Abhängigkeit der ferromagnetischen Schichteigenschaften von der jeweiligen Einflussgröße untersuchen zu können.

Systematik der Experimente

Zunächst werden TiN-Hartstofflagen und ferromagnetische Fe-Co-Hf-N-Lagen in einem Fe-Co-Hf-N/TiN Viellagenverbund kombiniert und die Zusammenhänge zwischen Zusammensetzung und Mikrostruktur mit den erzielten mechanischen und magnetischen Eigenschaften werkstoffwissenschaftlich untersucht. Diese Ergebnisse dienen als Grundlage für eine weitere Optimierung hinsichtlich des Schichtaufbaus und der Werkstoffauswahl. Der Viellagenaufbau lässt sich anhand der Anzahl der Doppellagen, der Einzellagendicken oder des Verhältnisses der Schichtanteile variieren. Zur Optimierung des Viellagenaufbaus wird jeweils nur eine Größe unter Beibehaltung aller anderen variiert, um deren Einfluss auf die Konstitution und Mikrostruktur, sowie auf die magnetischen und mechanischen Eigenschaften identifizieren zu können. Die gewonnenen Ergebnisse und Erkenntnisse

fließen in einen weiteren Optimierungszyklus bezüglich des Schichtaufbaus ein. Somit lässt sich die Wirkung einzelner Parameter auf die Schichteigenschaften experimentell untersuchen.

Eine Übersicht über die Systematik der in dieser Arbeit durchgeführten Versuchsreihen zur Optimierung des Viellagenaufbaus gibt Abbildung 4-2. Um den Einfluss der Grenzflächen auf die Konstitution und Mikrostruktur, sowie auf die magnetischen und mechanischen Eigenschaften zu untersuchen, wurde zunächst die Anzahl n der Doppellagen von $n = 7$ bis $n = 399$ in sechs Schritten erhöht. Diese Abstufung ermöglichte die Einstellung von dicken Einzellagen mit einer Doppellagendicke von $\Lambda = 119,6$ nm bis hin zu feinskaligen Lagendicken mit einer Doppellagendicke von $\Lambda = 2,4$ nm. Die Gesamtdicke der Schicht und die Volumenverhältnisse von TiN zu Fe-Co-Hf-N blieben dabei konstant bei $1 \mu\text{m}$ und $V_{\text{TiN}}/V_{\text{FeCoHfN}} = 1,4$. Dieses Verhältnis ergab sich aufgrund gleicher Haltezeiten unter den entsprechenden Targets aus dem Verhältnis der Depositionsraten.

In einer weiteren Versuchsreihe wurde der Anteil des ferromagnetischen Werkstoffs Fe-Co-Hf-N am Gesamtvolumen der Viellagenschichten bei konstanter Doppellagenanzahl von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,4$ bis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,7$ systematisch in sechs Schritten erhöht. Dies erfolgte durch eine gezielte Erhöhung der Fe-Co-Hf-N Lagendicke bei gleichbleibender TiN Lagendicke, sodass Fe-Co-Hf-N Einzellagendicken im Bereich der Dicke von magnetischen Einlagenschichten von typischerweise 200 nm erzielt wurden. Die Viellagenschichten wurden hinsichtlich der strukturellen, magnetischen und mechanischen Eigenschaften charakterisiert.

Zudem wurde die Werkstoffauswahl anhand des in den vorherigen Versuchsreihen optimierten Viellagenaufbaus bezüglich der Oxidationsbeständigkeit durch das Ersetzen der obersten TiN Lage durch eine Ti-Al-N Deckschicht derselben Dicke weiterentwickelt und werkstoffwissenschaftlich untersucht.

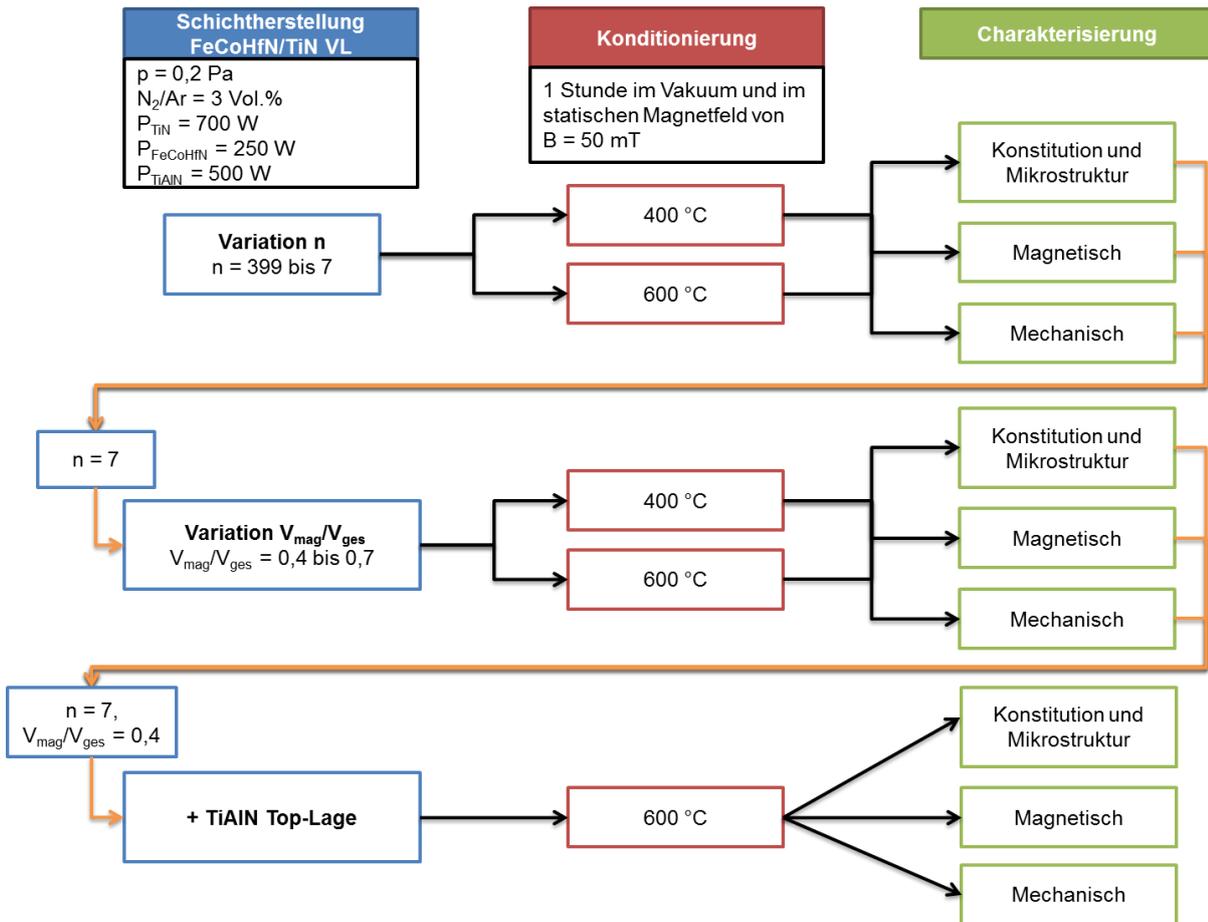


Abbildung 4-2: Übersicht über die Systematik der in dieser Arbeit durchgeführten Versuchsreihen zur Optimierung des Viellagenaufbaus.

Die in den verschiedenen Versuchsreihen hergestellten Proben wurden im Anschluss an die Schichtabscheidung im Vakuum in einem externen Magnetfeld konditioniert, um eine uniaxiale Anisotropie in der Ebene der Funktionslagen zu induzieren und um Eigenspannungen abzubauen. Dies erfolgte in einem statischen Magnetfeld von $B = 50 \text{ mT}$ bei Temperaturen von $T = 400 \text{ }^\circ\text{C}$ beziehungsweise $T = 600 \text{ }^\circ\text{C}$. Aufgrund der in Abschnitt 2.2 gezeigten Phasendiagramme ist weder für die krz-FeCo und kfz-HfN noch für die kfz-TiN Phase ein struktureller Phasenübergang bei diesen Temperaturen zu erwarten. Dennoch besitzt die Temperatur einen großen Einfluss auf die Mikrostruktur sowie die mechanischen und magnetischen Eigenschaften. Zum einen begünstigen hohe Temperaturen Kristallisationsvorgänge, wodurch der Korndurchmesser D zunimmt. Dieser bedingt eine Zunahme der konkurrierenden magnetokristallinen Anisotropie $\langle K \rangle$ und der Koerzitivfeldstärke H_c . Zum anderen ist das Einprägen der uniaxialen Anisotropie ein diffusionsgesteuerter Prozess, welcher eine genügend hohe Temperatur zur Umgruppierung der Atome benötigt. Durch das rasche Abkühlen im Magnetfeld wird ein metastabiler Zustand stabilisiert. Dieser soll hinsichtlich potentieller Anwendungen mit hohen Prozesstemperaturen erhalten bleiben. Für Fe-Co-Hf-N Einlagenschichten wurde bereits der Einfluss der Konditionierungstemperatur auf die Mikrostruktur, sowie auf das weichmagnetische und Hochfrequenzverhalten untersucht und Temperaturen zwischen $400 \text{ }^\circ\text{C}$ und $600 \text{ }^\circ\text{C}$ als geeignet identifiziert [22], [27]. In dieser Arbeit wurden zur Korrelation

der Mikrostruktur mit den magnetischen und mechanischen Eigenschaften, sowie zur Untersuchung der thermischen Stabilität der uniaxialen Anisotropie anhand von Fe-Co-Hf-N/TiN Viellagenschichten die oben genannten Temperaturen gewählt.

Die Konstitution und Mikrostruktur der hergestellten Viellagenschichten wurde bezüglich deren chemischer Zusammensetzung, des Schichtaufbaus, der Kristallstruktur und Phasen untersucht. Zusätzliche Messungen zur Härte und zum reduzierten Elastizitätsmodul erlaubten eine Beurteilung in Bezug auf die Einsetzbarkeit als Verschleißschicht. Weiterhin sind die Schichteigenspannungen zum Abschätzen des technischen Anwendungspotentials der Schichten entscheidend, da bei großen Eigenspannungszuständen Schichtversagen durch Ablösungseffekte der Schicht vom Substrat und Rissbildung auftreten kann. Die Charakterisierung der statischen und dynamischen ferromagnetischen Eigenschaften der Schichten erfolgte im Hinblick auf ihr Potential als mögliche Sensorfunktion. Schließlich können durch die Korrelation der Konstitution und Mikrostruktur mit den magnetischen und mechanischen Eigenschaften materialwissenschaftliche Erkenntnisse über die Herstellung von Viellagenfunktionsschichten für die Hochfrequenz-Sensorik gewonnen werden.

In einem zweiten Schritt wird die Sensorfunktion der optimierten Sensorschutzschichten untersucht und die magnetischen Eigenschaften mit den entsprechenden äußeren Einflussgrößen korreliert. Abbildung 4-3 zeigt eine Übersicht zur Charakterisierung der Sensoreigenschaften unter externen Belastungen. Dazu werden der Einfluss von mechanisch induzierten Schichtspannungen, des Schichtvolumens und der Schichttemperatur auf die statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften untersucht. Anhand von Messungen der Hochfrequenzpermeabilität bei gleichzeitiger Biegung des Schicht-Substrat-Verbunds konnte der Einfluss der Dehnung auf die ferromagnetische Resonanzfrequenz verifiziert werden. Die Charakterisierung der Sensorfunktionalität bei Änderungen des Schichtvolumens erfolgte anhand eines Modellversuches zum physikalischen Materialabtrag mittels Plasmaätzversuchen. Dazu wurde die Abhängigkeit der Sättigungspolarisation, der uniaxialen Anisotropie und der ferromagnetischen Resonanzfrequenz von der Reduzierung des Schichtvolumens untersucht. Die zusätzliche Berücksichtigung des Einflusses auf die Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften erlaubte eine Gesamtbeurteilung der erzielten Ergebnisse. Temperaturabhängige in-situ Messungen der statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften an Luft lieferten die Abhängigkeit der Sättigungspolarisation, der uniaxialen Anisotropie und der ferromagnetischen Resonanzfrequenz von der Schichttemperatur. Aus diesen Messungen leiteten sich Fragestellungen zur Oxidationsbeständigkeit ab. Daher wurden im Weiteren Versuche zur nachträglichen Wärmebehandlung an Luft unter Variation der Temperatur und Zeit durchgeführt und hinsichtlich der Konstitution und Mikrostruktur, sowie den magnetischen und mechanischen Eigenschaften ausgewertet. Die gewonnenen Ergebnisse fließen in die Gesamtbeurteilung der Sensorschutzschicht in Bezug auf die sensorischen und Schutzeigenschaften ein.

Anhand der experimentell verifizierten Abhängigkeit der ferromagnetischen Hochfrequenzpermeabilität von mechanisch induzierten Schichtspannungen, des Schichtvolumens und der Schichttemperatur kann die Sensorfunktionalität der Sensorschutzschicht nachgewiesen werden. Eine modellhafte Beschreibung der spannungs- und temperaturabhängigen Resonanzfrequenz ermöglicht es schließlich,

Aussagen über den Schichtzustand aus der Messung der Resonanzfrequenz abzuleiten. Materialabtrag hingegen lässt sich mit einer Abnahme der Messsignalintensität korrelieren.

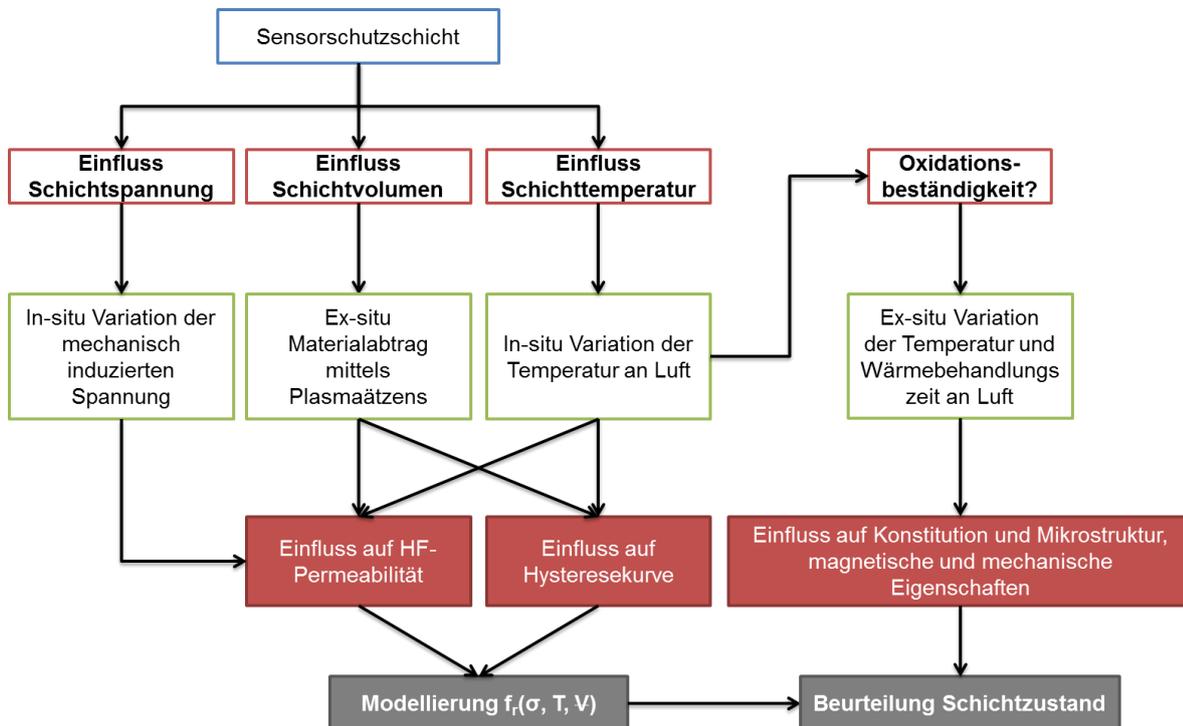


Abbildung 4-3: Übersicht zur Charakterisierung der Sensoreigenschaften unter externen Belastungen.

4.2 Schichtherstellung und Nachbehandlung

Im folgenden Abschnitt wird die Schichtherstellung und die Nachbehandlung vorgestellt.

4.2.1 Hochleistungskathodenzerstäubung

Die Herstellung der Viellagenschichten erfolgte in einer Beschichtungsanlage der Firma *Leybold Heraeus* vom Typ *Z550*. Eine schematische Darstellung des Rezipienten ist in Abbildung 4-4 zu sehen. Der Rezipient besitzt vier mögliche Target-Positionen, die in gleichen Abständen jeweils gegenüberliegend angeordnet sind. Es können jeweils zwei Targets mit Gleichspannung (DC-Modus) und zwei mit hochfrequenter Wechselspannung von 13,56 MHz (RF-Modus) gleichzeitig betrieben werden. Die Substrate werden auf einem drehbaren Teller positioniert und zur sequentiellen Abscheidung der einzelnen Lagen unter das entsprechende Target bewegt. Der Abstand zwischen Target und Substratteller beträgt 50 mm. Der Prozessgasfluss wird mit einem Gasflussregler vom Typ *647B* der Firma *MKS Instruments* gesteuert, mit dem der Prozessgasdruck sowie der Gasfluss verschiedener Prozessgase geregelt werden können.

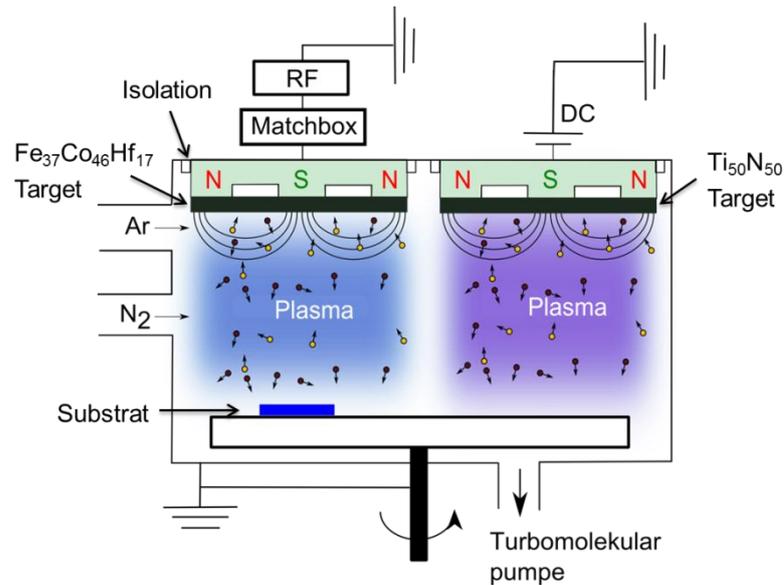


Abbildung 4-4: Schematische Darstellung des Beschichtungsrezipienten zur Abscheidung von Fe-Co-Hf-N/Ti-N Viellagenschichten. Für die Hochleistungskathodenzerstäubung sind hinter den Targets Magnete platziert. Das Substrat befindet sich auf einem drehbaren Teller und wird zur sequentiellen Abscheidung der einzelnen Lagen unter das entsprechende Target bewegt. Die Targets können im DC- oder RF-Modus betrieben werden. Zur reaktiven Abscheidung wird neben dem Prozessgas Ar auch das Reaktivgas N₂ in die Beschichtungskammer eingeleitet.

Als Ausgangsmaterialien zur Herstellung der Fe-Co-Hf-N/Ti-N Viellagenschichten dienten Targets mit der chemischen Zusammensetzung Fe₃₇Co₄₆Hf₁₇ und Ti₅₀N₅₀ und einem jeweiligen Durchmesser von 15 cm. Die Deposition der Ti-Al-N Lagen erfolgte von einem (TiN)₅₀(AlN)₅₀-Target mit 7,5 cm Durchmesser. Bei der Schichtabscheidung der Fe-Co-Hf-N/Ti-N Viellagenschichten wurden das Fe₃₇Co₄₆Hf₁₇- und Ti₅₀N₅₀-Target gleichzeitig betrieben, wobei sich beide Targets im großen Abstand zueinander auf gegenüberliegenden Positionen befanden. Die Abscheidung der Ti-Al-N Decklage erfolgte nur unter Verwendung des (TiN)₅₀(AlN)₅₀-Targets. Für die Beschichtung mittels Hochleistungskathodenzerstäubung wurden hinter den Targets Magnete platziert. Da sich die ferromagnetischen Eigenschaften des Fe₃₇Co₄₆Hf₁₇-Targets im durch das Magnetron erzeugten Magnetfeld stark abschwächen und infolgedessen im Gleichstrommodus geringere Ionisationswahrscheinlichkeiten zu erwarten sind, wurde das Fe₃₇Co₄₆Hf₁₇-Target im RF-Modus betrieben, wohingegen die leitfähigen Ti₅₀N₅₀ und (TiN)₅₀(AlN)₅₀-Targets im DC-Modus verwendet wurden.

Die jeweilige Methode zur Schichtcharakterisierung bestimmte die Wahl des Substratmaterials und dessen Geometrie. Prinzipiell erfolgte die Abscheidung der Schichten auf einseitig polierten, einkristallinen Si(100)-Substraten. Auf Si(100)-Substrate der Geometrie 2 x 12 x 0,190 mm³ abgeschiedene Schichten dienen zur Messung der Schichteigenspannung. Für alle anderen Messmethoden wurden thermisch oxidierte Si(100)-Substrate mit einer 1 µm dicken Oxidschicht genutzt, welche der elektrischen Isolation dient. Zur Messung der magnetischen Eigenschaften, sowie für die Präparation von TEM-Proben hatten die zu beschichtenden Si-Substrate die Abmessungen von 5 x 5 x 0,375 mm³ beziehungsweise von 10 x 10 x 0,375 mm³ für sonstige Messmethoden. Die Messung der Hochfrequenzpermeabilität unter mechanischer Belastung erfolgte

aufgrund der besseren elastischen Eigenschaften unter Verwendung von Borosilikatglas-Substraten (D 263 M-Deckgläser) anstelle der Si-Substrate, wobei die Abmessung dieser Substrate $45 \times 5 \times 0,410 \text{ mm}^3$ betrug. Alle Substrate wurden vor dem Einlegen in die Beschichtungsanlage für 10 min. in Aceton im Ultraschallbad gereinigt.

Die gereinigten Substrate wurden zur Beschichtung auf den drehbaren Substratteller positioniert und der Rezipient bis auf einen Restgasdruck $< 1 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}$ evakuiert. Durch anschließendes Ionenätzen in Argon-Atmosphäre bei einer RF-Leistung von 500 W und einem Arbeitsgasdruck von 0,5 Pa konnten weitere Verunreinigungen entfernt werden. Die DC-Spannung am Substratteller betrug dabei -230 V. Um einen Materialabtrag von 20 nm zu erzielen, variierte die Länge dieses Reinigungsschritts in Abhängigkeit der zuvor experimentell bestimmten Ätzraten zwischen 13 min. und 20 min.

Im Anschluss wurde das Ar-Plasma gezündet und die Targetleistungen gemäß Tabelle 4-1 eingestellt, wobei sich das Substrat auf einer Position abseits der Targets befand. Das elektrische Potential des Substrattellers betrug während der Schichtabscheidung 0 V. Der Substratteller wurde nicht beheizt. Die Herstellung der Fe-Co-Hf-N/Ti-N Viellagenschichten erfolgte in reaktiver Argon- und Stickstoffatmosphäre. Dazu wurde nach dem Plasmaätzprozess N_2 als Reaktivgas in den Rezipienten eingeleitet. Der Stickstofffluss und der Argonfluss wurden im Verhältnis $\text{N}_2/\text{Ar} = 3\%$ bis zu einem konstanten Gesamtprozessgasdruck von $p = 0,2 \text{ Pa}$ druckgesteuert. Das Gasflussverhältnis N_2/Ar wurde in Vorversuchen hinsichtlich des Einflusses auf die magnetischen Schichteigenschaften optimiert. Gleichzeitig wurden bis zum Erreichen eines stabilen Gasdrucks die Oberflächen der Targets von Verunreinigungen gesäubert. Zum Starten des Beschichtungsvorgangs wurde das Substrat unter das $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ -Target bewegt. Nach einer Haltezeit wurde das Substrat unter das gegenüberliegende $\text{Fe}_{37}\text{Co}_{46}\text{Hf}_{17}$ -Target gedreht. Diese Depositionsfolge wurde n mal unter der Verwendung der in Tabelle 4-1 gezeigten Prozessparameter wiederholt. Die Einzellagendicken ließen sich unter Kenntnis der Depositionsrate über die Haltezeit des Substrats unter dem jeweiligen Target einstellen. Die Depositionsraten wurden für eine Substratposition mittig unter dem jeweiligen Target vor jeder Beschichtungsserie experimentell bestimmt. Der Beschichtungsvorgang der Fe-Co-Hf-N/Ti-N Viellagenschichten wurde unter dem TiN-Target beendet, sodass der Viellagenaufbau aus n Doppellagen und einer TiN Decklage besteht. Die Abscheidung von Viellagenschichten mit n Doppellagen Fe-Co-Hf-N/Ti-N und einer Ti-Al-N Decklage folgte dem gleichen Prinzip. Die Ti-Al-N Decklage wurde nach n Tellerumdrehungen in reiner Ar-Atmosphäre bei $p = 0,2 \text{ Pa}$ und bei der in Tabelle 4-1 genannten Targetleistung abgeschieden. Vor der Schichtabscheidung wurde das $(\text{TiN})_{50}(\text{AlN})_{50}$ -Target zunächst in Ar für 3 min. bei $p = 0,5 \text{ Pa}$ von Verunreinigungen gesäubert. Des Weiteren wurden Fe-Co-Hf-N, Ti-N und Ti-Al-N Einlagenschichten mit denselben Prozessparametern hergestellt, um die Eigenschaften der Ein- und Viellagenschichten miteinander vergleichen zu können.

Tabelle 4-1: Übersicht der Prozessparameter zur Herstellung von Fe-Co-Hf-N/Ti-N Viellagenschichten mit und ohne Ti-Al-N Deckschicht.

	Fe-Co-Hf-N	Ti-N	Ti-Al-N
Prozessgasdruck p [Pa]	0,2	0,2	0,2
Reaktiver Gasflussanteil N_2/Ar	3%	3%	0%
Targetleistung P [W]	250 (RF)	700 (DC)	500 (DC)
Targetdurchmesser \varnothing [cm]	15	15	7,5

4.2.2 Wärmenachbehandlung

Magnetfeldofen

Die Schichten wurden im Anschluss an die Deposition in einem Magnetfeldofen der Firma *CreaTec* im Vakuum und bei gleichzeitig angelegtem Magnetfeld konditioniert, um Schichteigenspannungen abzubauen und um eine uniaxiale Anisotropie in der Schichtebene zu induzieren. Eine schematische Darstellung der Platzierung der Proben im Magnetfeldofen zeigt Abbildung 2-1.

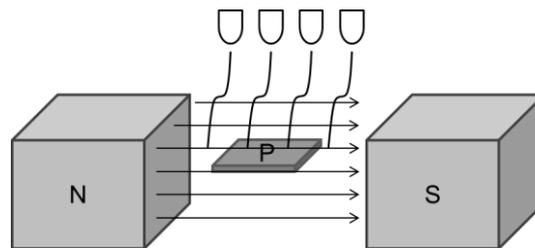


Abbildung 4-5: Schematische Darstellung der Heizkammer des Magnetfeldofens. Die Probe (P) wird mittig zwischen den Polen eines Elektromagneten platziert. Die Heizeinheit besteht aus 12 Halogenlampen, deren Wärmestrahlung die Probe erwärmt.

Der Magnetfeldofen besteht aus einer Ladekammer und einer Heizkammer. Die Kammern lassen sich unabhängig voneinander mittels einer Vor- und Turbopumpe evakuieren. Die Probe wurde auf einem Ti-Wafer platziert und zunächst in die Ladekammer gegeben, bis ein Vorvakuum von $< 1 \cdot 10^{-3}$ Pa erreicht wurde. Anschließend wurde die Probe mittels einer Schleuse in die Heizkammer überführt. Zur Erzeugung des statischen Magnetfeldes besitzt der Magnetfeldofen einen Elektromagneten der Firma *STS*. Dieser besteht aus einer Spule mit einem hufeisenförmigen magnetischen Kern. Die Probe ist in der Heizkammer mittig zwischen den Polen positioniert, sodass sie von einem nahezu homogenen Magnetfeld umgeben wird. Die Heizeinheit des Ofens besteht aus 12 Halogenlampen mit je einer maximalen Leistung von 1,2 kW, die die Probe über ihre Wärmestrahlung erwärmen. Über einen Heizregler vom Typ *Eurotherm* wird die Leistung der Lampen gesteuert und die Heiztemperatur mittels eines Pyrometers der Firma *Maurer* kontrolliert. Aus der angegebenen Temperatur des Pyrometers kann über eine Eichkurve die Proben temperatur bestimmt werden. Nach Evakuierung der Heizkammer auf einen Restgasdruck von $< 1 \cdot 10^{-5}$ Pa wurde die Temperatur mit einer Aufheizrate von 20 °C/min. erhöht und ein Spulenstrom von 15 A eingestellt. Dies entspricht einer magnetischen Flussdichte von 50 mT, welche ausreichend hoch ist, um die magnetischen Momente in Sättigung zu bringen und um eine

definierte uniaxiale Anisotropie einzuprägen. Nach Erreichen der gewünschten Probertemperatur (400 °C beziehungsweise 600 °C) wurde diese für 1 h gehalten. Anschließend wurde die Probe zur Stabilisierung des metastabilen Zustands im Vakuum im Magnetfeld abgekühlt. Die Abkühlung von 600 °C auf Raumtemperatur dauerte etwa drei Stunden.

Rohrofen

Zur Evaluierung des Oxidationsverhaltens wurden ausgewählte Schichten zusätzlich in einem Rohrofen der Firma *Heraeus* bei 600 °C unter Luft für verschiedene Zeiten wärmebehandelt. Der Rohrofen besteht aus einem Quarzglasrohr, in dem die Proben positioniert werden, und einem Ofen, der über das Glasrohr geschoben wird. Während des Aufheizens befand sich der Ofen über dem Quarzglasrohr, um ein langsames Erwärmen der Proben zu ermöglichen. Nach Erreichen der Temperatur wurden die Proben jeweils für 1 h, 2 h beziehungsweise 3 h wärmebehandelt. Nach Ablauf der gewünschten Zeit wurde der Ofen zum schnellen Abkühlen der Proben an Luft beiseitegeschoben.

Die Wahl der Temperatur ergab sich aus vorangegangenen Oxidationsversuchen mittels Thermogravimetrie (siehe Abschnitt 5), in denen die Temperatur, ab der eine Oxidation einsetzt, bestimmt wurde.

4.2.3 Plasmaätzen

Im Anschluss an die Konditionierung im Magnetfeldofen wurden an bestimmten Schichten Modellversuche zur Bestimmung des Einflusses des Schichtvolumens auf die Sensorfunktionalität durchgeführt. Der Materialabtrag erfolgte mittels Plasmaätzens in der oben genannten Beschichtungsanlage unter Argon-Atmosphäre bei einem Arbeitsgasdruck von 0,5 Pa und einer RF-Leistung von 500 W. Der Gleichspannungsanteil des so genannten Substrat-Selfbias betrug -230 V. Mit diesen Einstellungen ließen sich eine geringe Ätzrate von etwa 0,7 nm/min und ein geringer Materialabtrag von 83 nm in 120 min. realisieren. Durch den Einbau einer Lochblende in den Rezipienten konnte der Gleichspannungsanteil bei ansonsten gleichen Ätzparametern auf -560 V erhöht werden, wodurch sich eine höhere Ätzrate von 3,6 nm/min ergab. Die niedrige Ätzrate diente dem Abtrag von Schichtmaterial bis 100 nm, wohingegen die Konfiguration mit eingebauter Blende für höhere Materialabträge genutzt wurde. Der Substratteller erwärmte sich während des Ätzvorgangs auf maximal 65 °C.

4.3 Charakterisierung des Schichtaufbaus

4.3.1 Gesamtschichtdicke und Rauheit

Die Gesamtschichtdicke der Schichten wurde mittels taktiler Oberflächenprofilometrie gemessen. Dazu wurden die Substrate vor der Beschichtung mit einem dünnen Streifen Kapton-Klebeband abgeklebt. Nach der Schichtabscheidung wurde der Klebestreifen entfernt und der sich ergebende Höhenunterschied h_G zwischen Schicht und Substrat mit einem Profilometer vom Typ *P-10* der Firma *KLA-Tencor* vermessen, wie Abbildung 4-6

schematisch zeigt. Da durch den Plasmaätzvorgang vor dem Beschichten nur an den nichtabgeklebten Stellen des Substrats Material abgetragen wurde, muss die Ätztiefe d_A bei der Berechnung der Schichtdicke t aus dem gemessenen Höhenunterschied h_G zwischen Schicht und Substrat hinzuaddiert werden:

$$t = h_G + d_A. \quad (4.1)$$

Die Ätztiefe d_A ergibt sich aus der Ätzzeit t_A und Ätzrate r_A , welche in Vorversuchen ermittelt wurde.

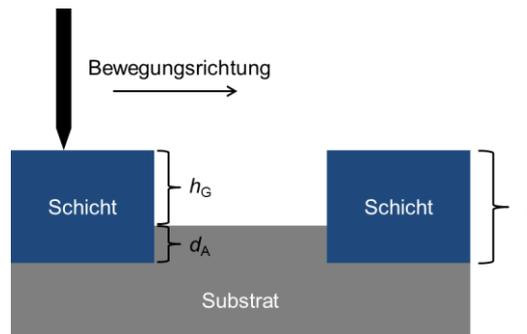


Abbildung 4-6: Schematische Darstellung der Schichtdickenbestimmung mittels Oberflächenprofilometrie.

Die Höhendifferenz wurde jeweils an der rechten und linken Stufe des Grabens an drei verschiedenen Positionen auf der Probe gemessen und daraus der arithmetische Mittelwert gebildet.

Zudem konnte mittels der Oberflächenprofilometrie die Rauheit der Schichten ermittelt werden. Dazu wurde die Tastspitze mit konstanter Geschwindigkeit über eine Länge von 4 mm über die Probenoberfläche verfahren. Anhand des Profils können die mittlere Rauheit R_a , die quadratische Rauheit R_q , die Rautiefe R_t und die gemittelte Rautiefe R_z bestimmt werden. Dabei wird die quadratische Rauheit aus dem Mittel der Abweichungsquadrate berechnet und entspricht dem „quadratischen Mittel“, wohingegen die Rautiefe aus der Differenz des höchsten und tiefsten Punkts des Profils bestimmt wird. Die Messung wurde an jeweils drei verschiedenen Positionen auf der Probe durchgeführt, um den jeweiligen Mittelwert zu bestimmen.

4.3.2 Chemische Zusammensetzung

Die chemische Zusammensetzung der Schichten wurde mithilfe der Elektronenstrahlmikroanalyse (*Abk.*: EPMA, *engl.*: electron probe microanalysis) und anhand von Augerelektronenspektroskopie-Tiefenprofilen (*Abk.*: AES) bestimmt.

Elektronenstrahlmikroanalyse

Zur quantitativen Untersuchung der chemischen Zusammensetzung mittels der Elektronenstrahlmikroanalyse wurde eine Elektronenstrahlmikrosonde vom Typ *Camebax Microbeam* der Firma *Cameca* verwendet. Die Proben wurden dazu mit Elektronen der kinetischen Energie von 10 keV beschossen. Die von der Probe emittierte charakteristische Röntgenstrahlung wurde durch Beugung am Einkristall spektral zerlegt. Charakteristische

Röntgenstrahlung entsteht bei Elektronenübergängen zwischen Energieniveaus der inneren Elektronenhülle und ist charakteristisch für das jeweilige Element. Anhand der gemessenen Intensität der jeweiligen charakteristischen Röntgenstrahlung kann mithilfe von Standardproben bekannter Zusammensetzung die Konzentration des jeweiligen Elements in der Probe bestimmt werden. Die Elementzusammensetzung der Schichten konnte mit einer Messunsicherheit < 1 % bestimmt werden. Da die Informationstiefe etwa 1 µm beträgt, eignete sich dieses Verfahren nur zur Analyse von Einlagenschichten mit Schichtdicken von mindestens 1 µm.

Augerelektronenspektroskopie

Die Augerelektronenspektroskopie basiert auf dem Auger-Effekt, also der Analyse eines vom Festkörper durch spezielle Vorgänge emittierten Elektrons. Dazu wird die zu untersuchende Probe mit einem Elektronenstrahl beschossen. Das emittierte Auger-Elektron besitzt eine elementspezifische kinetische Energie, welche mittels der Augerelektronenspektroskopie detektiert wird. Analog zur EPMA ist eine Kalibration des Messsignals mit Standardproben notwendig. Aufgrund der geringen Reichweite der emittierten Elektronen werden nur oberflächennahe Auger-Elektronen erfasst, weswegen die AES eine oberflächensensitive Methode ist. Wird zusätzlich mittels eines Ionenstrahls sukzessiv Schichtmaterial abgetragen, so kann ein Tiefenprofil der Elementkonzentration erstellt werden. Diese Methode wurde zur elementaren Analyse von Viellagenschichten genutzt. Das Auflösungsvermögen wird durch die Austrittstiefe der Augerelektronen begrenzt und beträgt 1 - 2 nm. Für die Augerelektronenspektroskopie wurde ein Gerät vom Typ *PHI 680 Auger Nanoprobe* der Firma *Physical Electronics* verwendet. Zur Erstellung eines Tiefenprofils wurde der Ar-Ionenstrahl im Winkel von 45 ° auf die Probenoberfläche gerichtet. Die Energie des Ionenstrahls wurde mit 250 eV niedrig gewählt, um eine durch den Strahl verursachte Durchmischung der Lagen zu verhindern. Die Materialabtragsrate bezogen auf eine SiO₂ Standardprobe betrug 0,21 nm/min. Die realen Abtragsraten sind stark materialabhängig. Aus diesem Grund wurden Tiefenprofile in Abhängigkeit der Abtragszeit erstellt. Darüber hinaus wurden an ausgewählten Viellagenschichten Schrägschliffe im Winkel von 7 ° zur Probenoberfläche angefertigt, um die einzelnen Lagen bis zum Substrat freizulegen. Dies ermöglichte die Analyse der chemischen Zusammensetzung einzelner Lagen.

4.3.3 Schichtstruktur und –gefüge

Röntgendiffraktometrie

Die Analyse der Kristallstruktur und Phasen wurden mittels der Röntgendiffraktometrie (*Abk.:* XRD, *engl.:* X-ray diffraction) in der Bragg-Brentano-Geometrie (θ - 2θ Konfiguration) durchgeführt. Die Beugung von Röntgenstrahlen an geordneten Strukturen wie Kristallen wird eingesetzt, um die Struktur von Kristallen und kristalline Phasen anhand eines Diffraktogramms zu bestimmen. Die an einer Schar paralleler Netzebenen (h,k,l) gebeugten Strahlen interferieren konstruktiv miteinander, wenn die Bragg-Bedingung erfüllt ist

$$2d_{hkl} \cdot \sin \Theta = \lambda_w, \quad (4.2)$$

wobei d_{hkl} den Abstand der Netzebenenschar (h,k,l) , λ_w die Wellenlänge der Röntgenstrahlung und θ den Beugungswinkel bezeichnet. Die gebeugten Strahlen können unter einem Beugungswinkel 2θ vom einfallenden Strahl detektiert werden. Anhand von Gleichung (4.2) lässt sich der Netzebenenabstand d_{hkl} berechnen, wobei die Millerschen Indizes (h,k,l) die Lage einer Schar paralleler Netzebenen im reziproken Gitter angeben. Für kubische Kristallsysteme lässt sich aus d_{hkl} und den Millerschen Indizes der Gitterparameter a der Elementarzelle berechnen

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (4.3)$$

Die Röntgendiffraktogramme wurden mit einem Pulverdiffraktometer vom Typ *PADII* der Firma *Seifert* unter Verwendung von Cu-K α -Strahlung ($\lambda_w = 0,15406$ nm) erstellt. Der gemessene Winkelbereich 2θ betrug $10^\circ - 120^\circ$ mit einer Schrittweite von $0,01^\circ$. Zur Identifizierung der Beugungsreflexe diente die Referenzdatenbank „Powder-Diffraction-Files“ (Abk.: PDF) des International Centre For Diffraction Data.

Röntgenreflektometrie

Bei der Röntgenreflektometrie (Abk.: XRR, engl.: X-ray reflectivity) lässt man Röntgenstrahlen unter flachem Einfallswinkel ($\theta \leq 5^\circ$) auf eine ebene Fläche einfallen und detektiert die reflektierten Röntgenstrahlen. Diese Methode eignet sich zur Charakterisierung von Oberflächen, Dünnschichten und Viellagenschichten. Für Einfallswinkel unterhalb des kritischen Winkels θ_{krit} findet Totalreflexion statt, da der Brechungsindex von Festkörpern für Röntgenstrahlen im Allgemeinen kleiner als 1 ist. Der kritische Winkel wird von der Dichte und der chemischen Zusammensetzung der Schicht beeinflusst. Oberhalb des kritischen Winkels werden Intensitätssoszillationen beobachtet, welche bei Einlagenschichten durch konstruktive Interferenz der an der Oberfläche und an der Schicht-Substrat Grenzfläche reflektierten Strahlen entstehen. Aus den Abständen der Intensitätsmaxima lässt sich die Schichtdicke ermitteln. Bei Viellagenschichten hingegen dominiert die destruktive Interferenz, und konstruktive Interferenz resultiert nur aus der Periodizität der Viellagenstruktur. Aus der Existenz der Intensitätsmaxima lassen sich daher bei Viellagenschichten mit zwei verschiedenen Materialien Aussagen zur Regelmäßigkeit der Doppellagenstruktur ableiten. Mithilfe einer modifizierten Bragg-Gleichung wird die Doppellagendicke Λ bestimmt

$$\Lambda = \lambda_w \cdot \frac{p-q}{2 \cdot (\sin \theta_p - \sin \theta_q)} \quad (4.4)$$

wobei p und q die p -te und q -te Ordnung der Oszillationsreflexe sind [275].

Für die Röntgenreflektometriemessungen wurde ein Vierkreisdiffraktometer vom Typ *ID3003* der Firma *Seifert* ebenfalls in der Bragg-Brentano Anordnung mit Schneidblende verwendet. Die Messungen wurden im Winkelbereich zwischen $0,05^\circ$ bis 8° in $0,005^\circ$ Schritten und einer Messdauer pro Schritt von 40 s durchgeführt.

Rasterelektronenmikroskopie

Das Gefüge und der Schichtaufbau der Proben wurden mittels der Rasterelektronenmikroskopie (Abk.: REM) untersucht. Dazu wird ein Elektronenstrahl über das zu untersuchende Objekt geführt. Die emittierten Sekundärelektronen dienen der Erzeugung eines Abbilds der gerasterten Oberfläche. Die Rasterelektronenmikroskopie

eignet sich nur bedingt zur Abbildung von isolierenden Proben, da sich diese durch den auftreffenden Elektronenstrahl statisch aufladen und nur sehr wenige Sekundärelektronen emittiert werden. In dieser Arbeit wurden Oberflächen und Bruchflächen von ausgewählten Viellagenschichten mit Rasterelektronenmikroskopen des Typs *JSM-840* der Firma *Jeol* und des Typs *XL30S* der Firma *FEI* untersucht. Die Beschleunigungsspannung der Elektronen betrug 15 kV und der maximale Vergrößerungsfaktor betrug 25.000.

Transmissionselektronenmikroskopie

Mittels der Transmissionselektronenmikroskopie (*Abk.*: TEM) können direkte Abbildungen von sehr dünnen Objekten mit hohen Vergrößerungen erzeugt werden. Die hochauflösende Transmissionselektronenmikroskopie (*Abk.*: HRTEM, *engl.*: high resolution transmission electron microscopy) ermöglicht sogar eine Auflösung im atomaren Bereich. Aus Hellfeld- und Dunkelfeldaufnahmen lassen sich Informationen bezüglich des strukturellen Aufbaus, wie Netzebenenabstände, Korngrößen, Textur und Phasengrenzen ableiten. Dazu durchdringt ein Elektronenstrahl die sehr dünne Probe, wobei die Wechselwirkung der hochenergetischen Elektronen mit den Atomen der Probe ein Beugungsmuster erzeugt. Anhand des Beugungsmusters kann der Netzebenenabstand d_{hkl} mittels einer aus der Bragg-Gleichung abgeleiteten Formel berechnet werden

$$d_{hkl} = \frac{\lambda_e \cdot L_k}{R_b}, \quad (4.5)$$

wobei λ_e die Wellenlänge der Elektronen, L_k die Kameralänge und R_b der Radius des Beugungsringes sind.

Um die Transmission der Elektronen zu ermöglichen, muss die Schicht idealerweise 20 nm bis 50 nm dick sein, was eine aufwändige Probenpräparation bedingt. Die Schichten wurden dazu auf thermisch oxidierte einkristalline Si(100)-Substrate der Geometrie $5 \times 5 \times 0,375 \text{ mm}^3$ abgeschieden. Aus den beschichteten Substraten wurden Schichtquerschnitte mittels zwei verschiedenen Methoden hergestellt. In der ersten Methode wurde zuerst ein Stapel aus 10 unbeschichteten Si(100) Substraten und zwei beschichteten Substraten gebildet, wobei die beschichteten Substrate in der Mitte des Stapels mit den Schichtoberflächen zueinander positioniert wurden. Anschließend wurde der Stapel im Querschnitt in 300 μm dicke Scheiben gesägt. Aus den Scheiben wurden Proben mit einem Durchmesser von 3 mm mittels eines Ultraschallkernbohrers ausgebohrt. Diese wurden danach beidseitig angeschliffen, sodass die Probe bis auf 100 μm ausgedünnt wurde. Im Anschluss daran wurde beidseitig eine Mulde in der Probenmitte erzeugt, wodurch die Probe in der Mitte auf weniger als 10 μm ausgedünnt wurde. Schließlich wurde in der Probenmitte ein Loch mittels eines Ionenstrahls geätzt. Am Rand des Loches ist die Schicht sehr dünn und mit Elektronen durchstrahlbar. Die zweite Methode zur Herstellung von Schichtquerschnitten erfolgte mithilfe einer Ionenfeinstrahlanlage (*Abk.*: FIB, *engl.*: focused ion beam) vom Typ *Quanta 200 3D* der Firma *FEI* an der Ruhr-Universität Bochum innerhalb einer Kooperation bezüglich des Schwerpunktprogramms 1299, mittels derer eine Lamelle direkt aus der Probe herausgeschnitten und anschließend ausgedünnt wurde. Die Transmissionselektronenmikroskopie-Aufnahmen wurden mit Elektronenmikroskopen vom Typ *CM30* der Firma *Philips* und vom Typ *Tecnai F20* der Firma *FEI* mit einer Beschleunigungsspannung von jeweils 300 keV und 200 keV durchgeführt.

4.3.4 Oxidationsverhalten

Zur Charakterisierung des Oxidationsverhaltens wurde eine thermogravimetrische Analyse durchgeführt, bei der die Massenänderung der Probe in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit gemessen wird. Dazu wird die Probe in einem Tiegel aus temperaturstabilem und inertem Material in einem Ofen erhitzt. Der Probenhalter ist an eine Mikrowaage gekoppelt, welche die Massenänderung detektiert. Die Proben temperatur wird mit einem Thermoelement gemessen. Zur Untersuchung der Massenzunahme durch Oxidation wird die Probenkammer mit einem kontinuierlichem Ar/O₂ (80 % Ar, 20 % O₂) Gasfluss gespült.

Die thermogravimetrische Analyse wurde mit einer Thermowaage vom Typ *TG-DTA 1750°C* der Firma *Setaram Instrumentation* durchgeführt. Es wurden thermisch oxidierte Si(100)-Substrate der Geometrie 3 x 3 x 0,375 mm³ verwendet. Zur Bestimmung der Temperatur, bei der die Oxidation einsetzt, wurde folgendes Messprogramm verwendet. Die Temperatur des Ofens wurde von 300 °C bis 800 °C in 100 °C Schritten erhöht und jeweils für 1 h konstant gehalten bei gleichzeitiger Messung der Massenänderung. Zunächst wurde eine Leermessung des Al₂O₃-Tiegels zur Bestimmung der Basislinie durchgeführt. Anschließend wurde das Messprogramm mit dem Tiegel und einem unbeschichteten Substrat durchlaufen, um den Substrateinfluss auf die Massenänderung der Schicht in der Auswertung eliminieren zu können. Danach wurde das einseitig beschichtete Substrat mit Tiegel gemäß dem gewählten Messprogramm gemessen.

4.4 Charakterisierung der magnetischen Eigenschaften

4.4.1 Statische magnetische Eigenschaften

Die Hysteresekurven der magnetischen Polarisierung in der Schichtebene in leichter und schwerer Richtung werden mithilfe eines Vibrationsmagnetometers (*Abk.: VSM, engl.: vibrating sample magnetometer*) gemessen. Der Aufbau ist schematisch in Abbildung 4-7 gezeigt. Zwei Elektromagnete erzeugen ein näherungsweise homogenes Magnetfeld an der Probenposition. Die erzeugte magnetische Feldstärke wird mittels einer Hallsonde ausgelesen. Die Probe wird auf einem nichtmagnetisierbaren Probenhalter aufgeklebt und bewegt sich periodisch mit einer Vibrationsfrequenz von 380 Hz und einer Amplitude von 3 mm senkrecht zu den Magnetfeldlinien mittels eines Oszillationsantriebs der Firma *Wissel*. Die durch die Bewegung hervorgerufene magnetische Flussänderung der Probe induziert in zwei Pick-up Messspulenpaaren eine elektrische Spannung. Diese Spannung ist proportional zur Polarisierung der Probe und kann somit als Funktion des äußeren Feldes bestimmt werden. Mittels dieser Messmethode lässt sich die Polarisierung der Probe integral über das gesamte Schichtvolumen messen.

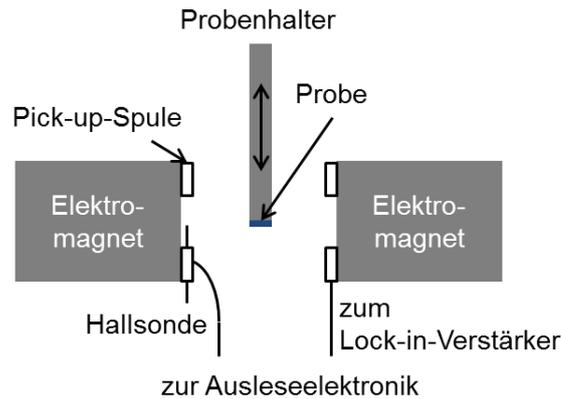


Abbildung 4-7: Schematische Darstellung des Messaufbaus eines Vibrationsmagnetometers.

Zur Messung der magnetischen Eigenschaften wurden die Schichten auf Si/SiO₂ Substraten der Geometrie 5 x 5 x 0,375 mm³ abgeschieden. Das äußere Magnetfeld wurde in 0,5 mT Schritten bis 40 mT erhöht, um die Polarisation der Probe in Abhängigkeit des äußeren Magnetfelds zu bestimmen. Zum Durchlauf einer kompletten Hysteresekurve wurde das äußere Magnetfeld von 40 mT bis -40 mT und zurück auf 40 mT variiert. Jeder aufgenommene Messwert wurde über 3 s gemittelt. Die Messung in leichter und schwerer Magnetisierungsrichtung erfolgt über eine Drehung des Probenhalters um 90°. Anhand der gemessenen Hysteresekurve lassen sich die Sättigungspolarisation J_s , das Koerzitivfeld H_c und das uniaxiale Anisotropiefeld H_u in der Schichtebene bestimmen. Da die Viellagenschichten auch nichtmagnetische TiN-Schichtanteile besitzen, wurde die Sättigungspolarisation auf die Gesamtdicke der magnetischen Lagen $t_m = n \cdot d_{FeCoHfN}$ bezogen.

Im Rahmen einer Kooperation innerhalb des Schwerpunktprogramms 1299 wurden an der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel Messungen der temperaturabhängigen Hysteresekurve im Temperaturbereich von Raumtemperatur (Abk.: RT) bis 500 °C durchgeführt. Dazu wurde ein Lakeshore 7300 Vibrationsmagnetometer mit einer zusätzlichen Lakeshore 74034 Hochtemperaturkammer verwendet. Da die Probe aufgrund der zusätzlichen Kammer nicht optisch ausrichtbar war, wurde die winkelabhängige Remanenzpolarisation J_R der Probe gemessen. Dazu wurde die Schicht zunächst im externen Magnetfeld gesättigt. Nach Abschalten des äußeren Feldes verbleibt die Probe in der Remanenz, deren Winkelabhängigkeit durch eine horizontale 360° Rotation der Probe gemessen wurde. Die Messkurve beschreibt eine verschobene Sinuskurve, aus deren Maxima und Nulldurchgängen die leichte beziehungsweise schwere Richtung der Magnetisierung identifiziert werden kann. Für die Untersuchung der Temperaturabhängigkeit wurde die Temperatur in 100 °C Schritten erhöht. Nach dem jeweiligen Erreichen einer stabilen Temperatur wurde die Hysteresekurve in leichter und schwerer Magnetisierungsrichtung gemessen. Zusätzlich diente die Messung der winkelabhängigen Remanenzpolarisation bei einer Schichttemperatur von 500 °C der Untersuchung der Änderung der Anisotropierichtung.

4.4.2 Dynamische magnetische Eigenschaften

Frequenzabhängige Permeabilität

Die Bestimmung der frequenzabhängigen Permeabilität erfolgt durch Messung des komplexen Reflexionskoeffizienten S_{11} mittels eines Vektor-Netzwerkanalysators (Abk.: VNA). Dazu wird die Probe in einer kurzgeschlossenen Streifenleitung positioniert und über ein Koaxialkabel mit einem Netzwerkanalysator der Firma *Agilent* vom Typ *8753 ES* verbunden [276]. Vor der Messung wurde eine 1-Port Kalibration mit den Kalibrierstandards Open, Load und Short durchgeführt, um parasitäre Reflexionen der einfallenden Welle beispielsweise im Koaxialkabel zu eliminieren. Anschließend wurde die Kalibrierebene mittels einer Phasenverschiebung auf die Messebene verschoben, die dem Anfang der Streifenleitung entspricht. Die Bestimmung der Permeabilität der Schicht erfolgt in drei Messschritten. Zunächst wird eine Leermessung des Messkopfs ohne Substrat durchgeführt, um die effektive Permittivität der leeren Streifenleitung ϵ_{eff}^{leer} zu bestimmen. Anschließend wird die Probe in der Streifenleitung positioniert, sodass das äußere Wechselfeld h_x parallel zur uniaxialen Anisotropierichtung orientiert ist. Mittels eines Elektromagneten wird die Schicht in Richtung der Anisotropie gesättigt. Diese Messung des Substrats mit gesättigter Schicht dient der Bestimmung der effektiven Permittivität des Substrats ϵ_{eff}^{Sub} , wobei $\mu_{eff}^{Sub} = 1$ angenommen werden kann. Im nächsten Schritt wird das äußere statische Feld abgeschaltet und die Probe in der Streifenleitung um 90° gedreht, sodass das uniaxiale Anisotropiefeld senkrecht zur einfallenden Welle orientiert ist. Aus der Messung des Reflexionskoeffizienten S_{11} lässt sich schließlich mit

$$\mu_{eff} = \left(\frac{i \cdot c_0 \cdot \ln(-S_{11})}{4 \cdot \pi \cdot f \cdot l_{Sub} \cdot \sqrt{\epsilon_{eff}^{Sub}}} - \frac{\sqrt{\epsilon_{eff}^{leer}} \cdot l_{leer}}{\sqrt{\epsilon_{eff}^{Sub}} \cdot l_{Sub}} \right)^2 \quad (4.6)$$

die effektive Permeabilität der Schicht berechnen, wobei die effektiven Permittivitäten der leeren Streifenleitung und des Substrats durch iterative Subtraktion eliminiert werden [276]. In Gleichung (4.6) bezeichnet i die imaginäre Einheit, c_0 die Vakuumlichtgeschwindigkeit, l_{leer} die Länge der Streifenleitung, in der sich keine Probe befindet, und l_{Sub} die Länge des Substrats. Mithilfe der effektiven Permeabilität und geometriebedingten Faktoren lässt sich die relative Permeabilität errechnen

$$\mu_r = \frac{\mu_{eff} - 1}{k \cdot \frac{t}{h_{st}}} \quad (4.7)$$

Dabei ist k ein Proportionalitätsfaktor, der anhand einer Probe mit bekannter Anfangspermeabilität bestimmt wird, t ist die Schichtdicke und h_{st} ist die Gesamthöhe des Streifenleiters. Der Nenner von Gleichung (4.7) besitzt den Charakter einer Raumausfüllung. Aufgrund der nichtmagnetischen TiN Schichtanteile wurde in Gleichung (4.7) die Gesamtdicke der magnetischen Lagen $t_m = n \cdot d_{FeCoHfN}$ eingesetzt. Die Messung der frequenzabhängigen Permeabilität erfolgte bei einer Leistung des anregenden Wechselfeldes von 0 dBm im Frequenzbereich von 50 MHz bis 5 GHz in 201 äquidistanten Schritten. Zur Verbesserung des Signal-zu-Rausch Verhältnisses wurde über 25 Messkurven gemittelt.

Frequenzabhängige Permeabilität unter mechanischer Last

In einem erweiterten Versuchsaufbau, welcher in Abbildung 4-8 gezeigt ist, lässt sich bei der Verwendung von Substraten mit einer Geometrie von $45 \times 5 \times 0,375 \text{ mm}^3$ die frequenzabhängige Permeabilität unter mechanischer Belastung messen [277]. Für diesen Zweck wird das Substrat nicht komplett beschichtet, sondern nur eine Fläche von $5 \times 5 \text{ mm}^2$ in der Mitte des Substrats, was der Probengeometrie zur Messung der Permeabilität ohne mechanische Last entspricht. Das Substrat wird mittig im Messkopf positioniert, sodass die Schicht sich in der kurzgeschlossenen Streifenleitung befindet. Die Richtung der uniaxialen Anisotropie ist senkrecht zum anregenden Wechselfeld orientiert. Mittels zweier Biegestempel, die von oben auf den linken und rechten Rand des Substrats mithilfe einer Mikrometerschraube abgesenkt werden können, wird der Substrat-Schicht Verbund durchgebogen und mechanische Spannungen in der Schicht induziert. Die frequenzabhängige Permeabilität kann somit in Abhängigkeit von mechanischen Spannungen gemessen werden.

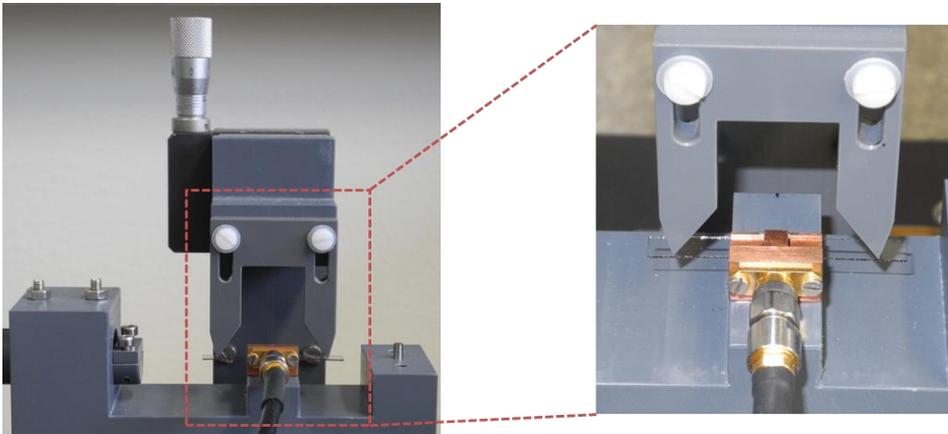


Abbildung 4-8: Aufbau zur Messung der frequenzabhängigen Permeabilität unter mechanischer Last.

Zunächst wird der Messkopf mithilfe einer „Short-Response“ Kalibrierung als ideal kurzgeschlossen definiert, um fertigungsbedingte systematische Messfehler zu eliminieren. Die Messeinstellungen wie Leistung, Frequenzbereich und Mittelung der Messkurven, werden analog zur Messung der Permeabilität ohne mechanische Belastung gewählt. Zur besseren Darstellung der Abhängigkeit der ferromagnetischen Resonanzfrequenz von mechanischen Spannungen, wird der Realteil des Reflexionskoeffizienten $S_{11}(\sigma, f)$ ausgewertet. Zunächst werden jeweils eine Messung ohne und mit Substrat vorgenommen, um den Einfluss des Messkopfes und des Substrats eliminieren zu können. Anschließend wird eine Referenzmessung des Substrats mit Schicht ohne Belastung durchgeführt. Mittels der Mikrometerschraube werden die Biegestempel soweit abgesenkt, dass diese ohne Kraft auf dem Substrat aufliegen. Diese Position wird als Nullposition definiert. Anschließend werden die Stempel in $0,02 \text{ mm}$ Schritten abgesenkt und jeweils eine Messung der frequenzabhängigen Permeabilität durchgeführt. Liegt das Substrat mit der Schicht nach oben zeigend in der Streifenleitung, so werden bei der Durchbiegung Zugspannungen in der Schicht induziert. Wird das Substrat mit der Schicht nach unten zeigend in den Messkopf positioniert, lassen sich Druckspannungen induzieren. Die schematische Skizzierung des Versuchsaufbaus sowie eine detaillierte Rechnung zur Ermittlung der induzierten mechanischen Spannung in der Schicht werden in Abschnitt 5.2.1 präsentiert.

Temperaturabhängige frequenzabhängige Permeabilität

Zur Messung der temperaturabhängigen Hochfrequenzpermeabilität wird eine kurzgeschlossene Streifenleitung mit integriertem resistiven Heizelement verwendet [278]. Die Temperatur der Probe wurde von RT bis 300 °C in 25 °C Schritten erhöht. Bei jeder Temperatur wurde eine „Short-Response“ Kalibrierung des Messkopfes durchgeführt. Anschließend wurden die drei benötigten Messschritte analog zu der vorher beschriebenen Vorgehensweise durchgeführt, um die Permeabilität der Schicht nach Gleichung (4.6) und (4.7) für jeden Temperaturschritt bestimmen zu können.

4.5 Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften

4.5.1 Härte und Elastizitätsmodul

Die Härte und der reduzierte Elastizitätsmodul der Schichten wurden mittels Nanoindentierung gemessen. Als Prüfkörper wird eine Berkovich-Pyramide aus Diamant mit einem Öffnungswinkel von 142,3 ° verwendet. Bei der Nanoindentierung wird eine Last-Eindringtiefe Kurve in äquidistanten Schritten bis zum Erreichen einer Maximallast und anschließendem Entlasten aufgenommen, aus der die Härte und der Elastizitätsmodul bestimmt werden können. Abbildung 4-9 zeigt schematisch eine Last-Eindringkurve mit den Kenngrößen maximale Kraft F_{max} , maximale und verbleibende Eindringtiefe h_{max} und h_f , sowie die Steifigkeit S . Die Steifigkeit entspricht der Steigung einer an die Entlastungskurve angelegten Tangente. Zur Auswertung der Last-Eindringtiefe Kurven wird die Methode nach Oliver und Pharr angewandt, welche als Standardverfahren zur Auswertung von Last-Eindringkurven etabliert ist [279].

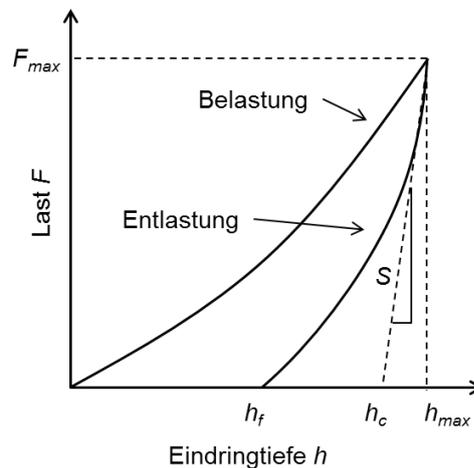


Abbildung 4-9: Schematische Darstellung einer Last-Eindringtiefe Kurve mittels Nanoindentierung mit den zugehörigen Kennwerten, nach [279].

Die Härte H ist als mittlerer Kontaktdruck unter Last definiert und wird über den Quotienten aus maximaler Kraft F_{max} und Kontaktfläche A_c zwischen Spitze und Probe errechnet

$$H = \frac{F_{max}}{A_c} . \quad (4.8)$$

Zur Bestimmung der Kontaktfläche muss aus der maximalen Eindringtiefe h_{max} unter Last die Kontakttiefe h_c berechnet werden

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{F_{max}}{S}, \quad (4.9)$$

wobei ε ein geometrieabhängiger Faktor ist (Berkovich-Pyramide: $\varepsilon = 0,75$). Mit Gleichung (4.9) und der Spitzenformfunktion lässt sich die Kontaktfläche bestimmen, welche zur Berechnung der Härte und des reduzierten Elastizitätsmoduls E_r benötigt wird. Der unkorrigierte reduzierte Elastizitätsmodul E_r^* ergibt sich folgendermaßen aus der Steifigkeit S

$$E_r^* = \frac{S}{2\beta} \sqrt{\frac{\pi}{A_c}}, \quad (4.10)$$

wobei β ein geometrieabhängiger Korrekturfaktor ist. Für eine Berkovich-Pyramide gilt $\beta = 1,034$. Der unkorrigierte reduzierte Elastizitätsmodul E_r^* berücksichtigt die elastische Verformung der Spitze während des Eindringens. Er steht im folgenden Zusammenhang mit den Elastizitätsmoduli der Probe E und des Indenters E_i , sowie den Querkontraktionszahlen von Probe ν und Indenter ν_i

$$\frac{1}{E_r^*} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i}. \quad (4.11)$$

Für einen Prüfkörper aus Diamant gilt $(1-\nu_i^2)/E_i = 9,951 \cdot 10^{-4} \text{ GPa}^{-1}$ [280]. Aus Gleichung (4.11) lässt sich damit der reduzierte Elastizitätsmodul der Probe $E_r = E/(1-\nu^2)$ berechnen.

In dieser Arbeit wurde ein *Ultra-Micro Indentation System 2000* (UMIS 2000) der Firma *CSIRO* verwendet. Die Auswertung der Last-Eindringkurven erfolgte mittels der Software *Indent Analyser*. Bei kleinen Prüflasten und Eindringtiefen treten Messfehler durch Oberflächeneffekte und Abweichungen vom idealen Zustand des Eindringkörpers auf. Zur Minimierung dieser Effekte wurde eine Kalibration der Prüfkörper-Flächenfunktion $A_c(h_c)$ durch Messungen an Quarz und Saphir durchgeführt.

Zur Messung der Härte und des reduzierten Elastizitätsmoduls der in dieser Arbeit verwendeten Schichten wurde die Last von 0 beginnend in 50 äquidistanten Schritten bis zu einer Maximallast erhöht. Die Maximallast wurde anhand der Eindringtiefe optimiert. Einerseits sollte die Eindringtiefe kleiner als 1/10 der Schichtdicke sein, um Substrateinflüsse vernachlässigen zu können. Andererseits führen kleine Eindringtiefen zu einer höheren Streuung der Messwerte, da der Einfluss der Oberflächenbeschaffenheit, wie Rauheit der Probe, zunimmt. Daher sollte die Eindringtiefe andererseits mindestens das Fünffache der Rauheit betragen. Für die Messungen der Fe-Co-Hf-N/Ti-N Viellagenschichten wurde eine Maximallast von 5 mN gewählt, sodass die Eindringtiefe maximal 10 % der Gesamtschichtdicke betrug. Nach Erreichen der Maximallast wurde diese für 10 s konstant gehalten, um das Einsinken des Prüfkörpers durch Fließeffekte zu ermitteln. Anschließend wurde die Last in 30 äquidistanten Schritten auf 0 reduziert. In der Auswertung wurde die Last-Eindringkurve um die Einsinktiefe korrigiert. An jeder Probe wurden 16 Last-Eindringkurven aufgenommen und ein Mittelwert der Härte und des reduzierten Elastizitätsmoduls gebildet. Um die mechanischen Eigenschaften der Viellagenschichten mit denen der Ti-N und Fe-Co-Hf-N Einlagenschichten vergleichen zu können, wurde die Härte und der reduzierte E-Modul der Einlagenschichten H_{TiN} , $H_{FeCoHfN}$,

$E_{r,TiN}$ und $E_{r,FeCoHfN}$ nach der linearen Mischungsregel (Abk.: LMR) mit den jeweiligen Schichtanteilen X_{TiN} und $X_{FeCoHfN}$ gewichtet

$$H_{LMR} = X_{TiN} \cdot H_{TiN} + X_{FeCoHfN} \cdot H_{FeCoHfN} \quad (4.12)$$

$$E_{r,LMR} = X_{TiN} \cdot E_{r,TiN} + X_{FeCoHfN} \cdot E_{r,FeCoHfN}. \quad (4.13)$$

Bei der Berechnung der Schichtanteile X_{TiN} und $X_{FeCoHfN}$ wurden die unterschiedlichen Kontaktflächen $A_{c,TiN}$ und $A_{c,FeCoHfN}$ zwischen Schicht und Berkovich-Pyramide berücksichtigt

$$X_{TiN} = \frac{A_{c,TiN}}{A_c}, X_{FeCoHfN} = \frac{A_{c,FeCoHfN}}{A_c}. \quad (4.14)$$

Zur Bestimmung von $A_{c,TiN}$ und $A_{c,FeCoHfN}$ wurde ausgenutzt, dass die Kontaktfläche eine Funktion der Kontakttiefe h_c und damit der maximalen Eindringtiefe h_{max} ist [279]

$$A_c(h_c) \sim h_c^2 = c \cdot h_{max}^2. \quad (4.15)$$

Da A_c und h_{max} aus der gemessenen Last-Eindringkurve bekannt sind, kann mittels des berechneten Proportionalitätsfaktors c und $h_{max} = h_{TiN} + h_{FeCoHfN}$ die jeweiligen Kontaktflächen $A_{c,TiN}$ und $A_{c,FeCoHfN}$ mithilfe von Gleichung (4.15) errechnet werden. h_{TiN} und $h_{FeCoHfN}$ bezeichnen die jeweilige Eindringtiefe in die entsprechende Lage des Viellagenverbunds. Allerdings ist zu beachten, dass die lineare Mischungsregel Grenzflächeneffekte vernachlässigt und daher nur als grobe Abschätzung für die zu erwartenden mechanischen Eigenschaften von Viellagenschichten dienen kann.

4.5.2 Schichteigenstressungen

Die Schichteigenstressungen wurden über die Krümmung des Schicht-Substrat-Verbunds ermittelt. Dazu wurden die Schichten auf einkristalline Si(100)-Balken mit den Abmessungen $2 \times 12 \times 0,190 \text{ mm}^3$ abgeschieden. Mittels taktile Oberflächenprofilometrie wird die Durchbiegung des Balkens vor und nach der Schichtabscheidung gemessen. Unter der Annahme einer radialen Durchbiegung und einer kleinen Schichtdicke t im Vergleich zur Substratdicke d , wird aus dem Krümmungsradius R die Eigenstressung der Schicht σ_e mithilfe der modifizierten Stoney-Gleichung errechnet

$$\sigma_e = M_{(001)}^{Si} \cdot \frac{d^2}{6 \cdot R \cdot t}, \quad (4.16)$$

wobei der Ausdruck $M_{(001)}^{Si} = 1,803 \cdot 10^{11} \text{ Pa}$ den biaxialen Elastizitätsmodul von einkristallinem Silizium mit Oberflächennormalenvektor in [001]-Richtung bezeichnet [281]. Der allgemeinen Konvention nach besitzen Druckeigenstressungen ein negatives und Zugeigenstressungen ein positives Vorzeichen.

5 Ergebnisse

5.1 Schichtsystem Fe-Co-Hf-N/Ti-N

Das folgende Kapitel präsentiert die Ergebnisse zur Charakterisierung des Einflusses der Variation des Viellagenaufbaus von Fe-Co-Hf-N/Ti-N Viellagenschichten mit und ohne Ti-Al-N Decklage auf die strukturellen, magnetischen und mechanischen Schichteigenschaften gemäß der in Abbildung 4-2 gezeigten Übersicht.

5.1.1 Variation der Doppellagenanzahl n

In dieser Arbeit wurde der Einfluss der Grenzflächen auf die Konstitution und Mikrostruktur sowie auf die magnetischen und mechanischen Eigenschaften von Fe-Co-Hf-N/Ti-N Viellagenschichten untersucht. Dazu wurde die Anzahl der Doppellagen n bei einer konstanten Gesamtschichtdicke von $1\ \mu\text{m}$ systematisch von $n=7$ auf $n=399$ erhöht. Infolgedessen verringerte sich die theoretische Doppellagendicke von $\Lambda = 119,6\ \text{nm}$ bei 7 Doppellagen auf $\Lambda = 2,4\ \text{nm}$ bei 399 Doppellagen. Aufgrund gleicher Depositionszeiten unter den entsprechenden Targets und unterschiedlichen Zerstäubungsausbeuten ergab sich das Volumenverhältnis $V_{\text{TiN}}/V_{\text{FeCoHfN}} = 1,4$ von Ti-N zu Fe-Co-Hf-N aus dem Verhältnis der Depositionsraten. Neben den hier vorgestellten Ergebnissen wurden an der Viellagenschicht mit sieben Doppellagen Untersuchungen zur Oxidationsbeständigkeit durchgeführt, die im Abschnitt 5.2.2 präsentiert werden.

5.1.1.1 Konstitution und Mikrostruktur

Chemische Zusammensetzung, Viellagenaufbau und Oberflächenbeschaffenheit

Die chemische Zusammensetzung der Schichten wurde mithilfe der Elektronenstrahlmikroanalyse an $1\ \mu\text{m}$ dicken Einlagenschichten zu $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ und $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ bestimmt. Die Schichten enthalten geringe Ar-, C-, und O-Verunreinigungen von jeweils maximal 0,17 At.%, 2,36 At.% und 4,95 At.%. Weiterhin wurden die in einem Prozess gleichzeitig abgeschiedenen Einlagenschichten hinsichtlich möglicher Verunreinigungen durch Atome, die vom jeweils gegenüberliegenden Target stammen, untersucht. In der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht konnte kein Ti nachgewiesen werden. Die $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Einlagenschicht enthält mit 0,10 At.% Spuren von Eisen aus dem $\text{Fe}_{37}\text{Co}_{46}\text{Hf}_{17}$ -Target. Somit liegt der Elementanteil von Atomen die vom jeweils gegenüberliegenden Target stammen bei maximal einer Promille.

Die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht besitzt 76% magnetischen Schichtanteil der Zusammensetzung $\text{Fe}_{42}\text{Co}_{58}$ und 24% nicht-magnetischen $\text{Hf}_{50}\text{N}_{50}$ Schichtanteil. Relativ betrachtet weist die Zusammensetzung des magnetischen Schichtanteils im Vergleich zur chemischen Zusammensetzung des Targets $(\text{Fe}_{45}\text{Co}_{55})_{83}\text{Hf}_{17}$ einen leicht erhöhten Co-Anteil als Folge atomarer Zerstäubungsprozesse auf. Die reaktive Schichtabscheidung in Ar- und

N₂-Atmosphäre ermöglichte die Bildung von stöchiometrischem HfN in der Fe₃₂Co₄₄Hf₁₂N₁₂ Einlagenschicht, wohingegen sich die Ti₅₁N₄₉ Einlagenschicht als leicht unterstöchiometrisch erwies.

Mittels Augerelektronenspektroskopie wurden Tiefenprofile an Viellagenschichten mit $n = 7$, $n = 108$ und $n = 399$ Doppellagen, was den theoretischen Doppellagendicken $\Lambda = 119,6$ nm, $\Lambda = 8,8$ nm und $\Lambda = 2,4$ nm entspricht, als Vertreter für die Schichtsysteme mit niedriger, mittlerer und hoher Doppellagenanzahl ermittelt. Die Tiefenprofile geben Aufschluss über die Existenz von alternierenden Schichtabfolgen und deren chemische Zusammensetzung. In Abbildung 5-1 sind AES-Tiefenprofile der unbehandelten (links) und der bei 600 °C konditionierten (rechts) Schicht mit 7 Doppellagen gezeigt. Die unterschiedlichen Lagen im Viellagenverbund für $n = 7$ sind deutlich voneinander getrennt erkennbar. Zu sehen ist jeweils eine Ti₅₁N₄₉ Decklage gefolgt von sieben Fe₃₂Co₄₄Hf₁₂N₁₂/Ti₅₁N₄₉ Schichtfolgen. Die gemessenen Elementkonzentrationen der Ti₅₁N₄₉ und Fe₃₂Co₄₄Hf₁₂N₁₂ Lagen sind in guter Übereinstimmung mit der gemessenen chemischen Zusammensetzung der jeweiligen Einlagenschichten. Auch nach der Konditionierung bleibt die Periodizität der Lagen erhalten und die Elementkonzentrationen sind nahezu unverändert. Insgesamt liegt der Sauerstoffgehalt sowohl in der unbehandelten als auch in der konditionierten Schicht unter 2 At.-%.

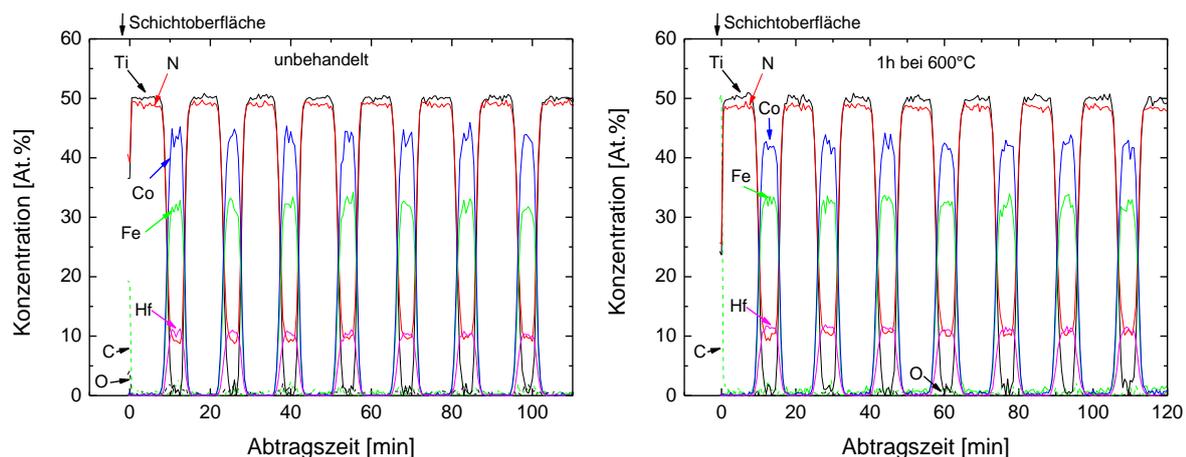


Abbildung 5-1: AES-Tiefenprofile der Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\Lambda = 119,6$ nm) plus einer Ti₅₁N₄₉ Decklage vor (links) und nach (rechts) der Konditionierung bei 600 °C.

Darüber hinaus wurden mittels Augerelektronenspektroskopie die Elementkonzentrationen an 7° Schrägschliffproben der unbehandelten und bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit 7 Doppellagen gemessen, welche jeweils in Abbildung 5-2 und in Abbildung 5-3 zu sehen sind. Abbildung 5-2 zeigt eine Übersicht der durch den Schrägschliff bis zum Substrat freigelegten Lagen der unbehandelten Viellagenschicht und die Konzentrationsverteilungen über die Grenzflächen hinweg bis zum Substrat beispielhaft anhand der Elemente O, Si, Ti und Hf. Die Konzentration der Elemente O und Si sind jeweils farbig mit rot und blau gekennzeichnet, wohingegen eine hohe Helligkeit auf eine hohe Ti-beziehungsweise Hf-Elementkonzentration hinweist. Es ist ein klarer Übergang vom thermisch oxidierten Si/SiO₂ Substrat zur untersten Ti-N Lage erkennbar. Außerdem enthält die gesamte Schicht, in guter Übereinstimmung mit dem gemessenen Tiefenprofil, nahezu keinen Sauerstoff. Des Weiteren lässt sich anhand der Ti- und Hf-

Konzentrationsverteilungen deutlich zwischen den verschiedenen Lagen unterscheiden. Die Verteilung der Ti- und Hf-Elemente ist auf ihre entsprechende Lage begrenzt, sodass es in keiner der 7 Doppellagen zu einer Durchmischung der Elemente über Grenzflächen hinweg gekommen ist. Dieses Ergebnis wird von den an dieser Stelle nicht gezeigten Konzentrationsverteilungen der Elemente Fe und Co bestätigt. Auch nach der Konditionierung bei 600 °C ist keine Diffusion der Elemente Ti und Hf über Lagen hinweg und keine Diffusion von Si oder O aus dem Substrat in die Schicht feststellbar, wie Abbildung 5-3 verdeutlicht. Die Konzentrationsverteilungen der Elemente Fe und Co (hier nicht gezeigt) sind auch weiterhin nach der Konditionierung bei 600 °C auf ihre Lage begrenzt.

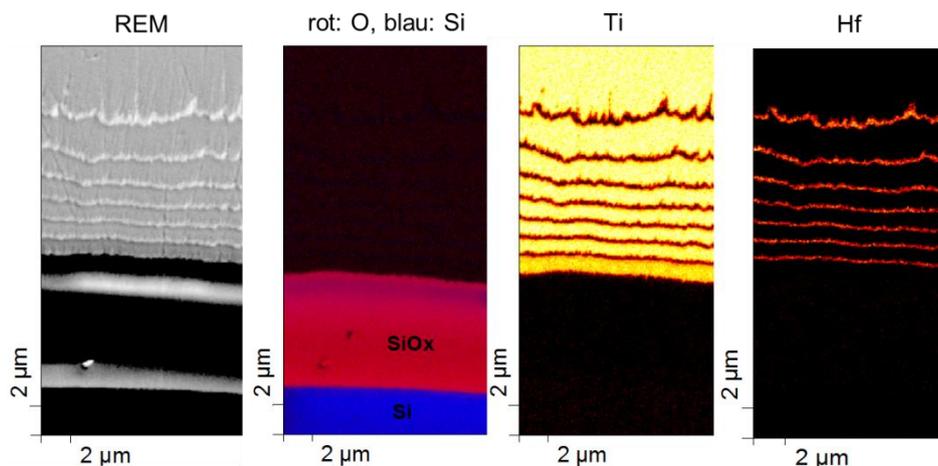


Abbildung 5-2: Konzentrationsverteilung der Elemente O, Si, Ti und Hf einer unbehandelten 7 ° Schrägschliffprobe mit $n=7$ Doppellagen ($\lambda = 119,6$ nm) und einer $Ti_{51}N_{49}$ Decklage gemessen mittels Augerelektronenspektroskopie.

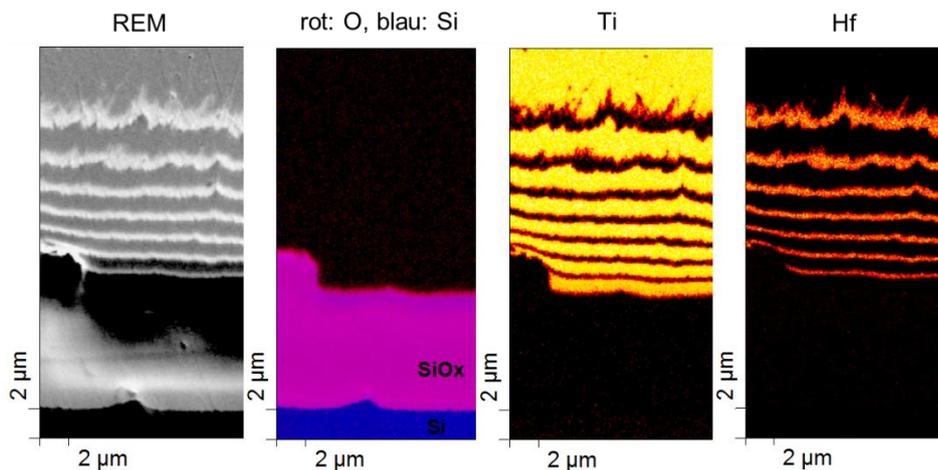


Abbildung 5-3: Konzentrationsverteilung der Elemente O, Si, Ti und Hf einer bei 600 °C konditionierten 7 ° Schrägschliffprobe mit $n=7$ Doppellagen ($\lambda = 119,6$ nm) und einer $Ti_{51}N_{49}$ Decklage gemessen mittels Augerelektronenspektroskopie.

Die AES-Tiefenprofile der Viellagenschicht mit 108 Doppellagen sind in Abbildung 5-4 für die unbehandelte Schicht (links) und die bei 600 °C konditionierte Schicht (rechts) zu sehen. Das Tiefenprofil der wie abgeschiedenen Schicht zeigt eine deutliche Periodizität der

verschiedenen Elemente, sodass der Viellagenaufbau dieser Schicht aus verschiedenartigen Lagen besteht. Die Ti- und N-Konzentrationen sind im gesamten Tiefenprofil über alle Lagen hinweg deutlich größer als die von Fe, Co und Hf. Außerdem besitzen die Ti-N Lagen geringe Anteile von Fe, Co, und Hf. Diese Beobachtungen deuten zunächst auf eine Durchmischung der Lagen hin, welche zum Substrat hin zuzunehmen scheint. Allerdings resultieren die Abnahme und die Durchmischung der Elementkonzentrationen mit zunehmender Abtragstiefe aus dem Messprozess und stellen damit nicht die tatsächliche Lagenstruktur der Schicht selber dar. Nach der Konditionierung bleibt die Konzentrationsmodulation der Elemente erhalten und die Lagenstruktur der Viellagenschicht ist deutlich erkennbar.

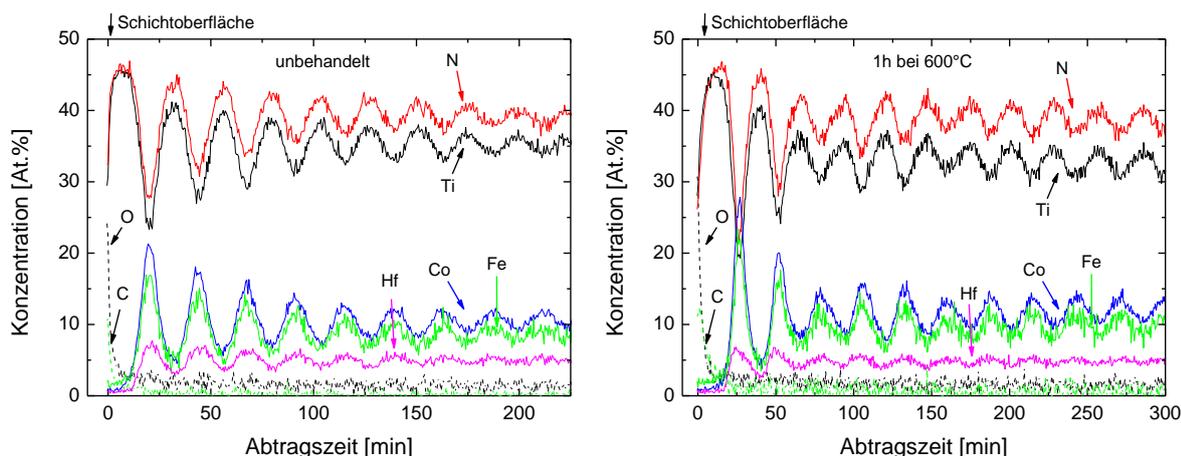


Abbildung 5-4: AES-Tiefenprofile der Viellagenschicht mit $n = 108$ Doppellagen ($\lambda = 8,8$ nm) plus einer $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage vor (links) und nach (rechts) der Konditionierung bei 600 °C.

Die AES-Tiefenprofile der Viellagenschicht mit 399 Doppellagen sind in Abbildung 5-5 für die unbehandelte Schicht (links) und der bei 600 °C konditionierten Schicht (rechts) zu sehen. Auch diese Schichten weisen eine Modulation in den Elementkonzentrationen auf. Die scheinbar durchmischte Elementverteilung bei zunehmender Tiefe kann auch hier auf den Messprozess zurückgeführt werden. Trotz der geringen Einzellagendicken und des aufgrund der Austrittstiefe der Augerelektronen auf 1 - 2 nm begrenzten Auflösungsvermögens konnte auch in der Viellagenschicht mit der höchsten Anzahl an Doppellagen ein Viellagenaufbau mit verschiedenartigen Lagen nachgewiesen werden, der zudem nach der Konditionierung erhalten bleibt. Die Sauerstoffkonzentration beträgt in beiden Schichten maximal 4 At.%.

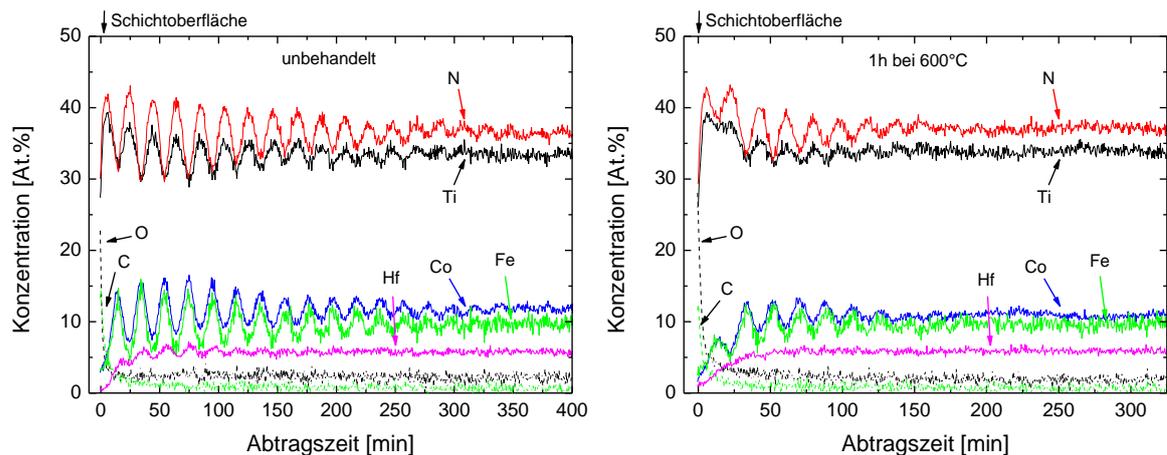


Abbildung 5-5: AES-Tiefenprofile der Viellagenschicht mit $n = 399$ Doppellagen ($\lambda = 2,4 \text{ nm}$) plus einer $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage vor (links) und nach (rechts) der Konditionierung bei 600°C .

In Abbildung 5-6 sind Röntgenreflektometriemessungen der unbehandelten sowie bei 400°C konditionierten Viellagenschichten mit variierender Doppellagenanzahl n zu sehen. Messungen an den bei 600°C konditionierten Proben waren teilweise nicht mehr möglich, da die Schichten mit einer hohen Doppellagenanzahl Haftungsprobleme aufwiesen.

Aus den Winkelpositionen der Reflexminima bzw. Maxima lässt sich gemäß Gleichung (4.4) die Doppellagendicke λ ermitteln. Allerdings gelingt dies nur für $\lambda < 50 \text{ nm}$ zufriedenstellend, da nur Lagen bis zu einer Tiefe von 100 nm zur konstruktiven Interferenz der gebeugten Strahlen beitragen. Aus diesem Grund war es nicht möglich, die Doppellagendicke für $n = 7$ und $n = 14$ experimentell zu bestimmen.

Die Röntgenreflektometriemessungen zeigen für alle Viellagenschichten ausgeprägte Oszillationen. Dies lässt auf eine hohe Regelmäßigkeit der Doppellagenstruktur schließen. Auch nach der Konditionierung bei 400°C bleibt die Regelmäßigkeit der Lagenstruktur erhalten, weswegen die lokal durchmischte Konzentrationsverteilung der Elemente in den AES-Tiefenprofilen für $n \leq 108$ offensichtlich nicht die tatsächliche Lagenstruktur wiedergibt.

Die ermittelten Doppellagendicken λ stimmen gut mit der theoretischen Erwartung, welche aus der Anzahl der Doppellagen und der jeweiligen Gesamtschichtdicke ermittelt werden kann, überein. Zudem bleibt die Doppellagendicke nach der Konditionierung, bis auf die Viellagenschicht mit $n = 28$, erhalten. Da die Röntgenreflektometriemessung der konditionierten Viellagenschicht mit $n = 28$ mehr Oszillationen als die der unbehandelten Schicht aufweist, ist hier die Bestimmung der Doppellagendicke anhand der Reflexmaxima genauer. Deshalb wird davon ausgegangen, dass sich die Doppellagendicke dieser Schicht durch die Konditionierung nicht verändert hat und der experimentelle Wert der Doppellagendicke für die unbehandelte Schicht aufgrund der geringeren Anzahl an Oszillationen eine höhere Streuung aufweist.

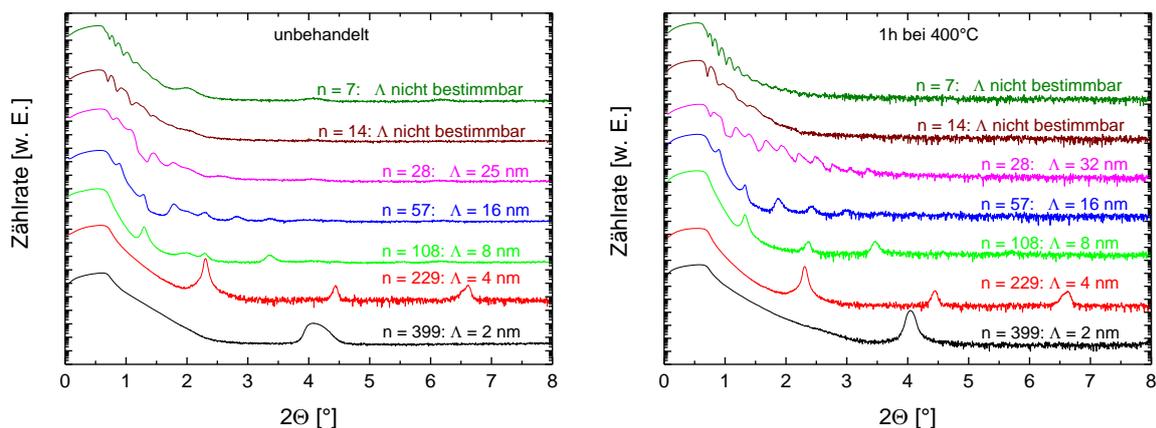


Abbildung 5-6: Röntgenreflektometriemessungen von Schichten mit variierender Doppellagendicke Λ ohne Nachbehandlung (links) und bei 400 °C konditioniert (rechts).

In Abbildung 5-7 sind exemplarisch REM-Aufnahmen der Bruch- und Oberfläche der Viellagenschicht mit der niedrigsten Doppellagenanzahl $n = 7$ unter einem Winkel von 60 ° zur Oberflächennormalen gezeigt. Die Doppellagenstruktur höherlagiger Viellagenschichten ist aufgrund des gerätebedingten begrenzten Vergrößerungsfaktors mittels der Rasterelektronenmikroskopie nicht auflösbar. Die REM-Aufnahmen zeigen sowohl für die unbehandelte als auch für die bei 600 °C konditionierte Schicht eine ausgeprägte Doppellagenstruktur mit acht $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lagen (dunkel) und sieben $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lagen (hell), wobei die theoretische Doppellagendicke $\Lambda = 119,6$ nm beträgt. Weiterhin offenbaren die REM-Aufnahmen eine glattere Bruchfläche der konditionierten Schicht. Darüber hinaus erscheinen die Oberflächen beider Schichten sehr glatt. Diese Beobachtung wird durch die experimentell bestimmten Rauheitswerte bestätigt, welche in Abbildung 5-8 gezeigt sind.

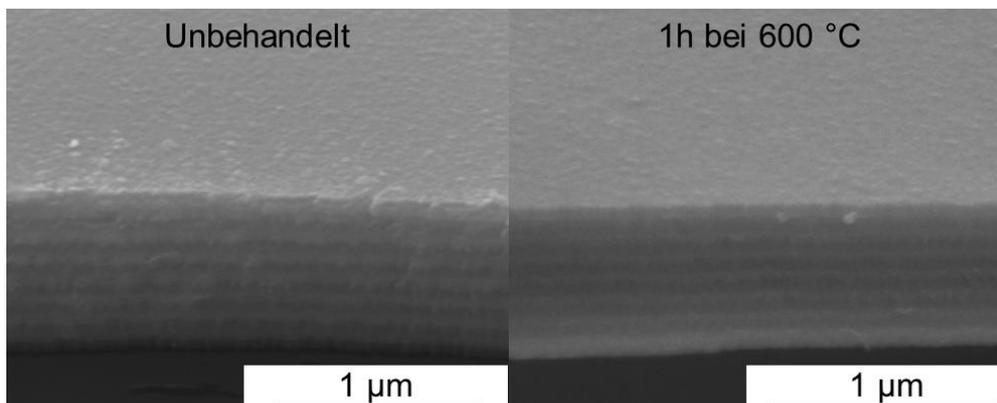


Abbildung 5-7: REM-Aufnahmen der Bruch- und Oberfläche einer Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\Lambda = 119,6$ nm) und einer $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage unbehandelt (links) und bei 600 °C konditioniert (rechts). Zu erkennen sind die alternierenden $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ (hell) und $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ (dunkel) Lagen.

Zur weiteren Untersuchung der Oberflächenbeschaffenheit wurde die Rauheit der unbehandelten und jeweils bei 400 °C und 600 °C konditionierten Viellagenschichten gemessen. Abbildung 5-8 zeigt die quadratische Rauheit R_q und die Rautiefe R_t in Abhängigkeit der Doppellagenanzahl n . Die bei 600 °C konditionierte Viellagenschichten mit

229 und 57 Doppellagen wiesen Haftungsprobleme auf, sodass die Rauheit dieser Schichten nicht untersucht werden konnte. Insgesamt lässt sich anhand der Abbildung feststellen, dass die quadratische Rauheit sowohl für die unbehandelten als auch für die konditionierten Schichten unter 14 nm liegt und damit sehr gering ist. Lediglich die Schicht mit der höchsten Anzahl an Doppellagen mit $n = 399$ besitzt nach der Konditionierung bei 600 °C eine hohe quadratische Rauheit und Rautiefe, da die $Ti_{51}N_{49}$ -Oberfläche dieser Schicht Risse aufweist. Während der Schichtkonditionierung bei 400 °C und 600 °C findet in den $Ti_{51}N_{49}$ -Lagen Kornwachstum statt, sodass eine Zunahme der quadratischen Rauheit der $Ti_{51}N_{49}$ -Oberfläche gegenüber den unbehandelten Schichten zu erwarten ist. Dies wird für Schichten mit $n \geq 28$ beobachtet. Die Rautiefe der bei 400 °C konditionierten Viellagenschichten liegt unter 180 nm, wobei die bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten, bis auf die Schicht mit 399 Doppellagen, Rautiefen von maximal 71 nm besitzen. Unbehandelte Schichten weisen hingegen Rautiefen von unter 120 nm auf.

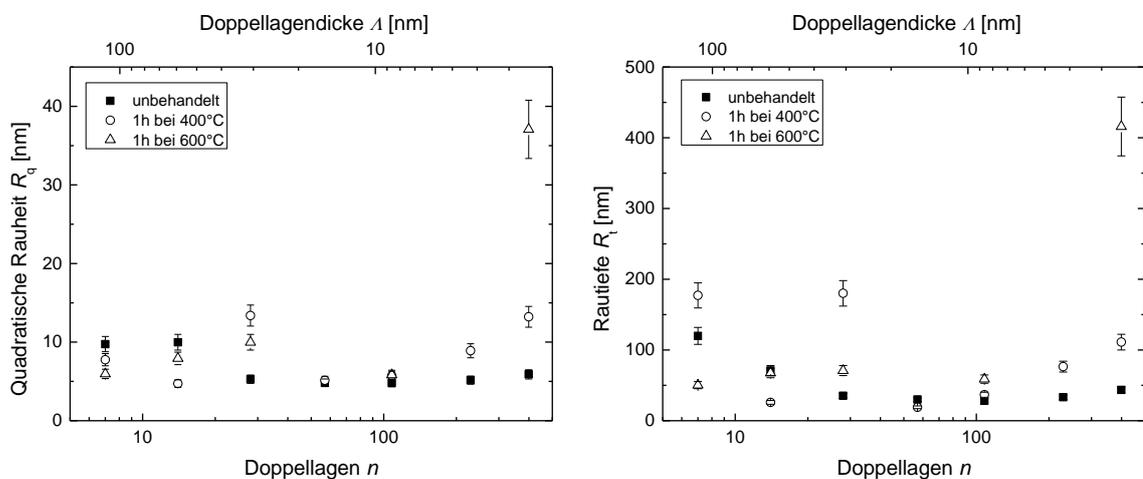


Abbildung 5-8: Quadratische Rauheit R_q und Rautiefe R_i in Abhängigkeit der Doppellagenanzahl n für wie abgeschiedene und jeweils bei 400 °C und 600 °C konditionierte Viellagenschichten.

Mikrostruktur

Abbildung 5-9 zeigt Röntgendiffraktogramme der unbehandelten und bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten mit verschiedener Doppellagenanzahl n . Zusätzlich dienen XRD-Messungen von unter identischen Bedingungen hergestellten 1 μ m dicken $Ti_{51}N_{49}$ und $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}$ Einlagenschichten als Vergleich.

Die unbehandelte $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}$ Einlagenschicht ist bei einer Rauschsignal-Zählrate von 0,25 Ereignissen/s röntgenamorph. Auch die unbehandelten Viellagenschichten weisen keine Reflexe bezüglich einer FeCo- oder HfN-Phase auf. Die unbehandelte $Ti_{51}N_{49}$ Einlagenschicht besitzt eine nanokristalline kfz TiN-Phase mit (111)-Textur, wobei die Reflexe geringfügig zu kleineren Winkeln verschoben sind. Für die unbehandelten Viellagenschichten konnte, bis auf die Schicht mit einer Doppellagenanzahl von $n = 399$, ein dominanter Reflex identifiziert und dem (200)-Reflex der kfz TiN-Phase zugeordnet werden. Der Reflex der Schicht mit 399 Doppellagen zeigt im Vergleich zur theoretischen Winkelposition des TiN(200)-Reflexes eine deutliche Verschiebung zu kleineren Winkeln. Die Viellagenschichten besitzen, im Gegensatz zur $Ti_{51}N_{49}$ Einlagenschicht, eine TiN(200)-Textur. Insgesamt enthalten die unbehandelten Viellagenschichten für $n \leq 229$ vermutlich eine röntgenamorphe FeCo- und HfN-Phase sowie eine nanokristalline TiN-Phase. Der

TiN(200)-Reflex der unbehandelten Viellagenschichten ist aufgrund von Gitterdeformationen zu kleineren Winkeln hin verschoben, da eine Aufweitung der Kristallstruktur in größeren Netzebenenabständen und in einer Verschiebung des Reflexes zu kleineren Winkeln resultiert. Die Gitterverzerrung kann durch Eigenspannungen als auch durch einen Einbau von Fe-, Co-, oder Hf-Fremdatomen in die TiN-Gitterstruktur hervorgerufen worden sein. Außerdem sind die TiN(200)-Reflexe stark verbreitert, was auf einen kleinen Korndurchmesser D schließen lässt. Insbesondere der Reflex der Schicht mit 399 Doppellagen ist nochmals gegenüber den Reflexen der anderen Schichten verbreitert und weist eine Asymmetrie auf. Dies deutet auf einen Reflex bestehend aus zwei benachbarten Maxima hin, die durch unterschiedliche Zusammensetzungen verursacht worden sein können.

Nach der Konditionierung bei 600 °C besitzt die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht eine polykristalline krz FeCo- und kfz HfN-Phase. Die Reflexe sind stark verbreitert und geringfügig zu höheren Winkeln verschoben. Dahingegen haben die Reflexe der $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Einlagenschicht nach der Konditionierung ihre Gleichgewichtsposition eingenommen. In Viellagenschichten mit $n \leq 28$ ist nach der Konditionierung bei 600 °C eine nanokristalline TiN-Phase mit TiN(200)-Textur, sowie eine polykristalline FeCo- und HfN-Phase identifizierbar, wohingegen die bei 400 °C konditionierten Viellagenschichten (nicht dargestellt) weiterhin röntgenamorphe FeCo- und HfN-Phasen besitzen. Aufgrund kleiner Korndurchmesser sind die FeCo(110)- und HfN(200)-Reflexe der 600 °C konditionierten Viellagenschichten stark verbreitert. Zudem konnte durch die Konditionierung bei 600 °C eine vollständige Relaxation der Winkelposition des TiN(200)-Reflexes hin zur theoretischen Position in Viellagenschichten mit $n \leq 28$ erzielt werden. Die damit verbundene Relaxation der Gitterabstände kann durch eine durch die Wärmebehandlung induzierte Spannungsrelaxation oder Diffusion der Atome hin zu ihrer jeweiligen Gleichgewichtsposition erreicht worden sein. Auch die Viellagenschichten deren Doppellagenanzahl n größer als 28 ist, zeigen eine Reduzierung der TiN(200)-Reflexverschiebung im Vergleich zu den unbehandelten Schichten. Allerdings erfolgt in diesen Schichten keine vollständige Relaxation der Gitterabstände. Die Abweichung des TiN(200)-Reflexes von der theoretischen Position nimmt nach der Konditionierung mit steigender Doppellagenanzahl n , und damit sinkender Einzellagendicke, für $n > 28$ zu. Daher wird angenommen, dass das TiN-Gitter dieser Schichten weiterhin Fe-, Co-, oder Hf-Fremdatome enthält. Insgesamt kann nach der Konditionierung bei 600°C und dem damit einhergehendem Kornwachstum eine kleinere Halbwertsbreite des TiN(200)-Reflexes für alle Viellagenschichten im Vergleich zu den wie abgedeschiedenen Schichten beobachtet werden.

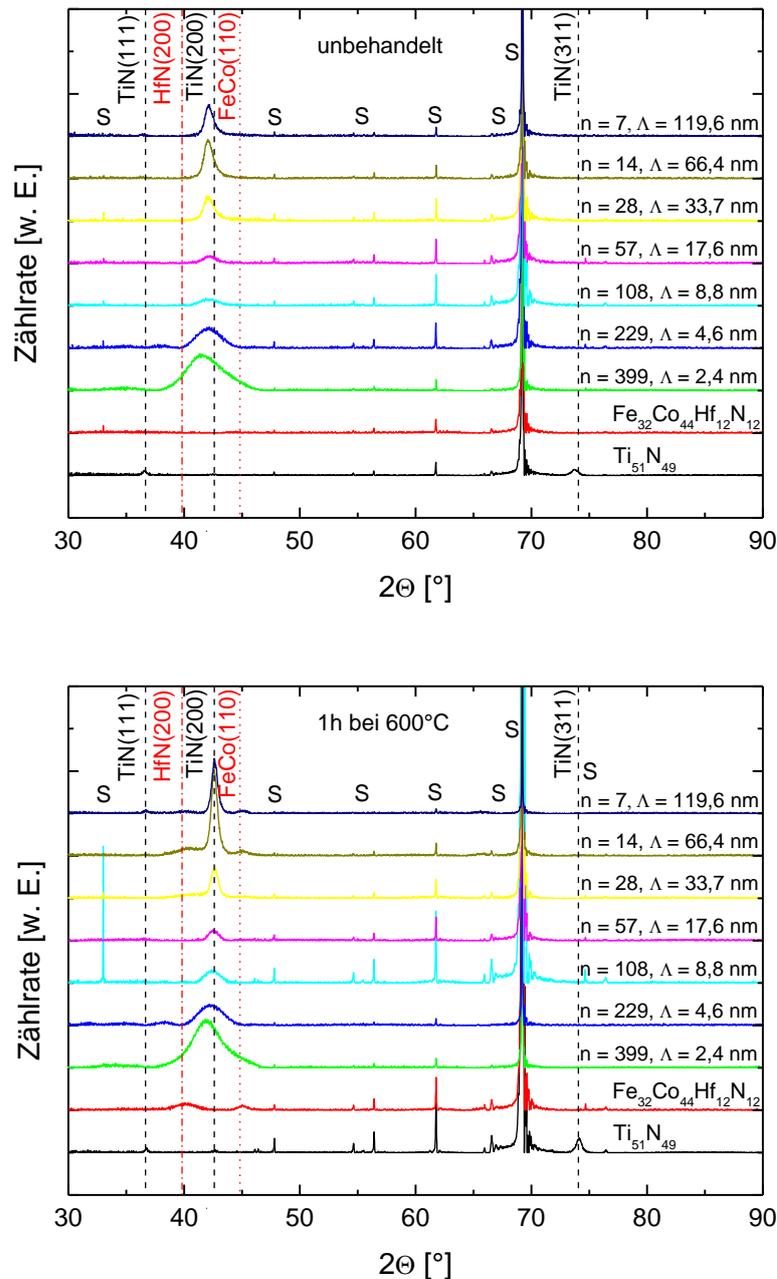


Abbildung 5-9: Röntgendiffraktogramme der unbehandelten (oben) und bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten (unten) mit variierender Doppellagenanzahl n . Substratreflexe sind mit einem „S“ gekennzeichnet.

Mittels der Software *Rayflex Analyze* wurde ein Parabelfit an die Reflexe angepasst und die Winkelposition sowie die Halbwertsbreite bestimmt. Des Weiteren wurde exemplarisch eine Gaußkurve an ausgewählte Reflexe angepasst, um die Streuung der Werte für die Winkelposition und die Halbwertsbreite abschätzen zu können. Abbildung 5-10 verdeutlicht die Abhängigkeit der $\text{TiN}(200)$ -Winkelposition und Halbwertsbreite (*Abk.*: FWHM, *engl.*: full width at half maximum) von der Doppellagenanzahl n und der Schichtnachbehandlung. Wie zu erkennen, ist die Verschiebung des $\text{TiN}(200)$ -Reflexes zu kleineren Winkeln für die

unbehandelten Schichten am größten. Durch die Konditionierung bei 400 °C wird die Abweichung von der theoretischen Winkelposition reduziert. Eine weitere Abnahme der Reflexverschiebung hin zu einer vollständigen Relaxation durch die Konditionierung bei 600 °C kann nur für Schichten mit $n \leq 28$ beobachtet werden. Diese vollständige Relaxation der Gitterabstände deutet auf den Abbau von Eigenspannungen hin. In Schichten mit einer Doppellagenanzahl n größer als 28 kann durch die Konditionierung bei 600 °C keine weitere Reduzierung der Reflexverschiebung im Vergleich zur Konditionierung bei 400 °C erreicht werden. Diese anhaltenden Gitterverzerrungen können durch Fremdatomeinbau in das TiN-Gitter hervorgerufen worden sein. Der TiN(200)-Reflex der konditionierten Viellagenschichten mit der höchsten Anzahl an Doppellagen $n = 229$ und 399 weist eine Asymmetrie auf, die durch unterschiedliche Zusammensetzungen verursacht worden sein kann. Des Weiteren ist die Verschiebung des TiN(200)-Reflexes für diese Schichten am größten. Diese Beobachtungen können mit dem Einbau von Fremdatomen in das TiN-Gitter durch Substitution der Ti-Atome und der Bildung einer kfz (Ti, Fe, Co, Hf)N-Mischphase, welche kohärent zu der kfz TiN-Phase aufwächst, erklärt werden. Aufgrund der geringen Lagendicken in den Viellagenschichten mit $n = 229$ und 399 im Bereich einiger weniger nm wird die kfz-Mischphase durch die kfz TiN-Phase stabilisiert. Die TiN-Gitterdeformation nimmt mit sinkender Doppellagenanzahl n bis $n = 57$ ab und ist schließlich für $n \leq 28$ vollständig relaxiert, da der Anteil der Mischphase am Gesamtvolumen mit steigender $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lagendicke und damit mit sinkender Doppellagenanzahl n abnimmt. Schichten mit $n \leq 28$ zeigen aufgrund des geringen Volumenanteils des Mischkristalls schließlich keine Abhängigkeit der TiN-Gitteraufweitung mehr von der Doppellagenanzahl.

Anhand der Halbwertsbreite lässt sich qualitativ die Korngröße der auf die Substratebene projizierten Körner ableiten, welche sich nach der Scherrer-Gleichung umgekehrt proportional zur Halbwertsbreite verhält. Da nach Abbildung 5-10 die TiN(200)-Halbwertsbreite mit zunehmender Konditionierungstemperatur tendenziell abnimmt, nimmt folglich die Korngröße aufgrund von Kornwachstum zu. Weiterhin ist zu erkennen, dass der Korndurchmesser von $n = 399$ bis $n = 57$ mit sinkender Doppellagenanzahl n zunimmt und für $n \leq 57$ nahezu gleich bleibt. In niederlagigen Viellagenschichten ist die Korngröße vergleichbar mit der TiN Einzellagendicke. Aus diesem Grund wird eine zunehmende Korngröße mit steigender Einzellagendicke, bzw. sinkender Doppellagenanzahl n , beobachtet.

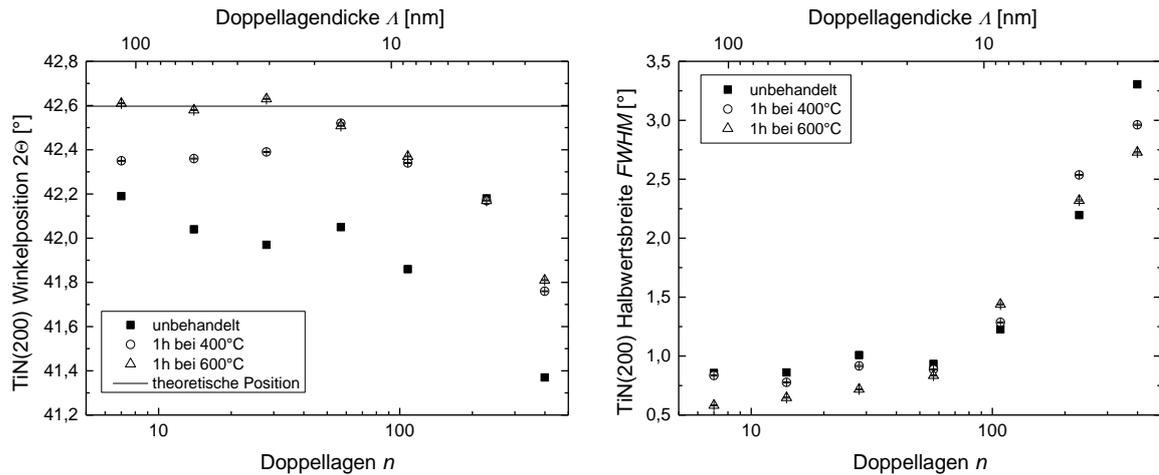


Abbildung 5-10: Abhängigkeit der TiN(200)-Winkelposition (links) und Halbwertsbreite (rechts) von der Doppellagenanzahl n und der Schichtnachbehandlung.

Anhand von TEM-Untersuchungen wurde der Viellagenaufbau und die Kristallstruktur der Viellagenschichten mit niedriger ($n=7$), mittlerer ($n=108$) und hoher ($n=399$) Doppellagenanzahl exemplarisch an unbehandelten und bei 600 °C konditionierten Schichten analysiert.

Abbildung 5-11 zeigt TEM-Hellfeldaufnahmen einer unbehandelten (links) und bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit der kleinsten Anzahl an Doppellagen $n=7$. Aufgrund des Massekontrastes erscheinen die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lagen dunkel und die $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lagen hell. Sowohl die unbehandelte als auch die konditionierte Schicht weisen eine definierte Doppellagenstruktur auf. Die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lagen der wie abgeschiedenen Schicht sind strukturlos. Nach der Konditionierung ist ein Moiré Muster erkennbar, das durch übereinanderliegende FeCo- oder HfN-Körner erzeugt wird. Die $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lagen enthalten Bereiche unterschiedlicher Kontraste. Dieser Kontrast wird durch die verschiedenen Orientierungen der Körner hervorgerufen, anhand derer sich ein stängelförmiges Wachstum der Körner in Aufwachsrichtung erkennen lässt.

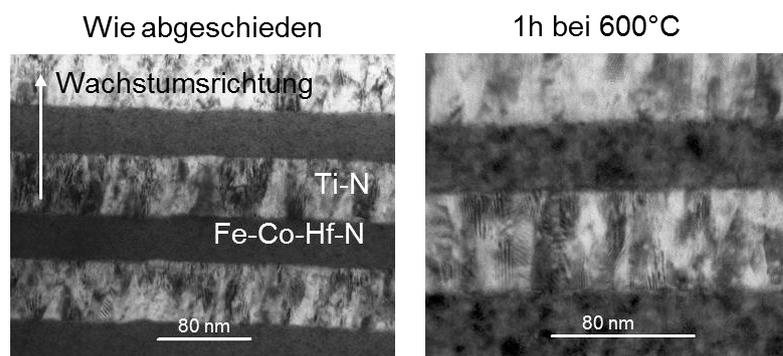


Abbildung 5-11: TEM-Hellfeldaufnahmen einer unbehandelten (links) und bei 600 °C konditionierten (rechts) Viellagenschicht mit der kleinsten Anzahl an Doppellagen $n=7$ ($\Delta = 119,6$ nm).

In Abbildung 5-12 sind die zugehörigen Beugungsbilder der unbehandelten (links) und bei 600 °C konditionierten (rechts) Viellagenschicht mit $n=7$ zu sehen. Anhand der Beugungsringe lässt sich für beide Schichten eine nanokristalline kfz TiN-Phase mit (200)-Textur identifizieren. Ein qualitativer Vergleich zwischen den Abbildungen offenbart eine

geringere Ausdehnung der TiN-Beugungsreflexe in radialer und angularer Richtung nach der Konditionierung, was auf ein Kornwachstum und eine ausgeprägtere Textur schließen lässt. Die wie abgeschiedene Schicht besitzt zudem eine amorphe FeCo-Phase, wie aus Abbildung 5-12 zu erkennen ist. Durch die Wärmebehandlung werden Kristallwachstumsvorgänge induziert, die zu der Bildung einer polykristallinen, grobkörnigen krz FeCo-Phase führen. In den Beugungsbildern der unbehandelten und konditionierten Schicht existieren keine Reflexe bezüglich einer HfN-Phase.

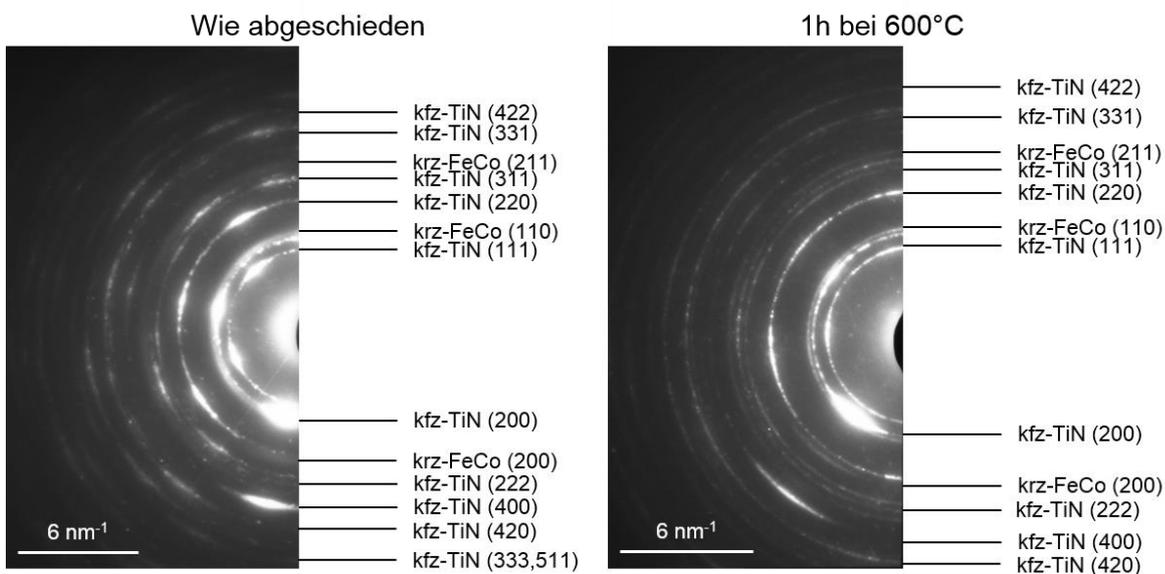


Abbildung 5-12: TEM-Beugungsbilder der unbehandelten (links) und bei 600 °C konditionierten (rechts) Viellagenschicht mit $n = 7$ ($\lambda = 119,6$ nm).

Abbildung 5-13 zeigt eine Hochauflösungsaufnahme der wie abgeschiedenen Viellagenschicht mit 108 Doppellagen. Die gestrichelten weißen Linien verdeutlichen den Verlauf der Lagengrenzen. Ein Ausschnitt mit kleinerer Vergrößerung dient zur Übersicht der Viellagenstruktur. In der Übersichtsaufnahme sind alternierende Lagen mit definierter Doppellagenstruktur zu erkennen. Dadurch wird die anhand der Röntgenreflektometrie-messungen nachgewiesene Periodizität der Lagen bestätigt. Die Lagengrenzen verlaufen nicht in einer Geraden, sondern zeigen eine Welligkeit senkrecht zur Wachstumsrichtung. Diese ist verantwortlich für die scheinbare Durchmischung der Lagen im AES-Tiefenprofil dieses Schichtsystems. Auch in der hochauflösenden Aufnahme sind verschiedenartige Lagen zu sehen. Des Weiteren wurde die Strukturbeziehung zwischen TiN-Körnern benachbarter Lagen analysiert. Dazu wurden die in den Körnern verlaufenden Netzebenen gekennzeichnet. Vereinzelt lässt sich beobachten, dass die Netzebenen eines TiN-Korns in die angrenzende $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lage hineinreichen. Allerdings ist nicht zu erkennen, dass diese Orientierung in die nächste $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lage übergeht. Somit konnte keine Kohärenz der TiN-Körner über zwei Lagen hinweg beobachtet werden. Die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lagen erscheinen überwiegend strukturlos. Jedoch reichen teilweise Netzebenen eines TiN-Korns in die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lagen hinein. Diese Beobachtung kann auf die lokale Bildung eines kfz (Ti, Fe, Co, Hf)N-Mischkristalls hindeuten. Des Weiteren könnten aber auch aufgrund ihrer Krümmung gegen den einfallenden Elektronenstrahl gekippte Grenzflächen das beobachtete Bild hervorgerufen haben. In diesem Fall wäre die Ausdehnung der TiN Körner

tatsächlich nur auf die $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lage begrenzt und somit die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lagen vollständig amorph.

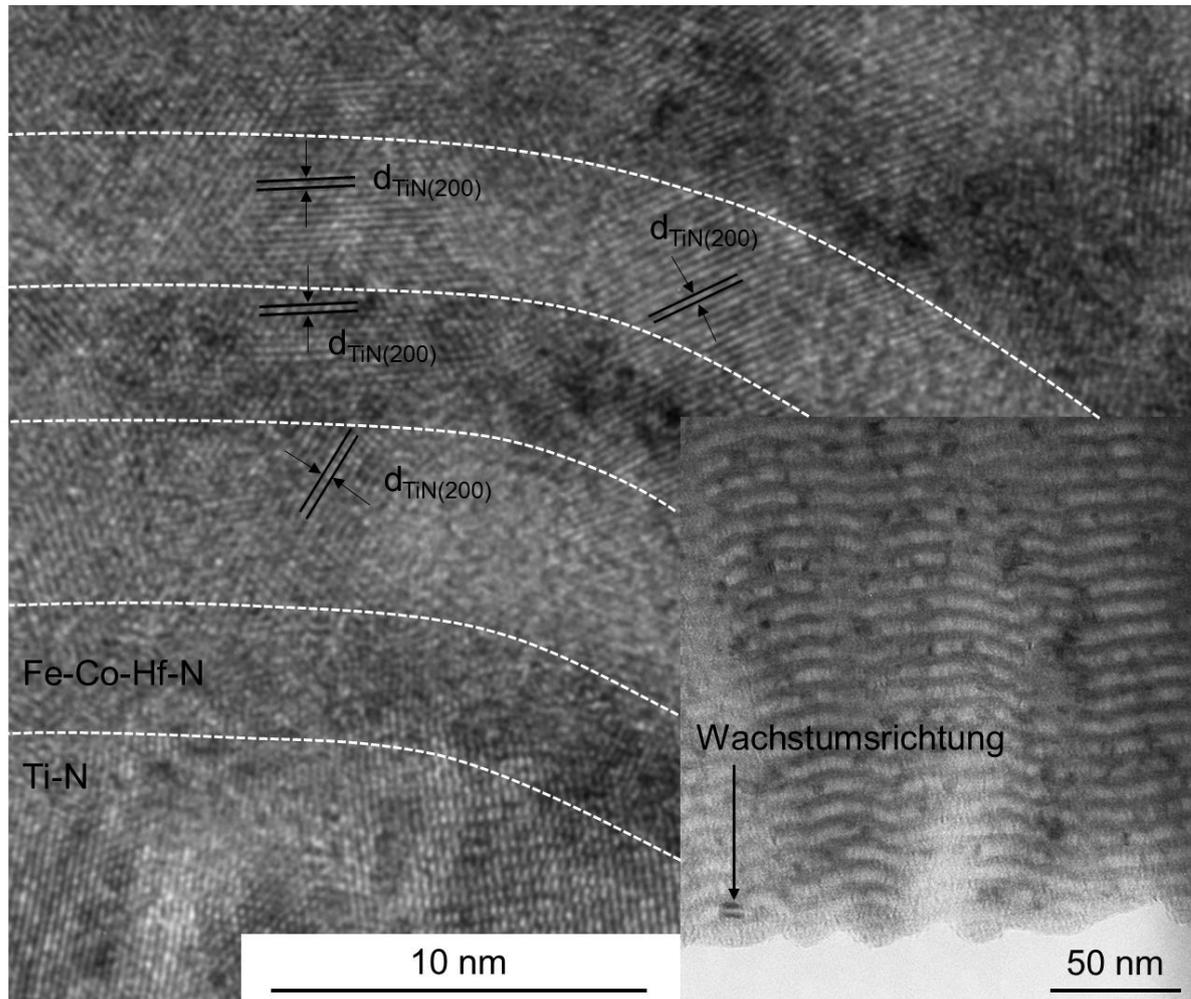


Abbildung 5-13: TEM-Hochauflösungsaufnahme einer wie abgeschiedenen Viellagenschicht mit $n = 108$ Doppellagen ($\lambda = 8,8$ nm). Die gestrichelten Linien verdeutlichen den Verlauf der Lagengrenzen.

Die gleiche Analyse wurde für die bei 600 °C konditionierte Viellagenschicht mit 108 Doppellagen durchgeführt, welche in Abbildung 5-14 zu sehen ist. Auch hier zeigt sich in der Übersichtsaufnahme eine definierte Doppellagenstruktur, wobei die Lagengrenzen auch diesmal eine Welligkeit aufweisen. Im Vergleich zu der wie abgeschiedenen Schicht erscheinen die Lagengrenzen aufgrund von Kristallisationsvorgängen nun schärfer. Darüber hinaus weist die Orientierung der TiN-Körner keine Strukturbeziehung zwischen zwei Lagen auf. Weiterhin ist in den $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lagen die Ausbildung einer krz FeCo-Phase anhand der Netzebenen sichtbar. Teilweise reichen jedoch auch in der konditionierten Schicht die Netzebenen des TiN-Gitters in die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lagen hinein.

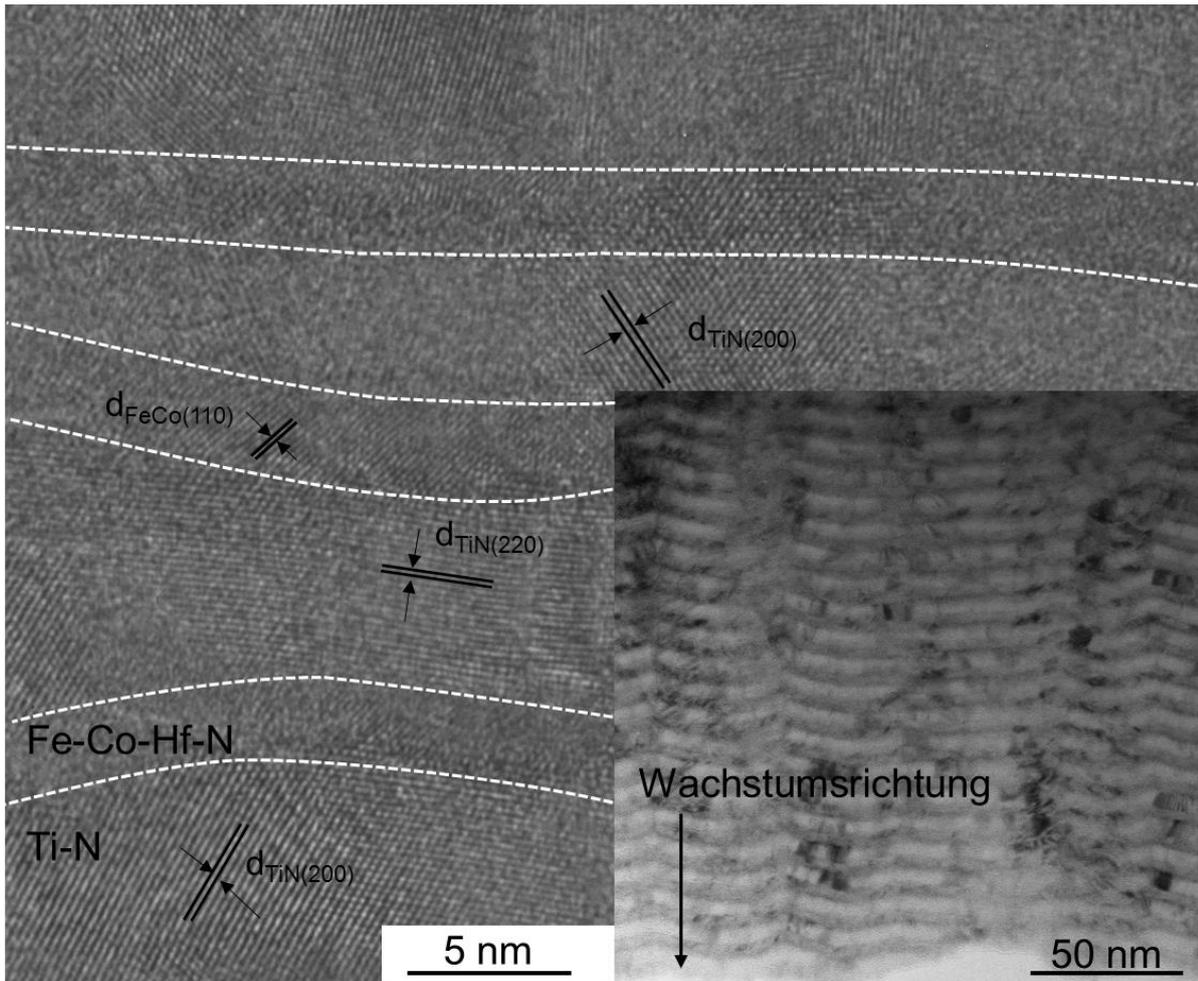


Abbildung 5-14: TEM- Hochauflösungsaufnahme einer bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $n = 108$ Doppellagen ($\lambda = 8,8$ nm). Der Verlauf der Lagengrenzen wird durch gestrichelte Linien visualisiert.

Die Beugungsbilder des wie abgeschiedenen (links) und bei 600 °C konditionierten (rechts) Viellagensystems mit $n = 108$ Doppellagen ist in Abbildung 5-15 gezeigt. Wie zu erkennen ist, können die Beugungsringe der wie abgeschiedenen Schicht einer nanokristallinen kfz TiN-Phase mit (200)-Vorzugsrichtung sowie einer amorphen FeCo-Phase zugeordnet werden. Nach der Konditionierung kann neben der nanokristallinen TiN-Phase eine nanokristalline FeCo-Phase identifiziert werden, welche aufgrund des geringen Durchmessers der FeCo-Körner mittels der Röntgendiffraktometrie nicht aufgelöst werden konnte. Aus der Existenz der zwei Phasen TiN und FeCo wird ersichtlich, dass kein vollständiger Einbau von Fe- und Co-Atomen in das TiN-Gitter stattfand. Dadurch wird ergänzend zu den Hellfeldaufnahmen dieses Schichtsystems bestätigt, dass es zu keiner vollständigen Durchmischung der Lagen kam und nach der Konditionierung jeweils ein nanokristallines kfz-Gitter und ein nanokristallines krz-Gitter existieren. Außerdem wird nach der Konditionierung aufgrund der Abnahme der Ausdehnung der TiN-Beugungsreflexe in radialer und angularer Richtung Kornwachstum und eine ausgeprägtere Textur beobachtet. Die größere radiale Ausdehnung der TiN-Reflexe weist auf eine kleinere TiN-Korngröße des Viellagensystems mit $n = 108$ im Vergleich zu der Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen

hin. Diese Beobachtung ist in guter Übereinstimmung mit den Röntgendiffraktogrammen beider Schichtsysteme.

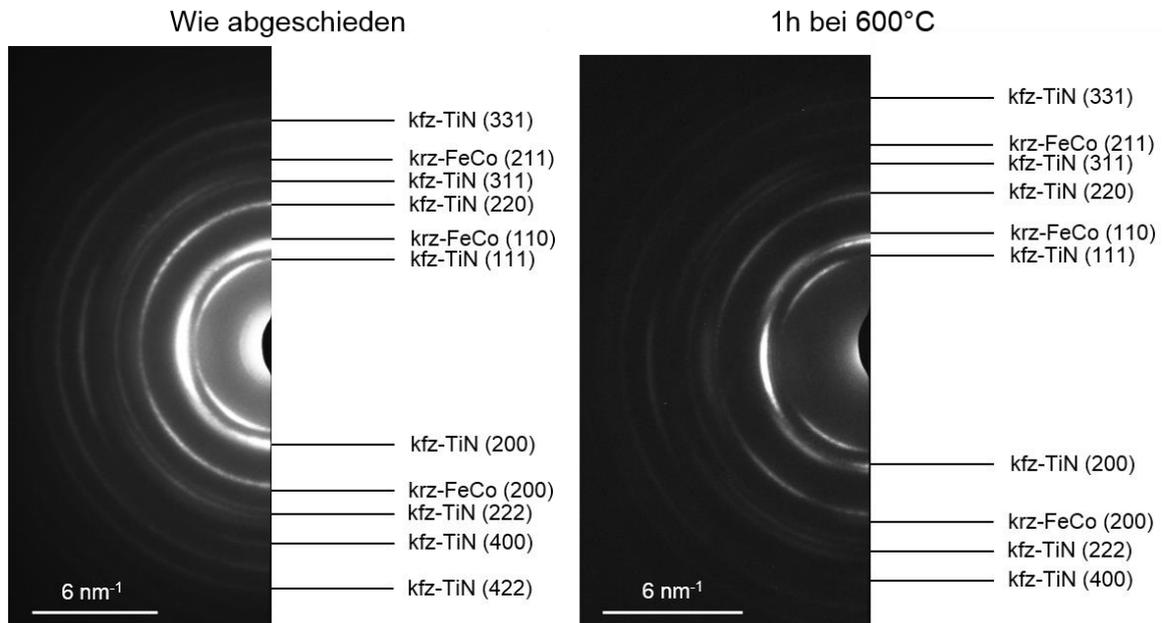


Abbildung 5-15: TEM-Beugungsbilder der unbehandelten (links) und bei 600 °C konditionierten (rechts) Viellagenschicht mit $n = 108$ Doppellagen ($\lambda = 8,8$ nm).

Die Abbildung 5-16 zeigt eine Hochauflösungsaufnahme der wie abgeschiedenen und eine Dunkelfeldaufnahme der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit der höchsten Anzahl an Doppellagen $n = 399$ rechts oben im Bild. In der Hochauflösungsaufnahme sind die (200)-Netzebenen der TiN-Phase erkennbar, welche über viele Lagen hinweg parallel zueinander verlaufen. Das kfz TiN-Kristallgitter bildet sich demnach unabhängig von Lagengrenzen aus. In der Dunkelfeldaufnahme erscheinen die dem TiN(200) Reflex zugehörigen Körner hell. Wie festgestellt werden kann, bilden sich die säulenförmigen TiN-Körner auch nach der Konditionierung durchgängig über Lagengrenzen hinweg in Wachstumsrichtung aus und es existiert eine einheitliche kfz-Kristallstruktur.

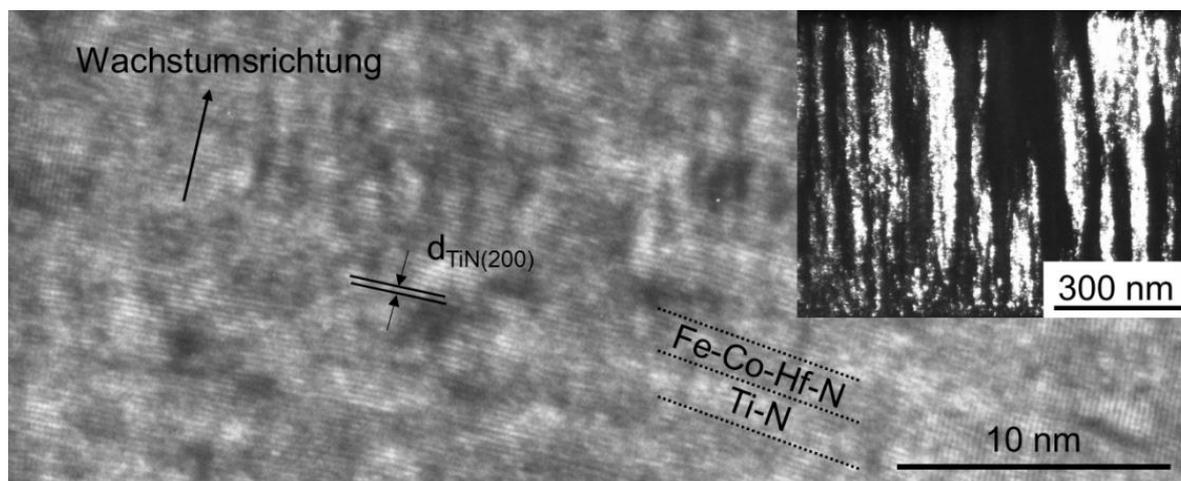


Abbildung 5-16: TEM-Hochauflösungsaufnahme der wie abgeschiedenen und Dunkelfeldaufnahme (rechts oben) der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $n = 399$ Doppellagen ($\lambda = 2,4$ nm).

Das Muster der Beugungsbilder der wie abgeschiedenen und bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten mit 399 Doppellagen in Abbildung 5-17 beinhaltet nur Reflexe bezüglich der kfz-Kristallstruktur des TiN-Gitters. Aus der Bildung eines einheitlichen Kristallgitters unabhängig von Lagengrenzen lässt sich schließen, dass ein Einbau von Fe-, Co- und Hf-Atomen in die kfz TiN-Gitterstruktur und die Bildung einer kfz (Ti, Fe, Co, Hf)N-Mischphase sowohl für die wie abgeschiedene als auch für die bei 600 °C konditionierte Viellagenschicht stattgefunden hat. Diese Vermutung ist konsistent mit den Beobachtungen aus dem Röntgendiffraktogramm dieses Schichtsystems. Daher wird weiter angenommen, dass diese Viellagenschicht aus alternierenden $(\text{Ti, Fe, Co, Hf})\text{N}_y/\text{Ti}_{50+x}\text{N}_{50-x}$ Lagen mit heteroepitaktischem Aufwuchsverhalten besteht.

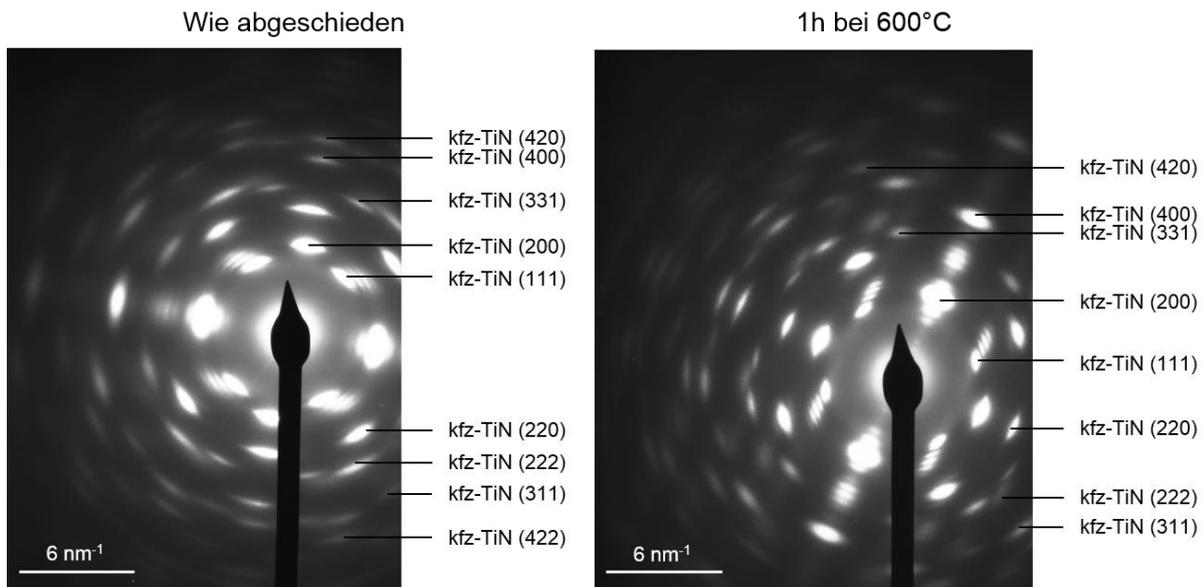


Abbildung 5-17: TEM-Beugungsbilder einer unbehandelten (links) und bei 600°C konditionierten (rechts) Schicht mit $n = 399$ Doppellagen ($\lambda = 2,4$ nm).

Aus den Radien der Beugungsringe lassen sich die Netzebenenabstände d_{hkl} berechnen. Bei bekannter Indizierung der Reflexe lässt sich aus den d_{hkl} der Gitterparameter a durch Bildung des arithmetischen Mittelwerts bestimmen. Tabelle 5-1 und Tabelle 5-2 zeigen jeweils den experimentell bestimmten TiN- und FeCo-Gitterparameter für die wie abgeschiedenen und bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten mit $n = 7, 108$ und 399 Doppellagen. Der Vergleich des experimentell bestimmten Gitterparameters a_{TiN} mit dem Literaturwert zeigt, dass das Gitter der unbehandelten Schichten mit 7 und 399 Doppellagen in Übereinstimmung mit den Ergebnissen der Röntgendiffraktometrie aufgrund von Eigenspannungen oder Fremdatomeinbau aufgeweitet ist, wohingegen die Viellagenschicht mit 108 Doppellagen ein gestauchtes Gitter zu besitzen scheint. Allerdings erwies sich die Bestimmung der Beugungsradien für diese Schicht aufgrund der radialen Ausdehnung der Ringe schwierig. Zudem konnte beispielsweise der Radius des TiN(200)-Reflexes nicht eindeutig vermessen werden, da keine deutliche Abgrenzung zum benachbarten FeCo(110)-Reflex möglich war. Aus diesem Grund kann für dieses Schichtsystem lediglich die qualitative Aussage getroffen werden, dass der Gitterparameter für TiN durch die Wärmebehandlung abnimmt. Durch die Konditionierung verkleinert sich auch der Gitterparameter der Viellagenschicht mit 7 Doppellagen. Das TiN-Gitter der Viellagenschicht

mit der höchsten Anzahl an Doppellagen $n = 399$ ist auch nach der Konditionierung weiterhin geweitet. Dieses Ergebnis wurde auch mittels der Röntgendiffraktometrie beobachtet.

Tabelle 5-1: Experimentell anhand der Beugungsmuster bestimmter Gitterparameter für TiN für Viellagenschichten mit $n = 7$, 108 und 399 Doppellagen.

	Wie abgeschieden: a_{TiN} (nm)	1h bei 600 °C: a_{TiN} (nm)	Literatur: a_{TiN} (nm)
$n = 7$	$0,438 \pm 0,001$	$0,429 \pm 0,001$	0,4235 [56]
$n = 108$	$0,411 \pm 0,001$	$0,407 \pm 0,001$	0,4235 [56]
$n = 399$	$0,435 \pm 0,004$	$0,44 \pm 0,01$	0,4235 [56]

Die Bestimmung des Gitterparameters a_{FeCo} für das FeCo-Gitter wurde nur für die konditionierten Viellagenschichten durchgeführt, da die wie abgeschiedenen Viellagenschichten eine amorphe FeCo-Phase aufweisen. Nach der Konditionierung besitzt die Viellagenschicht mit der niedrigsten Anzahl an Doppellagen $n = 7$ einen Gitterparameter, der innerhalb einer Standardabweichung gut mit dem Literaturwert übereinstimmt. Das krz FeCo-Gitter dieser Schicht ist daher nahezu frei von Verzerrungen. Die konditionierte Viellagenschicht mit 108 Doppellagen weist hingegen einen im Vergleich zur Literatur kleineren Gitterparameter auf. Das gestauchte krz FeCo-Gitter kann beispielsweise durch tensile Spannungen, welche beim Abkühlen von 600 °C auf Raumtemperatur aufgrund der unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Schicht und des Si-Substrats entstehen, hervorgerufen worden sein. Für die Viellagenschicht mit $n = 399$ Doppellagen kann kein FeCo-Gitterparameter angegeben werden, da das zugehörige Beugungsmuster keine Reflexe bezüglich einer krz-Kristallstruktur enthält.

Tabelle 5-2: Experimentell anhand der Beugungsmuster bestimmte Gitterparameter für FeCo für Viellagenschichten mit $n = 7$, 108 und 399 Doppellagen.

	Wie abgeschieden: a_{FeCo} (nm)	1h bei 600 °C: a_{FeCo} (nm)	Literatur: a_{FeCo} (nm)
$n = 7$	amorph	$0,287 \pm 0,002$	0,2856 [44], [40]
$n = 108$	amorph	$0,273 \pm 0,001$	0,2856 [44], [40]
$n = 399$	-	-	0,2856 [44], [40]

5.1.1.2 Magnetische Eigenschaften

In Abbildung 5-18 sind exemplarisch die Hysteresekurven in leichter und schwerer Polarisationsrichtung der Viellagenschicht mit der niedrigsten Anzahl an Doppellagen $n = 7$ nach der Konditionierung bei 400 °C (links) beziehungsweise bei 600 °C (rechts) gezeigt. Beide Schichten besitzen eine hohe Sättigungspolarisation J_s und weisen mit einem Koerzitivfeld $\mu_0 H_c$ von 1,0 mT der bei 400 °C konditionierten Schicht, und von 1,1 mT der bei 600 °C konditionierten Schicht, weichmagnetisches Verhalten auf. Weiterhin ist es durch die

Konditionierung im statischen Magnetfeld gelungen, eine ausgeprägte uniaxiale Anisotropie $\mu_0 H_u$ von 5,8 mT und 5,4 mT in der Schichtebene einzuprägen.

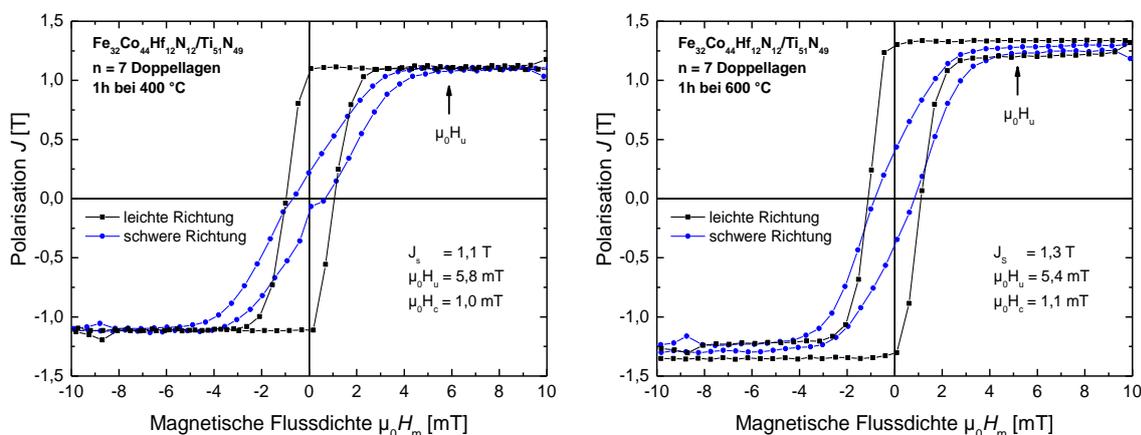


Abbildung 5-18: Hysteresekurven in leichter und schwerer Polarisationsrichtung der Viellagenschicht mit der niedrigsten Anzahl an Doppellagen $n = 7$ ($\lambda = 119,6$ nm) nach der Konditionierung bei 400 °C (links) beziehungsweise bei 600 °C (rechts).

Die Auswertung der Sättigungspolarisation J_s , des Koerzitivfeldes $\mu_0 H_c$ der leichten Polarisationsrichtung und des uniaxialen Anisotropiefeldes $\mu_0 H_u$ in Abhängigkeit von der Doppellagenanzahl n bei konstantem magnetischen Gesamtvolumen ist in Abbildung 5-19 für die wie abgedruckten und jeweils bei 400 °C und 600 °C konditionierten Viellagenschichten zu sehen. Als Vergleich dienen Messungen an einer $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht, deren Schichtdicke mit $t = 420$ nm vergleichbar mit der Gesamtdicke des magnetischen Schichtmaterials der Viellagenschichten t_m ist. Die Messunsicherheit der Sättigungspolarisation wurde über die Mittelwertbildung der sich aus den Messungen der leichten und schweren Polarisationsrichtung ergebenden Werte bestimmt, wohingegen für die uniaxiale Anisotropie und das Koerzitivfeld Ablesefehler angenommen wurden.

Das Schichtsystem mit der höchsten Anzahl an Doppellagen $n = 399$ zeigte sowohl für die wie abgedruckte als auch für die bei 400 °C und bei 600 °C konditionierte Schicht paramagnetisches Verhalten. Aus diesem Grund war es nicht möglich, eine Sättigungspolarisation, eine uniaxiale Anisotropie und das Koerzitivfeld für dieses Schichtsystem anzugeben.

Der Verlauf der Sättigungspolarisation J_s zeigt, dass die Schichten nach der Konditionierung bei 600 °C die gleiche oder eine leicht erhöhte Sättigungspolarisation wie die unbehandelten Schichten besitzen. Die Zunahme in J_s nach der Wärmebehandlung kann beispielsweise durch eine Diffusion von Fe- und Co-Atomen hin zu ihrer Gleichgewichtsposition im FeCo-Gitter und der damit verbundenen effektiv höheren Anzahl an magnetischen Momenten im magnetischen Schichtmaterial begründet werden. Die höchste Sättigungspolarisation wird nach der Konditionierung bei 600 °C für die Schichtsysteme mit $n = 7, 57, 108$ und 229 erreicht, wobei die Sättigungspolarisation der Viellagenschichten mit 57 und 108 Doppellagen über der der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht mit $J_s = 1,3$ T liegt. Eine Tendenz der Sättigungspolarisation J_s mit variierender Doppellagenanzahl n wird nicht beobachtet.

Wie aus Abbildung 5-19 hervorgeht, besitzen alle wie abgedruckten Schichten weichmagnetische Eigenschaften, da ihr Koerzitivfeld $\mu_0 H_c$ kleiner als 1,3 mT ist. Darüber

hinaus konnte nach der Konditionierung bei 400 °C eine Reduzierung des Koerzitivfeldes in allen Viellagenschichten, bis auf die Schichten mit 57 und 108 Doppellagen, erreicht werden. Die durch die Wärmebehandlung induzierten Diffusionsvorgänge innerhalb der magnetischen Lagen und die damit einhergehende Umorientierung der Atome erleichtern die Ummagnetisierung des magnetischen Materials. Dies resultiert in einem kleineren Koerzitivfeld der bei 400 °C konditionierten Schichten gegenüber den wie abgedichteten Schichten. Die wiederum bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten besitzen eine höhere Koerzitivfeldstärke als die bei 400 °C konditionierten Schichten. Aufgrund der höheren Konditionierungstemperatur findet neben Diffusionsvorgängen auch ein verstärktes Kornwachstum der FeCo-Körner statt. Die Koerzitivfeldstärke hängt nach Gleichung (2.21) stark von der Korngröße D ab und ein höherer Korndurchmesser bedingt einen Anstieg des Koerzitivfeldes. Des Weiteren lässt sich beobachten, dass sowohl die bei 400 °C als auch die bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten allesamt ein höheres Koerzitivfeld als die Einlagenschicht nach der gleichen Konditionierung aufweisen. Die Ausrichtung der Domänen im äußeren Feld wird in den Viellagenschichten durch Lagengrenzflächen behindert. Daher wird mehr Energie zur Ummagnetisierung des magnetischen Materials benötigt, was zu einem höheren Koerzitivfeld führt. Insgesamt weisen die Viellagenschichten nach der Konditionierung mit einer hohen Doppellagenanzahl n ein höheres Koerzitivfeld auf als die Schichten mit $n < 28$. Damit wird die zuvor getroffene Annahme der Behinderung der Ausrichtung der magnetischen Domänen durch Grenzflächen durch die beobachtete Zunahme des Koerzitivfeldes mit steigender Grenzflächenanzahl gestützt. Gleichzeitig ist der FeCo-Korndurchmesser in Viellagenschichten mit sehr hoher Doppellagenzahl durch die kleinere magnetische Lagendicke begrenzt und führt für die Schicht mit $n = 229$ zu dem gegenläufigen Effekt, dass die Koerzitivfeldstärke wieder abnimmt.

Abbildung 5-19 zeigt, dass es nur für Viellagenschichten mit einer Doppellagenanzahl von $n \leq 28$ gelungen ist, ein uniaxiales Anisotropiefeld $\mu_0 H_u$ in der Schichtebene zu induzieren. Da diese Vorzugsrichtung für eine homogene Präzession der magnetischen Momente im externen Hochfrequenzfeld nötig ist, besitzen auch nur diese Schichtsysteme ein ferromagnetisches Resonanzverhalten. Es konnten hohe Anisotropiefelder in Viellagenschichten mit $n \leq 28$ von mehr als 4,5 mT durch die Konditionierung im statischen Magnetfeld eingepägt werden, wobei die Viellagenschicht mit 28 Doppellagen nach der Konditionierung bei 600 °C das höchste uniaxiale Anisotropiefeld mit 6,0 mT besitzt. Weiterhin liegen die eingepägten Anisotropiefeldstärken der Viellagenschichten im Bereich der Einlagenschicht. Die bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten weisen im Vergleich zu den bei 400 °C konditionierten Viellagenschichten tendenziell ein kleineres uniaxiales Anisotropiefeld auf. Dies kann durch die höhere Temperatur während der Konditionierung und dem damit verbundenem stärkerem Kornwachstum der FeCo-Körner verursacht worden sein. Aufgrund der Abhängigkeit des mittleren magnetokristallinen Anisotropiekoeffizienten $\langle K_1 \rangle$ vom Korndurchmesser D nimmt der Beitrag der magnetokristallinen Anisotropie aufgrund des Kornwachstums bei höheren Konditionierungstemperaturen zu und behindert das Einprägen einer einachsigen magnetischen Vorzugsrichtung entlang des äußeren magnetischen Feldes.

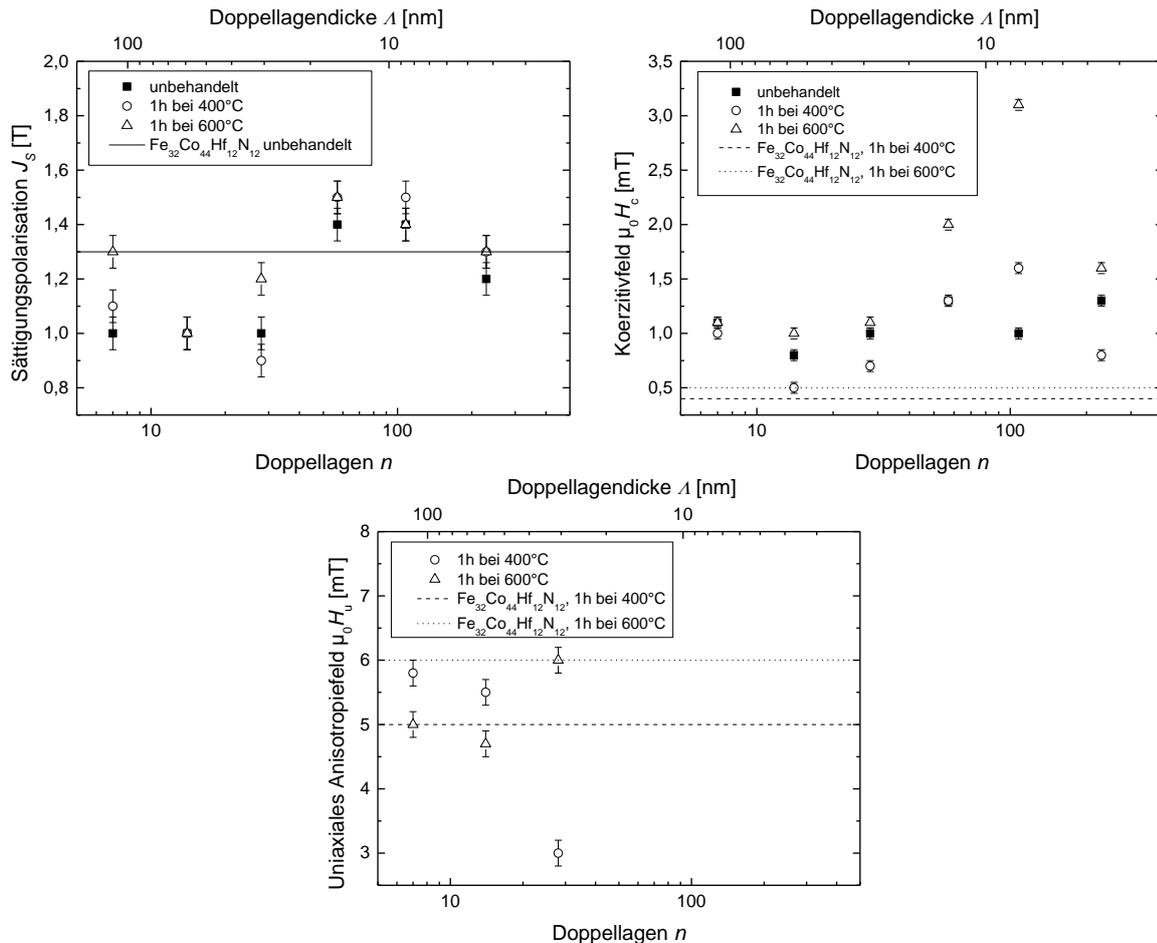


Abbildung 5-19: Abhängigkeit der Sättigungspolarisation J_s , des Koerzitivfeldes $\mu_0 H_c$ und des uniaxialen Anisotropiefeldes $\mu_0 H_u$ von der Doppellagenanzahl n für wie abgeschiedene und bei 400 °C und 600 °C konditionierte Viellagenschichten. Als Vergleich dienen Messungen an einer $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht.

In Abbildung 5-20 ist der Real- und Imaginärteil der frequenzabhängigen relativen magnetischen Permeabilität μ_r der Viellagenschicht mit der niedrigsten Anzahl an Doppellagen $n=7$ nach der Konditionierung bei jeweils 400 °C (links) und bei 600 °C (rechts) zu sehen. Die Schichten weisen aufgrund der induzierten uniaxialen Anisotropie ein ausgeprägtes Resonanzverhalten im äußeren Hochfrequenzfeld mit einer hohen Grenzfrequenz² f_g von 2,42 GHz der bei 400 °C und von 2,16 GHz der bei 600 °C konditionierten Schicht auf. Außerdem besitzen beide Schichten eine hohe Anfangspermeabilität μ_{Anf} von 208 beziehungsweise 274. Die Resonanzkurven werden gut durch die Landau-Lifschitz-Gilbert Gleichung (2.24) (Abk.: L-L-G) und dem damit einhergehenden Modell von homogen präzedierenden magnetischen Momenten im äußeren Wechselfeld beschrieben. Aus der Anpassung der L-L-G Gleichung an die Messkurven gehen die Anpassungsparameter J_s und $\mu_0 H_u$, welche in guter Übereinstimmung mit den

² Die gemessene frequenzabhängige Permeabilität wird neben dem reinen ferromagnetischen Resonanzverhalten auch von Wirbelströmen beeinflusst. Um diesen Einfluss zu berücksichtigen, wird hier der Begriff Grenzfrequenz anstelle von Resonanzfrequenz verwendet.

Resultaten der VSM Messungen sind, sowie der Dämpfungsparameter α_{VL} der Viellagenschichten hervor. Ein Vergleich der beiden Resonanzkurven zeigt, dass die bei 600 °C konditionierte Viellagenschicht einen mehr als doppelt so hohen Dämpfungsparameter wie die bei 400 °C konditionierte Viellagenschicht besitzt.

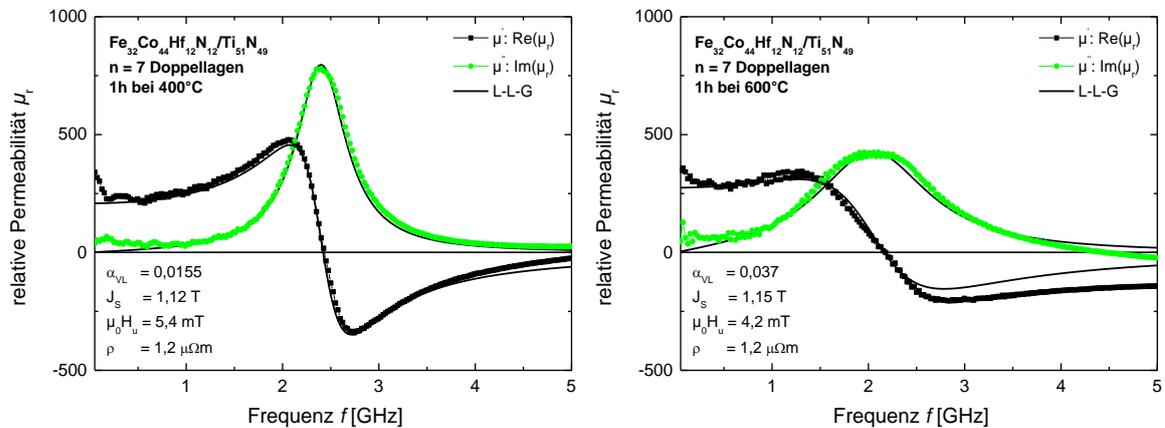


Abbildung 5-20: Frequenzabhängige relative magnetische Permeabilität μ_r der Viellagenschicht mit der niedrigsten Anzahl an Doppellagen $n = 7$ ($\lambda = 119,6\text{ nm}$) nach der Konditionierung bei 400°C (links) und bei 600°C (rechts).

Die Auswertung der Grenzfrequenz f_g , der Anfangspermeabilität μ_{Anf} und des Dämpfungsparameters α_{VL} in Abhängigkeit der Doppellagenanzahl n ist in Abbildung 5-21 für die bei 400°C und bei 600°C konditionierten Viellagenschichten gezeigt. Aus der Güte der Anpassung der Landau-Lifschitz-Gilbert Gleichung an die Messkurven wurde die Unsicherheit der Anpassungsparameter abgeschätzt. Viellagenschichten mit $n > 28$ zeigen aufgrund der fehlenden uniaxialen Anisotropie kein Resonanzverhalten im äußeren Hochfrequenzfeld. Als Vergleich dienen Messwerte der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht.

Die Grenzfrequenzen der bei 600°C konditionierten Viellagenschichten liegen alle über 2 GHz und nur die Schichten mit 14 und 28 Doppellagen besitzen nach der Konditionierung bei 400°C eine kleinere Grenzfrequenz. Da die Resonanzfrequenz laut Gleichung (2.26) eine Funktion der Sättigungspolarisation und des uniaxialen Anisotropiefeldes ist, lässt sich der Verlauf von f_g auf die aus den Anpassungsparametern bestimmten Werte für J_s und $\mu_0 H_u$ zurückführen. Im Vergleich zu der Grenzfrequenz der Einlagenschicht sind die der Viellagenschichten bei gleicher Konditionierung etwa gleich oder kleiner. Dies kann vor allem durch die gegenüber der Einlagenschicht reduzierte Sättigungspolarisation der Viellagenschichten begründet werden, wie auch Abbildung 5-19 zeigt. Bis auf die Viellagenschicht mit 7 Doppellagen konnte eine Steigerung der Grenzfrequenz durch eine höhere Konditionierungstemperatur und der dadurch bedingten höheren Sättigungspolarisation, in Übereinstimmung mit den Ergebnissen der VSM Messungen, erzielt werden. Für die Viellagenschicht mit 7 Doppellagen verhindert eine Reduzierung des uniaxialen Anisotropiefeldes eine Steigerung der Grenzfrequenz bei höherer Konditionierungstemperatur. Dieses Verhalten des uniaxialen Anisotropiefeldes wurde zuvor schon anhand der VSM Messungen beobachtet. Generell steigt f_g für die bei 600°C konditionierten Viellagenschichten mit steigender Doppellagenanzahl n an. Anhand der Anpassungsparameter J_s und $\mu_0 H_u$ dieser Schichten lässt sich dieser Verlauf von f_g durch

ein steigendes Anisotropiefeld mit steigendem n erklären, welches auch in VSM Messungen beobachtet wurde.

Auch die Anfangspermeabilität μ_{Anf} ist nach Gleichung (2.27) eine Funktion der Sättigungspolarisation und des uniaxialen Anisotropiefeldes, wobei eine Steigung in J_s oder $\mu_0 H_u$ zu einer beziehungsweise Abnahme in μ_{Anf} führen. Insgesamt weisen alle Viellagenschichtsysteme sowohl für die bei 400 °C als auch für die bei 600 °C konditionierten Schichten hohe Anfangspermeabilitäten von über 200 auf, wobei die bei 600 °C konditionierten Schichten mit 7 und 14 Doppellagen sogar eine höhere Anfangspermeabilität als die Einlagenschicht mit $\mu_{Anf} = 251$ nach der gleichen Konditionierung besitzen. Eine Abhängigkeit der Anfangspermeabilität von der Konditionierungstemperatur kann aufgrund der gegenläufigen Einflüsse von J_s und $\mu_0 H_u$ nicht beobachtet werden. Jedoch zeigen die bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten eine Abnahme der Anfangspermeabilität mit zunehmender Doppellagenanzahl n .

Der in Abbildung 5-21 gezeigte Dämpfungsparameter der Viellagenschichten α_{VL} ist für alle Schichtsysteme nach der jeweiligen Konditionierung deutlich höher als der der Einlagenschicht. Der effektive Dämpfungsparameter der Einlagenschicht α_{eff} setzt sich aus intrinsischen und extrinsischen Dämpfungsmechanismen [22], [23] zusammen und wird für eine Fe-Co-Hf-N Einlagenschicht hauptsächlich durch die Streuung der magnetischen Momente an den nicht-magnetischen HfN-Körnern hervorgerufen [27]. Der durch die $Ti_{51}N_{49}$ Lagen höhere Anteil an nicht-magnetischem Material führt zu zusätzlichen Streuzentren und damit zu einem höheren Dämpfungsparameter der Viellagenschichten im Vergleich zu der Einlagenschicht. Außerdem besitzen die $Ti_{51}N_{49}$ Lagen eine höhere elektrische Leitfähigkeit als die $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}$ Lagen, sodass die generierten Wirbelströme in den Viellagenschichten größer als die von rein ferromagnetischen Schichten sind und daher bei alleiniger Betrachtung des magnetischen Volumens in einem zusätzlichen Beitrag zum Dämpfungsparameter resultieren. Insgesamt zeigt sich, dass der Dämpfungsparameter α_{VL} der bei 600 °C konditionierten Schichten mit 7 und 14 Doppellagen über dem der jeweiligen bei 400 °C konditionierten Schichten liegt. Da der HfN-Korndurchmesser mit steigender Konditionierungstemperatur ansteigt, nimmt auch die Streuung der magnetischen Momente an diesen nicht-magnetischen Körnern zu. Das Resonanzverhalten der bei 400 °C konditionierten Schicht mit 28 Doppellagen ist wegen des sehr kleinen Anisotropiefeldes nicht deutlich ausgeprägt. Deshalb besitzt diese Schicht den höchsten Dämpfungsparameter. Insgesamt nimmt der Dämpfungsparameter mit steigender Doppellagenanzahl n zu, was durch die steigende Anzahl an Grenzflächen und der damit verbundenen steigenden Anzahl an Streuzentren erklärt werden kann.

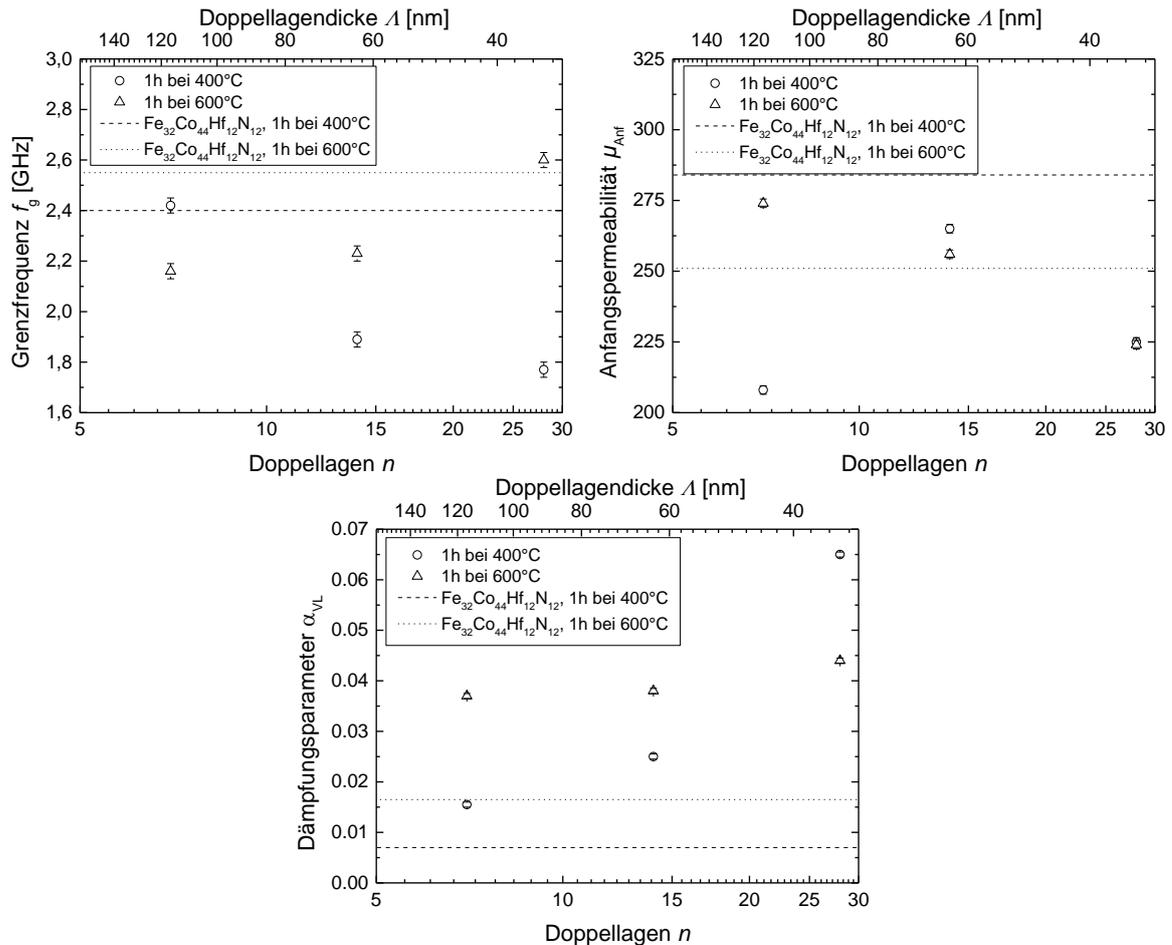


Abbildung 5-21: Grenzfrequenz f_g , Anfangspermeabilität μ_{Anf} und Dämpfungsparameter α_{VL} in Abhängigkeit der Doppellagenzahl n für bei 400 °C und bei 600 °C konditionierte Viellagenschichten. Die Messgrößen einer $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagerschicht dienen als Vergleich.

5.1.1.3 Mechanische Eigenschaften

In Abbildung 5-22 sind die Eigenspannungen σ_e der Viellagenschichten mit variierender Doppellagenzahl n vor und nach der Konditionierung bei 600 °C zu sehen. Zum Vergleich sind die jeweiligen Messwerte der unbehandelten und ebenfalls bei 600 °C konditionierten $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ und $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagerschichten eingetragen. Typischerweise besitzen mittels der Hochleistungskathodenzerstäubung hergestellte TiN Dünnschichten Druckeigenspannungen [282]. Aufgrund der in dieser Arbeit verwendeten Prozessparameter und damit verbundenen Wachstumsbedingungen entstehen jedoch Zugeigenspannungen in der $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Einlagerschicht.

Die unbehandelten Viellagenschichten weisen hohe kompressive Eigenspannungen auf, die zudem höher als die der unbehandelten Einlagerschichten sind. Daher wird angenommen, dass der Schichtaufbau die hohen Eigenspannungen der Viellagenschichten bedingt. Zur Verdeutlichung der Abhängigkeit der Eigenspannungen der wie abgeschiedenen und konditionierten Schichten von der Doppellagenzahl n wurde jeweils ein linearer Zusammenhang zwischen σ_e und n an den Verlauf der Messwerte angepasst. Wie anhand dieser Trendlinie zu erkennen ist, nehmen die kompressiven Eigenspannungen der

unbehandelten Viellagenschichten mit steigender Doppellagenanzahl n leicht ab. Nach der Konditionierung bei 600 °C konnten die Eigenspannungen insgesamt deutlich reduziert werden. Während der Wärmebehandlung finden Diffusionsvorgänge statt und zuvor verzerrte Bindungswinkel relaxieren. Beide Prozesse können zu einer Relaxation der Schichteigenspannungen nach der Konditionierung beitragen. Die Viellagenschichten mit $n > 28$ besitzen nach der Konditionierung tensile Eigenspannungen, wohingegen Viellagenschichten mit $n \leq 28$ sowohl kompressive als auch tensile Schichteigenspannungen aufweisen, die gegen Null tendieren. Insgesamt lässt sich ein Trend zu tensilen Eigenspannungen mit steigender Doppellagenanzahl n feststellen.

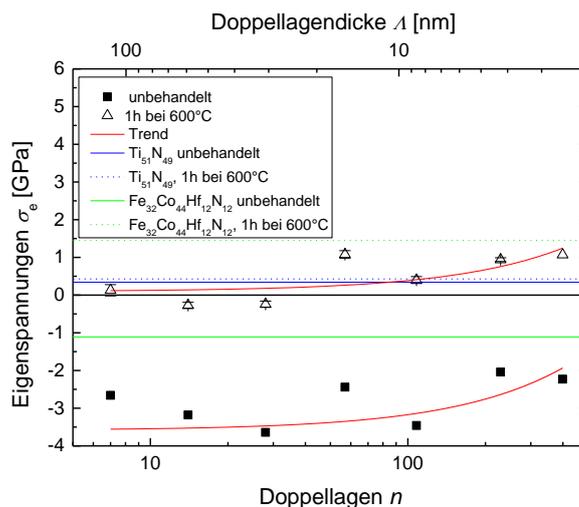


Abbildung 5-22: Eigenspannungen σ_e der Viellagenschichten mit variierender Doppellagenanzahl n vor und nach der Konditionierung bei 600 °C. Zum Vergleich sind die Messwerte für die $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ und $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschichten gezeigt.

In Abbildung 5-23 sind die Härte H und der reduzierte E-Modul E_r der wie abgeschiedenen und jeweils bei 400 °C und 600 °C konditionierten Viellagenschichten dargestellt. Zusätzlich sind die Messwerte der unbehandelten $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ und $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschichten bezüglich der Härte und des reduzierten E-Moduls als Vergleich gezeigt. Aus den mechanischen Eigenschaften der wie abgeschiedenen Einlagenschichten wurden zudem die nach Schichtanteilen gewichtete Härte H_{LMR} und reduzierte E-Modul $E_{r,\text{LMR}}$ nach der linearen Mischungsregel aus Gleichung (4.12) beziehungsweise (4.13) berechnet. Analog zu der Analyse der Eigenspannungen wurde auch die Abhängigkeit der Härte und des reduzierten E-Moduls von der Doppellagenanzahl n durch eine lineare Anpassung an den Verlauf der Messwerte dargestellt. Zur besseren Übersichtlichkeit zeigt Abbildung 5-23 nur die Anpassungskurven der wie abgeschiedenen und bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten.

Die Härte der unbehandelten Viellagenschichten liegt zwischen den Härtewerten der $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ und $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschichten und unterhalb der Erwartung nach der linearen Mischungsregel. Des Weiteren lässt sich eine Zunahme der Härte mit steigender Doppellagenanzahl n beobachten. Allerdings variieren die Messwerte nur innerhalb einer Standardabweichung, sodass die Zunahme der Härte lediglich eine Tendenz darstellt. Auch die bei 400 °C konditionierten Viellagenschichten zeigen eine leicht ansteigende Härte mit zunehmender Doppellagenzahl, wobei die Härte teilweise gegenüber den unbehandelten

Schichten gesteigert werden konnte. Zudem erreicht die Härte der bei 400 °C konditionierten Viellagenschichten und einer hohen Anzahl an Doppellagen $n \geq 108$ den nach der linearen Mischungsregel erwarteten Wert H_{LMR} oder übertrifft ihn im Fall der Schicht mit 399 Doppellagen. Nach der Konditionierung bei 600 °C konnte die Härte für alle Viellagenschichten gegenüber den wie abgeschiedenen und bei 400 °C konditionierten Schichten gesteigert werden, obwohl die Schichteigenspannungen der Schichten durch die Konditionierung bei 600 °C abnehmen. Die Atome befinden sich nach der Wärmebehandlung auf ihrer Gleichgewichtsposition, in der die Bindung zwischen den Atomen am stärksten ist. Daher wird angenommen, dass dies in Verbindung mit Änderungen in der Mikrostruktur zu einer Härtesteigerung führt. Insgesamt liegt die Härte aller bei 600 °C konditionierten Schichtsysteme im Bereich von H_{LMR} oder darüber. Die höchsten Härtewerte konnten nach der Konditionierung bei 600 °C in den Viellagenschichten mit 14 und 399 Doppellagen erzielt werden, wobei die Schicht mit $n = 14$ den Härtewert der $Ti_{51}N_{49}$ Einlagenschicht erreicht und die Schicht mit $n = 399$ diesen übertrifft.

Anhand von Abbildung 5-23 lässt sich erkennen, dass der reduzierte E-Modul der wie abgeschiedenen Viellagenschichten zwischen dem der Einlagenschichten und unterhalb der Erwartung nach der linearen Mischungsregel liegt. Weiterhin wird eine Zunahme des reduzierten E-Moduls mit steigender Doppellagenanzahl n beobachtet. Nach der Konditionierung bei 400 °C konnte eine Steigerung des reduzierten E-Moduls für die Viellagenschicht mit einer hohen Anzahl an Doppellagen für $n \geq 108$ erzielt werden, wobei die Schichtsysteme mit 229 und 399 Doppellagen dem nach der linearen Mischungsregel bestimmten Wert $E_{r,LMR}$ nahe kommen. Durch die Konditionierung bei 600 °C wird eine weitere Steigerung des reduzierten E-Moduls für alle Schichtsysteme im Vergleich zu den wie abgeschiedenen und bei 400 °C konditionierten Schichten beobachtet. Diese Erhöhung beruht auf der Bildung einer kristallinen FeCo- und HfN-Phase während der Konditionierung und der damit verbundenen Ausbildung einer Gitterstruktur. Weiterhin kommt es zu einer Annäherung des gemessenen reduzierten E-Moduls an die Erwartung von $E_{r,LMR}$, wobei die Viellagenschichten mit 229 und 399 nach der Konditionierung bei 600 °C den höchsten reduzierten E-Modul besitzen und $E_{r,LMR}$ übertroffen wird.

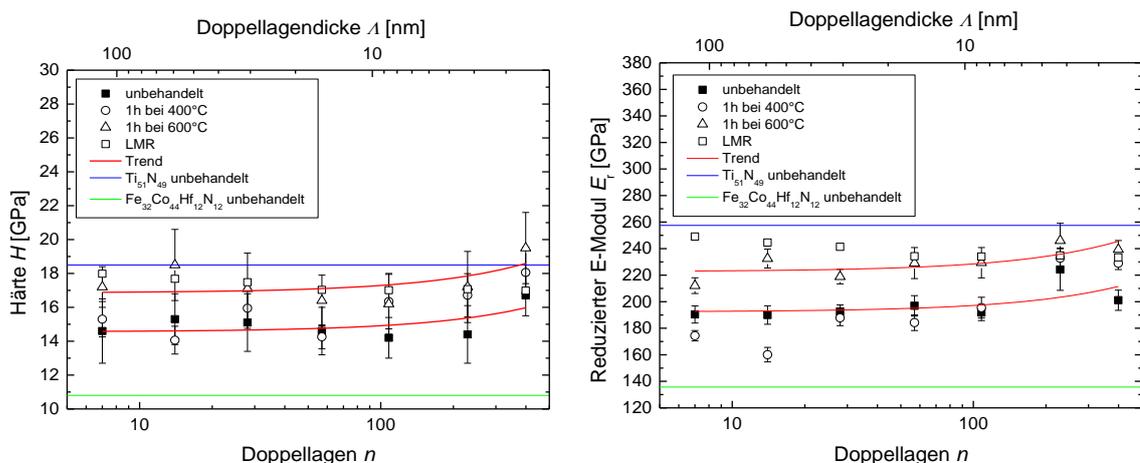


Abbildung 5-23: Härte H und reduzierter E-Modul E_r der wie abgeschiedenen und jeweils bei 400 °C und 600 °C konditionierten Viellagenschichten mit variierender Doppellagenanzahl n . Zum Vergleich sind die Messwerte für die $Ti_{51}N_{49}$ und $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}$ Einlagenschichten gezeigt.

5.1.1.4 Schlussfolgerungen

Die Ergebnisse zur Untersuchung des Einflusses der Grenzflächen auf die strukturellen, magnetischen und mechanischen Eigenschaften haben gezeigt, dass es für Viellagenschichten mit einer Doppellagenanzahl von $n \leq 28$ gelungen ist, eine uniaxiale Anisotropie durch die Konditionierung im statischen Magnetfeld in der Ebene der Funktionslagen einzuprägen. Da diese Vorzugsrichtung für eine homogene Präzession der magnetischen Momente im externen Hochfrequenzfeld nötig ist, besitzen diese Schichtsysteme ein ferromagnetisches Resonanzverhalten und sind für mögliche Hochfrequenzanwendungen geeignet. Des Weiteren weisen diese Schichten nach der Konditionierung bei 600 °C Härten im Bereich der $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Einlagenschicht und sehr geringe Eigenspannungen auf. Obwohl die Druckeigenspannungen nach der Konditionierung deutlich reduziert sind, steigt die Härte der Schichten an. Damit ist es gelungen, geeignete mechanische und magnetische Eigenschaften in Viellagenschichten mit $n \leq 28$ zu kombinieren. Insbesondere die Viellagenschicht mit 7 Doppellagen besitzt nach der Konditionierung bei 600 °C die geringsten Schichteigenspannungen sowie eine ausgeprägte Resonanzkurve mit der geringsten Dämpfung und der höchsten Anfangspermeabilität. Daher wurde diese Doppellagenanzahl als Basis für die weiteren Versuchsreihen zur Optimierung des Schichtaufbaus gewählt.

5.1.2 Variation des magnetischen Schichtanteils

In dieser Versuchsreihe wurde der Volumenanteil V_{mag} des ferromagnetischen Werkstoffs Fe-Co-Hf-N am Gesamtschichtvolumen V_{ges} in sechs Schritten systematisch von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,43$ bis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,72$ bei konstanter Doppellagenanzahl $n = 7$ gesteigert. Die in Kapitel 5.1.1 untersuchten Schichten entsprachen einem $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ -Verhältnis von 0,41. Die Zunahme des ferromagnetischen Volumenanteils wurde durch eine Erhöhung der Einzellagendicke d_{FeCoHfN} von 57 nm auf 199 nm bei gleichbleibender Ti-N Lagendicke $d_{\text{TiN}} = 67$ nm realisiert. Infolgedessen stieg die Gesamtschichtdicke t von 935 nm auf 1.929 nm an. Die gewählte Ti-N Lagendicke entspricht der Einzellagendicke d_{TiN} der Viellagenschicht mit 7 Doppellagen aus der vorherigen Studie.

5.1.2.1 Konstitution und Mikrostruktur

Chemische Zusammensetzung und Oberflächenbeschaffenheit

Die chemische Zusammensetzung der Schichten wurde ebenfalls mithilfe der Elektronenstrahlmikroanalyse an 1 μm dicken Einlagenschichten zu $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ und $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ bestimmt. Damit sind diese Ergebnisse in guter Übereinstimmung mit denen aus Abschnitt 5.1.1.1 und die Reproduzierbarkeit der Schichtzusammensetzung konnte nachgewiesen werden. Zudem es gelungen, stöchiometrisches $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ mittels der reaktiven Schichtabscheidung in Ar- und N_2 -Atmosphäre herzustellen.

Zur Untersuchung der Oberflächenbeschaffenheit wurde die Rauheit der Schichten bestimmt. In Abbildung 5-24 sind die quadratische Rauheit R_q und die Rautiefe R_t in Abhängigkeit vom magnetischen Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ für wie abgeschiedene und für bei 400 °C und bei 600 °C konditionierte Viellagenschichten dargestellt. Wie zu erkennen ist,

besitzen die wie abgeschiedenen Viellagenschichten allesamt eine sehr geringe quadratische Rauheit von unter 8 nm. Die quadratische Rauheit der Schichten nimmt nach der Konditionierung, bis auf die Schichtsysteme mit $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,56$ und $0,61$, leicht zu und beträgt maximal 11 nm. Der Anstieg in R_q nach der Schichtkonditionierung lässt sich auf Kornwachstum zurückführen. Insgesamt lässt sich damit feststellen, dass die quadratische Rauheit für alle Schichtsysteme sowohl für die unbehandelten als auch für die konditionierten Schichten sehr niedrig und die Schichtoberfläche dementsprechend sehr glatt ist. Im Gegensatz dazu weist die Rautiefe der Viellagenschichten höhere Werte auf. Die Rautiefen der wie abgeschiedenen Schichten liegen alle unter $R_t \leq 84$ nm und sind damit verhältnismäßig klein. Nach der Konditionierung bei 400°C beziehungsweise bei 600°C nimmt die Rautiefe tendenziell aufgrund von Kornwachstum zu, wobei die Rautiefen der bei 400°C konditionierten Schichten bis zu 278 nm und die der bei 600°C konditionierten Schichten bis zu 354 nm betragen. Lediglich die Schichten mit $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} > 0,51$ besitzen nach der Konditionierung bei 600°C nahezu gleiche Rautiefen wie die unbehandelten Schichten. Tendenziell lässt sich beobachten, dass sowohl die quadratische Rauheit als auch die Rautiefe unabhängig von der Schichtkonditionierung mit steigendem magnetischem Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ abnehmen. Mit steigender magnetischer Lagendicke erhöht sich die Gesamtschichtdicke, wohingegen die Dicke der $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ -Decklage konstant gewählt wurde. Daher ist anzunehmen, dass die Abnahme der Rauheit mit steigendem $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ auf die steigende Gesamtschichtdicke zurückzuführen ist.

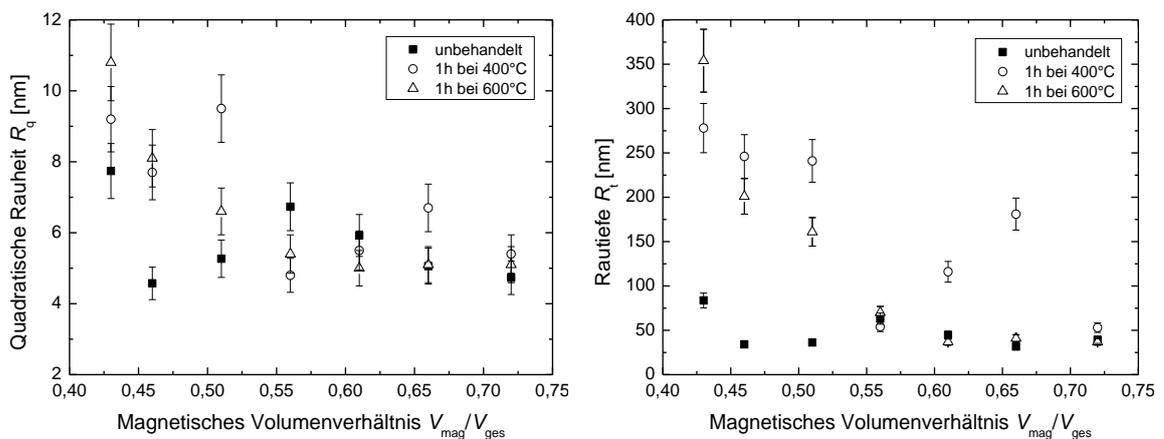


Abbildung 5-24: Quadratische Rauheit R_q und Rautiefe R_t in Abhängigkeit vom magnetischen Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ für wie abgeschiedene und bei 400°C und 600°C konditionierte Viellagenschichten mit sieben Doppellagen.

Mikrostruktur

In Abbildung 5-25 sind exemplarisch die Röntgendiffraktogramme der unbehandelten (oben) und bei 600°C konditionierten (unten) Viellagenschichten mit variierendem magnetischen Volumenanteil $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ gezeigt. Als Vergleich dienen XRD-Messungen an unter identischen Bedingungen hergestellten $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ und $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschichten.

Die wie abgeschiedenen Viellagenschichten besitzen für alle magnetischen Volumenanteile in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen aus Abschnitt 5.1.1.1 eine röntgenamorphe FeCo- und HfN-Phase sowie eine nanokristalline kfz TiN-Phase mit einer TiN(200)-Textur. Der TiN(200)-Reflex ist im Vergleich zum Literaturwert zu kleineren Winkeln verschoben,

was auf ein durch Eigenspannungen hervorgerufenes deformiertes Gitter mit vergrößertem Gitterparameter schließen lässt.

Nach der Konditionierung bei 400 °C sind weiterhin keine Reflexe bezüglich einer HfN-Phase zu erkennen. Allerdings erscheint ein sehr breiter FeCo(110)-Reflex in der Schichten mit dem höchsten magnetischen Schichtanteil von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,72$. Offenbar bildet sich bei dieser Konditionierungstemperatur bereits eine nanokristalline krz FeCo-Phase aus, die aufgrund des hohen magnetischen Schichtvolumens im Röntgendiffraktogramm dieser Schicht sichtbar wird. Da die HfN-Phase hingegen bei dieser Konditionierungstemperatur weiterhin röntgenamorph erscheint, kristallisiert die FeCo-Phase bei niedrigeren Temperaturen als die HfN-Phase. Der TiN(200)-Reflex ist weiterhin zu kleineren Winkeln verschoben. Außerdem besitzt der Reflex nach der Konditionierung bei 400 °C aufgrund von Kornwachstum eine geringere Halbwertsbreite.

Durch die Konditionierung bei 600 °C kommt es zu einem weiteren Kornwachstum der TiN-Körner, was in einer reduzierten Halbwertsbreite des TiN(200)-Reflexes gegenüber den bei 400 °C konditionierten Schichten resultiert. Außerdem kann eine Relaxation der TiN(200)-Winkelposition hin zu der theoretischen Position beobachtet werden. Die damit einhergehende Relaxation der Gitterabstände kann durch einen Spannungsabbau erzielt worden sein. Zudem lassen sich in den Viellagenschichten mit $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} > 0,46$ jeweils ein HfN(200)- und mit $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \geq 0,46$ ein FeCo(110)-Reflex identifizieren, was auf die Bildung einer polykristallinen kfz HfN- und einer polykristallinen krz FeCo-Phase durch die Konditionierung bei 600 °C schließen lässt. Die Reflexe sind aufgrund kleiner Korndurchmesser stark verbreitert. Mit zunehmendem magnetischem Schichtvolumen nimmt die FeCo- und HfN-Reflexintensität zu. Deswegen wird für die Schichten mit den höchsten magnetischen Volumenanteilen von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \geq 0,66$ außerdem der FeCo(200)-Reflex beobachtet. Tendenziell lässt sich erkennen, dass sowohl der FeCo(110)- als auch der HfN(200)-Reflex geringfügig zu höheren Winkeln im Vergleich zum jeweiligen Literaturwert verschoben ist. Beide Gitter sind demnach gestaucht.

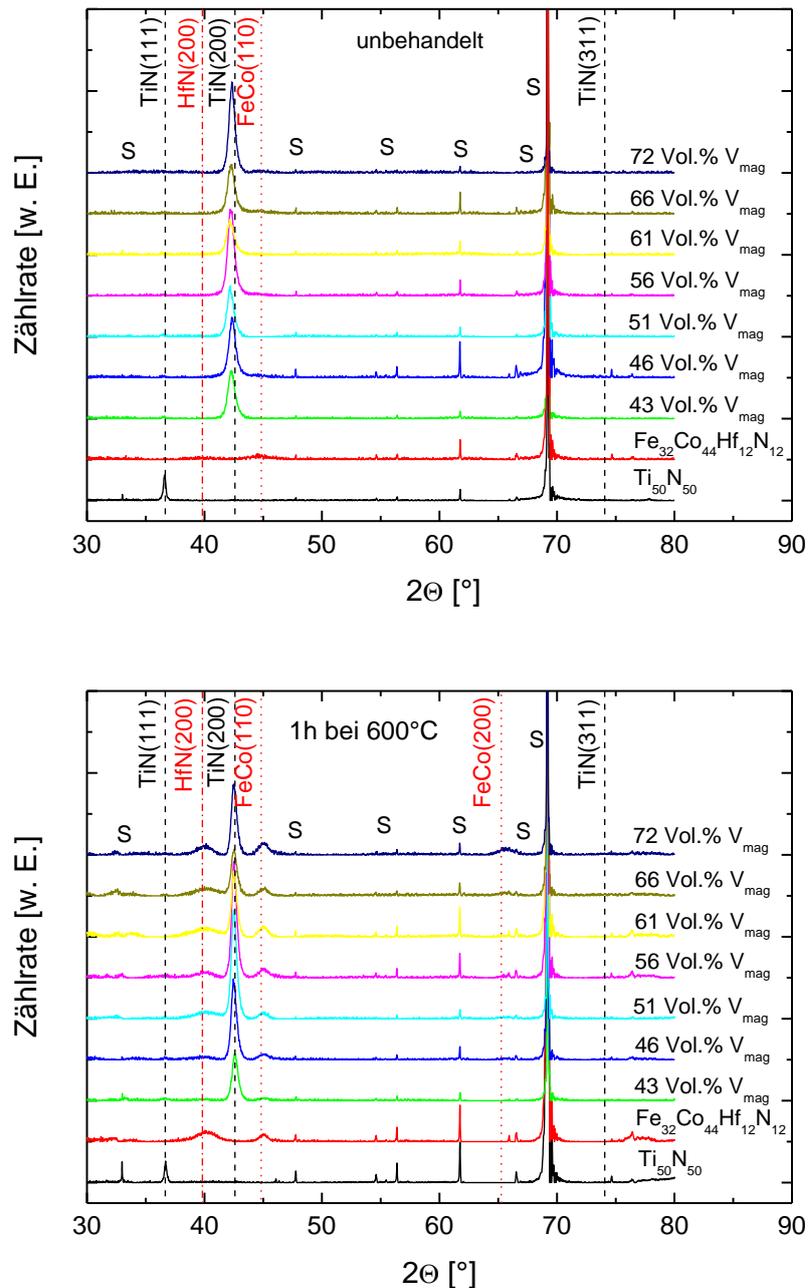


Abbildung 5-25: Röntgendiffraktogramme der wie abgeschiedenen (oben) und bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten (unten) mit sieben Doppellagen und steigendem magnetischen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ -Volumenanteil V_{mag} . Substratreflexe sind mit einem „S“ gekennzeichnet.

Zur quantitativen Analyse der Reflexe wird in Abbildung 5-26 die Winkelposition und die Halbwertsbreite des TiN(200)-Reflexes in Abhängigkeit vom magnetischen Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ und von der Schichtnachbehandlung gezeigt. Wie zu erkennen ist, besitzen die wie abgeschiedenen Viellagenschichten die größte Verschiebung des TiN(200)-Reflexes zu kleineren Winkeln. Die damit verbundene Aufweitung der Kristallstruktur kann beispielweise durch Eigenspannungen hervorgerufen worden sein. Durch die Konditionierung bei 400 °C und der damit verbundenen Spannungsrelaxation wird

eine Abnahme der Reflexverschiebung für Viellagenschichten mit einem magnetischen Volumenanteil bis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \leq 0,61$ erreicht. Nach der Konditionierung bei 600 °C konnte eine Abnahme der Gitterverzerrung sowohl gegenüber den wie abgeschiedenen als auch den bei 400 °C konditionierten Schichten und eine Relaxation der Netzebenenabstände für alle Viellagenschichten erreicht werden, wobei die Schicht mit $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,43$ die größte Annäherung an die theoretische Gleichgewichtposition besitzt.

Der TiN(200)-Reflex der unbehandelten Viellagenschichten besitzt eine hohe Halbwertsbreite, wie in Abbildung 5-26 zu sehen ist. Dies lässt auf einen kleinen Durchmesser der TiN-Körner dieser Schichten schließen. Weiterhin lässt sich für einen magnetischen Volumenanteil $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ von 0,46 bis 0,66 eine Abnahme des Korndurchmessers mit steigendem magnetischem Volumenanteil beobachten, der für $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,72$ wieder zunimmt. Eine Abhängigkeit der TiN(200)-Halbwertsbreite vom magnetischen Volumenverhältnis ist jedoch nicht zu beobachten. Aufgrund von Kornwachstum während der Konditionierung bei 400 °C kommt es zu einer Reduzierung der Halbwertsbreite für alle Viellagenschichten, bis auf das Schichtsystem mit einem magnetischen Volumenanteil von 0,72. Der Verlauf der Halbwertsbreite der bei 400 °C und 600 °C konditionierten Schichten zeigt, analog zum Verlauf der Halbwertsbreite der unbehandelten Schichten, keine Tendenz mit steigender ferromagnetischer Lagendicke. Insgesamt zeigen alle Viellagenschichten nach der Konditionierung bei 600 °C eine verkleinerte TiN(200)-Halbwertsbreite aufgrund von Kornwachstum gegenüber den bei 400 °C konditionierten Schichten.

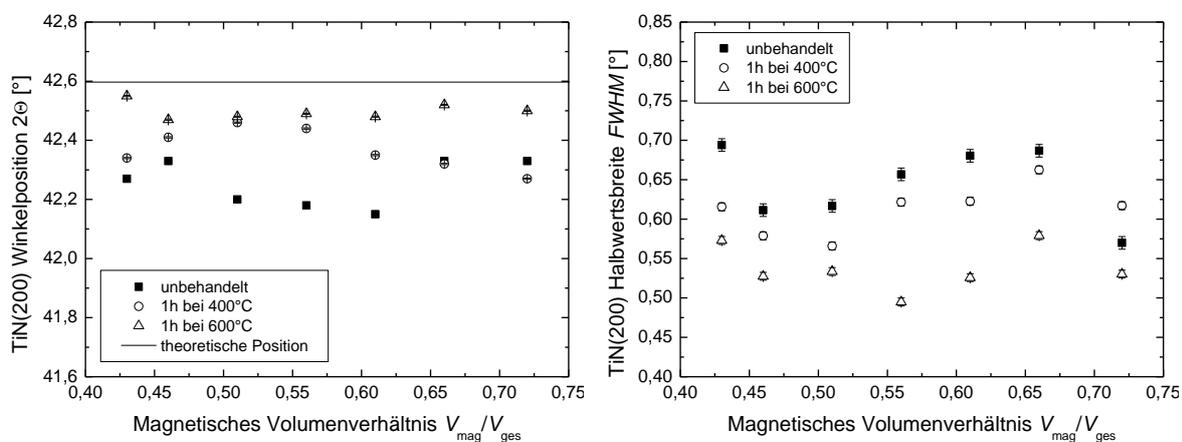


Abbildung 5-26: Abhängigkeit der TiN(200)-Winkelposition (links) und der Halbwertsbreite (rechts) von dem magnetischen Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ und der Schichtnachbehandlung von Viellagenschichten mit sieben Doppellagen.

Darüber hinaus wurde die Winkelposition und die Halbwertsbreite des FeCo(110)- und des HfN(200)-Reflexes in Abhängigkeit vom magnetischen Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ analysiert, welche in Abbildung 5-27 zu sehen sind. Die Auswertung der Reflexe war allerdings nur für die bei 600 °C konditionierten Schichten möglich, da nur diese eine polykristalline FeCo- und HfN-Phase in den Röntgendiffraktogrammen aufweisen. Außerdem erfolgte die Untersuchung des FeCo(110)- und des HfN(200)-Reflexes aufgrund der hohen Reflexbreiten und des geringen Signal-zu-Rauschverhältnisses nur für Schichten mit einem magnetischen Volumenanteil oberhalb von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \geq 0,46$ beziehungsweise von

$V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \geq 0,56$. Abbildung 5-27 verdeutlicht, dass die Winkelpositionen des FeCo- und HfN-Reflexes gegenüber den theoretischen Gleichgewichtspositionen zu höheren Winkeln verschoben sind. Daraus lässt sich auf verkleinerte Netzebenenabstände und gestauchte Gitterstrukturen sowohl des FeCo- als auch des HfN-Gitters schließen. Möglicherweise sind Zugeigenspannungen, die beim Abkühlen aufgrund unterschiedlicher thermischer Ausdehnungskoeffizienten der einzelnen Lagen und des Substrats entstehen können, die Ursache dafür. Weiterhin ist aus Abbildung 5-27 zu erkennen, dass die Halbwertsbreite des HfN(200)-Reflexes größer als die des FeCo(110)-Reflexes ist. Daher besitzen die HfN-Körner einen kleineren Durchmesser als die FeCo-Körner. Da die Schmelztemperatur von $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ niedriger als die von $\text{Hf}_{50}\text{N}_{50}$ ist, besitzt die FeCo-Phase bei 600 °C eine stärkere Diffusion, die in einem stärkeren Kornwachstum resultiert. Außerdem ist eine Abnahme der HfN(200)-Halbwertsbreite mit zunehmendem magnetischem Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ zu erkennen, wohingegen der Verlauf der FeCo(110)-Halbwertsbreite keine Abhängigkeit vom magnetischen Volumenanteil $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ zeigt. Der Anstieg des HfN-Korndurchmessers mit steigendem magnetischem Volumen kann beispielsweise auf die gleichzeitig zunehmende Einzellagendicke d_{FeCoHfN} zurückgeführt werden, die bei inkohärenten Lagengrenzen eine obere Grenze für den Korndurchmesser darstellt.

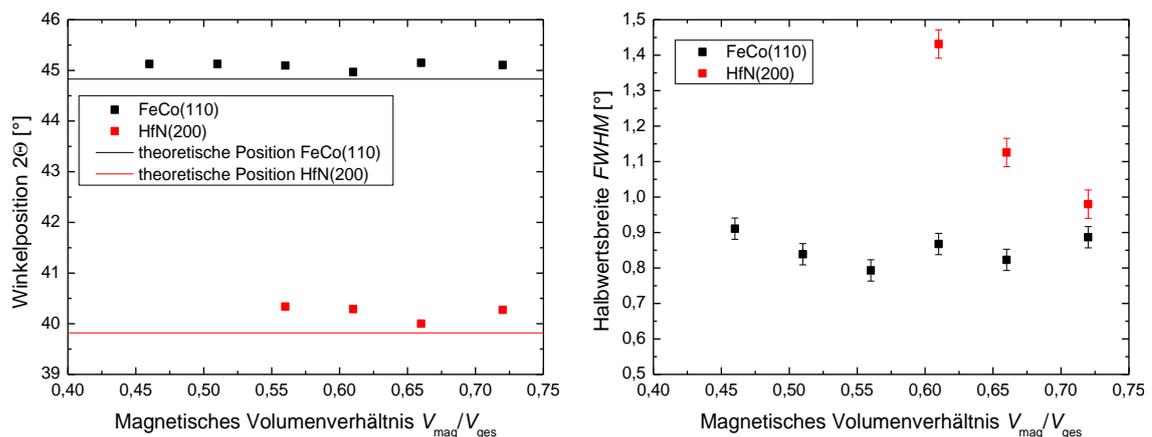


Abbildung 5-27: Winkelposition (links) und Halbwertsbreite (rechts) des FeCo(110)- und HfN(200)-Reflexes in Abhängigkeit von dem magnetischen Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ der bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten mit sieben Doppellagen.

5.1.2.2 Magnetische Eigenschaften

In Abbildung 5-28 sind exemplarisch die Hysteresekurven in leichter und schwerer Polarisationsrichtung nach der Konditionierung bei 400 °C (links) beziehungsweise 600 °C (rechts) der Viellagenschicht mit einem niedrigen magnetischen Volumenanteil von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,51$ zu sehen. Beide Schichten weisen eine hohe Sättigungspolarisation J_s mit 1,3 T für die bei 400 °C konditionierte und 1,5 T für die bei 600 °C konditionierte Schicht auf. Weiterhin zeigen die Schichten nach der Konditionierung bei 400 °C und bei 600 °C mit einem Koerzitivfeld $\mu_0 H_c$ von 0,5 mT und 0,8 mT weichmagnetisches Verhalten. Außerdem wurde durch die Konditionierung im statischen Magnetfeld ein uniaxiales Anisotropiefeld $\mu_0 H_u$ in der Schichtebene von 4,7 mT beziehungsweise von 3,9 mT induziert. Im Falle der bei 400 °C konditionierten Viellagenschicht lässt sich die Hysteresekurve der schweren

Polarisationsrichtung eindeutiger von der der leichten Richtung unterscheiden als bei der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht. Folglich ist die magnetische Vorzugsrichtung dieser Schicht ausgeprägter und definierter im Vergleich zu der bei 600 °C konditionierten Schicht. Die Ursache dafür ist der aufgrund des verstärkten Kornwachstums bei höheren Konditionierungstemperaturen steigende Anteil der magnetokristallinen Anisotropie, welcher das Einprägen der thermisch induzierten uniaxialen Anisotropie behindert.

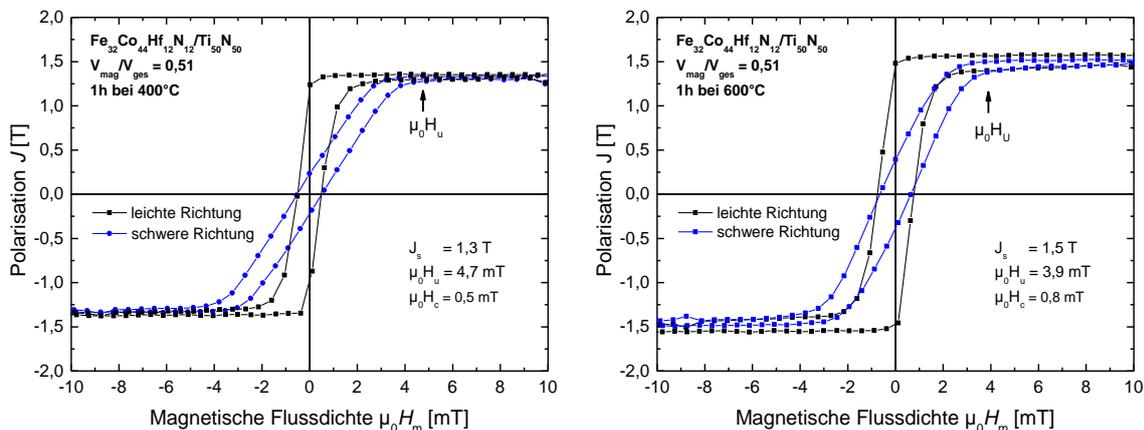


Abbildung 5-28: Hysteresekurven in leichter und schwerer Polarisationsrichtung der Viellagenschicht mit einem magnetischen Volumenverhältnis von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,51$ und sieben Doppellagen nach der Konditionierung bei 400 °C (links) und 600 °C (rechts).

Abbildung 5-29 zeigt die Abhängigkeit der Sättigungspolarisation J_s , des Koerzitivfeldes $\mu_0 H_c$ und des uniaxialen Anisotropiefeldes $\mu_0 H_u$ vom magnetischen Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ für wie abgeschiedene und bei 400 °C und 600 °C konditionierte Viellagenschichten. Zusätzlich dienen Messungen der magnetischen Eigenschaften an einer $t = 356 \text{ nm}$ dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht als Vergleich.

Die Sättigungspolarisation der unbehandelten Viellagenschichten ist bis auf die Viellagenschicht mit einem magnetischen Volumenanteil von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,46$ gegenüber der der Einlagenschicht reduziert. Durch die Konditionierung wird teilweise eine Zunahme in J_s erreicht. Die höchsten Sättigungspolarisationen besitzen die Schichtsysteme nach der Konditionierung bei 600 °C mit einem magnetischem Volumen von 46 Vol.% und 51 Vol.% sowie die Viellagenschicht mit einem magnetischen Schichtvolumen von 66 Vol.% nach der Konditionierung bei 400 °C. Diese Schichten weisen allesamt die gleiche Sättigungspolarisation wie die Einlagenschicht auf. Eine Tendenz der Sättigungspolarisation mit steigendem magnetischen Volumen wird wie erwartet weder für die wie abgeschiedenen noch für die bei 400 °C und 600 °C konditionierten Viellagenschichten beobachtet.

Anhand von Abbildung 5-29 lässt sich feststellen, dass die unbehandelten Viellagenschichten mit einem magnetischen Volumenverhältnis von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \leq 0,66$ weichmagnetische Eigenschaften besitzen. Demgegenüber weisen die Schichtsysteme mit einem hohen magnetischen Volumenanteil hohe Koerzitivfelder von über 2 mT auf. Der hohe magnetische Volumenanteil dieser Schichten resultiert aus einer gestiegenen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einzellagendicke d_{FeCoHfN} , die sich der Schichtdicke der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht annähert. Die unbehandelte Einlagenschicht besitzt aufgrund von hohen kompressiven Schichteigenspannungen Domänen senkrecht zur Schichtebene mit einer

abwechselnden Orientierung der magnetischen Momente, die auch als Streifendomänen bezeichnet werden und zu einer breiteren Hysteresekurve mit einem hohen Koerzitivfeld von $\mu_0 H_c = 2,7 \text{ mT}$ führen. Daher ermöglichen höhere Einzellagendicken d_{FeCoHfN} in Kombination mit Schichteigenstressungen die Einstellung von Domänenkonfigurationen, wie beispielsweise Streifendomänen. Aus diesem Grund erscheint das Ausbilden von Streifendomänen zur Erklärung des ansteigenden Koerzitivfeldes der unbehandelten Schichten mit steigendem magnetischem Volumenanteil plausibel. Nach der Konditionierung bei $400 \text{ }^\circ\text{C}$ lässt sich für alle Schichtsysteme eine Reduzierung des Koerzitivfeldes beobachten, sodass nun alle Viellagenschichten weichmagnetische Eigenschaften besitzen. Durch die Wärmebehandlung konnten die Druckeigenstressungen der Schichten reduziert werden, sodass in den konditionierten Schichten keine Streifendomänen auftreten. Weiterhin ist zu erkennen, dass das Koerzitivfeld der bei $400 \text{ }^\circ\text{C}$ konditionierten Schichten mit steigendem magnetischem Volumenanteil abnimmt und sich dem Koerzitivfeld der bei $400 \text{ }^\circ\text{C}$ konditionierten Einlagenschicht annähert. Grundsätzlich ist das Koerzitivfeld der Viellagenschichten im Vergleich zu der Einlagenschicht nach der gleichen Konditionierung, bedingt durch die Grenzflächen und den Viellagenaufbau, erhöht. Aus der Annäherung von $\mu_0 H_c$ der bei $400 \text{ }^\circ\text{C}$ konditionierten Schichten an das Koerzitivfeld der Einlagenschicht lässt sich folglich auf einen abnehmenden Einfluss der Grenzflächen bei steigender magnetischer Einzellagendicke d_{FeCoHfN} schließen. Des Weiteren wird nach der Konditionierung bei $600 \text{ }^\circ\text{C}$ ein höheres Koerzitivfeld im Vergleich zu den bei $400 \text{ }^\circ\text{C}$ konditionierten Schichten aufgrund von Kornwachstum beobachtet.

Aus Abbildung 5-29 wird ersichtlich, dass es durch die Konditionierung bei $400 \text{ }^\circ\text{C}$ und $600 \text{ }^\circ\text{C}$ gelungen ist in alle Schichtsysteme eine hohe uniaxiale Anisotropie in der Schichtebene zwischen $\mu_0 H_u = 3,9 \text{ mT}$ und $5,4 \text{ mT}$ einzuprägen. Die Viellagenschichten mit $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,43, 0,46$ und $0,61$ besitzen nach der Konditionierung bei $600 \text{ }^\circ\text{C}$ die höchsten uniaxialen Anisotropiefelder. Das uniaxiale Anisotropiefeld zeigt keine eindeutige Abhängigkeit vom magnetischen Volumen. Generell wird diese Diffusionsanisotropie durch die magnetokristalline Anisotropie, welche mit steigendem Korndurchmesser zunimmt, gestört. Auch Eigenstressungen in der Schicht können das Ausprägen der uniaxialen Anisotropie behindern. Beide Beiträge sind offensichtlich von untergeordneter Bedeutung.

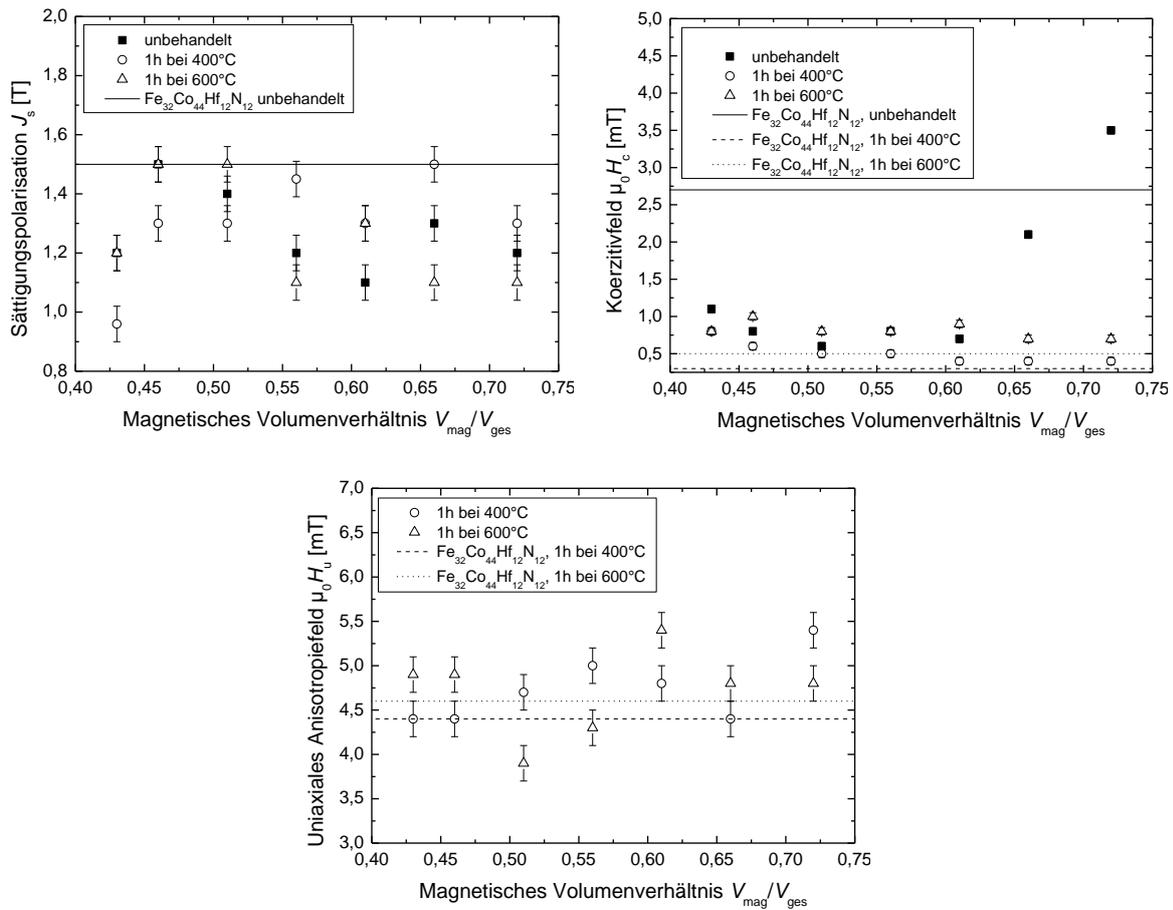


Abbildung 5-29: Abhängigkeit der Sättigungspolarisation J_s , des Koerzitivfeldes $\mu_0 H_c$ und des uniaxialen Anisotropiefeldes $\mu_0 H_u$ vom magnetischen Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ für wie abgeschiedene und bei 400 °C und 600 °C konditionierte Viellagenschichten mit sieben Doppellagen. Als Vergleich dienen Messungen an einer $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht.

In Abbildung 5-30 sind exemplarisch der Real- und Imaginärteil der frequenzabhängigen relativen magnetischen Permeabilität μ_r von zwei Viellagenschichten mit einem niedrigen und einem hohen magnetischem Volumenanteil von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,51$ beziehungsweise $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,66$ nach der Konditionierung bei 600 °C dargestellt. Die magnetischen Momente beider Schichten zeigen ein ferromagnetisches Resonanzverhalten im äußeren magnetischen Feld mit hohen Grenzfrequenzen von 2,1 GHz und 2,3 GHz sowie hohen Anfangspermeabilitäten von 362 und 230. Die Messkurven werden gut durch die Landau-Lifschitz-Gilbert Gleichung unter Berücksichtigung von Wirbelstromverlusten beschrieben. Allerdings wird deutlich, dass der Imaginärteil des Schichtsystems mit $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,66$ von der Lorentz-förmigen Resonanzkurve im Falle homogen präzedierender magnetischer Momenten abweicht. Die hohe magnetische Einzellagendicke von $d_{\text{FeCoHfN}} = 147$ nm dieser Viellagenschicht begünstigt die Generation von Wirbelströmen bei hohen Frequenzen. Diese erzeugen ihrerseits ein Magnetfeld, welches dem äußeren Feld entgegengerichtet ist und welches das äußere Feld im Inneren der Probe abschwächt. Dadurch wird die Permeabilität insgesamt abgeschwächt. Außerdem führen die Wirbelströme zu einer verbreiterten Kurve des Imaginärteils. Die Resonanzkurven der Viellagenschichten zeigen bis zu einem magnetischen Volumenanteil von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \leq 0,51$ keine Beeinflussung durch Wirbelströme.

Dahingegen sind die Resonanzkurven ab einem Verhältnis von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \geq 0,61$ deutlich durch Wirbelstromverluste verbreitert.

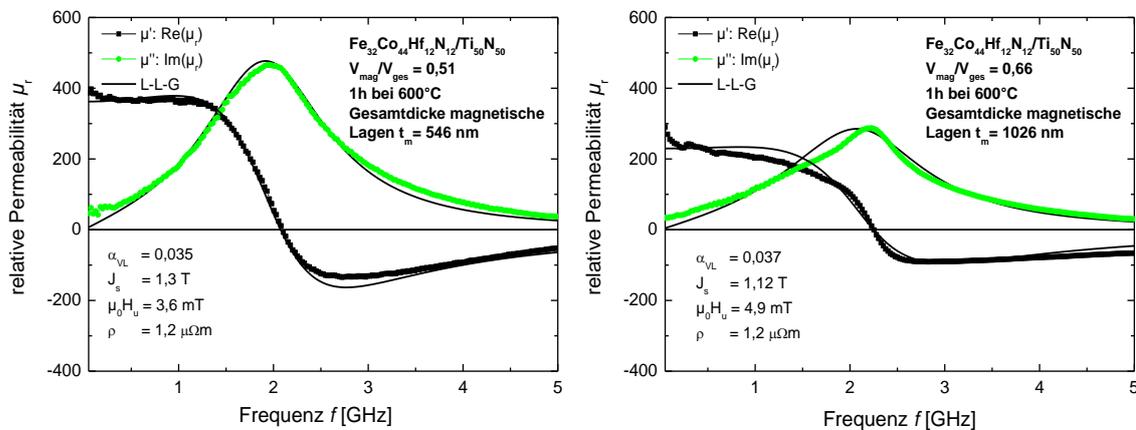


Abbildung 5-30: Frequenzabhängige relative magnetische Permeabilität μ_r der Viellagenschichten mit sieben Doppellagen und einem magnetischem Volumenverhältnis von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,51$ (links) und $0,66$ (rechts) nach der Konditionierung bei 600°C .

Die Auswertung der Grenzfrequenz f_g , der Anfangspermeabilität μ_{Anf} und des Dämpfungsparameters α_{VL} in Abhängigkeit vom magnetischen Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ ist für die bei 400°C und 600°C konditionierten Viellagenschichten in Abbildung 5-31 zu sehen. Als Vergleich dienen die magnetischen Hochfrequenzeigenschaften der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht.

Alle Schichtsysteme besitzen nach der Konditionierung bei 400°C oder 600°C Grenzfrequenzen von über $2,0\text{ GHz}$. Die Viellagenschichten mit einem magnetischen Volumenverhältnis von $0,51$, $0,56$, $0,66$ und $0,72$ erreichen nach der Konditionierung bei 400°C mit einer Grenzfrequenz von $f_g = 2,4\text{ GHz}$ den Wert der ebenfalls bei 400°C konditionierten Einlagenschicht. Generell lässt sich die Abhängigkeit der Grenzfrequenz von der Konditionierungstemperatur auf die in den VSM-Messungen beobachteten Zu- oder Abnahmen der Sättigungspolarisation J_s und des uniaxialen Anisotropiefeldes μ_0H_u zurückführen. Außerdem stimmt der Verlauf von f_g mit steigendem magnetischem Volumen gut mit dem des uniaxialen Anisotropiefeldes aus den VSM-Messungen überein.

Des Weiteren ist in Abbildung 5-31 der Verlauf der Anfangspermeabilität in Abhängigkeit vom magnetischen Volumenanteil und der Schichtnachbehandlung gezeigt, wobei generell eine Steigerung in J_s oder μ_0H_u zu einer Zu- beziehungsweise Abnahme in μ_{Anf} führt. Wie zu erkennen ist, folgt die Abhängigkeit der Anfangspermeabilität von der Konditionierungstemperatur der der Sättigungspolarisation aus den VSM-Messungen. Insgesamt zeigen die Viellagenschichten hohe Anfangspermeabilitäten zwischen 214 und 362 , wobei die Schichtsysteme mit $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,46$ und $0,51$ nach der Konditionierung bei 600°C die Anfangspermeabilität der Einlagenschicht übertreffen. Eine Tendenz in μ_{Anf} mit steigendem magnetischem Volumenanteil kann für die bei 400°C konditionierten Schichten nicht festgestellt werden. Im Gegensatz dazu ist für die bei 600°C konditionierten Viellagenschichten eine Abnahme der Anfangspermeabilität ab einem magnetischen Volumenverhältnis von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \geq 0,55$ zu beobachten.

Der in Abbildung 5-31 gezeigte Dämpfungsparameter der Viellagenschichten α_{VL} ist gegenüber dem der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht nach der jeweiligen Konditionierung erhöht. Wie bereits in Abschnitt 5.1.1.2 erwähnt wurde, rufen die leitfähigen nicht-magnetischen TiN Lagen einen weiteren Beitrag zu den Wirbelstromverlusten sowie zusätzliche Streuzentren an den Grenzflächen hervor, die zu einem Anstieg des Dämpfungsparameters im Vergleich zu der Einlagenschicht führen. Außerdem ist zu erkennen, dass der Dämpfungsparameter der Viellagenschichten als auch der der Einlagenschicht mit steigender Konditionierungstemperatur zunimmt. Durch die höhere Konditionierungstemperatur kommt es zu einem verstärkten HfN-Kornwachstum. Der vergrößerte Korndurchmesser bewirkt eine höhere Streuung der magnetischen Momente an den nicht-magnetischen HfN-Körnern, was in einem größeren Dämpfungsparameter resultiert. Eine Abhängigkeit des Dämpfungsparameters vom magnetischen Volumenanteil $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ ist nicht sichtbar, obwohl die Resonanzkurven der Viellagenschichten ab einem Volumenanteil von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,61$ durch Wirbelstromverluste verbreitert sind. Die Wirbelstromverluste stellen jedoch keine Dämpfung im Sinne von Energiedissipation durch Streuung der magnetischen Momente an nicht-magnetischen Einschlüssen dar und werden daher bei der Auswertung der Hochfrequenzpermeabilität nach [21] über die Schichtdicke t des magnetischen Materials und über den spezifischen Widerstand ρ berücksichtigt.

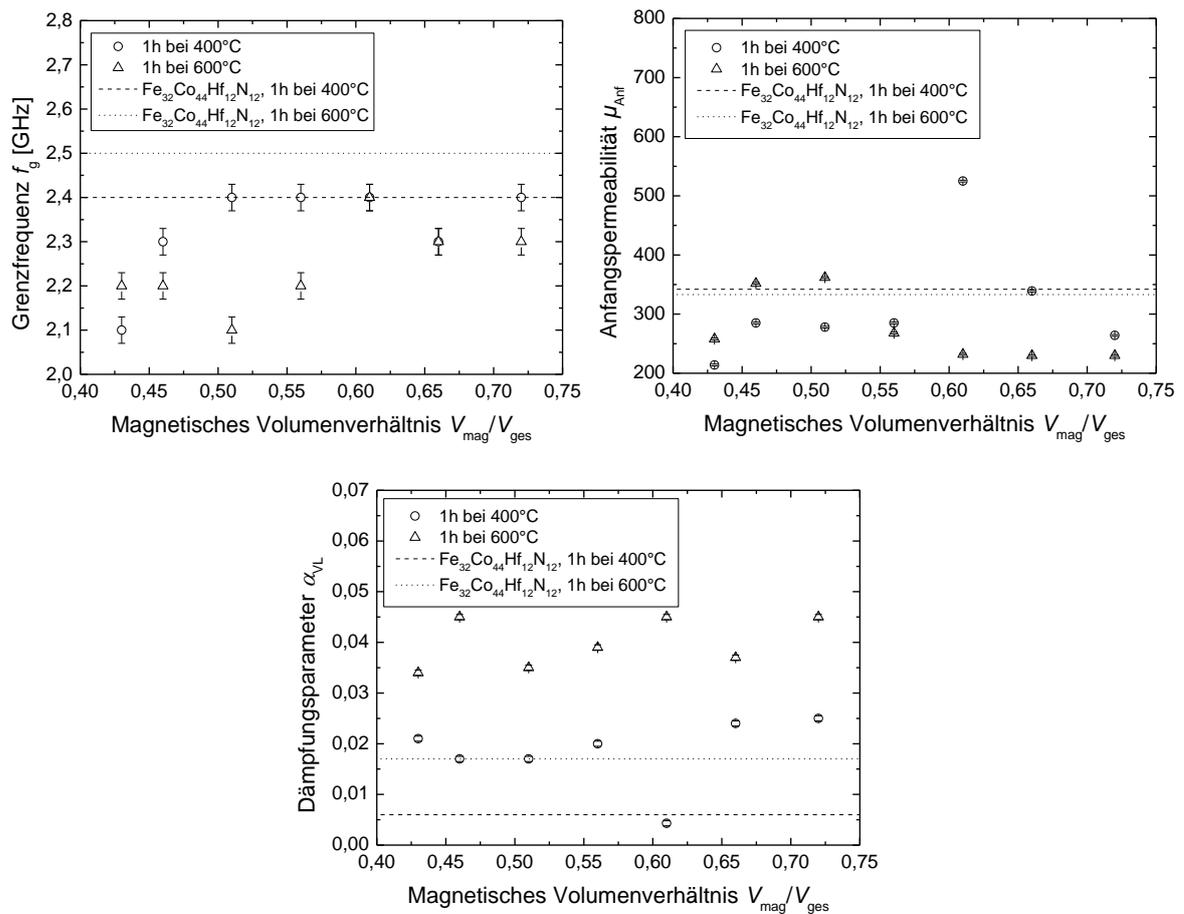


Abbildung 5-31: Grenzfrequenz f_g , Anfangspermeabilität μ_{Anf} und Dämpfungparameter α_{vL} in Abhängigkeit vom magnetischen Volumenverhältnis V_{mag}/V_{ges} für bei 400 °C und 600 °C konditionierte Viellagenschichten mit sieben Doppellagen. Als Vergleich dienen die Messergebnisse einer $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}$ Einlagenschicht.

5.1.2.3 Mechanische Eigenschaften

In Abbildung 5-32 sind die Eigenspannungen σ_e der Viellagenschichten mit variierendem magnetischen Volumenverhältnis V_{mag}/V_{ges} vor und nach der Konditionierung bei 600 °C zu sehen. Zusätzlich sind die Schichteigenspannungen der unbehandelten sowie bei 600 °C konditionierten $Ti_{50}N_{50}$ und $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}$ Einlagenschichten als Vergleich dargestellt. Man erkennt, dass die Viellagenschichten nach der Schichtabscheidung moderate kompressive Eigenspannungen besitzen, die jedoch, bedingt durch den Viellagenaufbau, höher als die der Einlagenschichten sind. Zur Verdeutlichung der Abhängigkeit der Eigenspannungen vom magnetischen Volumen wurde jeweils eine lineare Anpassung der Messwerte durchgeführt. Mit steigendem magnetischem und damit steigendem metallischem Volumenanteil lässt sich eine Abnahme der kompressiven Schichteigenspannungen beobachten. Da die Gesamtschichtdicke bei den Schichtsystemen mit einem hohen magnetischen Volumenanteil am größten ist, können sich Spannungsfelder leichter abbauen. Nach der Konditionierung sind die Eigenspannungen aller Viellagenschichten deutlich reduziert und tensil. Zum einen führt die Wärmebehandlung bei der hohen Temperatur zu einer

Spannungsrelaxation und zum anderen ergeben sich beim Wiederabkühlen durch die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Schicht (nach Schichtanteilen gemittelt: $\alpha_F = 10,1 \text{ ppm K}^{-1}$) und Substrat ($\alpha_S = 2,7 \text{ ppm K}^{-1}$ [283]) tensile Eigenspannungen. Eine Abhängigkeit der Schichteigenspannungen vom magnetischen Volumenanteil ist nach der Konditionierung nicht sichtbar. Somit besitzt die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einzellagendicke d_{FeCoHfN} nach der Konditionierung keinen Einfluss mehr auf die Eigenspannungen der Viellagenschichten.

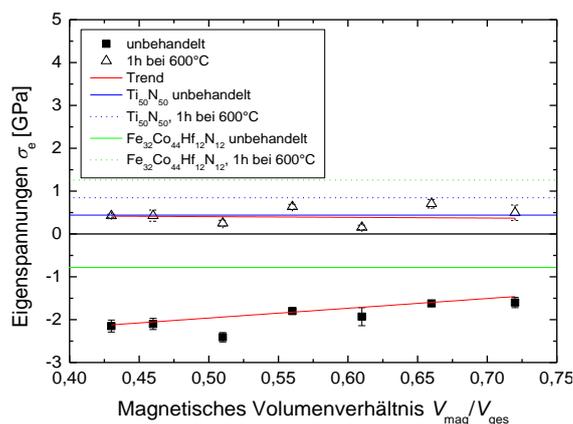


Abbildung 5-32: Eigenspannungen σ_e der Viellagenschichten mit sieben Doppellagen und variierendem magnetischen Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ vor und nach der Konditionierung bei 600 °C. Zum Vergleich sind die Messwerte für die $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ und $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschichten gezeigt.

Abbildung 5-33 zeigt die Härte H und den reduzierten E-Modul E_r der wie abgeschiedenen und bei 400 °C und 600 °C konditionierten Viellagenschichten mit variierendem magnetischen Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$. Als Vergleich dienen Messungen an den $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ und $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschichten. Aus den mechanischen Eigenschaften der Einlagenschichten wurden eine Erwartung bezüglich der Härte H_{LMR} und des reduzierten E-Moduls $E_{r,\text{LMR}}$ nach der linearen Mischungsregel errechnet. Hierbei wurde auch die jeweilige Eindringtiefe des Prüfkörpers in die entsprechende Lage des Viellagenverbunds gemäß der in Abschnitt 4.5.1 beschriebenen Berechnung von H_{LMR} und $E_{r,\text{LMR}}$ berücksichtigt. Des Weiteren verdeutlicht eine lineare Anpassung der unbehandelten und der bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten den Zusammenhang zwischen der Messgröße Härte beziehungsweise reduziertem E-Modul und dem magnetischen Volumenanteil $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$.

Nach der linearen Mischungsregel wird eine Abnahme der Härte mit zunehmendem magnetischem Volumen erwartet, da die geringere Härte von $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ im Vergleich zu $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ aufgrund der größeren Eindringtiefe mit zunehmender Gesamtschichtdicke stärker gewichtet wird. Die Messungen zeigen jedoch, dass die Härte der Viellagenschichten unabhängig von der Konditionierung für $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \geq 0,46$ über der theoretischen Erwartung liegt. Die wie abgeschiedenen und bei 400 °C konditionierten Schichten zeigen eine leicht abnehmende Tendenz in der Härte mit steigendem magnetischem Volumenanteil, der dem Verlauf von H_{LMR} folgt. Absolut betrachtet besitzen aber alle Viellagenschichten Härte- und E-Modulwerte im Bereich der $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ Einlagenschicht oder höher. Demnach ist der Einfluss der harten $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ Decklage auf die Härte trotz Eindringtiefen von bis zu 200 nm so groß, dass der steigende Anteil der weicheren $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lage nahezu keinen Einfluss auf die Härte

besitzt. Nach der Konditionierung bei 600 °C besitzen die Viellagenschichten gegenüber der $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ Einlagenschicht und den wie abgeschiedenen und bei 400 °C konditionierten Proben vergleichbare Härte- und E-Modulwerte. Auch wird für diese Schichten keine Abhängigkeit der Härte vom magnetischen Volumenanteil beobachtet.

Auch für den reduzierten E-Modul wird nach der linearen Mischungsregel eine Abnahme mit steigendem magnetischem beziehungsweise metallischem Volumenanteil aufgrund des zunehmenden $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Anteils erwartet. Die unbehandelten Viellagenschichten besitzen, mit Ausnahme der Schichten mit $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,46, 0,61$ und $0,72$, gegenüber der Erwartung $E_{r,\text{LMR}}$ kleinere Werte bezüglich des reduzierten E-Moduls, die aber keine Abhängigkeit vom magnetischen Volumenanteil $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ zeigen. Bis auf die bereits genannten Schichtsysteme wird durch die Konditionierung bei 400 °C eine Zunahme in E_r und eine Annäherung an die theoretische Erwartung $E_{r,\text{LMR}}$ aufgrund der Kristallisation der FeCo-Phase erreicht. Der reduzierte E-Modul der bei 400 °C konditionierten Schichten weist wie $E_{r,\text{LMR}}$ einen abnehmenden Verlauf mit steigendem magnetischen Volumenanteil auf. Durch eine Steigerung der Konditionierungstemperatur von 400 °C auf 600 °C wird eine weitere Zunahme des reduzierten E-Moduls beobachtet. Zuvor verzerrte Bindungswinkel und -längen sind bestrebt während der Wärmebehandlung ihre Gleichgewichtsposition einzunehmen, wodurch die Bindung zwischen den Atomen gestärkt wird und was zu einer Steigerung des reduzierten E-Moduls führt. Außerdem führt auch die Kristallisation der zuvor amorphen Hf-N Phase zu einer Erhöhung des reduzierten E-Moduls. Nach der Konditionierung bei 600 °C besitzen die Schichtsysteme mit $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \geq 0,61$ einen höheren reduzierten E-Modul als nach der linearen Mischungsregel erwartet wird. Eine Abhängigkeit des reduzierten E-Moduls der bei 600 °C konditionierten Schichten vom magnetischen Volumenanteil wird nicht beobachtet, obwohl die lineare Anpassung eine Zunahme in E_r mit steigendem $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ zeigt. Dieser Anstieg wird jedoch durch den hohen Messwert einer einzelnen Schicht mit $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,61$ verursacht und gibt nicht die Tendenz der übrigen Schichtsysteme wider.

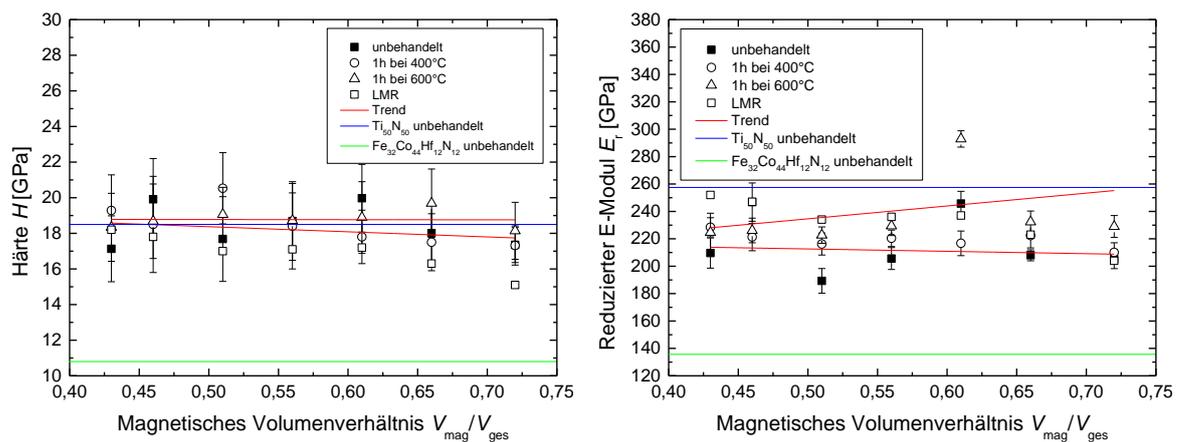


Abbildung 5-33: Härte H und reduzierter E-Modul E_r der wie abgeschiedenen und bei 400 °C und 600 °C konditionierten Viellagenschichten mit sieben Doppellagen und variierendem magnetischen Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$. Zum Vergleich sind die Messwerte für die $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ und $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschichten gezeigt.

5.1.2.4 Schlussfolgerungen

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass es trotz der zunehmenden $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einzellagendicke gelungen ist nach der Konditionierung bei 600 °C im Magnetfeld in allen Schichtsystemen niedrige Schichteigenspannungen und hohe Härten im Bereich der $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ Einlagenschicht oder höher zu erzielen. Gleichzeitig besitzen die Viellagenschichten hohe Resonanzfrequenzen, hohe Anfangspermeabilitäten und moderate Dämpfungsparameter. Allerdings wird das ferromagnetische Resonanzverhalten für Viellagenschichten ab einem magnetischem Volumenanteil von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \geq 0,61$ durch Wirbelstromverluste beeinträchtigt. Insgesamt konnten somit in Viellagenschichten mit $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \leq 0,51$ geeignete mechanische und magnetische Eigenschaften vereint werden.

5.1.3 Ti-Al-N Deckschicht

Zur Entwicklung von multifunktionalen Viellagenschichten wurde in den beiden vorangegangenen Versuchsreihen der Viellagenaufbau des Schichtsystems Fe-Co-Hf-N/Ti-N systematisch variiert und hinsichtlich der strukturellen, magnetischen und mechanischen Eigenschaften untersucht. In der hier vorgestellten Studie wird das Schichtsystem Fe-Co-Hf-N/Ti-N um eine Ti-Al-N Decklage erweitert, die anstelle der obersten Ti-N Lage abgeschieden wird. Dazu wird, basierend auf den Erkenntnissen zur Variation des Viellagenaufbaus, ein Schichtverbund bestehend aus sieben Fe-Co-Hf-N/Ti-N Doppellagen und einer Ti-Al-N Decklage sowie einem magnetischem Volumenanteil von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,4$ gewählt, wobei die Fe-Co-Hf-N und Ti-N Einzellagen jeweils $d_{\text{FeCoHfN}} = 53$ nm und $d_{\text{TiN}} = 67$ nm dick sind. Die Ti-Al-N Decklage beträgt analog zur Ti-N Einzellagendicke $d_{\text{TiAlN}} = 67$ nm. Im Folgenden werden die Ergebnisse zur Konstitution und Mikrostruktur sowie zu den magnetischen und mechanischen Eigenschaften der unbehandelten und der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht vorgestellt. Des Weiteren wurden Untersuchungen hinsichtlich der Oxidationsbeständigkeit durchgeführt, die in Abschnitt 5.2.2 präsentiert werden.

5.1.3.1 Konstitution und Mikrostruktur

Chemische Zusammensetzung, Viellagenaufbau und Oberflächenbeschaffenheit

Die chemische Zusammensetzung der Schichten wurde anhand von 1 µm dicken Einlagenschichten mithilfe der EPMA zu $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}$, $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ und $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ bestimmt. Damit sind die chemischen Zusammensetzungen bezüglich des Fe-Co-Hf-N und Ti-N Schichtsystems in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen der vorherigen Versuchsreihen. Die Abscheidung der Ti-Al-N Einlagenschicht erfolgte nicht-reaktiv in reiner Ar-Atmosphäre von einem $(\text{TiN})_{50}(\text{AlN})_{50}$ -Target. Gegenüber der chemischen Zusammensetzung des Targets mit $\text{Ti}_{25}\text{Al}_{25}\text{N}_{50}$ besitzt die $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Einlagenschicht 10 At.% weniger Stickstoff. Dennoch konnte in der Einlagenschicht das gleiche Verhältnis von Ti- zu Al-Atomen im Vergleich zur Targetzusammensetzung realisiert werden.

Zur Analyse der chemischen Zusammensetzung der $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit Ti-Al-N Decklage wurden vor und nach der Konditionierung bei 600 °C AES-Tiefenprofile durchgeführt, welche in Abbildung 5-34 gezeigt sind. Der Viellagenaufbau

mit sieben alternierenden Fe-Co-Hf-N/Ti-N Schichtfolgen und einer Ti-Al-N Decklage ist deutlich erkennbar. Anhand der Elementkonzentrationen ermittelt sich die chemische Zusammensetzung der Decklage der unbehandelten Viellagenschicht zu $\text{Ti}_{34}\text{Al}_{29}\text{N}_{37}$, was im Rahmen der Messunsicherheit mit der gemessenen chemischen Zusammensetzung der Einlagenschicht übereinstimmt. Nach der Konditionierung weist die Decklage mit einer Zusammensetzung von $\text{Ti}_{36}\text{Al}_{24}\text{N}_{40}$ einen leicht verringerten Al-Anteil auf. Dabei kann anhand der AES-Tiefenprofile eine geringfügige Diffusion der Al-Atome in die benachbarte magnetische Fe-Co-Hf-N Lage festgestellt werden. Weiterhin offenbaren die Tiefenprofile der unbehandelten als auch der konditionierten Viellagenschicht einen deutlichen Sauerstoffgehalt in der obersten Lage von etwa 5 At.%, wohingegen die darunterliegenden Lagen einen Sauerstoffanteil von unter 2 At.% besitzen. Da die AES-Tiefenprofile der Viellagenschichten ohne Ti-Al-N Decklage keine erhöhte Sauerstoffkonzentration an der Schichtoberfläche aufwiesen, ist eine Verunreinigung des Rezipienten oder eine Sauerstoffdiffusion während der Lagerung der Schichten auszuschließen. Vielmehr kann die Ti-Al-N Decklage aufgrund des Stickstoffdefizits eine erhöhte Sauerstoffaffinität besitzen, welche die Adsorption von Sauerstoff begünstigt.

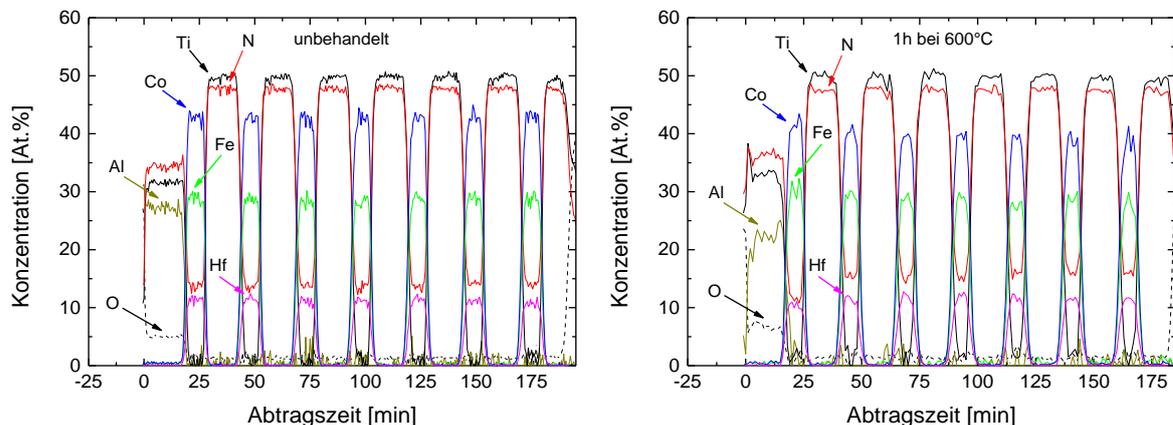


Abbildung 5-34: AES-Tiefenprofile der $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120$ nm) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage vor (links) und nach (rechts) der Konditionierung bei 600 °C.

Abbildung 5-35 zeigt REM-Aufnahmen von der Bruch- und Oberfläche der unbehandelten (links) und bei 600 °C konditionierten (rechts) $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage unter einem Winkel von 60 ° zur Oberflächennormalen. Beide Schichten besitzen eine definierte Doppellagenstruktur mit jeweils sieben alternierenden $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}$ (hell) und $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ (dunkel) Lagen und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage (hell). Des Weiteren weist sowohl die wie abgeschiedene als auch die bei 600 °C konditionierte Schicht eine sehr glatte und dichte Oberfläche auf, wie auch Tabelle 5-3 zeigt. Die Bruchfläche der unbehandelten Schicht ist sehr glatt und deutet auf eine feinkörnige Mikrostruktur hin. Dahingegen erscheint die Bruchfläche der konditionierten Viellagenschicht weniger glatt, was auf eine Änderung in der Mikrostruktur durch die Wärmebehandlung schließen lässt.

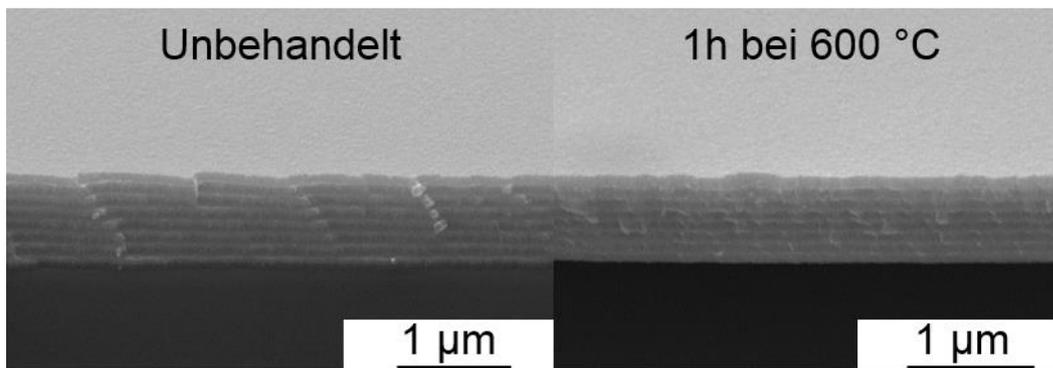


Abbildung 5-35: REM-Aufnahmen der Bruch- und Oberfläche der $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120$ nm) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage (hell) unbehandelt (links) und bei 600 °C konditioniert (rechts). Zu erkennen sind die alternierenden $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}$ (hell) und $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ (dunkel) Lagen.

Zur weiteren Untersuchung der Schichtoberfläche wurden die quadratische Rauheit R_q und die Rautiefe R_t der wie abgeschiedenen und bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht gemessen, welche in Tabelle 5-3 gezeigt sind. Die quadratische Rauheit beider Schichten ist, in guter Übereinstimmung mit den oben gezeigten REM-Aufnahmen, sehr niedrig. Im Vergleich zu der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit sieben Doppellagen und einer obersten $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lage aus Abschnitt 5.1.1, besitzt die wie abgeschiedene Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage eine niedrigere quadratische Rauheit, was auf eine feinkörnigere Mikrostruktur dieser Lage hindeutet. Weiterhin besitzt die Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage moderate Rautiefen R_t , die durch die Wärmebehandlung reduziert wurden.

Tabelle 5-3: Quadratische Rauheit R_q und Rautiefe R_t der wie abgeschiedenen und für eine Stunde bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120$ nm) und $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage.

	R_q [nm]	R_t [nm]
Wie abgeschieden	$5,9 \pm 0,6$	175 ± 18
1h bei 600 °C	$7,2 \pm 0,7$	113 ± 11

Mikrostruktur

In Abbildung 5-36 sind die Röntgendiffraktogramme der wie abgeschiedenen (oben) und bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht (unten) mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage dargestellt. Als Vergleich dienen Messungen an den unbehandelten und bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}$, $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ und $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Einlagenschichten.

Die unbehandelte $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Einlagenschicht besitzt eine nanokristalline kfz TiN-Phase mit TiN(111)-Textur, wobei die Reflexe geringfügig zu kleineren Winkeln verschoben sind. Alle Reflexe der unbehandelten $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Einlagenschicht können eindeutig der NaCl Kristallstruktur der TiN-Phase zugeordnet werden. Ein Vergleich der Reflexpositionen mit den theoretischen Winkelpositionen zeigt, dass die Reflexe zu höheren Winkeln verschoben sind. Dies bedeutet, dass die Netzebenenabstände verkleinert und das kfz-Gitter gestaucht ist. Bekanntermaßen bildet die metastabile $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ -Phase einen kfz (Ti,Al)N-

Substitutionsmischkristall [59], sodass die Gitterdeformation durch eine Substitution der Ti-Atome durch die kleineren Al-Atome hervorgerufen wird. Darüber hinaus kann auch das Stickstoffdefizit der $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Einlagenschicht von 10 At.% zu einem gestauchten Gitter führen. Weiterhin ist für die $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Einlagenschicht eine (111)-Textur erkennbar. Das Röntgendiffraktogramm der unbehandelten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage zeigt, analog zu der Viellagenschicht mit sieben Doppellagen ohne Ti-Al-N Deckschicht aus Abschnitt 5.1.1, Reflexe bezüglich einer kfz TiN-Gitterstruktur mit TiN(200)-Vorzugsorientierung, wobei der TiN(200)-Reflex gegenüber der theoretischen Position zu kleineren Winkeln verschoben ist. Die (111)-Textur der $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Einlagenschicht ändert sich im Viellagenverbund aufgrund anderer Energieverhältnisse zu einer (200)-Textur. Allerdings lässt das Röntgendiffraktogramm der Viellagenschicht keine Rückschlüsse über eine mögliche metastabile $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ -Phase zu, da die 67 nm dünne Ti-Al-N Decklage aufgrund des geringen Schichtanteils nicht zur Reflexintensität beiträgt. Es lässt sich dennoch feststellen, dass die Decklage keinen Einfluss auf die Bestimmung der Mikrostruktur der TiN Einzellagen besitzt.

Das Röntgendiffraktogramm der bei 600 °C konditionierten $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Einlagenschicht zeigt weiterhin nur Reflexe bezüglich der kfz TiN-Gitterstruktur. Außerdem sind die Reflexe zu höheren Winkeln verschoben, sodass das Gitter des (Ti,Al)N-Substitutionsmischkristalls gegenüber dem TiN-Gitter auch nach der Konditionierung gestaucht ist. Des Weiteren besitzt die $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Einlagenschicht auch nach der Konditionierung eine (111)-Texturierung. Sowohl in der $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Einlagenschicht als auch in den $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lagen der Viellagenschicht hat Kornwachstum stattgefunden, was anhand der verkleinerten Halbwertsbreite der TiN-Reflexe sichtbar wird. Der TiN(200)-Reflex der Viellagenschicht befindet sich nach der Konditionierung an seiner Gleichgewichtsposition. Zudem bildet sich nach der Konditionierung jeweils eine polykristalline kfz HfN- und eine krz FeCo-Phase aus, wobei beide Gitter gestaucht sind.

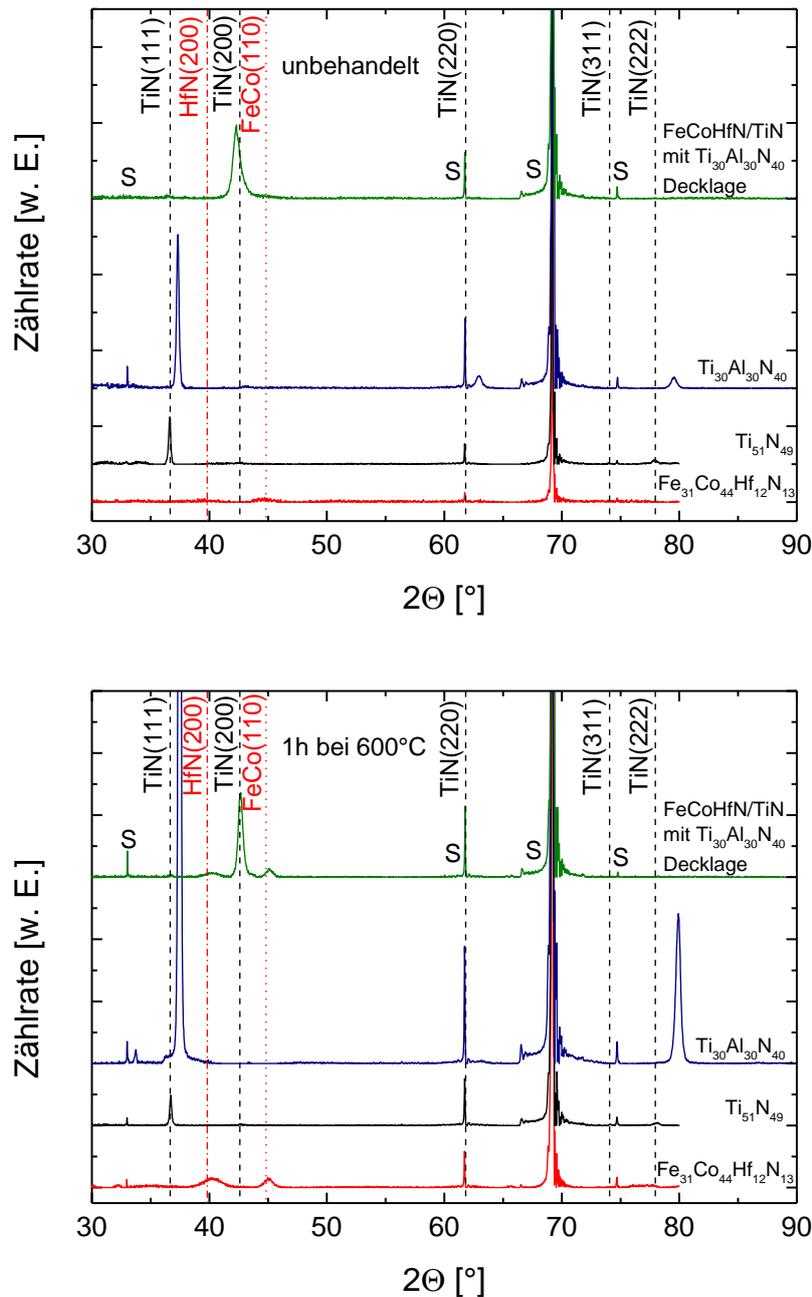


Abbildung 5-36: Röntgendiffraktogramme der wie abgeschiedenen (oben) und bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht (unten) mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120 \text{ nm}$) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage. Zusätzlich dienen Messungen an den $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}$, $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ und $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Einlagerschichten als Vergleich. Substratreflexe sind mit einem „S“ gekennzeichnet.

Die Mikrostruktur der $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage wurde zusätzlich mittels der Transmissionselektronenmikroskopie analysiert. In Abbildung 5-37 sind die Elektronenbeugungsbilder der wie abgeschiedenen und bei 600 °C konditionierten Proben dargestellt. Um insbesondere die Phasenbildung der $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage untersuchen zu können, wurde eine SAD-Blende (*engl.*: selected area diffraction) auf die obersten Lagen gerichtet, sodass nur diese Lagen Reflexe erzeugen. Wie zu

erkennen ist, können alle Beugungsreflexe der unbehandelten Schicht eindeutig einer metastabilen nanokristallinen kfz (Ti,Al)N-Phase, basierend auf der TiN-Gitterstruktur, mit (200)-Textur sowie einer amorphen FeCo-Phase zugeordnet werden. Da das Beugungsbild keine Reflexe bezüglich einer AlN-Phase enthält, kristallisiert die Ti-Al-N Lage einphasig in der kfz (Ti,Al)N-Gitterstruktur. Die Beugungsringe der HfN-Phase sind höchstwahrscheinlich aufgrund der geringen Reflexintensität nicht sichtbar. Nach der Konditionierung bei 600 °C entsteht zusätzlich zur nanokristallinen kfz (Ti,Al)N-Phase eine polykristalline krz FeCo- und eine nanokristalline kfz HfN-Phase.

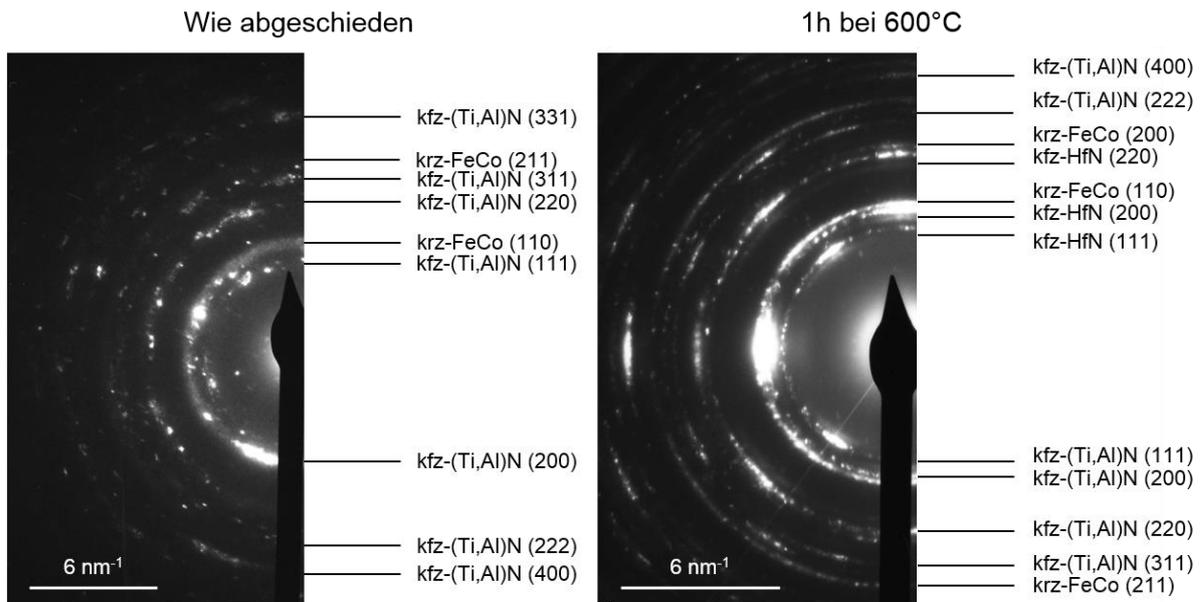


Abbildung 5-37: TEM-Beugungsbilder der unbehandelten (links) und bei 600 °C konditionierten (rechts) $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120$ nm) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage. Die SAD-Blende wurde zur Untersuchung der Kristallstruktur der $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage auf die obersten Lagen gerichtet.

Anhand der Radien der Beugungsringe wurde der jeweilige Gitterparameter a für die (Ti,Al)N-, FeCo- und HfN-Phase experimentell bestimmt, wie Tabelle 5-4 zeigt. Der Gitterparameter der kfz (Ti,Al)N-Phase ist verglichen mit dem des kfz TiN-Gitters wegen der Substitution der Ti-Atome durch die kleineren Al-Atome verkleinert. Aus Abschnitt 2.2.3 ist bekannt, dass der Gitterparameter der metastabilen $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ -Phase für $x < 0,7$ mit steigender Al-Konzentration abnimmt. Darüber hinaus ist der (Ti,Al)N-Gitterparameter der Viellagenschicht aufgrund des Stickstoffdefizits auch gegenüber dem der $\text{Ti}_{0,5}\text{Al}_{0,5}\text{N}$ -Phase verkleinert. Aus Tabelle 5-4 geht hervor, dass die (Ti,Al)N-Gitterstauung nach der Konditionierung erhalten bleibt. Diese Ergebnisse stützen die Beobachtungen aus den XRD-Messungen an der $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Einlagenschicht. Weiterhin lässt sich in Übereinstimmung mit den XRD-Untersuchungen feststellen, dass das krz FeCo-Gitter und das kfz HfN-Gitter der Viellagenschicht nach der Konditionierung gestaucht sind.

Tabelle 5-4: Experimentell anhand der Beugungsmuster bestimmte Gitterparameter a für die Phasen (Ti,Al)N, FeCo und HfN der $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120 \text{ nm}$) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage.

	Wie abgeschieden: a (nm)	1h bei 600 °C: a (nm)	Literatur: a (nm)
kfz-(Ti,Al)N	$0,393 \pm 0,004$	$0,392 \pm 0,003$	$\text{Ti}_{0,5}\text{Al}_{0,5}\text{N}$: 0,4169 [73]
krz-FeCo	amorph	$0,264 \pm 0,002$	0,2856 [44], [40]
kfz-HfN	-	$0,421 \pm 0,002$	0,452 [52]

Abbildung 5-38 zeigt eine TEM-Hellfeld- und Hochauflösungsaufnahme der unbehandelten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage. Links in der Abbildung ist eine Übersicht des Viellagenaufbaus mit alternierenden und klar voneinander unterscheidbaren Fe-Co-Hf-N und Ti-N Lagen sowie eine Ti-Al-N Decklage zu erkennen. Die Fe-Co-Hf-N Lagen erscheinen in der Hellfeldabbildung strukturlos, was durch die Hochauflösungsaufnahme rechts in der Abbildung bestätigt wird. Sowohl die Ti-N Lagen als auch die Ti-Al-N Lage besitzen ein stängelförmiges Wachstum der Körner in Aufwuchsrichtung, wobei die Ti-Al-N-Körner einen sehr viel geringeren Durchmesser als die Ti-N-Körner aufweisen. Weiterhin ist erkennbar, dass die Ti-N-Körner abrupt an der Grenze zu den Fe-Co-Hf-N Lagen enden. Die Hochauflösungsaufnahme zeigt den Übergang der Ti-Al-N- zu der darunter liegenden Fe-Co-Hf-N-Lage. Anhand der gekennzeichneten (Ti,Al)N-Netzebenen wird deutlich, dass Ti-Al-N-Körner teilweise über die Lagengrenze hinweg in die amorphe Fe-Co-Hf-N Lage hineinreichen. Diese Beobachtung kann durch gegen den einfallenden Elektronenstrahl gekippte Grenzflächen zustande kommen. Eine Strukturbeziehung zu Körnern der Ti-N Lage besteht aber nicht.

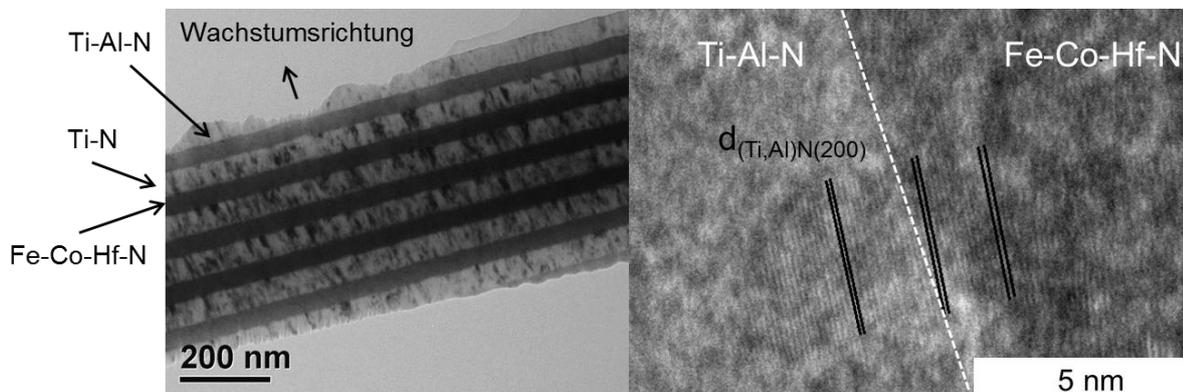


Abbildung 5-38: TEM-Hellfeld- und Hochauflösungsaufnahme der unbehandelten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120 \text{ nm}$) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage.

In Abbildung 5-39 ist eine TEM-Hellfeld- und Hochauflösungsaufnahme der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage zu sehen. Die konditionierte Schicht besitzt wie die unbehandelte Schicht eine definierte Doppellagenstruktur. Die Ti-N- und Ti-Al-N-Körner enden jeweils abrupt an der Fe-Co-Hf-N Lagengrenze. Nach der Konditionierung liegen die Fe-Co-Hf-N Lagen zweiphasig mit einer

kfz HfN- und einer krz FeCo-Phase vor. In der Hochauflösungsaufnahme, welche den Übergang von der Ti-Al-N Decklage zur benachbarten Fe-Co-Hf-N Lage zeigt, ist die Ausbildung der beiden Gitterstrukturen anhand der gekennzeichneten Netzebenen für die FeCo- und die HfN-Phase sichtbar. Die Fe-Co-Körner sind von Hf-N-Körnern umgeben. Eine Kohärenz zwischen Ti-Al-N und Hf-N Körnern wird nicht beobachtet. Somit besitzt die konditionierte Viellagenschicht eine inkohärente Grenzfläche zwischen der Ti-Al-N und der Fe-Co-Hf-N Lage. Darüber hinaus kann keine Kohärenz zwischen Hf-N und Ti-N Körnern festgestellt werden (hier nicht dargestellt). Daher ist auch die Grenzfläche zwischen der Fe-Co-Hf-N Lage und der angrenzenden Ti-N Lage inkohärent.

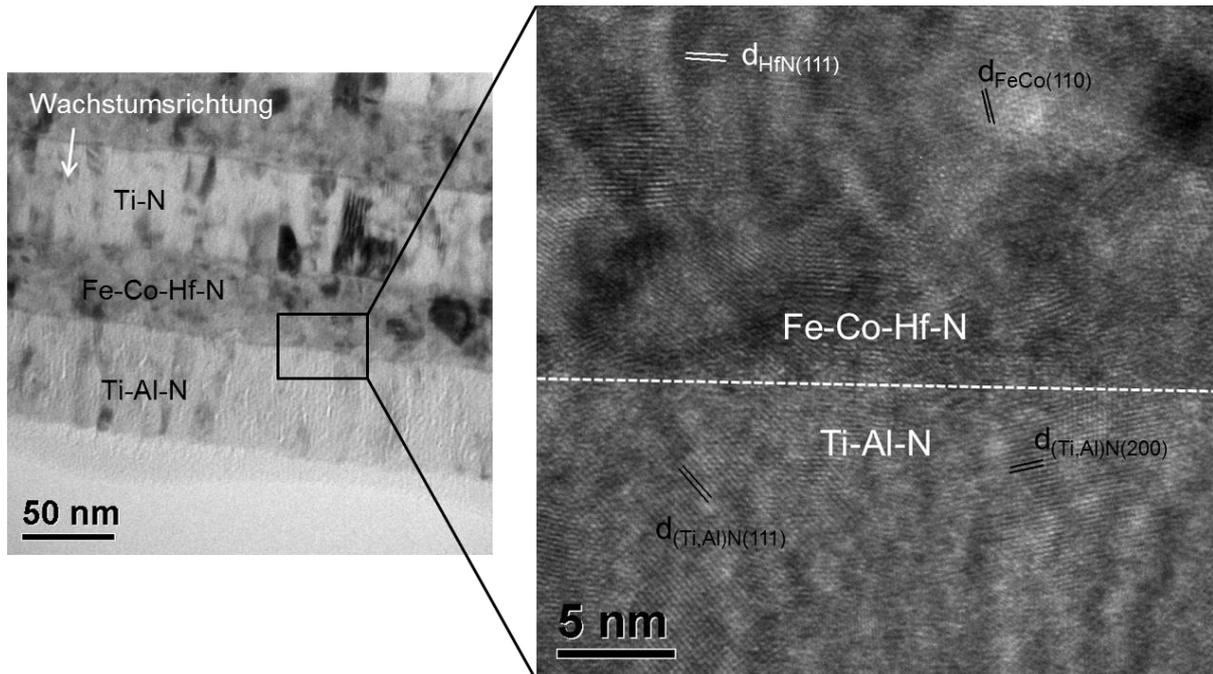


Abbildung 5-39: TEM-Hellfeld- und Hochauflösungsaufnahme der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120$ nm) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage.

5.1.3.2 Magnetische Eigenschaften

In Abbildung 5-40 sind die statischen und dynamischen ferromagnetischen Eigenschaften der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage zu sehen. Die Hysteresekurve in leichter und schwerer Polarisationsrichtung offenbart ein weichmagnetisches Verhalten mit einem Koerzitivfeld von $\mu_0 H_c = 1,3$ mT, eine hohe Sättigungspolarisation von $J_s = 1,5$ T, sowie ein hohes thermisch induziertes uniaxiales Anisotropiefeld mit $\mu_0 H_u = 5,4$ mT. Allerdings zeigt die leichte Polarisationsrichtung eine Stufe in der Hysteresekurve beim Ausrichten der Domänen entlang des äußeren Magnetfeldes. Dies bedeutet, dass die magnetischen Momente nicht einheitlich und homogen in Richtung der leichten Magnetisierungsachse umklappen. Möglicherweise existieren Bereiche unterschiedlicher Magnetisierungsrichtungen, die durch lokale Spannungen und Gitterverzerrungen verursacht sein könnten. Dennoch zeigt die frequenzabhängige relative magnetische Permeabilität μ_r ein ausgeprägtes Resonanzverhalten mit einer hohen Grenzfrequenz von $f_g = 2,1$ GHz und einer

Anfangspermeabilität von $\mu_{Anf} = 311$. Zur qualitativen Beschreibung der Messkurven wurde die Lösung der Landau-Lifschitz-Gilbert Gleichung an die gemessene Permeabilität angepasst. Wie zu erkennen ist, besitzt der Imaginärteil ein leicht asymmetrisches Resonanzmaximum und weicht vom theoretischen Verlauf ab, was auf eine inhomogene Präzession der magnetischen Momente im äußeren Magnetfeld schließen lässt. Diese Beobachtung stützt die Vermutung, dass Magnetisierungsbereiche mit verschiedenen Vorzugsrichtungen in den magnetischen Lagen vorhanden sind. Der aus der Anpassung der L-L-G Gleichung bestimmte Dämpfungsparameter α_{VL} ist in guter Übereinstimmung mit dem Dämpfungsparameter der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit sieben Doppellagen aus Abschnitt 5.1.1. Daher beeinflusst die $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage den Dämpfungsparameter der Viellagenschicht nicht.

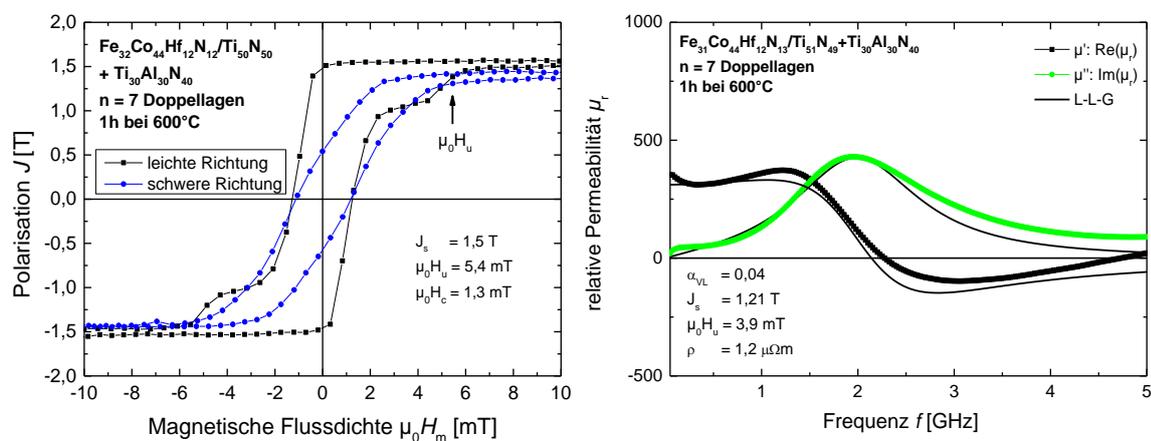


Abbildung 5-40: Hysteresekurven in leichter und schwerer Polarisationsrichtung (links) und frequenzabhängige relative magnetische Permeabilität μ_r (rechts) der bei 600°C konditionierten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120 \text{ nm}$) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage.

5.1.3.3 Mechanische Eigenschaften

Die Eigenspannungen σ_e der wie abgeschiedenen und bei 600°C konditionierten Einlagenschichten sowie der $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage sind in Tabelle 5-5 zusammengefasst. Daraus geht hervor, dass die Viellagenschicht nach der Schichtabscheidung moderate kompressive Eigenspannungen besitzt, die vergleichbar mit denen der $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ - und höher als die der $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}$ - und $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ -Einlagenschichten sind. Des Weiteren entsprechen die Eigenspannungen der Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage nahezu denen der Viellagenschicht ohne $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage aus Abschnitt 5.1.1.3. Nach der Konditionierung besitzt die $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ -Einlagenschicht so hohe kompressive Eigenspannungen, dass die konvexe Durchbiegung der Probe experimentell mittels der taktilen Oberflächenprofilometrie nicht messbar war. Die Viellagenschicht hingegen besitzt, analog zu der Viellagenschicht ohne $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage, nach der Konditionierung geringe tensile Eigenspannungen. Daher werden die Eigenspannungen der Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage primär durch den Viellagenaufbau beeinflusst.

Tabelle 5-5: Eigenspannungen σ_e für die wie abgeschiedenen und bei 600 °C konditionierten Einlagenschichten (EL) sowie der $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht (VL) mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120$ nm) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage.

	Wie abgeschieden: σ_e [GPa]	1h bei 600 °C: σ_e [GPa]
$\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}$ EL	-1,11 ± 0,08	1,45 ± 0,17
$\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ EL	0,31 ± 0,10	0,68 ± 0,09
$\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ EL	-2,37 ± 0,11	nicht bestimmbar
$\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ VL + $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage	-2,32 ± 0,05	0,79 ± 0,09

Tabelle 5-6 und Tabelle 5-7 zeigen jeweils die Härte H und den reduzierten E-Modul E_r der wie abgeschiedenen und bei 600 °C konditionierten Einlagenschichten sowie der $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage. Als Vergleich dienen die aus den mechanischen Eigenschaften der Einlagenschichten und nach der linearen Mischungsregel berechneten Werte H_{LMR} und $E_{r,\text{LMR}}$. Für die bei 600 °C konditionierte $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Einlagenschicht war eine Auswertung der Last-Eindringkurven aufgrund von Sprüngen in der Belastungskurve nicht möglich. Mikrorisse in der Schicht führten zu einem Abgleiten der Prüfspitze beim Eindringen und damit zu den beobachteten Sprüngen.

Die unbehandelte $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Einlagenschicht besitzt mit $H = 24,0 \pm 1,0$ GPa die höchste Härte im Vergleich zu den anderen gemessenen Einlagenschichten. Daher wird nach der linearen Mischungsregel eine höhere Härte für die Viellagenschicht mit einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage als mit einer obersten Lage aus $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ erwartet. Wie jedoch aus Tabelle 5-6 hervorgeht, besitzt die Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage vergleichbare Härtewerte wie die Viellagenschicht aus Abschnitt 5.1.1.3 und weder die wie abgeschiedene noch die bei 600 °C konditionierte Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage erreichen die theoretisch vorhergesagte Härte H_{LMR} . Offensichtlich haben die Eigenschaften und Mechanismen, wie beispielsweise hohe kompressive Eigenspannungen oder Mischkristallverfestigung, die zu einer hohen Härte der Einlagenschicht führen keinen nennenswerten Einfluss auf die Härte der Viellagenschicht. Ein Grund dafür könnte die geringe Dicke und der geringe Volumenanteil der $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Lage sein. Dennoch ist es gelungen, die Härte der Viellagenschicht durch die Konditionierung leicht zu steigern.

Tabelle 5-6: Härte H der wie abgeschiedenen und bei 600 °C konditionierten Einlagenschichten (EL) sowie der $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht (VL) mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120$ nm) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage. Zusätzlich wurde die Härte nach der linearen Mischungsregel errechnet.

	wie abgeschieden: H [GPa]	1h bei 600 °C: H [GPa]
$\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}$ EL	10,8 ± 3,5	9,8 ± 1,1
$\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ EL	18,5 ± 1,4	nicht bestimmbar
$\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ EL	24,0 ± 1,0	21,7 ± 1,2
$\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ VL + $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage	14,9 ± 0,9	16,5 ± 1,3
H_{LMR}	20	19

Neben der höchsten Härte besitzt die unbehandelte $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Einlagenschicht auch den höchsten reduzierten E-Modul. Daher wird nach der linearen Mischungsregel auch ein hoher reduzierter E-Modul für die Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage erwartet. Allerdings zeigt Tabelle 5-7, dass der Wert $E_{r,\text{LMR}}$ sowohl von der wie abgeschiedenen als auch von der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage nicht erreicht wird. Trotzdem konnte durch die Konditionierung eine Steigerung des reduzierten E-Moduls erzielt werden.

Tabelle 5-7: Reduzierter E-Modul E_r der wie abgeschiedenen und bei 600 °C konditionierten Einlagenschichten sowie der $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120$ nm) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage. Zusätzlich wurde $E_{r,\text{LMR}}$ nach der linearen Mischungsregel berechnet.

	wie abgeschieden: E_r [GPa]	1h bei 600 °C: E_r [GPa]
$\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}$ EL	135,7 ± 4,2	139,1 ± 3,1
$\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ EL	257,5 ± 8,4	nicht bestimmbar
$\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ EL	297,7 ± 5,6	278,8 ± 5,3
$\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ VL + $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage	167,4 ± 3,2	196,2 ± 3,9
$E_{r,\text{LMR}}$	251	246

5.1.3.4 Schlussfolgerungen

Insgesamt zeigen die vorgestellten Ergebnisse, dass die $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage und sieben Doppellagen vergleichbare magnetische und mechanische Eigenschaften wie die entsprechende $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit einer obersten $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lage, welche in Abschnitt 5.1.1 charakterisiert wurde, besitzt. Daher ist auch dieses Schichtsystem für mögliche Hochfrequenzanwendungen geeignet. Allerdings ist es nicht gelungen, die hohe Härte und den hohen reduzierten E-Modul der $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Einlagenschicht in den Viellagenverbund zu übertragen. Ein Ansatz zur Realisierung dieses Ziels besteht möglicherweise in der Erhöhung der $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Lagendicke. Die Untersuchungen zur Oxidationsbeständigkeit des Viellagenverbundes werden in Abschnitt 5.2.2 vorgestellt.

5.2 Charakterisierung und Modellierung der Sensoreigenschaften unter mechanischer und thermischer Belastung

Im nächsten Schritt wurden die magnetischen Eigenschaften der Viellagenschichten unter äußerer Belastung gemessen, um quantitative Aussagen zu Spannungs-, Temperatur- oder Volumenänderungen in der Schicht aus der Änderung des ferromagnetischen Resonanzverhaltens ableiten zu können. Dazu wurde der Einfluss von mechanisch induzierten Schichtspannungen, der Schichttemperatur und des Schichtvolumens auf die statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften analysiert sowie die spannungs-

und temperaturabhängige Resonanzfrequenz modellhaft beschrieben. Basierend auf den Ergebnissen zur Variation des Viellagenaufbaus wurde zur Untersuchung der Sensoreigenschaften die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit sieben Doppellagen und einer obersten $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lage sowie einem magnetischen Volumenanteil von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,4$ ausgewählt.

Aus den temperaturabhängigen magnetischen Messungen an Luft leiteten sich Fragestellungen zur Oxidationsbeständigkeit ab. Daher wurden im Weiteren Versuche zur nachträglichen Wärmebehandlung an Luft unter Variation der Temperatur und Zeit der $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit und ohne $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage durchgeführt und bezüglich der Konstitution und Mikrostruktur, sowie den magnetischen und mechanischen Eigenschaften ausgewertet. Die gewonnenen Ergebnisse fließen in die Gesamtbeurteilung der Sensorschutzschicht in Bezug auf die sensorischen und Schutzeigenschaften ein.

5.2.1 Einfluss der mechanisch induzierten Schichtspannungen auf die dynamischen magnetischen Eigenschaften

Die Untersuchung des Einflusses von externen mechanischen Belastungen auf das ferromagnetische Resonanzverhalten erfolgte exemplarisch an der bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mittels des Versuchsaufbaus aus Abschnitt 4.4.2, der die Messung der Hochfrequenzpermeabilität bei gleichzeitiger Biegung des Schicht-Substrat-Verbunds ermöglicht. Im folgenden Abschnitt wird die dabei mechanisch induzierte Schichtspannung berechnet.

5.2.1.1 Berechnung der mechanisch induzierten Schichtspannungen

In Abbildung 5-41 ist die schematische Skizzierung des verwendeten Versuchsaufbaus und die Kennzeichnung der Größen, die zur Berechnung der mechanisch induzierten Spannung benötigt werden, dargestellt. Das Substrat der Geometrie $45 \times 5\text{ mm}^2$ und der Dicke $d = 0,375\text{ mm}$ wird mittig im Messkopf positioniert, sodass die Schicht mit einer Fläche von $5 \times 5\text{ mm}^2$ und der Schichtdicke t sich in der kurzgeschlossenen Streifenleitung befindet. Die Breite der Masseplatte der Streifenleitung $L_{\text{strip}} = 16\text{ mm}$ definiert den Abstand der beiden Loslager. Mittels zwei Biegestempeln, deren Abstand $L = 35\text{ mm}$ beträgt, wird der Substrat-Schicht-Verbund in z-Richtung senkrecht zur Substratoberfläche elastisch gebogen. Eine Positionsänderung der Auflagepunkte beim Biegen wird vernachlässigt. Diese Versuchsanordnung repräsentiert einen Vier-Punkt-Biegeversuch³.

³ In der zerstörenden Werkstoffprüfung dienen Biegeversuche der Ermittlung mechanischer Werkstoffeigenschaften sowie der Spannungs-Dehnungs-Linie der Biegebeanspruchung. In dieser Arbeit wird die Probe jedoch nur im elastischen Bereich beansprucht.

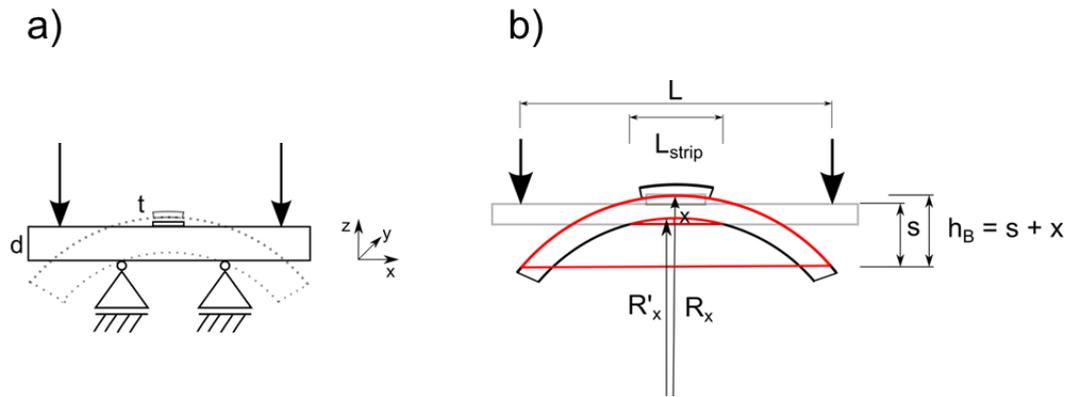


Abbildung 5-41: a) Schematischer Versuchsaufbau zur Messung der frequenzabhängigen Permeabilität unter externer mechanischer Last. b) Kennzeichnung der Größen, die zur Berechnung der mechanisch induzierten Spannung benötigt werden, nach [277]. Die Biegehöhe h_B beträgt einige 10 μm bis 100 μm .

Die sehr geringe Biegehöhe h_B im Bereich einiger 10 μm bis 100 μm erfordert eine analytische Lösung des Dehnungsprofils. Zur Beschreibung der Dehnungsverteilung wird in Abhängigkeit von der Probengeometrie und $-$ größe entweder die Balken- oder die Plattentheorie herangezogen [284], [285]. Das Kriterium zur Abgrenzung der beiden Theorien hängt nicht nur vom Breite-zu-Dicke Verhältnis b/d der Probe ab, sondern auch vom Krümmungsradius R_x der Dehnung in x -Richtung, und wird durch den sogenannten Searle-Parameter β beschrieben [286]

$$\beta = \frac{b^2}{R_x \cdot d}. \quad (5.1)$$

Für $\beta \leq 1$ liegt ein balkenförmiges Verhalten mit einer antiklastischen Verformung vor, wohingegen die antiklastische Krümmung entlang der Probenbreite für $\beta \geq 100$ verhindert und die Verformung durch die Plattentheorie beschrieben wird [287], [288]. Eine ausführliche Herleitung zum Deformationsprofil und Searle-Parameter in Abhängigkeit der Probengeometrie wird in [288] dargestellt. Nach Gleichung (5.1) wird der Übergang vom balken- zum plattenförmigen Verhalten bei bekannter Probengeometrie von der Probenkrümmung bestimmt. Der Krümmungsradius der Dehnung entlang der Probenlänge kann mit $R_x = L/4 \cdot (L/(2h_B) + 2h_B/L)$ errechnet werden [289]. Dabei setzt sich die gesamte Biegehöhe $h_B = s + x$ aus der Absenkstrecke der Biegestempel s und der Höhe x zusammen, die aus der Biegung und der damit verbundenen Anhebung der Probe in der Probenmitte resultiert. Die Bestimmung der Höhe x erfolgt mithilfe des Krümmungsradius $R'_x = R_x - d$, der analog zu R_x wie folgt berechnet werden kann

$$R'_x = R_x - d = \frac{L_{strip}}{4} \left(\frac{L_{strip}}{2x} + \frac{2x}{L_{strip}} \right). \quad (5.2)$$

Aus der Kombination von Gleichung (5.2) mit dem Zusammenhang zwischen R_x und h_B ergibt sich

$$x = -\frac{L^2 + 4s^2 - 8ds - L_{strip}^2}{8 \cdot (s - 2d)} - \sqrt{\left(\frac{L^2 + 4s^2 - 8ds - L_{strip}^2}{8 \cdot (s - 2d)} \right)^2 + \frac{L_{strip}^2 s}{4 \cdot (s - 2d)}} \quad (5.3)$$

woraus sich schließlich der Krümmungsradius R_x bestimmen lässt. Zur Bestimmung des in diesen Biegeversuchen maximal auftretenden Searle-Parameters wird der minimale

Krümmungsradius $R_{x,\min} = 0,4 \text{ m}$ (mit $s_{\max} = 300 \text{ }\mu\text{m}$, $x_{\max} = 79 \text{ }\mu\text{m}$) herangezogen. Daraus ergibt sich mit der Substratbreite $b = 5 \text{ mm}$ und -dicke $d = 410 \text{ }\mu\text{m}$ nach Gleichung (5.1) für die in dieser Arbeit durchgeführten Versuche $\beta \leq 0,15$, wobei die Schichtdicke t als klein gegenüber der Substratdicke d abgeschätzt wurde. Damit ist der Searle-Parameter für alle Biegeversuche kleiner als eins und folglich muss zur Beschreibung des Biegeprofils die Balkentheorie verwendet werden. In der Balkentheorie geht man von einem ebenen Spannungszustand aus, bei dem die Breite gegenüber der Länge des Balkens klein genug ist, um die mechanische Spannung in dieser Richtung, hier in y -Richtung, zu vernachlässigen [288]. Bei der Biegung wird der untere Querschnitt des Substrats in x -Richtung gestaucht und der obere gedehnt, und für eine rein elastische Beanspruchung liegt eine lineare Spannungs- und Dehnungsverteilung über der Substratdicke d vor. Zwischen den von Druck- und Zugspannungen beaufschlagten Querschnittsteilen befindet sich eine unbeanspruchte Linie in der Mitte des Substrats, die neutrale Faser genannt wird. Neben der durch die Biegung induzierte Dehnung ε_{xx} in x -Richtung wird nach dem 2-dimensionalen Hookeschen Gesetz und unter der Annahme $\sigma_y = 0$ eine Dehnung ε_{yy} in y -Richtung hervorgerufen, die über die Querkontraktionszahl ν_{xy} mit ε_{xx} verknüpft ist

$$\varepsilon_{yy} = -\nu_{xy}\varepsilon_{xx}. \quad (5.4)$$

Die Substratdicke d bleibt unter Belastung unverändert, sodass $\varepsilon_{zz} = 0$ angenommen werden kann. Anhand der entgegengesetzten Vorzeichen in Gleichung (5.4) wird deutlich, dass bei einer Dehnung entlang der Substratlänge eine Stauchung entlang der Substratbreite auftritt, und umgekehrt. Dadurch entsteht eine sattelförmige Verformung der Substratoberfläche, die auch als antiklastisch bezeichnet wird. Die Dehnung an der Substratoberfläche in x -Richtung beträgt

$$\varepsilon_{xx} = -\frac{d}{2R_x}. \quad (5.5)$$

Aus der Dehnung ε_{xx} kann mithilfe des Hookeschen Gesetzes die mechanisch induzierte Spannung σ an der Substratoberfläche berechnet werden

$$\sigma = E \cdot \varepsilon_{xx} = -E \cdot \frac{d}{2R_x}, \quad (5.6)$$

wobei E der E-Modul des Substrates ist. Gleichung (5.6) stimmt mit der Biegespannung an den Randfasern $\pm d/2$ einer balkenförmigen Probe mit rechteckigem Querschnitt des Vier-Punkt-Biegeversuchs aus der Werkstoffprüfung überein, die als das Verhältnis von Biegemoment zu Widerstandsmoment definiert ist.

Da die Schichtdicke t sehr viel kleiner als die Substratdicke d ist, wird angenommen, dass die neutrale Faser identisch zur Mittellinie des Substrats ist. Deswegen gibt die Dehnung ε_{xx} an der Substratoberfläche die Dehnung der Schicht in x -Richtung vor, die des Weiteren über die Schichtdicke t betrachtet konstant ist. Die mechanisch induzierte Spannung in der Schicht σ_s ergibt sich daraus nach dem Hookeschen Gesetz mit dem Elastizitätsmodul der Schicht E_s zu

$$\sigma_s = E_s \cdot \varepsilon_{xx} = -E_s \cdot \frac{d}{2R_x}. \quad (5.7)$$

Dabei wird vereinfachend eine homogene Schicht angenommen. Der Elastizitätsmodul der Schicht E_s wurde mittels des aus Nanoindentierungsversuchen bekannten Werts für den reduzierten E-Modul der Schicht E_r unter der Annahme einer Schichtquerkontraktionszahl von $\nu_s = 0,25$ berechnet. Da die spannungsabhängige Änderung der Hochfrequenzpermeabilität aus der in den magnetischen Lagen induzierten Spannung resultiert, wurde des Weiteren der reduzierte E-Modul der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht zur Berechnung von E_s und damit zur Berechnung von σ_s herangezogen.

Liegt das Substrat mit der Schicht nach oben zeigend in der Streifenleitung werden bei der Durchbiegung Zugspannungen in der Schicht induziert ($\sigma_s > 0$), wohingegen bei einer Positionierung des Substrats mit der Schicht nach unten zeigend Druckspannungen ($\sigma_s < 0$) erzeugt werden.

5.2.1.2 Messung der spannungsabhängigen Hochfrequenzpermeabilität

Abbildung 5-42 zeigt den Realteil des Reflexionskoeffizienten S_{11} , welcher dem Imaginärteil der magnetischen Hochfrequenzpermeabilität entspricht, der bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht für verschiedene mechanisch induzierte Schichtspannungen σ_s . Die für diese Versuche verwendeten Borosilikatglas-Substrate erwiesen sich nur bis 400 °C als thermisch stabil. Aufgrund der besseren Hochtemperaturbeständigkeit wurden zudem Schichten auf Spectrosil 2000 Quarzglassubstraten abgeschieden. Allerdings besitzt dieses Substrat mit $\alpha = 0,54 \text{ ppm K}^{-1}$ gemäß Datenblatt einem im Vergleich zum Viellagenschichtsystem mit $\alpha_F = 10,1 \text{ ppm K}^{-1}$ sehr viel geringen thermischen Ausdehnungskoeffizienten. Durch die große Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten zwischen Schicht und Substrat wurden beim Abkühlen von 600 °C auf Raumtemperatur hohe Zugeigenspannungen in der Schicht induziert, die zu tiefen Rissen in der Schicht führten. Daher waren Messungen zur spannungsabhängigen Hochfrequenzpermeabilität lediglich an bei 400 °C konditionierten Schichten möglich.

Wie aus Abbildung 5-42 links ersichtlich ist, verschiebt sich das Maximum der Resonanzkurve ausgehend von dem Resonanzverhalten ohne äußere mechanische Belastung mit steigenden Zugspannungen zu kleineren Frequenzen. Ab einer mechanischen Schichtspannung von $\sigma_s = 28,2 \text{ MPa}$ bleibt die Grenzfrequenz jedoch bei weiterer Erhöhung der Spannung unverändert. Außerdem lässt sich eine Abnahme der Signalintensität mit zunehmender Zugspannung bis zum kompletten Verschwinden beobachten. In Abbildung 5-42 rechts ist ausgehend von der schwarzen Resonanzkurve ohne äußere mechanische Belastung eine Verschiebung der Resonanzkurve mit steigenden Druckspannungen zu höheren Frequenzen sichtbar. Die Signalintensität bleibt dabei in etwa konstant. Somit lässt sich über mechanisch induzierte Zug- oder -druckspannungen in den Schichten eine Verschiebung der Grenzfrequenz zu niedrigeren oder höheren Frequenzen einstellen. Bei Entlastung der Probe zeigt diese das ursprüngliche Resonanzverhalten.

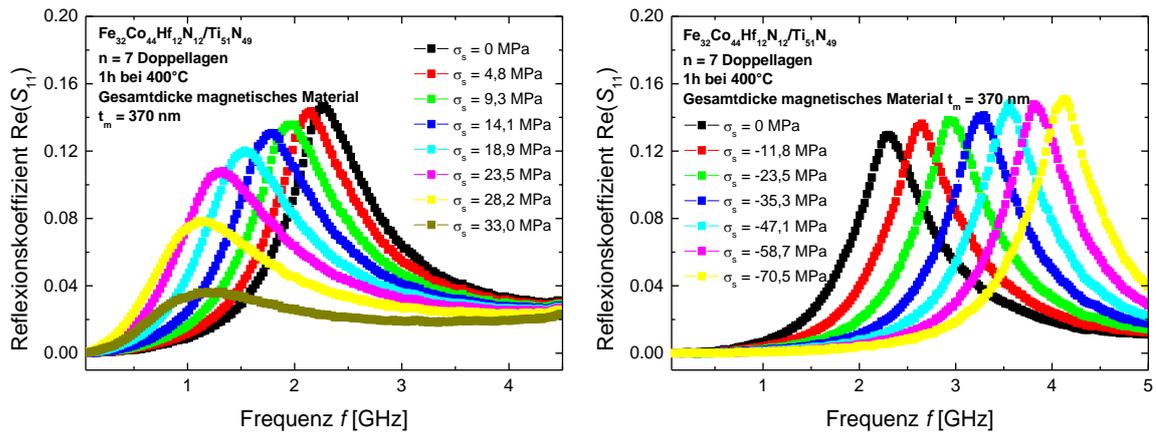


Abbildung 5-42: Frequenzabhängige Resonanzkurve $\text{Re}(S_{11})$ der bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht unter äußerer mechanischer Belastung. Durch mechanisch in der Schicht induzierte Zugspannungen (links) verringert sich die Grenzfrequenz, wohingegen sie bei Druckspannungen (rechts) zunimmt, nach [277].

In Abbildung 5-43 ist der Verlauf der Grenzfrequenz f_g unter dem Einfluss der äußeren mechanischen Belastung für die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten sowie als Vergleich einer ebenfalls bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht dargestellt. Beide Schichten zeigen eine deutliche Abhängigkeit der Grenzfrequenz von den mechanisch induzierten Spannungen σ_s .

Die Grenzfrequenz der Einlagenschicht beträgt ohne äußere Einwirkung $f_g = 2,48$ GHz und sinkt durch mechanisch induzierte Zugspannungen von $\sigma_s = 27,5$ MPa bis auf $f_g = 1,55$ GHz ab. Bei einer weiteren Erhöhung der Zugspannung ist, wie bei der Viellagenschicht, keine weitere Verschiebung in f_g zu beobachten. Das mechanische Induzieren von Druckspannung bis $\sigma_s = -70,5$ MPa führt zu einer Erhöhung der anfänglichen Grenzfrequenz von $f_g = 2,48$ GHz auf $f_g = 4,21$ GHz.

Die Grenzfrequenz der Viellagenschicht sinkt durch das Induzieren einer Zugspannung von $\sigma_s = 28,2$ MPa von $f_g = 2,28$ GHz ohne äußere Belastung bis auf $f_g = 1,16$ GHz ab, wohingegen Druckspannungen zu einem Anstieg der Grenzfrequenz von $f_g = 2,28$ GHz auf $f_g = 4,1$ GHz führen.

Insgesamt lässt sich die Grenzfrequenz der Einlagenschicht als auch der Viellagenschicht über einen großen Frequenzbereich von über 2,5 GHz durch mechanisch induzierte Schichtspannungen variieren. Damit ist es gelungen, Änderungen der mechanisch induzierten Schichtspannungen über eine Verschiebung der Grenzfrequenz bei einer Schrittweite von $\Delta\sigma_s = 4,8$ MPa zu detektieren.

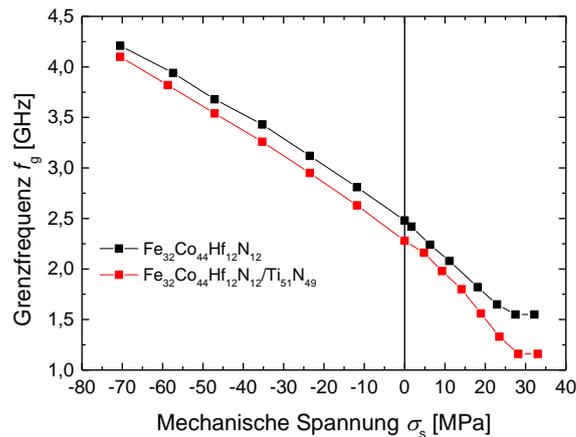


Abbildung 5-43: Abhängigkeit der Grenzfrequenz f_g von mechanisch induzierten Spannungen σ_s für die bei 400 °C konditionierte Viellagenschicht. Zum Vergleich ist die Messung an einer ebenfalls bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagerschicht gezeigt, nach [277].

5.2.1.3 Modell zur Beschreibung der spannungsabhängigen Resonanzfrequenz

Um den Verlauf der Grenzfrequenz in Abhängigkeit von mechanisch induzierten Spannungen beschreiben zu können, wird im Folgenden ein Modell zur spannungsabhängigen Resonanzfrequenz erarbeitet.

Durch die Biegung des Substrats in z-Richtung wird die Schicht auf der Substratoberfläche elastisch entlang der Kanten in x- und y-Richtung gedehnt, wobei die Dehnungskomponenten ε_{xx} und ε_{yy} unterschiedliche Vorzeichen aufweisen und eine mechanische Spannung σ_s in der Schicht in x-Richtung induziert wird. In einem magnetostriktiven Material verursacht eine elastische Deformation eine Änderung der internen freien magnetoelastischen Energiedichte f_{me} , wie in Abschnitt 2.1.1.2 gezeigt wurde. Die Kopplung zwischen Dehnung und f_{me} wird als Magnetostriktion bezeichnet und ruft eine interne magnetostriktive Spannung $\sigma^\lambda = -\sigma_s$ hervor, die der äußeren Spannung σ_s entgegenwirkt [290], wie Abbildung 5-44 veranschaulicht. Dabei wird angenommen, dass σ^λ Komponenten in x- und y-Richtung σ_x^λ , σ_y^λ mit entgegengesetztem Vorzeichen besitzt, um eine magnetostriktive Dehnung zu erzeugen, die der mechanischen entgegenwirkt [290]. Diese Dehnung findet bei konstantem Schichtvolumen statt.

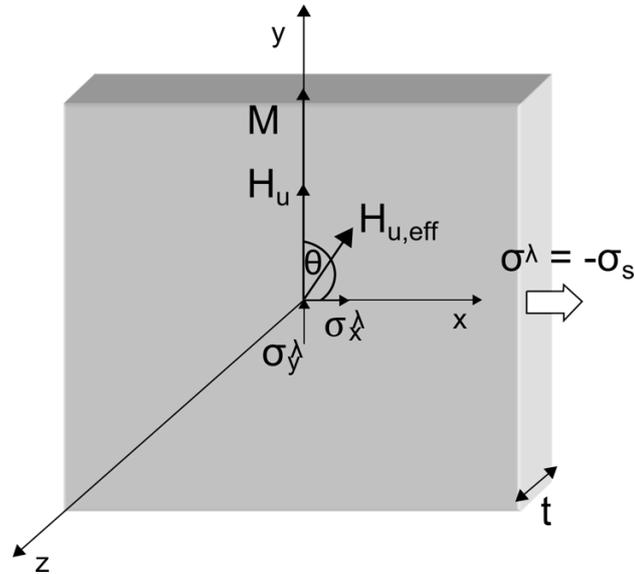


Abbildung 5-44: Schematisches Modell einer ferromagnetischen Dünnschicht mit einem uniaxialen Anisotropiefeld in der Schichtebene \vec{H}_u und einem effektiven biaxialen Anisotropiefeld $\vec{H}_{u,eff}$. Die mechanische Spannung σ_s induziert eine interne magnetostruktive Spannung σ^λ (großer weißer Pfeil) mit entgegengesetztem Vorzeichen und den Komponenten σ_x^λ , σ_y^λ , sodass die induzierte magnetostruktive Dehnung der elastischen entgegengewirkt, nach [277].

Die magnetostruktive Spannung σ^λ kann daher als eine Überlagerung der beiden Spannungskomponenten σ_x^λ , σ_y^λ mit unterschiedlichem Vorzeichen dargestellt werden [291], die der mechanischen Spannung entgegengerichtet ist

$$\sigma^\lambda = \frac{1}{\sqrt{2}} \cdot (\sigma_x^\lambda - \sigma_y^\lambda) = -\sigma_s. \quad (5.8)$$

Aufgrund der Richtungsabhängigkeit der freien magnetoelastischen Energiedichte von mechanischen Spannungen tritt eine zusätzliche Anisotropie, die magnetoelastische Anisotropie H_{me} , auf. In einem kubischen und isotropen System ist der magnetoelastische Anisotropiekoeffizient durch $K_{me} = J_s H_{me} / 2 = 3/2 \cdot \lambda_s \sigma_s$ gegeben. Die magnetostruktive Spannung $\sigma_x^\lambda = -\sigma_y^\lambda = -\sigma_s / \sqrt{2}$ in x- und y-Richtung bedingt ein magnetoelastisches Anisotropiefeld \vec{H}_{me} mit den Komponenten $H_{me,x} = 3\lambda_s \sigma_s / J_s = -H_{me,y}$ in x- und y-Richtung. Diese zusätzliche Anisotropie beeinflusst das ferromagnetische Resonanzverhalten. Um die Wirkung der mechanischen Spannung σ_s auf die ferromagnetische Resonanzfrequenz zu verifizieren, wird daher ein effektives biaxiales Anisotropiefeld $\vec{H}_{u,eff}$ eingeführt, dass sich aus der Addition des thermisch induzierten uniaxialen Anisotropiefeldes \vec{H}_u und des durch die mechanische Spannung induzierten magnetoelastischen Anisotropiefeldes \vec{H}_{me} ergibt

$$\vec{H}_{u,eff} = \vec{H}_u + \vec{H}_{me} = \begin{pmatrix} 0 \\ H_u \\ 0 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} \frac{3\lambda_s}{J_s} \sigma_s \\ -\frac{3\lambda_s}{J_s} \sigma_s \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{3\lambda_s}{J_s} \sigma_s \\ H_u - \frac{3\lambda_s}{J_s} \sigma_s \\ 0 \end{pmatrix}. \quad (5.9)$$

Die Stärke des magnetoelastischen Anisotropiefeldes und damit des effektiven biaxialen Anisotropiefeldes wird durch die Sättigungsmagnetostruktionskonstante λ_s bestimmt, welche

die Kopplung zwischen der mechanischen Spannung und der magnetoelastischen Energiedichte $f_{me} = -3/2 \cdot \lambda_s \sigma_s \cos^2 \theta$ angibt. Der Betrag von $\vec{H}_{u,eff}$ lässt sich wie folgt berechnen

$$\mu_0 |\vec{H}_{u,eff}|(\sigma_s) = \mu_0 \sqrt{\left(\frac{3\lambda_s}{J_s} \sigma_s\right)^2 + \left(H_u - \frac{3\lambda_s}{J_s} \sigma_s\right)^2} = \sqrt{2 \cdot \left(\frac{\mu_0 3\lambda_s}{J_s} \sigma_s\right)^2 + (\mu_0 H_u)^2} - 6 \cdot \frac{\mu_0^2 H_u \lambda_s}{J_s} \sigma_s. \quad (5.10)$$

Ersetzt man nun in der ferromagnetischen Resonanzformel in Gleichung (2.26) H_u durch $H_{u,eff}$, so erhält man mit Gleichung (5.10) die spannungsabhängige Resonanzfrequenz

$$f_r(\sigma_s) = \frac{\gamma}{2\pi} \cdot \sqrt{(\mu_0 H_{u,eff})^2 + J_s \cdot \mu_0 H_{u,eff}}. \quad (5.11)$$

Zur Verifizierung des erstellten Modells wurde $f_r(\sigma_s)$ an den Verlauf der spannungsabhängigen Grenzfrequenz f_g angepasst. Dabei wurde die Sättigungsmagnetostruktionskonstante λ_s als freier Parameter variiert, wohingegen die Anpassung der L-L-G Gleichung an die frequenzabhängige Permeabilität die konstant gehaltenen Parameter Sättigungspolarisation J_s und uniaxiales Anisotropiefeld $\mu_0 H_u$ lieferte. In Abbildung 5-45 ist die gemessene Grenzfrequenz unter mechanischer Last der bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagen- und $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht sowie die Anpassung der Resonanzfrequenz nach Gleichung (5.11) gezeigt. Wie aus der Abbildung hervorgeht, wird die spannungsabhängige Grenzfrequenz im Bereich von Druckspannungen gut durch die modellierte Resonanzfrequenz beschrieben. Die Abweichung des Modells von den Messdaten bei Zugspannungen mit $\sigma_s > 10$ MPa wird in Abschnitt 6.2.1 diskutiert. Der aus der Anpassung resultierende Wert für die Sättigungsmagnetostruktionskonstante ist für die Viellagenschicht mit $\lambda_s = 31$ ppm nahezu identisch mit dem der Einlagenschicht $\lambda_s = 35$ ppm. Damit erhält man aus der modellhaften Beschreibung der spannungsabhängigen Resonanzfrequenz eine erste Abschätzung für die Sättigungsmagnetostruktionskonstante des Materialsystems $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$.

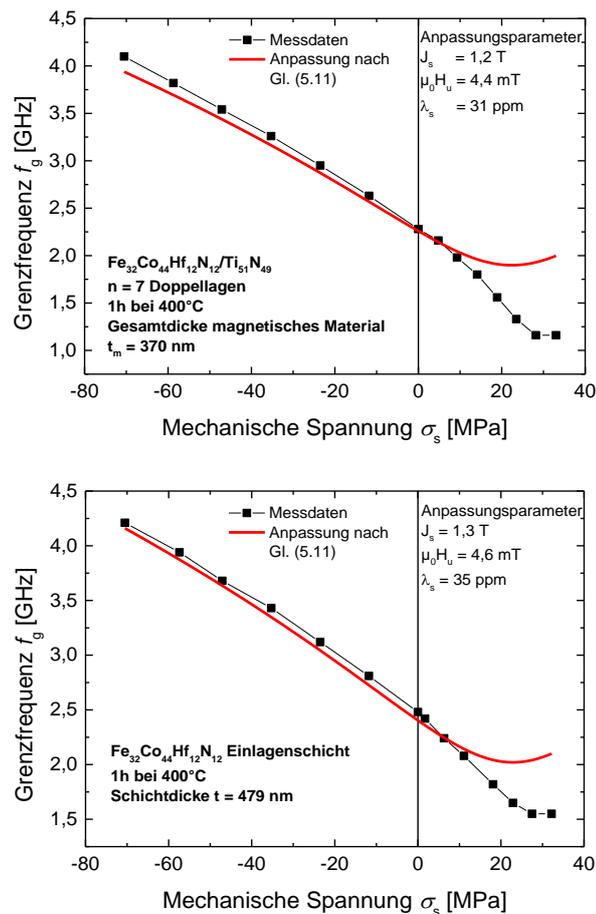


Abbildung 5-45: Anpassung der modellierten spannungsabhängigen Resonanzfrequenz $f_r(\sigma_s)$ nach Gleichung (5.11) an die gemessene Grenzfrequenz f_g der bei 400 °C konditionierten Fe₃₂Co₄₄Hf₁₂N₁₂/Ti₅₁N₄₉ Viellagen- und Fe₃₂Co₄₄Hf₁₂N₁₂ Einlagenschicht unter mechanischer Last, nach [277].

5.2.2 Einfluss der Schichttemperatur auf die statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften sowie Untersuchung der Oxidationsbeständigkeit

Zur Untersuchung des Einflusses der Schichttemperatur auf die statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften wurden die Hysteresekurve und die Hochfrequenzpermeabilität der bei 400 °C beziehungsweise bei 600 °C konditionierten Fe₃₂Co₄₄Hf₁₂N₁₂/Ti₅₁N₄₉ Viellagenschichten von RT bis 500 °C beziehungsweise bis 300 °C gemessen und die temperaturabhängige ferromagnetische Resonanzfrequenz modellhaft beschrieben. Aus diesen Messungen leiteten sich Fragestellungen zur Oxidationsbeständigkeit der Schichten ab. Daher wurden im Weiteren Versuche zur nachträglichen Wärmebehandlung an Luft unter Variation der Temperatur und Zeit an diesen Schichten sowie an der bei 600 °C konditionierten Fe₃₁Co₄₄Hf₁₂N₁₃/Ti₅₁N₄₉ Viellagenschicht mit Ti₃₀Al₃₀N₄₀ Decklage durchgeführt und hinsichtlich der Oxidationsbeständigkeit ausgewertet.

5.2.2.1 Messung der temperaturabhängigen Hystereseurve

Die temperaturabhängigen Hysteresekurven in leichter und schwerer Polarisationsrichtung wurden von RT bis 500 °C unter Luftatmosphäre gemessen und sind für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht in Abbildung 5-46 gezeigt. Anhand der Abbildung lässt sich eine leichte Abnahme der Sättigungspolarisation mit steigender Temperatur beobachten. Insgesamt ist die Änderung in J_s bei einer Erhöhung der Temperatur von RT auf 500 °C allerdings gering, sodass die Curie-Temperatur T_c des Materialsystems $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ vermutlich in der Nähe der Curie-Temperatur von $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ mit $T_c = 983$ °C [42] liegt. Weiterhin zeigt die Hystereseurve in schwerer Polarisationsrichtung ein sinkendes Koerzitivfeld mit steigender Temperatur. Durch die Wärmebehandlung erhöht sich die Energie der Schicht, weswegen für eine Ummagnetisierung des Materials kleinere magnetische Feldstärken benötigt werden. Aus Abbildung 5-46 lässt sich erkennen, dass die deutliche Unterscheidung zwischen den Hysteresekurven der leichten und schweren Polarisationsrichtung bei Raumtemperatur auch während der Temperaturerhöhung bestehen bleibt. Dies bedeutet, dass die zuvor bei 600 °C induzierte Vorzugsrichtung der magnetischen Momente mindestens bis zu einer Schichttemperatur von 500 °C thermisch stabil ist. Lediglich der Betrag der uniaxialen Anisotropie nimmt geringfügig von 5 mT bei RT auf 3,4 mT bei 500 °C ab.

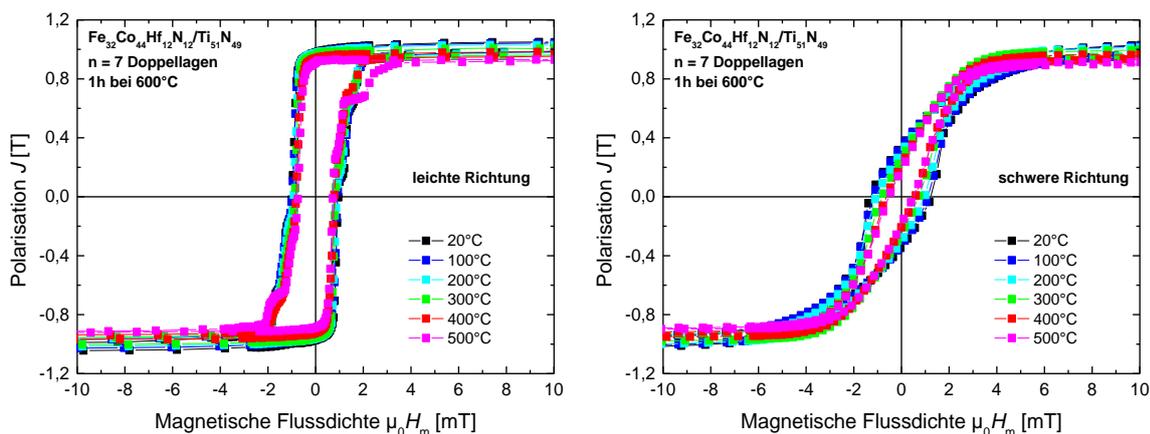


Abbildung 5-46: Temperaturabhängige Hysteresekurve an Luft in leichter und schwerer Polarisationsrichtung der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht, nach [292].

Nach dem Messvorgang und der damit verbundenen Wärmebehandlung der Schichten für eine Stunde bei 500 °C unter Luftatmosphäre wurden AES-Tiefenprofile erstellt und hinsichtlich möglicher Oxidationsprozesse in der Schicht analysiert. Wie aus Abbildung 5-47 hervorgeht, weist die oberste $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lage der Viellagenschicht nach der Messprozedur eine hohe Sauerstoffkonzentration von ungefähr $c_{\text{O}} = 56$ At.% auf, wobei der Ti- und N-Anteil auf jeweils $c_{\text{Ti}} = 25$ At.% und $c_{\text{N}} = 16$ At.% abgesunken ist. Daher ist die oberste Lage unter Abgabe von Stickstoff an die Umgebung teilweise zu TiO_2 oxidiert. Dennoch hat keine Sauerstoffdiffusion in die benachbarte magnetische Lage stattgefunden, sodass die magnetischen Eigenschaften von der einstündigen Wärmebehandlung bei 500 °C an Luft unbeeinträchtigt blieben.

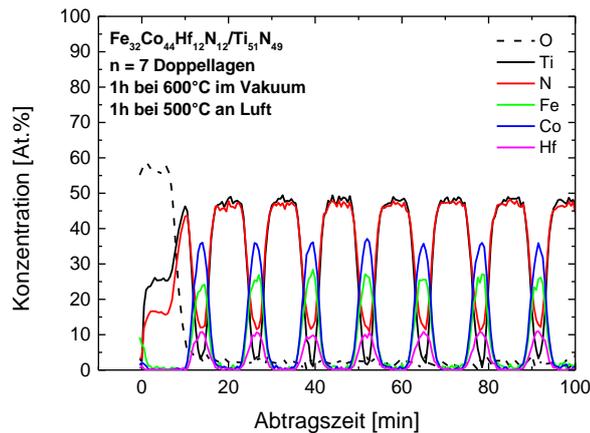


Abbildung 5-47: AES-Tiefenprofil der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht nach der temperaturabhängigen VSM-Messung und der damit verbundenen Wärmebehandlung für eine Stunde bei 500 °C unter Luft, nach [292].

Des Weiteren wurde die Hysteresekurve der bei 400 °C konditionierten Viellagenschicht in Abhängigkeit der Schichttemperatur gemessen, welche in Abbildung 5-48 dargestellt ist. Auch diese Schicht zeigt eine Abnahme der Sättigungspolarisation und der Koerzitivfeldstärke mit steigender Temperatur. Bei Raumtemperatur lässt sich die Hysteresekurve der schweren Polarisationsrichtung klar von der der leichten Richtung unterscheiden. Diese Unterscheidung nimmt ab einer Schichttemperatur von 200 °C ab und ist schließlich bei 500 °C fast nicht mehr vorhanden. Dies deutet auf eine Rotation der uniaxialen Anisotropie aus ihrer eigentlichen Vorzugsrichtung hin. Aufgrund dessen wird in der ursprünglich bei Raumtemperatur schweren Richtung der Hysteresekurve nur das auf diese Achse projizierte Anisotropiefeld gemessen. Dadurch scheint das Anisotropiefeld mit zunehmender Temperatur abzunehmen. Möglicherweise führt eine Kombination aus mechanisch und thermisch induzierten Spannungen in den magnetischen Lagen während des Aufheizens zu der Drehung der Vorzugsrichtung.

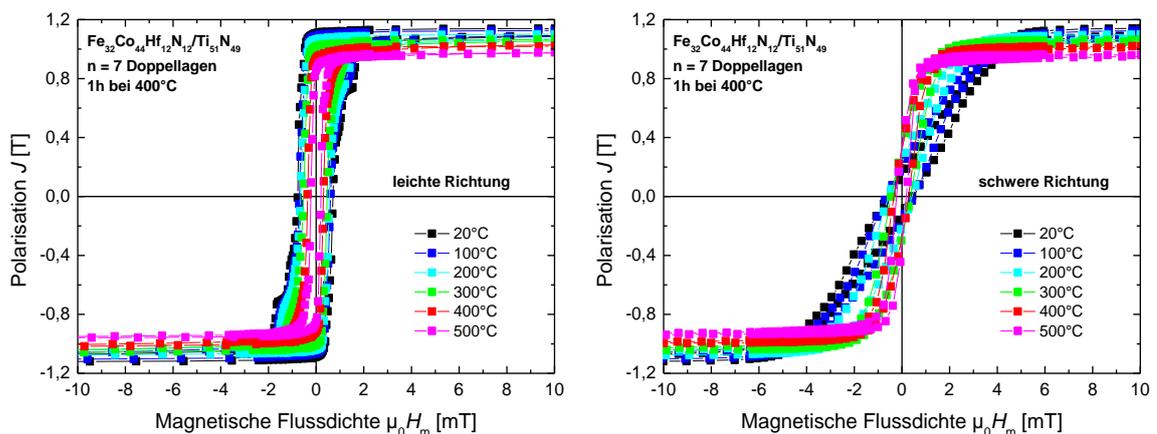


Abbildung 5-48: Temperaturabhängige Hysteresekurve an Luft in leichter und schwerer Polarisationsrichtung der bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht, nach [292].

Weiterhin wurde die zeitliche Entwicklung der Anisotropierichtung bei einer Schichttemperatur von 500 °C mittels der in Kapitel 4.4.1 beschriebenen winkelabhängigen Messung der Remanenzpolarisation J_R untersucht. Diese erfolgte messbedingt nach jeweils 1h, 3h40min. und 4h30min. und ist in Abbildung 5-49 zu sehen. Als Vergleich ist zusätzlich die Messung bei Raumtemperatur gezeigt. Das Maximum der sich ergebenden Sinuskurve gibt die Winkelposition der leichten Magnetisierungsrichtung an. Wie sich bereits anhand der Hysteresekurven feststellen ließ, ist die Richtung der thermisch induzierten Anisotropie nach einer Stunde bei 500 °C an Luft gegenüber der bei RT verschoben. Nach weiteren zwei Stunden und vierzig Minuten ist jedoch eine Relaxation der Anisotropierichtung hin zu der ursprünglichen Vorzugsrichtung zu beobachten, die auch nach weiteren fünfzig Minuten bei 500 °C an Luft anhält. Wahrscheinlich führt die Haltezeit bei dieser hohen Temperatur zu einer Relaxation der zuvor durch das Aufheizen induzierten Schichtspannungen, wodurch auch die thermisch induzierte Anisotropie ihre ursprüngliche Vorzugsrichtung wieder annimmt.

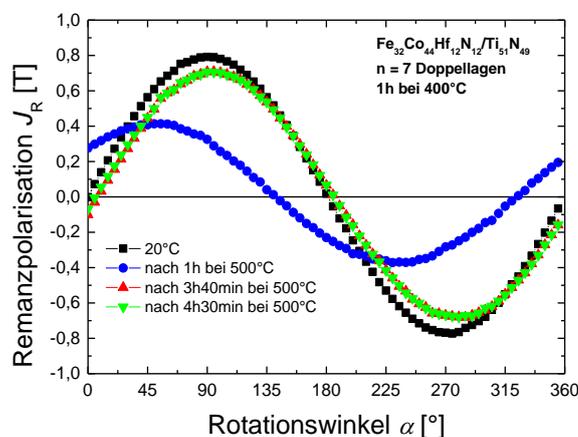


Abbildung 5-49: Winkelabhängige Remanenzpolarisation J_R der bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht bei RT und nach diversen Zeiten bei 500 °C unter Luft.

5.2.2.2 Messung der temperaturabhängigen Hochfrequenzpermeabilität

In Abbildung 5-50 ist das temperaturabhängige Resonanzverhalten der bei 600 °C wie auch der bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten dargestellt. Gezeigt werden jeweils der gemessene Imaginär- und Realteil der relativen magnetischen Permeabilität μ_r im Temperaturbereich von 25 °C bis 300 °C. Der Imaginärteil beider Viellagenschichten offenbart eine Verschiebung des Resonanzkurvenmaximums zu kleineren Frequenzen mit zunehmender Temperatur, wobei die bei 400 °C konditionierte Schicht eine größere Temperaturabhängigkeit zeigt. Dieser Einfluss der Temperaturerhöhung auf die Grenzfrequenz lässt sich auch anhand der Verschiebung des Nulldurchgangs zu kleineren Frequenzen im Realteil der Permeabilität erkennen. Weiterhin zeigt der Realteil der Permeabilität beider Schichten bei niedrigen Frequenzen eine Zunahme der Anfangspermeabilität μ_{Anf} mit steigender Temperatur. Dies deutet auf eine Temperaturabhängigkeit der Sättigungspolarisation und der thermisch induzierten Anisotropie hin. Da die Sättigungspolarisation eines ferromagnetischen Materials mit zunehmender Temperatur erwartungsgemäß abnimmt, wird folglich nach Gleichung (2.27)

die Zunahme in μ_{Anf} durch eine Abnahme der uniaxialen Anisotropie hervorgerufen, wenn diese verhältnismäßig größer als die Abnahme der Sättigungspolarisation ist. Nach dem Abkühlen der Schicht auf Raumtemperatur zeigt diese das ursprüngliche Resonanzverhalten.

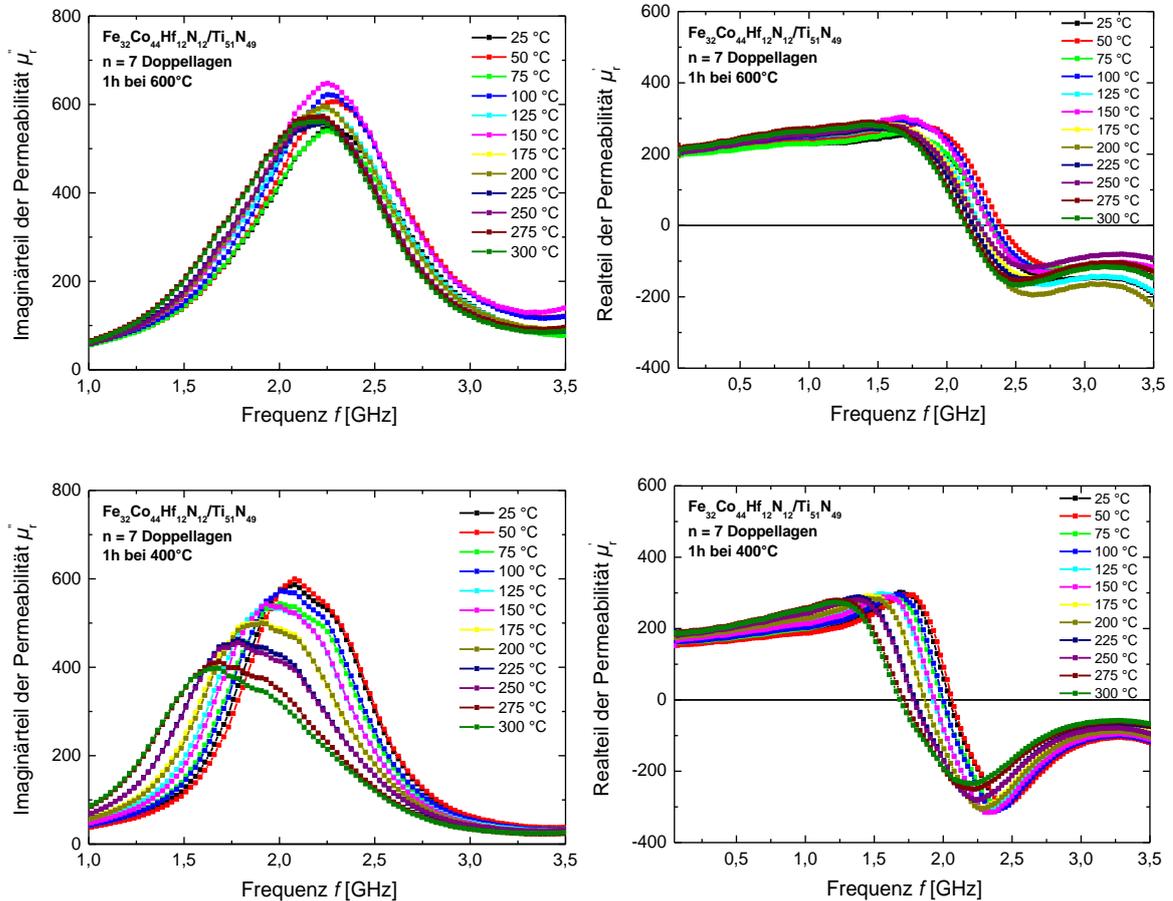


Abbildung 5-50: Temperaturabhängiges Resonanzverhalten der bei 600 °C (oben) beziehungsweise bei 400 °C (unten) konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten. Dargestellt ist jeweils der gemessene Imaginär- und Realteil der relativen magnetischen Permeabilität μ_r im Temperaturbereich von RT bis 300 °C.

Zur Verifizierung der temperaturabhängigen Dämpfung wurden die Resonanzkurven beider Viellagenschichten durch eine Lorentz-Kurve beschrieben und angepasst. Aus Abbildung 5-51 wird ersichtlich, dass die Halbwertsbreite $FWHM$ der Resonanzkurven mit steigender Temperatur zunimmt. Dies lässt auf thermische Fluktuationen schließen, die zu der beobachteten Verbreiterung führen.

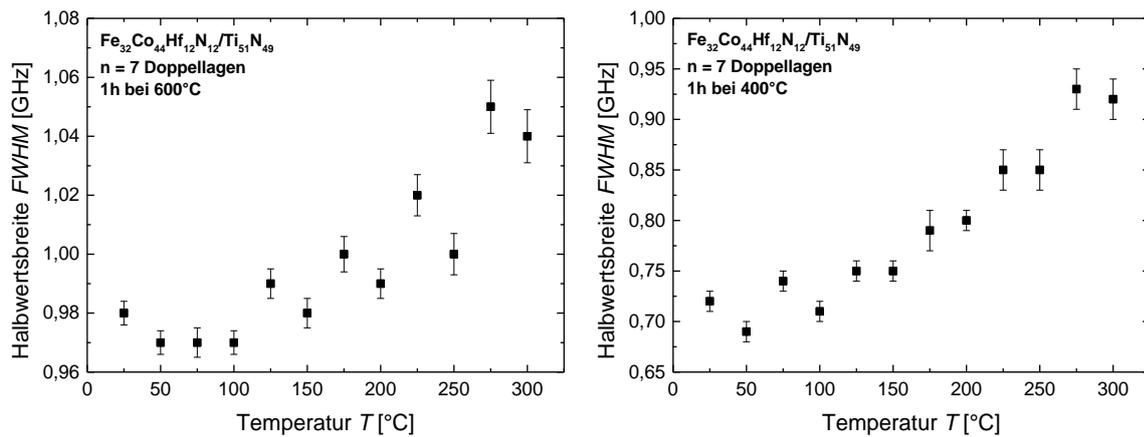


Abbildung 5-51: Temperaturabhängige Halbwertsbreite $FWHM$ der bei 600 °C und 400 °C konditionierten Fe₃₂Co₄₄Hf₁₂N₁₂/Ti₅₁N₄₉ Viellagenschichten.

Zudem resultiert aus der Anpassung der Lorentz-Kurve an die Resonanzkurven die temperaturabhängige Grenzfrequenz. Da jedoch das Resonanzkurvenmaximum der bei 400 °C konditionierten Viellagenschicht verbreitert ist, wurde zur eindeutigen Bestimmung der Grenzfrequenz die Ableitung des Imaginärteils der Permeabilität nach der Frequenz $\frac{d\mu_r''}{df}$ herangezogen, die bei f_g einen Nulldurchgang besitzt. Abbildung 5-52 zeigt die Grenzfrequenz beider Viellagenschichten in Abhängigkeit der Temperatur von 25 °C bis 300 °C. Wie zu erkennen ist, nimmt die Grenzfrequenz mit steigender Temperatur ab. Die bei 600 °C konditionierte Viellagenschicht besitzt bei Raumtemperatur eine Grenzfrequenz von $f_g = 2,27$ GHz, die bei Erhöhung der Schichttemperatur auf 300 °C auf $f_g = 2,15$ GHz abfällt. Insgesamt verschiebt sich die Grenzfrequenz dieser Schicht damit um 120 MHz. Im Vergleich dazu weist die bei 400 °C konditionierte Schicht eine größere Abhängigkeit der Grenzfrequenz von der Schichttemperatur auf. Die Grenzfrequenz dieser Schicht nimmt von $f_g = 2,07$ GHz bei 25 °C auf $f_g = 1,66$ GHz bei 300 °C ab und verschiebt sich damit infolge der Temperaturerhöhung insgesamt um 410 MHz. Damit ermöglicht die Verschiebung der Grenzfrequenz eine Detektion von Schichttemperaturänderungen bei einer Schrittweite von $\Delta T = 25$ °C.

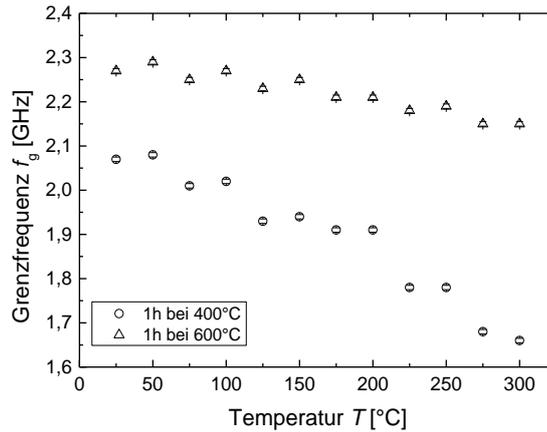


Abbildung 5-52: Temperaturabhängige Grenzfrequenz f_g der bei 600 °C und bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten.

5.2.2.3 Modell zur Beschreibung der temperaturabhängigen Resonanzfrequenz

Zur Beschreibung des Verlaufs der Grenzfrequenz in Abhängigkeit von der Schichttemperatur wurde ein Modell zur temperaturabhängigen Resonanzfrequenz von ferromagnetischen Dünnschichten mit einer uniaxialen Anisotropie in der Schichtebene erarbeitet [278], welches im Folgenden dargestellt wird.

Die in Kapitel 2.1.4 vorgestellte Kittel Resonanzfrequenz, mit der die magnetischen Momente im Resonanzfall präzedieren, gilt nur im Grenzfall kleiner Felder ($h_x \rightarrow 0$) und schwacher Dämpfung ($\alpha_{eff} \ll 1$). Da die Halbwertsbreite, wie im vorangegangenen Abschnitt gezeigt, aufgrund von thermischen Fluktuationen mit steigender Temperatur zunimmt, kann die Dämpfung nicht mehr als viel kleiner gegen eins abgeschätzt werden und die Resonanzfrequenz f_r wird selbst eine Funktion der Dämpfung α_{eff} [26]

$$f_r = \frac{\gamma}{2 \cdot \pi \cdot (1 + \alpha_{eff}^2)} \cdot \sqrt{(\mu_0 H_u)^2 + J_s \cdot \mu_0 H_u - \frac{J_s^2 \cdot \alpha_{eff}^2}{4}}. \quad (5.12)$$

Aus Gleichung (5.12) wird ersichtlich, dass zur Beschreibung der Temperaturabhängigkeit von f_r die der Sättigungspolarisation, der Dämpfung und des uniaxialen Anisotropiefeldes herangezogen werden muss. Die temperaturabhängige Sättigungspolarisation eines ferromagnetischen Materials wird durch die Brillouin-Funktion $B(a)$ ausgedrückt

$$J_s(T) = \mu_0 N_{Ion} g_s \mu_B S \cdot B(a) = \mu_0 N_{Ion} g_s \mu_B S \cdot \left(\frac{2S+1}{2S} \cdot \coth\left(\frac{2S+1}{2S} \cdot a\right) - \frac{1}{2S} \cdot \coth\left(\frac{a}{2S}\right) \right), \quad (5.13)$$

wobei für das Argument a

$$a = \frac{g_s \mu_B S v_m J_s(T)}{k_B T} \quad (5.14)$$

gilt. Dabei bezeichnet N_{Ion} die Anzahl an ferromagnetischen Ionen, $g_s \approx 2$ den Spin-g-Faktor, μ_B das Bohrsche Magneton, S den Gesamtspin, v_m die Molekularfeldkonstante und k_B die Boltzmann-Konstante. Die temperaturabhängige Dämpfung kann durch den folgenden Ausdruck beschrieben werden [293]

$$\alpha_{eff}(T) = \frac{G}{\nu \cdot J_s(T)}, \quad (5.15)$$

wobei G der Gilbert-Dämpfungsparameter ist. Aus der temperaturabhängigen Sättigungspolarisation leitet sich die Temperaturabhängigkeit des uniaxialen Anisotropiekoeffizienten K_u ab, welche durch ein Potenzgesetz mit der ganzen Zahl n ausgedrückt wird [294]

$$K_u(T) = K_u(0) \cdot \left(\frac{J_s(T)}{J_s(0)} \right)^{\frac{n \cdot (n+1)}{2}}. \quad (5.16)$$

Aus $K_u = J_s \cdot H_u/2$ folgt damit die Temperaturabhängigkeit des uniaxialen Anisotropiefeldes

$$\mu_0 H_u(T) = \mu_0 \cdot \frac{2K_u(T)}{J_s(T)} = \mu_0 \cdot \frac{2K_u(0)}{J_s(T)} \cdot \left(\frac{J_s(T)}{J_s(0)} \right)^{\frac{n \cdot (n+1)}{2}}. \quad (5.17)$$

Neben diesen „intrinsischen“ Temperaturabhängigkeiten müssen die infolge der thermischen Ausdehnung induzierten Spannungen in der Schicht berücksichtigt werden. Wie bereits in Abschnitt 5.2.1.3 gezeigt wurde, ruft in einem magnetostriktiven Material eine äußere Spannung eine zusätzliche magnetoelastische Anisotropie \vec{H}_{me} hervor, deren Wirkung durch das Einführen des effektiven biaxialen Anisotropiefeldes $\vec{H}_{u,eff}$ berücksichtigt werden muss

$$\vec{H}_{u,eff}(T) = \vec{H}_u(T) + \vec{H}_{me}(T) = \begin{pmatrix} 0 \\ H_u(T) \\ 0 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} \frac{3\lambda_s}{J_s(T)} \sigma(T) \\ \frac{3\lambda_s}{J_s(T)} \sigma(T) \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{3\lambda_s}{J_s(T)} \sigma(T) \\ H_u(T) + \frac{3\lambda_s}{J_s(T)} \sigma(T) \\ 0 \end{pmatrix}. \quad (5.18)$$

Daraus folgt für den Betrag von $\vec{H}_{u,eff}(T)$

$$\begin{aligned} \mu_0 |\vec{H}_{u,eff}|(T) &= \mu_0 \sqrt{\left(\frac{3\lambda_s}{J_s(T)} \sigma(T) \right)^2 + \left(H_u(T) + \frac{3\lambda_s}{J_s(T)} \sigma(T) \right)^2} = \\ &= \sqrt{2 \cdot \left(\frac{\mu_0 3\lambda_s}{J_s(T)} \sigma(T) \right)^2 + (\mu_0 H_u(T))^2 + 6 \cdot \frac{\mu_0^2 H_u(T) \lambda_s}{J_s(T)} \sigma(T)}. \end{aligned} \quad (5.19)$$

Dabei wurde in Gleichung (5.18) angenommen, dass sich das Material aufgrund der quadratischen Substratoberfläche thermisch isotrop entlang der x- und y-Richtung in der Schichtebene mit $\varepsilon_{xx} = \varepsilon_{yy} = \varepsilon$ dehnt, woraus nach dem 2-dimensionalen Hookeschen Gesetz für die in der Schicht hervorgerufenen Spannungen $\sigma_x = \sigma_y = \sigma$ und der Zusammenhang $\sigma = \frac{E}{1-\nu} \cdot \varepsilon$ zwischen thermischer Dehnung und Spannung folgt. Diese Dehnung wird durch die Differenz im thermischen Ausdehnungskoeffizient von Schicht α_F und Substrat α_S bei einer Temperaturerhöhung von T_1 auf T_2 verursacht

$$\varepsilon_{therm} = (\alpha_F - \alpha_S) \cdot (T_1 - T_2) = \Delta\alpha \cdot \Delta T. \quad (5.20)$$

Daraus ergibt sich schließlich die thermisch induzierte Schichtspannung

$$\sigma(T) = \frac{E_S}{1-\nu_S} \cdot \varepsilon_{therm} = \frac{E_S}{1-\nu_S} \cdot \Delta\alpha \cdot \Delta T, \quad (5.21)$$

wobei für die Berechnung der Schichtspannung der Elastizitätsmodul der Schicht E_s herangezogen werden muss. Der E-Modul der Schicht wurde analog zu Abschnitt 5.2.1.1 aus dem reduzierten E-Modul der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht unter der Annahme einer Querkontraktionszahl von $\nu_s = 0,25$ ermittelt.

Der nach Schichtanteilen gemittelte thermische Ausdehnungskoeffizient der Viellagenschicht beträgt $\alpha_F = 10,1 \text{ ppm K}^{-1}$ und ist damit größer als der des Si-Substrats mit $\alpha_S = 2,7 \text{ ppm K}^{-1}$ [283]. Somit dehnt sich die Schicht beim Aufheizen von T_1 auf T_2 stärker aus als das Substrat. Aufgrund des Schicht-Substrat-Verbunds wird jedoch die Ausdehnung der Schicht durch das Substrat behindert, was zu einer Biegung des Verbunds und zu kompressiven Spannungen in der Schicht führt.

Aus Gleichung (5.12) folgt damit unter Berücksichtigung der Temperaturabhängigkeiten von $J_s(T)$, $\alpha_{eff}(T)$, $H_u(T)$ und $\sigma(T)$ eine umfassende Beschreibung der temperaturabhängigen ferromagnetischen Resonanzfrequenz $f_r(T)$, die eine Superposition aus temperaturabhängigem ferromagnetischen Verhalten und thermisch induzierten Schichtspannungen darstellt. Eine mögliche Temperaturabhängigkeit der Sättigungsmagnetostriktionskonstanten wurde dabei vernachlässigt. Zur Verifizierung des aufgestellten Modells wurde $f_r(T)$ an den Verlauf der gemessenen temperaturabhängigen Grenzfrequenz f_g der bei 600 °C und bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht angepasst, welche in Abbildung 5-53 zu sehen ist. Dabei dienen die Sättigungspolarisation $J_s(0)$ und das uniaxiale Anisotropiefeld $H_u(0)$ bei 0 K sowie die Sättigungsmagnetostriktionskonstante λ_s und der Exponent $m = n(n+1)/2$ aus Gleichung (5.17) als Anpassungsparameter. Zur Verdeutlichung des theoretischen Verlaufs von $f_r(T)$ wurde dieser im gesamten Temperaturbereich von -273 °C bis 800 °C dargestellt. Das Verschwinden von $f_r(T)$ bei 800 °C wird durch das Verschwinden der spontanen Magnetisierung verursacht, sodass diese Temperatur ein Maß für die Curie-Temperatur des Materialsystems $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ angibt. Abbildung 5-53 zeigt, dass die modellierte Resonanzfrequenz sowohl die temperaturabhängige Grenzfrequenz der bei 600 °C als auch der bei 400 °C konditionierten Viellagenschicht im Temperaturbereich von 25 °C bis 300 °C gut beschreibt. Außerdem ist ersichtlich, dass die Grenzfrequenz f_g der bei 400 °C konditionierten Schicht eine stärkere Temperaturabhängigkeit und einen unterschiedlichen Temperaturverlauf im Vergleich zu der bei 600 °C konditionierten Schicht besitzt. Die Steigung und der Kurvenverlauf von $f_r(T)$ werden einerseits von der Sättigungsmagnetostriktionskonstanten λ_s als auch von dem Exponent m und damit von der Stärke der Temperaturabhängigkeit des uniaxialen Anisotropiefeldes bestimmt. Vor allem der Unterschied im Verlauf der gemessenen temperaturabhängigen Grenzfrequenzen beider Viellagenschichten deutet auf unterschiedliche Exponenten m hin. Die Anpassung nach Gleichung (5.12) liefert für beide Schichten nahezu übereinstimmende Werte für die Sättigungsmagnetostriktionskonstante λ_s . Die Sättigungsmagnetostriktionskonstante wird durch die Kopplung der magnetischen Momente über die Spin-Bahn-Wechselwirkung an das Kristallgitter bestimmt. Eine Konditionierungstemperatur von 600 °C führt zur Kristallisation der FeCo-Phase, wohingegen die bei 400 °C konditionierte Schicht eine amorphe FeCo-Phase besitzt, wie in Abschnitt 5.1.1.1 gezeigt wurde. Daher ist die Sättigungsmagnetostriktionskonstante für die bei 600 °C konditionierte Schicht geringfügig höher als für die bei 400 °C konditionierte Viellagenschicht. Ein Vergleich zu dem Anpassungswert für λ_s aus der Anpassung der spannungsabhängigen Resonanzfrequenz

(Abschnitt 5.2.1.3) zeigt, dass der Wert für λ_s aus der temperaturabhängigen Resonanzfrequenz etwa um einen Faktor 77,5 kleiner ist als derjenige aus der spannungsabhängigen Resonanzfrequenz. Daher ist der Einfluss von thermisch induzierten Spannungen auf die Resonanzfrequenz geringer als der Einfluss von mechanisch induzierten Spannungen. Möglicherweise ist die Sättigungsmagnetostruktionskonstante selbst eine Funktion der Temperatur und nimmt beispielsweise mit steigender Temperatur aufgrund von Gitterschwingungen ab, weswegen der Anpassungswert für λ_s aus der temperaturabhängigen Resonanzfrequenz kleiner ist als derjenige aus der spannungsabhängigen Resonanzfrequenz.

Weiterhin ergibt sich aus der Anpassung ein Exponent $m = 0$ und $m = 2$ für die bei 600 °C beziehungsweise bei 400 °C konditionierte Viellagenschicht. Daraus wird ersichtlich, dass die uniaxiale Anisotropie der bei 400 °C konditionierten Schicht eine stärkere Temperaturabhängigkeit aufweist, als die der bei 600 °C konditionierten Schicht. Dieses Ergebnis wurde bereits in den temperaturabhängigen Hysteresekurven beider Schichten beobachtet. Offensichtlich beeinflusst die Konditionierungstemperatur zum thermischen Induzieren einer magnetischen Vorzugsrichtung H_u deren thermische Stabilität bei Erhöhung der Schichttemperatur.

Mathematisch gesehen ist eine Anpassung des Exponenten m mit $m = 2 \neq n(n+1)/2$, wobei n eine ganze Zahl ist, nicht möglich. Allerdings gilt die in Gleichung (5.17) beschriebene Abhängigkeit der uniaxialen Anisotropie von der Temperatur nur für kleine Temperaturen ($T \approx 0$ K), bei denen die Änderungen der Sättigungspolarisation klein sind [295]. Für hohe Temperaturen ($T \approx T_c$) und folglich bei stärkeren Änderungen in $J_s(T)$ kann der Exponent in Gleichung (5.17) anstelle von $n(n+1)/2$ durch die natürliche Zahl l ersetzt werden [295], sodass eine Anpassung mit $m = l = 2$ erlaubt ist.

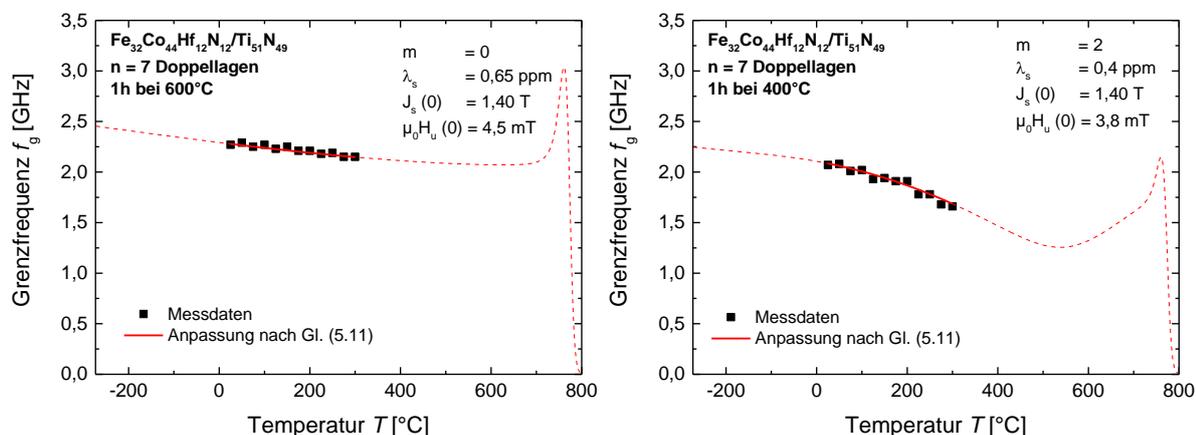


Abbildung 5-53: Anpassung der modellierten temperaturabhängigen Resonanzfrequenz $f_r(T)$ nach Gleichung (5.12) an die im Temperaturbereich von 25 °C bis 300 °C gemessene Grenzfrequenz f_g der bei 600 °C und bei 400 °C konditionierten Fe₃₂Co₄₄Hf₁₂N₁₂/Ti₅₁N₄₉ Viellagenschicht. Die gestrichelten Linien zeigen den Verlauf der Anpassung für einen größeren Temperaturbereich.

5.2.2.4 Oxidationsbeständigkeit

Die Messungen zur temperaturabhängigen Hysteresekurve bis 500 °C unter Luft offenbarten eine teilweise Oxidation der obersten Lage. Daher wurden die bei 400 °C beziehungsweise

bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten sowie die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage zusätzlich an Luft wärmebehandelt und der Einfluss der Temperatur und der Zeit auf die Oxidationsbeständigkeit untersucht.

Einfluss der Temperatur an Luft auf die Oxidationsbeständigkeit

Eine Messung der Massenzunahme mittels der thermogravimetrischen Analyse in Abhängigkeit der Schichttemperatur an Luft liefert die Temperatur, ab der eine Oxidation der Schicht einsetzt und somit Informationen über die Oxidationsbeständigkeit. Abbildung 5-54 zeigt die Massenänderung der bei 400 °C und bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten sowie der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit bezogen auf die Ausgangsmasse, wobei die Temperatur des Ofens von 300 °C bis 800 °C in 100 °C Schritten erhöht und jeweils für 1 h konstant gehalten wurde. Sprunghafte Änderungen der Schichtmasse deuten auf chemische Reaktionen hin, die im Falle einer Massenzunahme durch Oxidation verursacht werden. Die bei 400 °C konditionierte Viellagenschicht zeigt eine erste sprunghafte Massenzunahme bei einer Temperaturerhöhung von 500 °C auf 600 °C. Bei weiterer Erhöhung der Temperatur auf 700 °C lässt sich ein zweiter sprunghafter Anstieg der Schichtmasse feststellen. Die damit verbundene chemische Reaktion ist erst beim Erreichen von 800 °C vollständig abgeschlossen, wenn keine Massenänderungen mehr auftreten. Die Massenänderung der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht zeigt prinzipiell denselben Verlauf in Abhängigkeit der Schichttemperatur und Zeit wie die bei 400 °C konditionierte Schicht. Daraus lässt sich schließen, dass die Oxidation in beiden Schichten bei einer Temperatur von 600 °C einsetzt, bei 700 °C nochmals verstärkt wird und erst bei 800 °C abgeschlossen ist. Demgegenüber weist die Massenänderung der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage erst bei einer Temperaturerhöhung von 700 °C auf 800 °C einen sprunghaften Anstieg auf, sodass die Oxidation dieser Schicht erst bei 800 °C beginnt. Damit ist es gelungen, die Oxidationsbeständigkeit der $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten durch eine $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ - anstelle einer obersten $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ -Lage zu erhöhen.

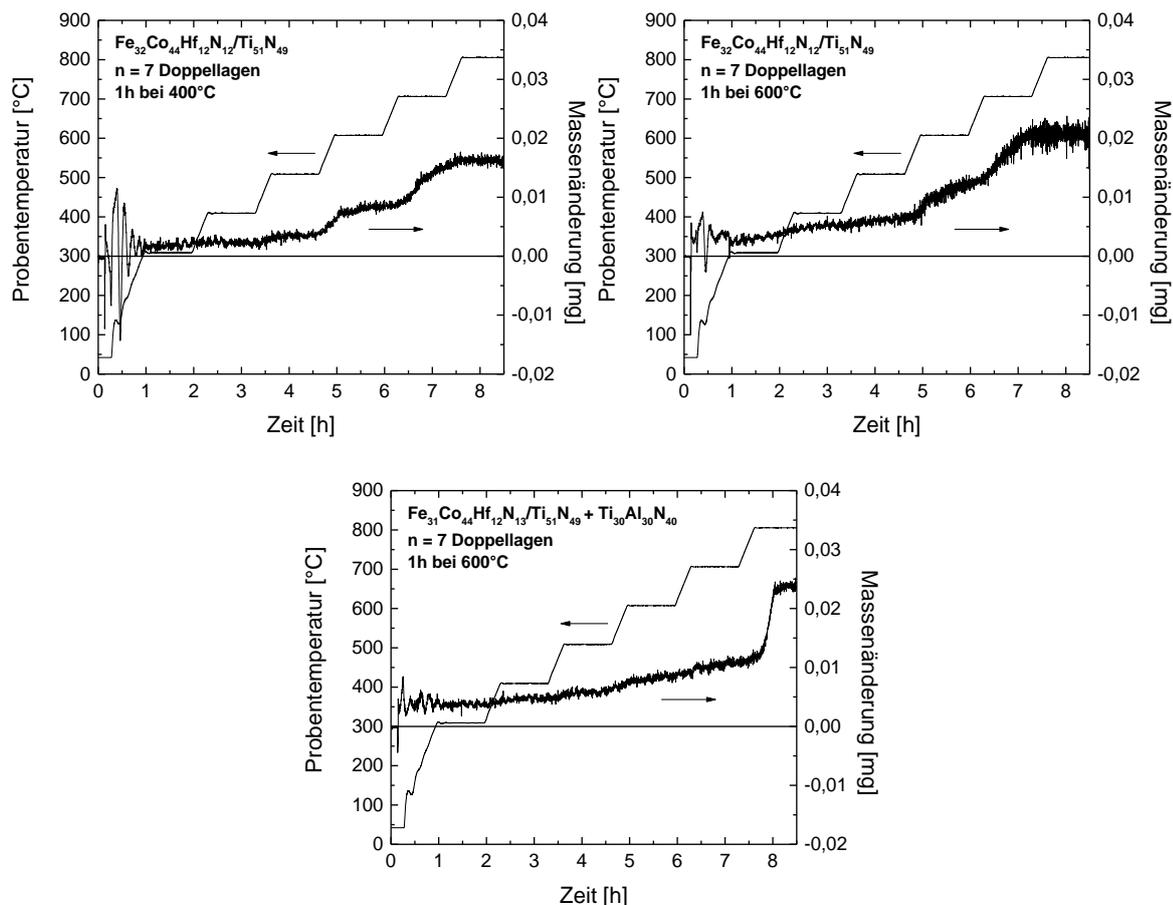


Abbildung 5-54: Thermogravimetrische Analyse zur Untersuchung der Massenzunahme durch Oxidation der bei 400 °C und bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten sowie der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage in Abhängigkeit der Proben­temperatur und Zeit.

Einfluss der Zeit bei konstanter Temperatur an Luft auf die Oxidationsbeständigkeit

Aus der thermogravimetrischen Analyse ergeben sich zwar Informationen zur Gesamt­massenzunahme der Schicht durch Oxidation bei der jeweiligen Temperatur, jedoch sind keine Aussagen zur Oxidation der einzelnen Lagen und zur Oxidationstiefe möglich. Daher wurden zusätzlich Schichten in einem Rohrofen bei 600 °C unter Luft für jeweils 1 h, 2 h beziehungsweise 3 h wärmenachbehandelt und anschließend der Zeiteinfluss der Wärmebehandlung auf die Oxidationstiefe mittels AES-Tiefenprofilen sowie auf die strukturellen, magnetischen und mechanischen Eigenschaften untersucht. Die gewählte Temperatur für die Wärmebehandlung an Luft entspricht dabei der Temperatur, ab der die Oxidation der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten einsetzt.

Oxidationstiefe und Mikrostruktur

Die AES-Tiefenprofile der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten mit sieben Doppellagen und einer $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage (links) beziehungsweise einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage (rechts) und anschließender Wärmebehandlung unter Luft bei 600 °C für 1 h, 2 h und 3 h in Abbildung 5-55 ermöglichen einen Vergleich zwischen beiden Decklagen hinsichtlich der jeweiligen Oxidationsbeständigkeit bei 600 °C.

Nach einer Stunde Wärmebehandlung ist die oberste Lage der Viellagenschicht mit $Ti_{51}N_{49}$ Decklage teilweise unter Abgabe von Stickstoff an die Atmosphäre zu $Ti(N,O)_2$ oxidiert. Dabei hat keine Sauerstoffdiffusion in tiefere Lagen stattgefunden, sodass die magnetischen Lagen von der Oxidation der obersten Lage nicht beeinflusst werden. Nach zweistündiger Wärmebehandlung bei 600 °C an Luft ist für diese Viellagenschicht eine Diffusion von Sauerstoff zusammen mit einer teilweisen Durchmischung der obersten beiden Doppellagen festzustellen. Einhergehend damit hat eine Diffusion von Co- und Fe-Atomen an die Schichtoberfläche zur Bildung einer Co-Fe-O Oxidschicht stattgefunden, welche von einer $Ti(N,O)_2$ Oxidlage gefolgt wird. Diese Oxidlagenabfolge wiederholt sich ein weiteres Mal, sodass die beiden ursprünglichen Doppellagen zu einer zweifach modulierten Co-Fe-O/ $Ti(N,O)_2$ Schicht oxidieren. Eine Sauerstoffdiffusion über die beiden obersten Doppellagen hinaus in tiefere Lagen wird nicht beobachtet. Dahingegen zeigt sich aufgrund der Wärmebehandlung eine teilweise Durchmischung der übrigen Lagen, wobei Ti- und N-Atome in die magnetischen Fe-Co-Hf-N Lagen diffundieren. Trotzdem ermöglicht die chemische Zusammensetzung die Ausbildung einer HfN und einer TiN Phase. Auch nach dreistündiger Wärmebehandlung bei 600 °C an Luft oxidieren die beiden obersten Doppellagen der Viellagenschicht mit $Ti_{51}N_{49}$ Decklage zu einer zweifach modulierten Co-Fe-O/ $Ti(N,O)_2$ Oxidschicht. Im Vergleich zu der für zwei Stunden wärmebehandelten Schicht findet jedoch keine weitere Oxidation und Sauerstoffdiffusion in benachbarte Lagen statt. Lediglich die Durchmischung der Lagen nimmt geringfügig zu.

Die Viellagenschicht mit $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage bildet durch die Wärmebehandlung für eine Stunde bei 600 °C an Luft eine sehr dünne Oxidschicht an der Schichtoberfläche aus, wobei die chemische Zusammensetzung der sich darunter befindlichen Ti-Al-N Lage im Vergleich zu der nicht an Luft wärmebehandelten Schicht aus Abbildung 5-34 unverändert ist. Daher ändert sich die chemische Zusammensetzung der $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Lage durch die Wärmebehandlung für eine Stunde an Luft nicht und es dringt kein Sauerstoff aus der Oxidschicht in die Decklage ein. Nach zweistündiger Wärmebehandlung bei 600 °C an Luft bildet die $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage eine dünne Al_2O_3 Oxidschicht an der Schichtoberfläche aus, wobei die chemische Zusammensetzung der restlichen Ti-Al-N Lage erhalten bleibt. Eine Sauerstoffdiffusion in tiefere Lagen sowie eine Lagendurchmischung erfolgt nicht. Auch nach drei Stunden an Luft besitzt die Viellagenschicht mit $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage eine dünne Al_2O_3 Oxidschicht an der Schichtoberfläche. Die chemische Zusammensetzung der nachfolgenden Ti-Al-N Lage bleibt gegenüber der für zwei Stunden wärmebehandelten Schicht erhalten und es erfolgt keine weitere Sauerstoffdiffusion.

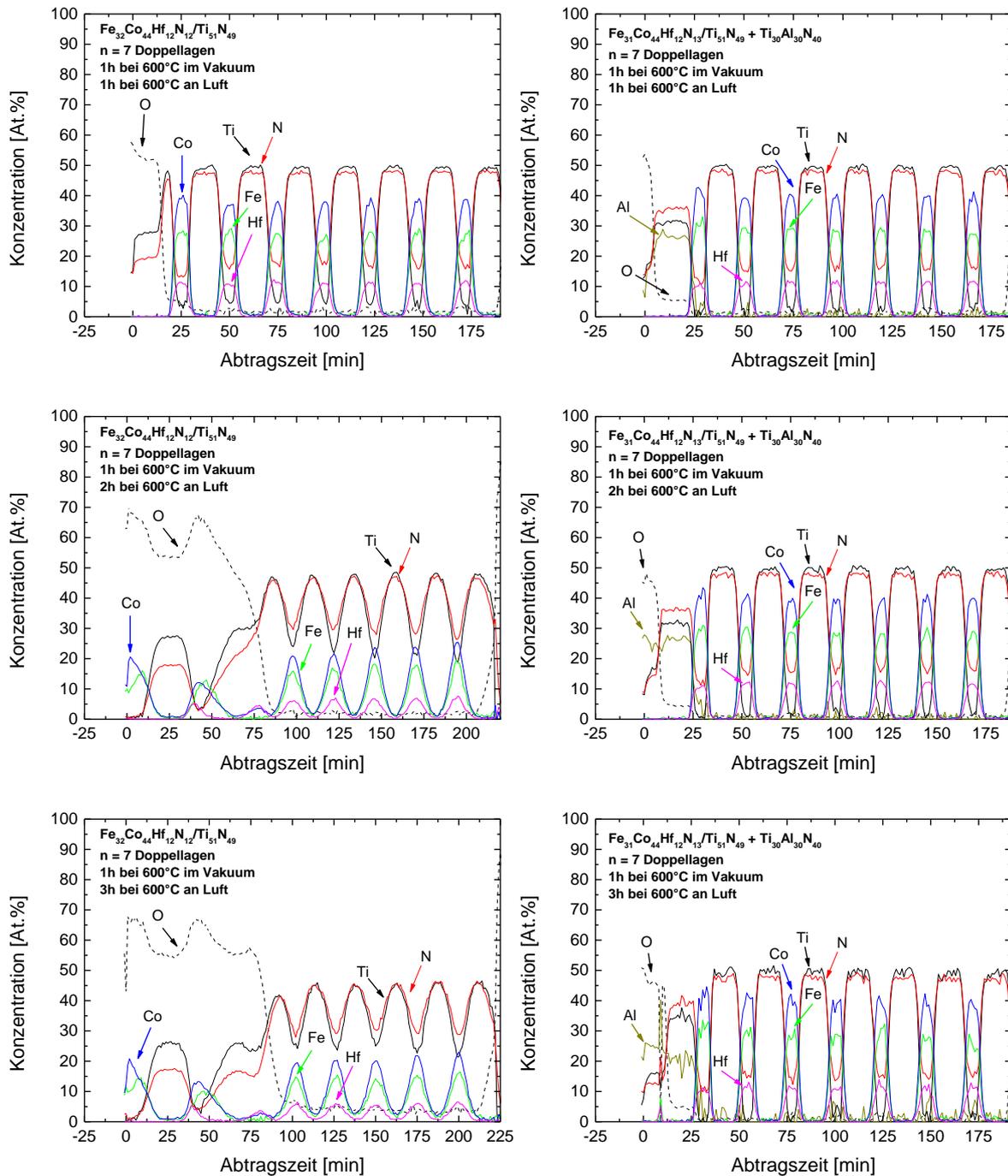


Abbildung 5-55: AES-Tiefenprofile der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten mit sieben Doppellagen und einer $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage (links) beziehungsweise einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage (rechts) und anschließender Wärmebehandlung unter Luft bei 600 °C für 1 h, 2 h und 3 h.

Des Weiteren wurde mittels AES-Tiefenprofilen die Oxidationstiefe der bei 400 °C konditionierten und bei 600 °C für 1 h, 2 h und 3 h an Luft wärmebehandelten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit sieben Doppellagen und einer $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage untersucht, welche in Abbildung 5-56 zu sehen sind. Daraus geht hervor, dass die beiden obersten Doppellagen bereits nach einer Stunde Wärmebehandlung an Luft zu einer

zweifach modulierten Co-Fe-O/Ti(N,O)_2 Schicht oxidieren. Außerdem ist schon eine Durchmischung der tieferen Lagen verbunden mit einer Diffusion von Ti- und N-Atomen in die magnetischen Fe-Co-Hf-N Lagen erkennbar. Beide Vorgänge wurden für die bei 600 °C konditionierte Viellagenschicht erst ab zweistündiger Wärmebehandlung an Luft beobachtet. Dahingegen findet für die bei 400 °C konditionierte Viellagenschicht nach zwei beziehungsweise drei Stunden Wärmebehandlung an Luft keine weitere Oxidation und Sauerstoffdiffusion in tiefere Lagen sowie keine weitere Lagendurchmischung statt. Somit ist das Oxidationsverhalten dieser Schicht ab zweistündiger Wärmebehandlung bei 600 °C an Luft vergleichbar mit dem der bei 600 °C konditionierten Schicht.

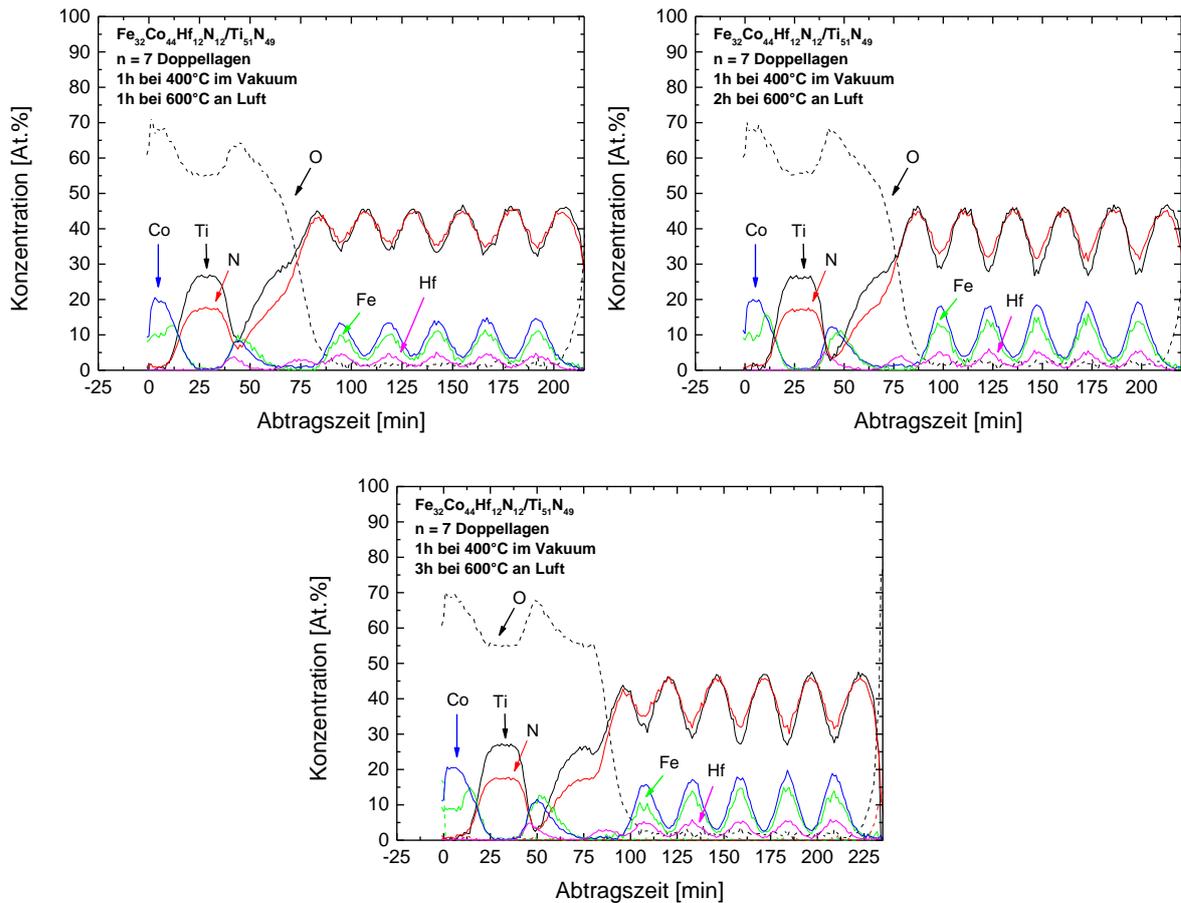


Abbildung 5-56: AES-Tiefenprofile der bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit sieben Doppellagen und einer $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage und anschließender Wärmebehandlung unter Luft bei 600 °C für 1 h, 2 h und 3 h.

In Abbildung 5-57 sind die Röntgendiffraktogramme der bei 400 °C und 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten sowie der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage und anschließender Wärmebehandlung unter Luft bei 600 °C für 1 h, 2 h beziehungsweise 3 h dargestellt. Zum Vergleich sind die jeweiligen Messungen nach der Konditionierung gezeigt. Neben den bereits bekannten Reflexen bezüglich der TiN-, HfN- und FeCo-Phase erscheint in der bei 400 °C und in der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage ab zwei beziehungsweise drei Stunden Wärmebehandlung an Luft ein Reflex, der in

Übereinstimmung mit den AES-Tiefenprofilen einer polykristallinen orthorhombischen TiO_2 -Phase zugeordnet werden kann. Dahingegen ist in dem Röntgendiffraktogramm der Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage kein zusätzlicher Reflex bezüglich einer Al_2O_3 - oder TiO_2 -Phase sichtbar. Das TiN-Gitter der bei 400 °C konditionierten Viellagenschicht bleibt auch nach der Wärmebehandlung an Luft aufgeweitet. Jedoch lässt sich anhand der kleineren Halbwertsbreite des TiN(200)-Reflexes Kornwachstum infolge der Wärmebehandlung an Luft beobachten. Die Winkelposition des TiN(200)-Reflexes bleibt für die bei 600 °C konditionierte Viellagenschicht ohne als auch mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage durch die Wärmebehandlung unter Luft unverändert. Zudem lässt sich aus den Diffraktogrammen dieser Schichten erkennen, dass der Kristallisationsvorgang der HfN-Phase durch die Wärmebehandlung bei 600 °C an Luft fortgesetzt wird. Die FeCo-Phase dieser Schichten scheint von der Wärmebehandlung unter Luft unbeeinflusst zu sein. Somit ist auch nach der Wärmebehandlung für 3 h bei 600 °C unter Luft in den bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten eine polykristalline magnetische FeCo-Phase vorhanden, wobei das FeCo-Gitter weiterhin gestaucht ist.

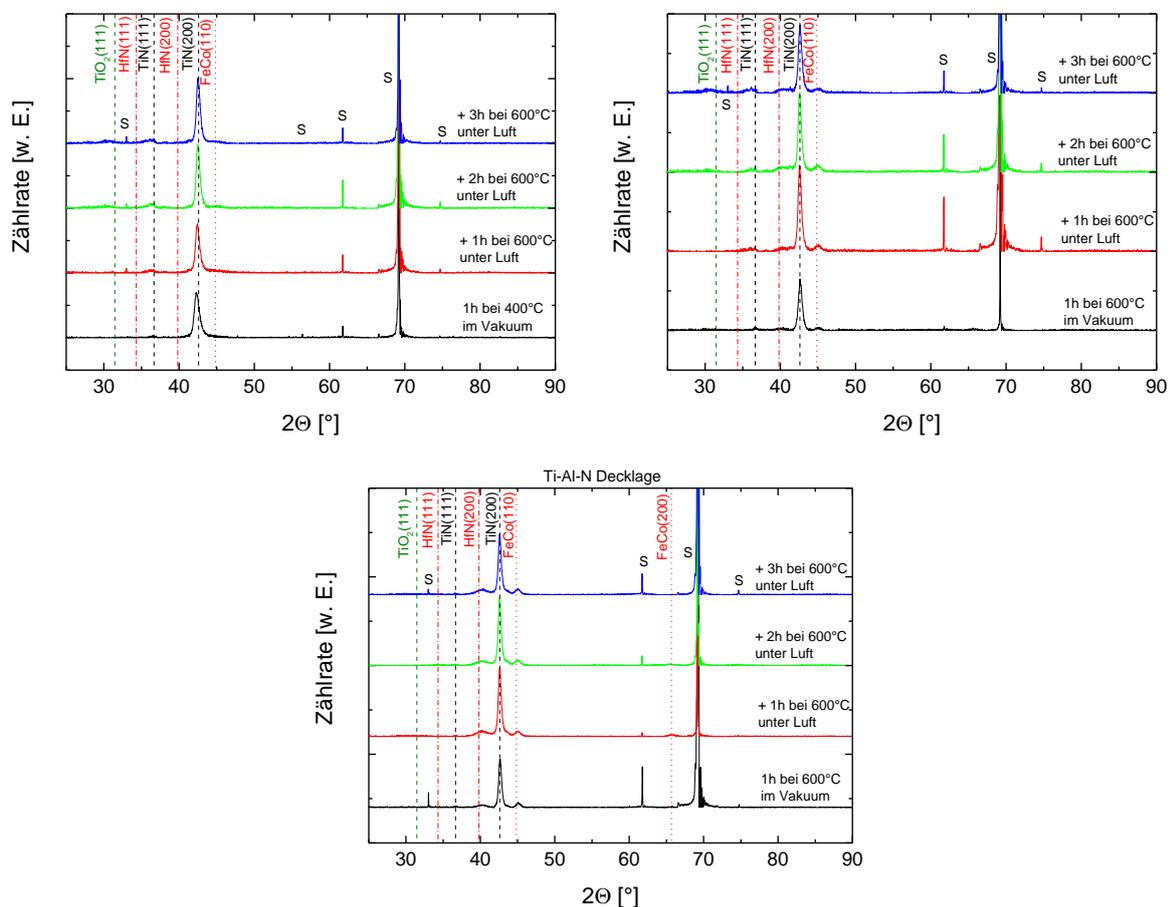


Abbildung 5-57: Röntgendiffraktogramme der bei 400 °C und bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten sowie der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage und anschließender Wärmebehandlung unter Luft bei 600 °C für 1 h, 2 h beziehungsweise 3 h.

Magnetische Eigenschaften

Abbildung 5-58 zeigt die Abhängigkeit der Sättigungspolarisation J_s und des uniaxialen Anisotropiefeldes $\mu_0 H_u$ von der Wärmebehandlungszeit bei 600 °C unter Luft für die bei 400 °C und 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten sowie für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage. Als Vergleich sind zusätzlich die Messergebnisse der Schichten ohne Wärmenachbehandlung eingetragen (entsprechend einer Wärmebehandlungszeit von Null). Die Sättigungspolarisation der Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage bleibt nahezu gleich und besitzt wie erwartet keine Abhängigkeit von der Wärmebehandlungszeit an Luft. Dahingegen nimmt J_s der für 2 h bei 600 °C an Luft wärmebehandelten Viellagenschichten ohne $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage sprunghaft im Vergleich zu den nur für 1 h bei 600 °C an Luft wärmebehandelten Schichten ab, wobei die bei 600 °C konditionierte Viellagenschicht die deutlichste Abnahme aufweist. Mit weiterer Zunahme der Wärmebehandlungszeit auf 3 h sinkt die Sättigungspolarisation der bei 600 °C konditionierten Schicht nochmals ab, wohingegen die der bei 400 °C konditionierten Viellagenschicht keine weitere Abnahme zeigt. Die Sättigungspolarisation der Viellagenschichten ohne $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage wird somit von der Oxidation der beiden obersten Doppellagen sowie von der Diffusion von Ti- und N-Atomen in die magnetischen Lagen beeinträchtigt. Anhand von Abbildung 5-58 wird außerdem deutlich, dass alle Schichten auch nach drei Stunden Wärmebehandlung bei 600 °C unter Luft eine uniaxiale Vorzugsrichtung der magnetischen Momente in der Schichtebene besitzen. Generell ist eine abnehmende Tendenz der uniaxialen Anisotropie mit zunehmender Wärmebehandlungszeit für die bei 400 °C und 600 °C konditionierten Viellagenschichten aufgrund der Oxidation und Durchmischung der Lagen festzustellen. Im Gegensatz dazu steigt das uniaxiale Anisotropiefeld der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage durch die Wärmebehandlung für 1 h und 2 h unter Luft im Vergleich zu der nicht wärmenachbehandelten Schicht an und nimmt jedoch nach 3 h Wärmebehandlung wieder ab. Möglicherweise führen mechanisch und thermisch induzierte Spannungen zu einem Anstieg des Anisotropiefeldes.

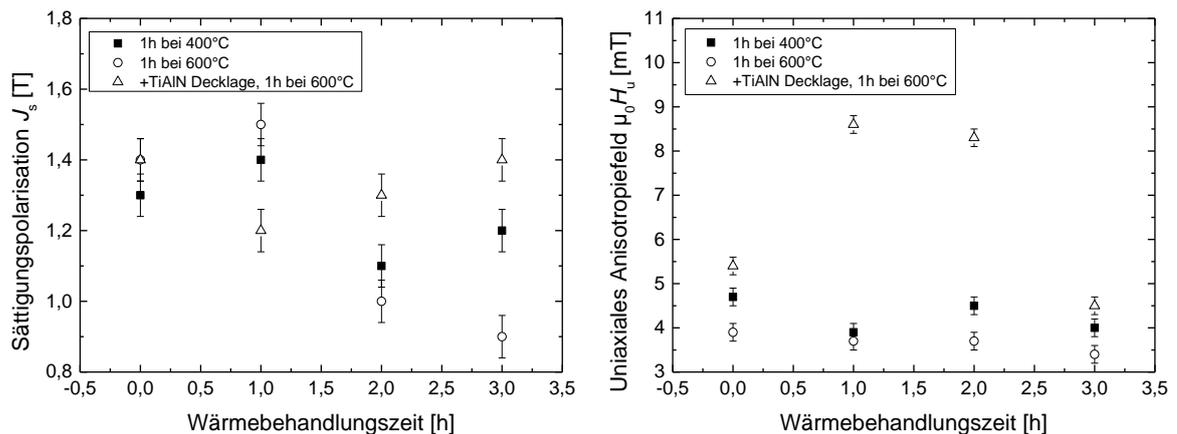


Abbildung 5-58: Abhängigkeit der Sättigungspolarisation J_s und des uniaxialen Anisotropiefeldes $\mu_0 H_u$ von der Wärmebehandlungszeit bei 600 °C unter Luft für die bei 400 °C und bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten sowie für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage.

In Abbildung 5-59 ist die Abhängigkeit der Grenzfrequenz f_g , der Anfangspermeabilität μ_{Anf} und des Dämpfungsparameters α_{VL} von der Wärmebehandlungszeit bei 600 °C an Luft für die bei 400 °C und 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten sowie für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage zu sehen. Außerdem dienen die Messwerte der nicht wärmenachbehandelten Schichten als Vergleich. Die Grenzfrequenz der bei 400 °C konditionierten Schicht zeigt keine Abhängigkeit von der Wärmebehandlungszeit, wohingegen die Anfangspermeabilität leicht abnimmt. Im Gegensatz dazu sinken die Grenzfrequenz und die Anfangspermeabilität der bei 600 °C konditionierten Schicht mit steigender Wärmebehandlungszeit aufgrund der in den Hysteresekurven beobachteten Abnahme der Sättigungspolarisation. Weiterhin lässt sich für die bei 600 °C konditionierte Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage ein Anstieg in f_g und eine Abnahme von μ_{Anf} nach der Wärmebehandlung für 1 h und 2 h an Luft gegenüber der nicht wärmenachbehandelten Schicht infolge des höheren uniaxialen Anisotropiefeldes feststellen.

Wie zu erwarten liegt der Dämpfungsparameter der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht über dem der bei 400 °C konditionierten Schicht, da der HfN-Korndurchmesser und damit die Streuung der magnetischen Momente mit steigender Konditionierungstemperatur zunimmt. Nach dieser Annahme müsste der Dämpfungsparameter der bei 400 °C konditionierten Schicht durch die Wärmebehandlung bei 600 °C an Luft aufgrund des HfN-Kornwachstums zunehmen. Jedoch bleibt der Dämpfungsparameter dieser Schicht nach der Wärmebehandlung an Luft bei 600 °C in etwa gleich und zeigt auch keine Abhängigkeit von der Wärmebehandlungszeit. Vermutlich behindert die in den AES-Tiefenprofilen beobachtete Diffusion der Ti- und N-Atome in die magnetischen Lagen ein HfN-Kornwachstum. Dahingegen nimmt der Dämpfungsparameter der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht sowohl ohne als auch mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage mit längerer Wärmebehandlungszeit bei 600 °C an Luft höchstwahrscheinlich aufgrund von HfN-Kornwachstum zu. In diesen beiden Schichten ist die Durchmischung der Lagen nach der Wärmebehandlung an Luft geringer als für die bei 400 °C konditionierte Schicht, sodass hier das Wachstum der HfN-Körner nicht durch eine Diffusion der Ti- und N-Atome in die magnetischen Lagen unterdrückt wird.

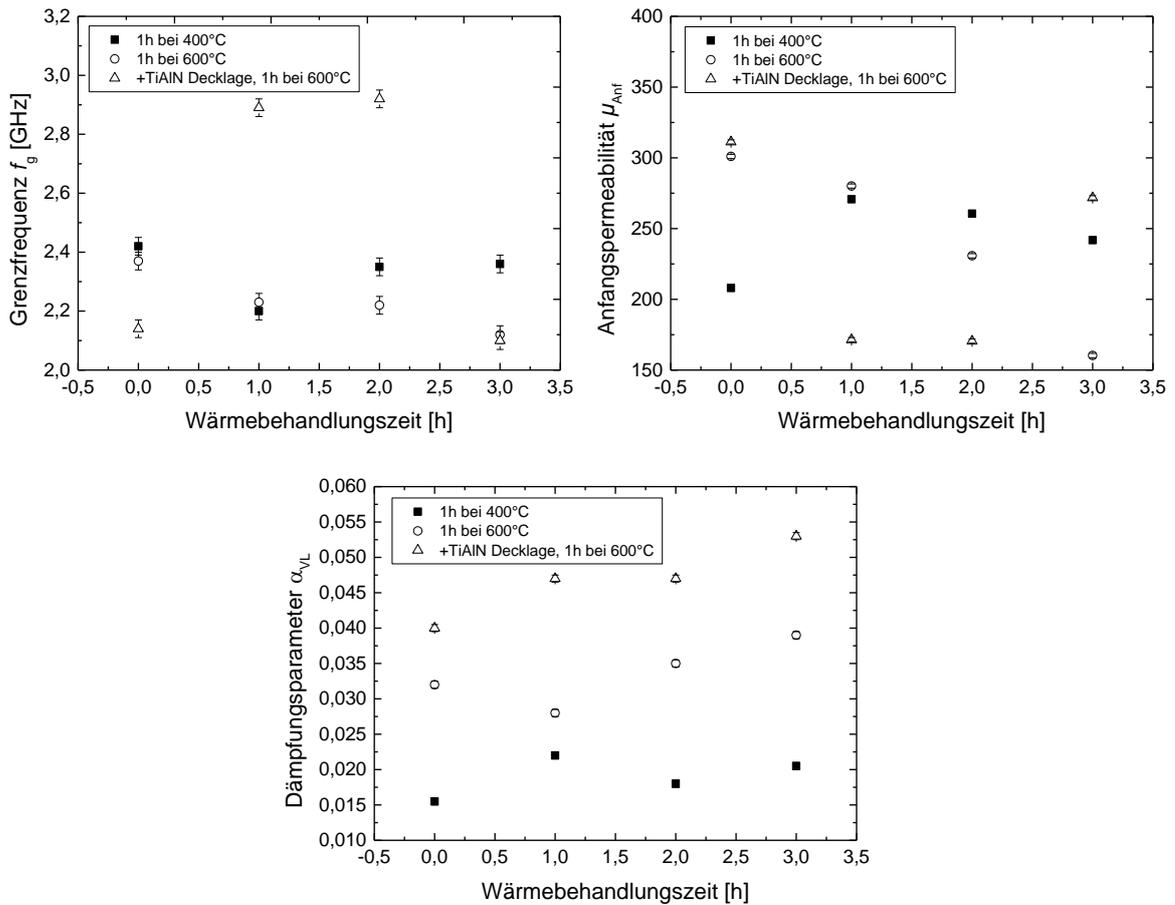


Abbildung 5-59: Abhängigkeit der Grenzfrequenz f_g , der Anfangspermeabilität μ_{Anf} und des Dämpfungsparameters α_{VL} von der Wärmebehandlungszeit bei 600 °C unter Luft für die bei 400 °C und bei 600 °C konditionierten $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}/Ti_{51}N_{49}$ Viellagenschichten sowie für die bei 600 °C konditionierte $Fe_{31}Co_{44}Hf_{12}N_{13}/Ti_{51}N_{49}$ Viellagenschicht mit $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage.

Mechanische Eigenschaften

Abbildung 5-60 zeigt die Härte H und den reduzierten E-Modul E_r in Abhängigkeit von der Wärmebehandlungszeit bei 600 °C unter Luft für die bei 400 °C und 600 °C konditionierten $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}/Ti_{51}N_{49}$ Viellagenschichten sowie für die bei 600 °C konditionierte $Fe_{31}Co_{44}Hf_{12}N_{13}/Ti_{51}N_{49}$ Viellagenschicht mit $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage. Zusätzlich dienen die Messdaten der nicht an Luft wärmebehandelten Schichten als Vergleich. Durch die Wärmebehandlung an Luft ließ sich ein Anstieg in der Rauheit der Schichtoberflächen beobachten, der zu einer höheren Messgenauigkeit führt und bei der Bewertung der Messergebnisse berücksichtigt werden muss. Die maximale Prüflast wurde jeweils so gewählt, dass die Eindringtiefe der Prüfspitze maximal 10 % der Gesamtschichtdicke beträgt, was einer Eindringtiefe von etwa 100 nm entspricht. Da die Doppellagendicke $\Delta = 120$ nm beträgt, wird die Härte dieser Viellagenschichten vor allem durch eine Oxidation der obersten beiden Lagen beeinflusst.

Anhand der Abbildung lässt sich erkennen, dass die Härte der bei 400 °C und 600 °C konditionierten Schichten nach der Wärmebehandlung an Luft gegenüber den nicht wärmenachbehandelten Schichten abnimmt. Demgegenüber besitzt die Viellagenschicht mit

$\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage nach der Wärmebehandlung an Luft dieselbe Härte wie vor der Wärmebehandlung, die zudem auch bei zunehmender Wärmebehandlungszeit erhalten bleibt. Somit nimmt die Härte der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten aufgrund der Oxidation der beiden obersten Doppellagen ab, wohingegen die der Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage durch die Bildung einer dünnen Al_2O_3 Oxidschicht an der Schichtoberfläche nicht beeinträchtigt wird.

Der reduzierte E-Modul der bei 400 °C konditionierten Viellagenschicht zeigt eine leicht abnehmende Tendenz mit zunehmender Wärmebehandlungszeit. Diese Tendenz wird auch für die bei 600 °C konditionierte Schicht beobachtet, wobei der reduzierte E-Modul hier stärker abfällt. Im Gegensatz dazu bleibt der reduzierte E-Modul der Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage nach der Wärmebehandlung an Luft gegenüber der Schicht vor der Wärmebehandlung unverändert und weist auch keine Abhängigkeit von der Wärmebehandlungszeit auf.

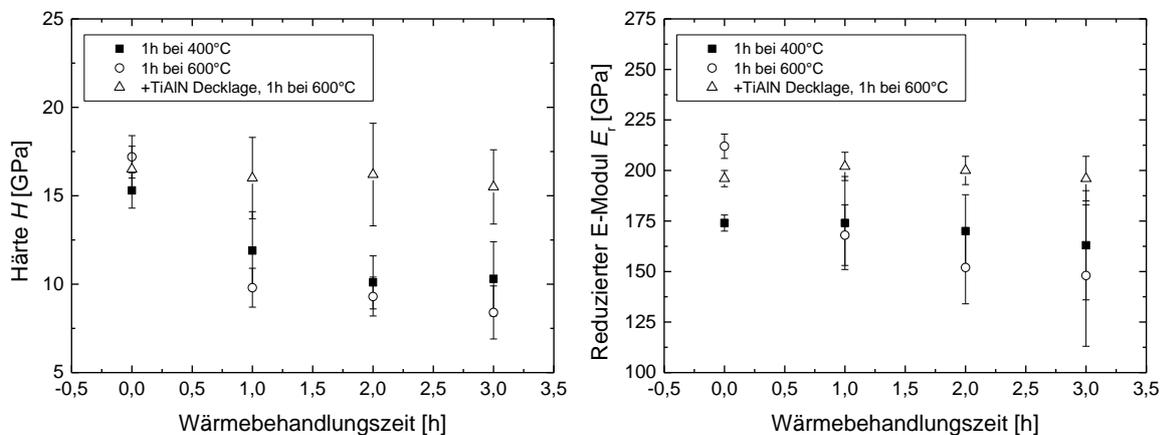


Abbildung 5-60: Abhängigkeit der Härte H und des reduzierten E-Moduls E_r von der Wärmebehandlungszeit bei 600 °C unter Luft für die bei 400 °C und bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten sowie für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage.

5.2.3 Einfluss des Schichtvolumens auf die magnetischen, strukturellen und mechanischen Eigenschaften

Der Einfluss des magnetischen Schichtvolumens auf die statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften wurde anhand eines Modellversuchs zum physikalischen Materialabtrag mittels Plasmaätzens exemplarisch an der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht untersucht. Dazu wurde die Gesamtdicke der magnetischen Lagen gezielt um etwa 50 % von 355 nm auf 164 nm durch einen Gesamtmaterialabtrag von bis zu 499 nm verringert und die Abhängigkeit der Sättigungspolarisation, der uniaxialen Anisotropie und der ferromagnetischen Grenzfrequenz von der Reduzierung der magnetischen Gesamtdicke verifiziert. Tabelle 5-8 gibt eine Übersicht über den mittels Plasmaätzens erzielten Materialabtrag, sowie die verbleibende Schichtdicke t und die verbleibende Dicke der magnetischen Lagen t_m . Die ursprüngliche Viellagenschicht besaß eine Schichtdicke von 868 nm mit sieben Doppellagen

und einer obersten $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage, wobei die Einzellagendicke der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ und $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lagen 51 nm beziehungsweise 64 nm betrug. Zusätzlich dienten Untersuchungen zur Charakterisierung des Einflusses des Materialabtrags auf die Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften der Gesamtbeurteilung der erzielten Ergebnisse.

Tabelle 5-8: Übersicht über den mittels Plasmaätzens an der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht erzielten Materialabtrag, sowie die verbleibende Schichtdicke t und die Dicke der magnetischen Lagen t_m . Die ursprüngliche Viellagenschicht besaß eine Schichtdicke von 868 nm mit sieben Doppellagen und einer obersten $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage, wobei die Einzellagendicke der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ und $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lagen 51 nm beziehungsweise 64 nm betrug.

Materialabtrag [nm]	Verbleibende Schichtdicke t [nm]	Verbleibende Dicke magnetische Lagen t_m [nm]
0	868	355
16	852	355
41	827	355
83	785	336
190	678	293
232	636	253
344	524	203
499	369	151

5.2.3.1 Einfluss des Materialabtrags auf die magnetischen Eigenschaften

Die intrinsischen ferromagnetischen Materialeigenschaften sind unabhängig vom Schichtvolumen. Nach Gleichung (2.3) ist die Magnetisierung eines Materials durch die Anzahl N_m an magnetischen Momenten pro Volumen V gegeben. Eine Reduzierung des Schichtvolumens führt zu einer verringerten Anzahl an magnetischen Momenten N_m' , welche sich jedoch gleichzeitig in einem gegenüber dem Ausgangszustand verkleinerten Volumen V' befinden, sodass sich die Magnetisierung eines homogenen Materials nicht ändert. Dennoch kann durch eine Materialabnahme ein gegenüber dem Ausgangsvolumen in der Intensität reduziertes Sättigungssignal $J_{s,R}$ detektiert werden, da dieses proportional zum magnetischen Schichtvolumen ist. Somit lassen sich quantitative Aussagen über eine Materialabnahme durch die Abnahme des Sättigungssignals in Bezug auf ein Referenzvolumen treffen. Die relative Änderung des Sättigungssignals $\Delta J_{s,R}(t_m)$ mit abnehmender magnetischer Schichtdicke t_m bezogen auf das Referenzvolumen mit der Sättigungspolarisation $J_{s,0}$ und der magnetischen Schichtdicke $t_{m,0}$ lässt sich empirisch durch Gleichung (5.22) ausdrücken:

$$\Delta J_{s,R}(t_m) = \frac{J_{s,R}(t_m)}{J_{s,0}} = \frac{t_m}{t_{m,0}}. \quad (5.22)$$

Da auch das Messsignal der ferromagnetischen Hochfrequenzpermeabilität proportional zum magnetischen Schichtvolumen ist, wird bei einer Schichtdickenreduzierung außerdem eine Intensitätsabnahme des Imaginär- und Realteils der Permeabilität und damit auch der

Anfangspermeabilität gegenüber dem Ausgangsvolumen erwartet. Folglich können aus der Intensitätsabnahme der magnetischen Permeabilität der Ausgangsschicht Rückschlüsse auf eine Materialabnahme gezogen werden. Dahingegen wird die Resonanzfrequenz bezogen auf das Referenzvolumen durch eine Reduzierung des Schichtvolumens nicht beeinflusst.

Abbildung 5-61 zeigt das auf das Ausgangsvolumen normierte Sättigungsmesssignal $J_{s,R}$ der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht in Abhängigkeit vom Materialabtrag durch Plasmaätzen. Zusätzlich ist der Viellagenaufbau eingezeichnet, um einen Bezug zwischen Sättigungsmesssignal und den abgetragenen Lagen herzustellen. In dieser Darstellung wird ein konstantes Sättigungsmesssignal bei Abtrag der nicht-magnetischen $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lagen und ein linear abnehmendes Signal bei Abtrag der ferromagnetischen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lagen erwartet. Insgesamt ergäbe sich somit ein stufenförmiges Verhalten des Sättigungsmesssignals in Abhängigkeit vom Materialabtrag. Dieses Verhalten wird in Abbildung 5-61 allerdings nur bedingt sichtbar, da hierfür die Anzahl der Messpunkte nicht ausreichend hoch ist. Dennoch wird ein abnehmendes Sättigungssignal mit abnehmenden magnetischen Volumen beobachtet. Zur Verdeutlichung dieses Trends werden die magnetischen Eigenschaften im Folgenden in Abhängigkeit des abnehmenden magnetischen Volumens betrachtet.

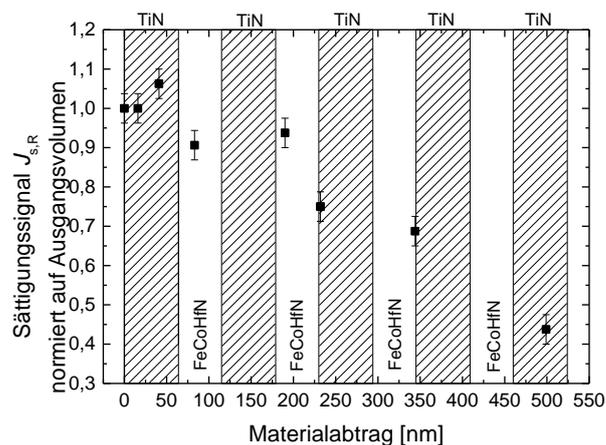


Abbildung 5-61: Abhängigkeit des auf das Ausgangsvolumen normierten Sättigungsmesssignals $J_{s,R}$, vom Materialabtrag durch Plasmaätzen für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht. Zusätzlich ist der Viellagenaufbau eingezeichnet, um den Bezug zwischen Sättigungsmesssignal und den abgetragenen Lagen zu verdeutlichen. Dazu wurden die $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lagen schraffiert.

Die Abhängigkeit des auf das Ausgangsvolumen normierten Sättigungssignals $J_{s,R}$, des Koerzitivfeldes $\mu_0 H_c$ und des uniaxialen Anisotropiefeldes $\mu_0 H_u$ von der Reduzierung der Gesamtdicke der magnetischen Lagen t_m durch Plasmaätzen ist für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht in Abbildung 5-62 zu sehen. Dabei entspricht der erste Messpunkt bei $t_m = 355$ nm dem Ausgangszustand. Der zweite Messpunkt bei $t_m = 337$ nm bezieht sich auf den Gesamtmaterialabtrag von 83 nm, da hier erstmalig eine Abnahme der magnetischen Lagendicke stattfand, wie auch aus Tabelle 5-8 hervorgeht. Zusätzlich ist in Abbildung 5-62 die theoretische Erwartung der relativen Abnahme des Sättigungssignals $\Delta J_{s,R}(t_m)$ nach Gleichung (5.22) gezeigt. Wie zu erkennen ist, nimmt das auf das Referenzvolumen normierte Sättigungssignal deutlich mit sinkender

magnetischer Gesamtdicke um 56 % ab. Die beobachtete Abnahme stimmt gut mit der theoretischen Erwartung überein. Das Koerzitivfeld hingegen zeigt eine leicht steigende Tendenz von 0,6 mT auf 0,8 mT mit abnehmendem magnetischen Schichtvolumen, wobei die weichmagnetischen Eigenschaften erhalten bleiben. Auch das uniaxiale Anisotropiefeld steigt zunächst mit sinkender Gesamtdicke der magnetischen Lagen bis 293 nm an. Jedoch nimmt $\mu_0 H_u$ bei einer weiteren Abnahme der Gesamtdicke der magnetischen Lagen ab und sinkt unter seinen Ursprungswert von 4,4 mT. Die Koerzitivfeldstärke ist nach Gleichung (2.21) eine Funktion des effektiven Anisotropiekoeffizienten $\langle K \rangle$. Spannungsänderungen in der Schichtebene rufen im magnetostriktiven Material eine zusätzliche magnetoelastische Anisotropie hervor, die sowohl die uniaxiale Anisotropie als auch das Koerzitivfeld beeinflussen. Daher ist anzunehmen, dass die beobachteten Änderungen des Koerzitivfeldes und der uniaxialen Anisotropie mit steigendem Materialabtrag auf Änderungen der Schichtspannungen zurückzuführen sind. Diese können beispielsweise durch eine schichtdickenabhängige Eigenspannung hervorgerufen als auch durch den Ar-Ionenbeschuss während des Plasmaätzens in der Schicht induziert worden sein.

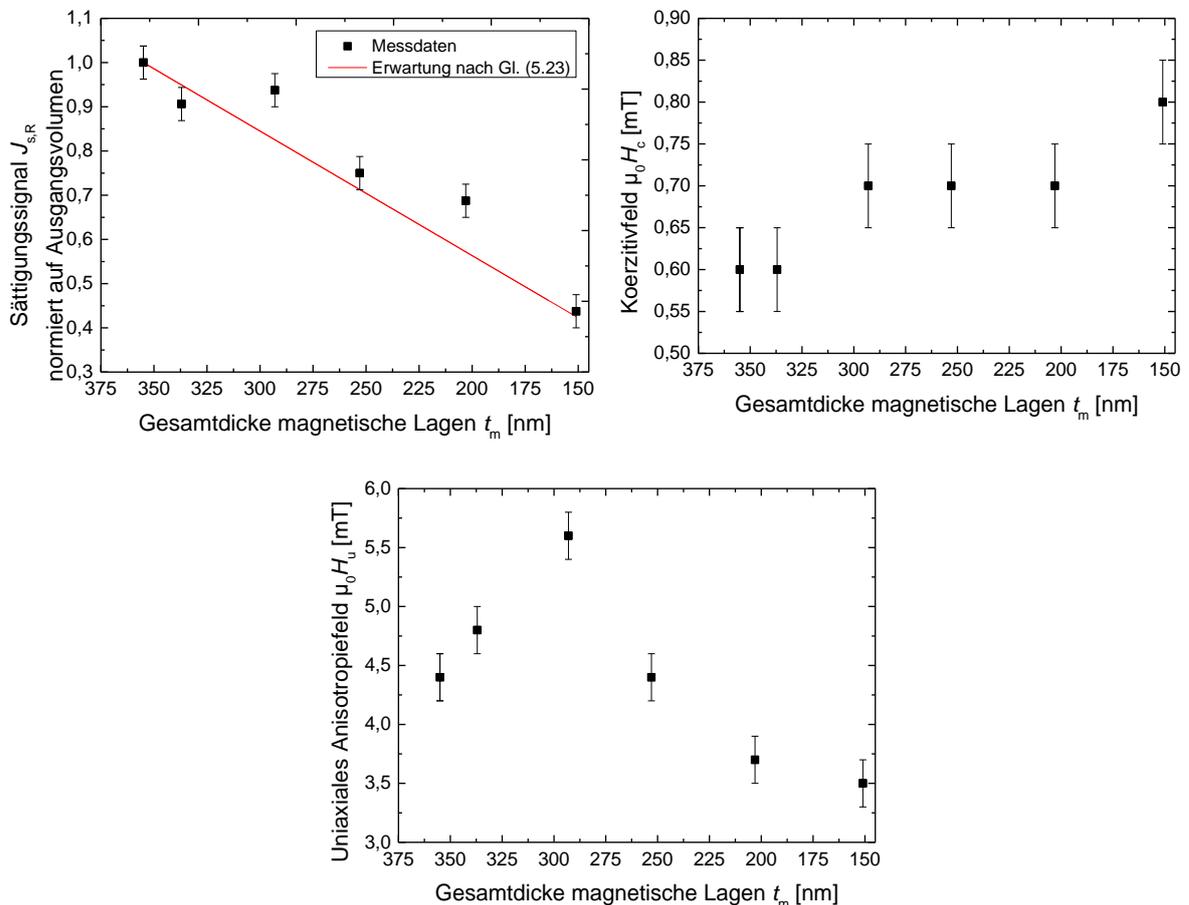


Abbildung 5-62: Abhängigkeit des auf das Ausgangsvolumen normierten Sättigungsmesssignals $J_{s,R}$, des Koerzitivfeldes $\mu_0 H_c$ und des uniaxialen Anisotropiefeldes $\mu_0 H_u$ von der Reduzierung der Gesamtdicke der magnetischen Lagen t_m durch Plasmaätzen für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht. Zudem ist die theoretische Erwartung der relativen Änderung des Sättigungsmesssignals nach Gleichung (5.22) bezogen auf die Ausgangsdicke der magnetischen Lagen von 355 nm gezeigt.

Abbildung 5-63 zeigt die Abhängigkeit des auf das Ausgangsvolumen normierten Imaginär- und Realteils der relativen magnetischen Permeabilität μ_r von der Reduzierung der Gesamtdicke der magnetischen Schichten t_m durch Plasmaätzen für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht. Da das Messsignal der ferromagnetischen Hochfrequenzpermeabilität proportional zum magnetischen Schichtvolumen ist, ist eine Intensitätsabnahme des Imaginär- und Realteils der Permeabilität gegenüber dem Ausgangsvolumen zu erwarten. Allerdings wird erst ab einer Reduzierung der magnetischen Gesamtdicke auf 293 nm eine Abnahme in der Signalintensität beobachtet. Eine Abhängigkeit des Resonanzkurvenmaximums mit abnehmender Gesamtdicke der magnetischen Schichten lässt sich nicht feststellen. Dahingegen offenbart der Realteil der Permeabilität eine tendenziell abnehmende Anfangspermeabilität bei einer Reduzierung von t_m in Bezug auf das Ausgangsschichtvolumen.

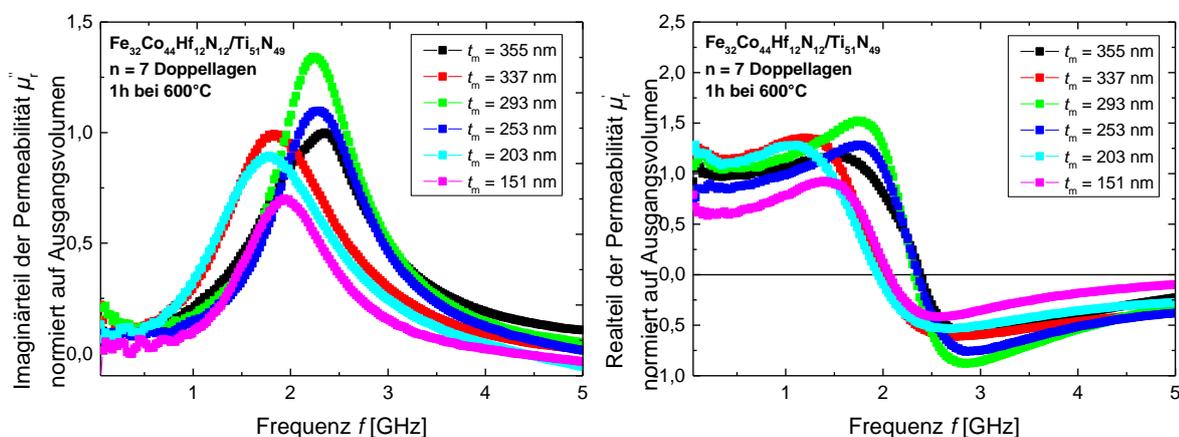


Abbildung 5-63: Abhängigkeit des auf das Ausgangsvolumen normierten Imaginär- und Realteils der relativen magnetischen Permeabilität μ_r von der Reduzierung der Gesamtdicke der magnetischen Schichten t_m durch Plasmaätzen für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht.

Die Abhängigkeit der Grenzfrequenz f_g und der auf das Ausgangsvolumen normierten Anfangspermeabilität μ_{Anf} von der Reduzierung der Gesamtdicke der magnetischen Schichten t_m durch Plasmaätzen ist für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht in Abbildung 5-64 dargestellt. Wie zu erwarten zeigt die Grenzfrequenz keine Abhängigkeit von einer Abnahme der magnetischen Gesamtdicke. Dennoch wird der Verlauf von f_g durch die in Abbildung 5-62 beobachtete Abhängigkeit der uniaxialen Anisotropie von der Abnahme der magnetischen Schichten beeinflusst. Allerdings kann dieser Änderung von $\mu_0 H_u$ keine eindeutige Abhängigkeit von der Reduzierung der magnetischen Gesamtdicke oder von Eigenspannungsänderungen zugeordnet werden. Daher lässt sich auch keine Beschreibung der Grenzfrequenz unter Berücksichtigung der Änderungen des uniaxialen Anisotropiefeldes angeben. Der Verlauf der normierten Anfangspermeabilität zeigt eine abnehmende Tendenz mit sinkender Gesamtdicke der magnetischen Schichten, die auf die Intensitätsabnahme des Realteils der Permeabilität gegenüber dem Referenzvolumen zurückgeführt werden kann. Jedoch wird auch μ_{Anf} von der Änderung der uniaxialen Anisotropie mit abnehmender magnetischer Gesamtdicke beeinflusst.

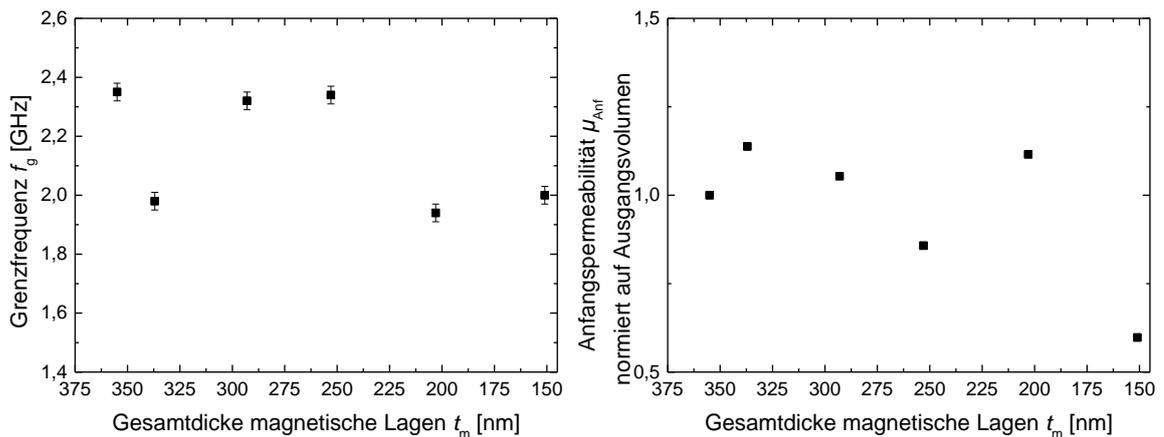


Abbildung 5-64: Abhängigkeit der Grenzfrequenz f_g und der auf das Ausgangsvolumen normierten Anfangspermeabilität μ_{Anf} von der Reduzierung der Gesamtdicke der magnetischen Lagen t_m durch Plasmaätzen für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht.

5.2.3.2 Einfluss des Materialabtrags auf die Oberflächenbeschaffenheit und Mikrostruktur

Zur Beurteilung des Einflusses des Materialabtrags durch Plasmaätzen auf die Oberflächenbeschaffenheit dienen REM-Oberflächenaufnahmen der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht vor und nach dem Ätzen mit einem Materialabtrag von 232 nm bzw. 499 nm, die in Abbildung 5-65 dargestellt sind. Vor dem Plasmaätzen besitzt die Viellagenschicht eine sehr glatte Oberfläche und eine niedrige quadratische Rauheit von $R_q = 6,2 \pm 0,6$ nm. Auch nach dem Materialabtrag von 232 nm bleibt die Schichtoberfläche sehr glatt und weist weiterhin eine niedrige quadratische Rauheit von $R_q = 5,3 \pm 0,5$ nm auf. Dahingegen zeigt die Schichtoberfläche nach dem höchsten Materialabtrag von 499 nm eine Welligkeit, die in einer höheren quadratischen Rauheit von $R_q = 11,4 \pm 1,1$ nm resultiert. Durch den Ar-Ionenbeschuss erzeugte Mulden oder andere Oberflächendefekte lassen sich nur vereinzelt beobachten. Insgesamt lässt dies auf einen gleichmäßigen und homogen über die Schichtoberfläche verteilten Materialabtrag schließen.

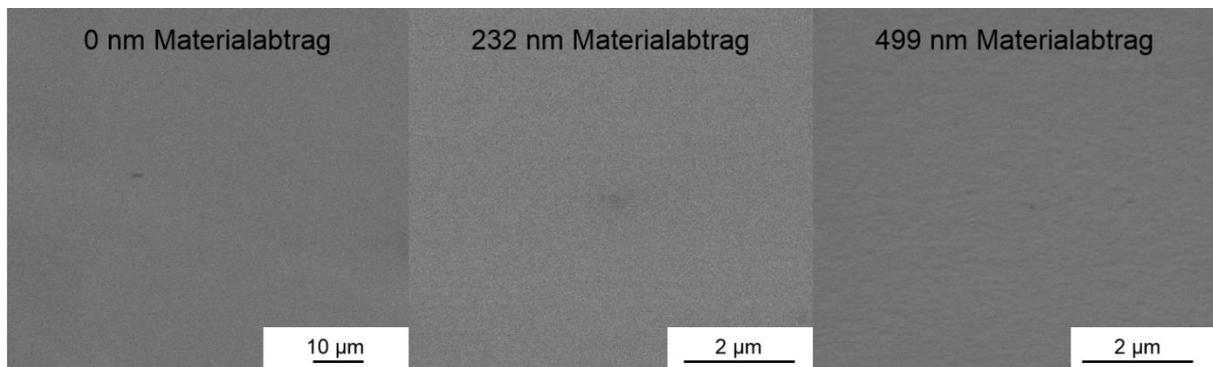


Abbildung 5-65: REM-Oberflächenaufnahmen der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht vor und nach dem Plasmaätzen mit einem Materialabtrag von 232 nm bzw. 499 nm.

Des Weiteren wurde anhand von Röntgendiffraktogrammen der Einfluss des Materialabtrags auf die Mikrostruktur untersucht. Abbildung 5-66 zeigt die Abhängigkeit der Röntgendiffraktogramme und der TiN(200)-Winkelposition vom Materialabtrag durch Plasmaätzen für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht. Nach dem Plasmaätzen sind in den Röntgendiffraktogrammen die gleichen Reflexe wie vor dem Ätzen erkennbar, sodass die Schichten unverändert jeweils eine nanokristalline kfz TiN-, beziehungsweise polykristalline kfz HfN- und krz FeCo-Phase besitzen. Auch die TiN(200)-Textur bleibt nach dem Schichtabtrag erhalten. Mit zunehmendem Materialabtrag lässt sich eine Intensitätsabnahme der Reflexe beobachten, die auf das verminderte Schichtvolumen zurückzuführen ist. Anhand der Verschiebung der Winkelposition des HfN(200)- und FeCo(110)-Reflexes gegenüber der jeweiligen theoretischen Position zu höheren Winkeln ist ersichtlich, dass beide Gitter sowohl vor als auch nach dem Plasmaätzen gestaucht sind. Außerdem ist die Winkelposition des TiN(200)-Reflexes der ungeätzten Schicht gegenüber der theoretischen Position leicht zu höheren Winkeln verschoben, was auf ein gestauchtes Gitter schließen lässt. Diese Gitterdeformation wird zunächst durch einen Materialabtrag von 16 nm verstärkt. Bei weiterem Materialabtrag verschiebt sich die TiN(200)-Winkelposition zu kleineren Winkeln, sodass die Schichten nach dem Plasmaätzen teilweise ein aufgeweitetes Gitter besitzen. Dies kann beispielsweise durch Ar-Implantationen, durch den Beschuss von Ar-Ionen induzierte Schichtspannungen oder durch schichtdickenabhängige Eigenspannungen verursacht worden sein. Eine generelle Abhängigkeit der TiN(200)-Winkelposition vom Materialabtrag lässt sich jedoch nicht feststellen.

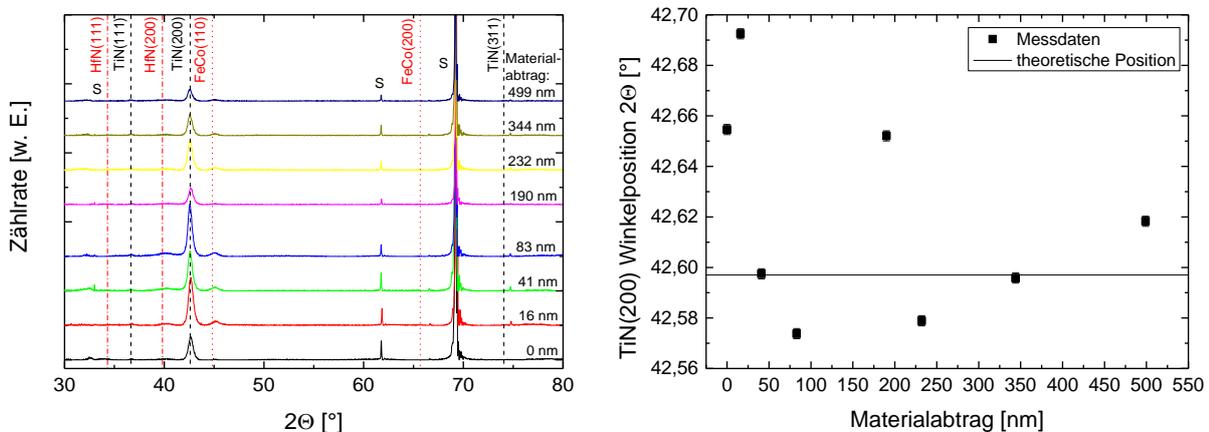


Abbildung 5-66: Röntgendiffraktogramme und TiN(200) Winkelposition der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht in Abhängigkeit vom Materialabtrag durch Plasmaätzen. Substratreflexe sind mit einem „S“ gekennzeichnet.

5.2.3.3 Einfluss des Materialabtrags auf die mechanischen Eigenschaften

Die Änderung der uniaxialen Anisotropie und die Verschiebung der TiN(200) Winkelposition in Abhängigkeit des Materialabtrags mittels Plasmaätzens haben gezeigt, dass durch das Ätzen möglicherweise Schichtspannungen induziert werden oder die Schichteigenspannungen eine Abhängigkeit von der Schichtdicke besitzen. Daher wird im Folgenden der Einfluss des Materialabtrags durch Plasmaätzen auf die Schichteigenspannungen untersucht. In Abbildung 5-67 links sind jeweils die gemessenen

Eigenspannungen σ_e vor und nach dem Plasmaätzen in Abhängigkeit des Materialabtrags für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht zu sehen. In guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen aus Abschnitt 5.1.1.3 besitzen die Proben nach der Konditionierung tensile Eigenspannungen. Auch nach dem Plasmaätzen weisen die Schichten tensile Eigenspannungen auf, die, bis auf eine Ausnahme, gegenüber denen vor dem Ätzen reduziert sind. Weiterhin zeigt Abbildung 5-67 links eine geringfügige Abhängigkeit der Schichteigenspannungen mit zunehmendem Materialabtrag beziehungsweise mit sinkender Gesamtschichtdicke. So nehmen die tensilen Eigenspannungen nach dem Ätzen bis zu einem Materialabtrag von 83 nm zu, bleiben anschließend bis zu einem Abtrag von 190 nm annähernd konstant, nehmen bei einem Materialabtrag von 232 nm wieder ab und bleiben für höhere Abträge nahezu unverändert. Dieser Verlauf der Schichteigenspannungen nach dem Ätzen kann möglicherweise auf einen Spannungsgradienten über die Schichtdicke der konditionierten Viellagenschichten zurückgeführt werden, der durch den sukzessiven Materialabtrag sichtbar wird. Überdies können die Schichteigenspannungen auch durch den Ätzprozess selbst beeinflusst worden sein. Die gemessenen Eigenspannungen nach dem Ätzen $\sigma_{e,Gesamt}$ enthalten neben dem Einfluss durch die Konditionierung auch den des Ätzens $\sigma_{e,Gesamt} = \sigma_{Konditionierung} + \sigma_{\text{Ätz}}$. Die Abnahme der tensilen Schichteigenspannungen $\sigma_{e,Gesamt}$ gegenüber denen vor dem Ätzen $\sigma_{Konditionierung}$ wird daher durch kompressive Spannungen $\sigma_{\text{Ätz}}$ hervorgerufen, die durch das Ätzen erzeugt werden. Aus der Differenz der Krümmungsradien vor und nach dem Ätzen lässt sich der Krümmungsradius $R_{\text{Ätz}} = R_{Gesamt} \cdot R_{Konditionierung} / (R_{Gesamt} - R_{Konditionierung})$ berechnen, welcher einer durch das Ätzen hervorgerufenen Krümmung entspricht. Daraus wiederum kann mithilfe der Stoney-Gleichung aus Gleichung (4.16) und bei bekanntem Schichtabtrag die durch das Plasmaätzen in der Schicht erzeugte Spannung $\sigma_{\text{Ätz}}$ ermittelt werden. Abbildung 5-67 rechts zeigt $\sigma_{\text{Ätz}}$ in Abhängigkeit des Materialabtrags durch Plasmaätzen. Wie bereits vermutet werden durch den Ar-Ionenbeschuss weitestgehend kompressive Spannungen in der Schicht induziert. Außerdem lässt sich feststellen, dass $\sigma_{\text{Ätz}}$ für den geringsten Materialabtrag am höchsten sind. Offensichtlich ist hier der Energieeintrag der Ar-Ionen im Verhältnis zum Materialabtrag am größten. Mit steigendem Materialabtrag nehmen die durch das Ätzen erzeugten kompressiven Spannungen ab und sind ab einem Abtrag von 232 nm nahezu konstant. Ein Einfluss der Temperatur auf die Eigenspannungsänderungen kann vernachlässigt werden, da diese während des Ätzens maximal 65 °C betrug.

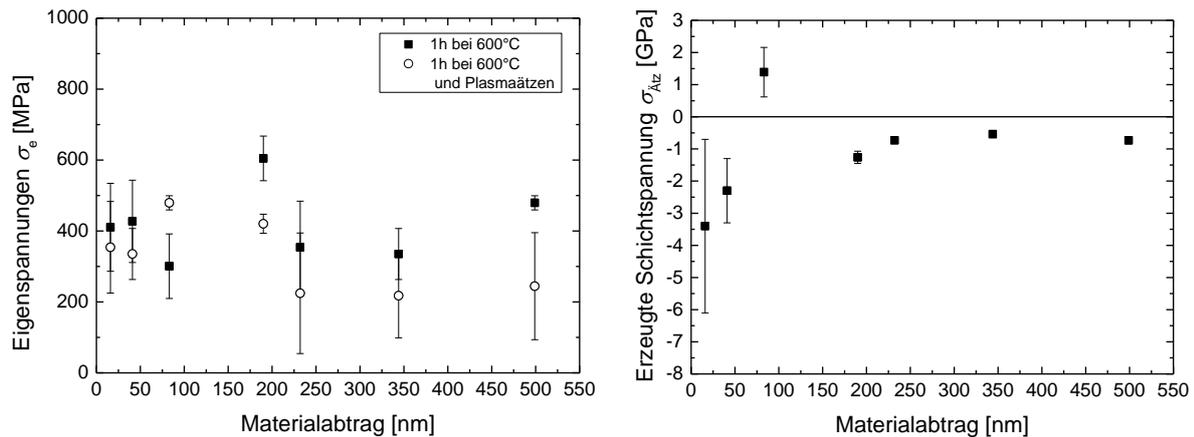


Abbildung 5-67: Links: Eigenspannungen σ_e vor und nach dem Plasmaätzen in Abhängigkeit des Materialabtrags für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht. Rechts: Aus der Differenz der Eigenspannungen vor und nach dem Ätzen wurde bezogen auf den jeweiligen Materialabtrag die durch das Ätzen in der Schicht erzeugte Spannung $\sigma_{\text{Ätz}}$ gemäß der Stoney-Gleichung (Gl. (4.16)) berechnet.

Abbildung 5-68 zeigt die Härte H und den reduzierten E-Modul E_r vor und nach dem Plasmaätzen in Abhängigkeit des Materialabtrags für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht. Bei diesen Versuchen wurde die Eindringtiefe der Prüfspitze an die verbleibende Schichtdicke angepasst, um einen Substrateinfluss auf die Messwerte zu vermeiden.

Die ungeätzte Schicht besitzt Werte für die Härte und den reduzierten E-Modul, die in guter Übereinstimmung mit denen aus Abschnitt 5.1.1.3 sind. Nach einem Materialabtrag von jeweils 16, 41 und 83 nm ist ein Anstieg der Härte und des reduzierten E-Moduls gegenüber der ungeätzten Schicht zu beobachten. Diese Schichten weisen jedoch über die Probenfläche verteilt stark schwankende Werte auf, sodass sich eine große Streuung ergibt. Mit zunehmendem Materialabtrag bis 190 nm sinken die Härte und der reduzierte E-Modul sowie die Streuung dieser Werte wieder und bleiben bei weiterer Erhöhung des Materialabtrags nahezu unverändert. Diese Beobachtungen stimmen gut mit dem Verlauf der Schichteigenspannungen nach dem Ätzen sowie mit dem Verlauf von $\sigma_{\text{Ätz}}$ in Abhängigkeit vom Materialabtrag überein.

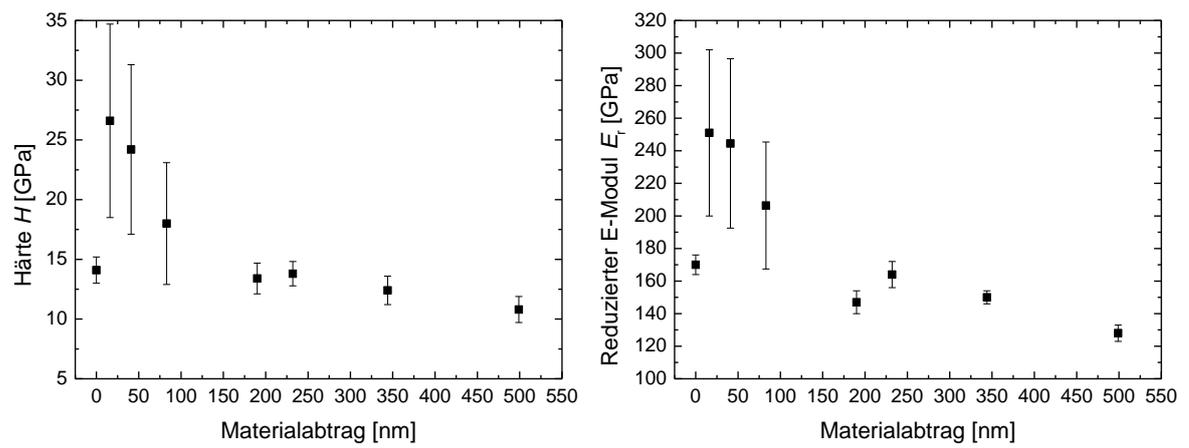


Abbildung 5-68: Härte H und reduzierter E-Modul E_r vor und nach dem Plasmaätzen in Abhängigkeit des Materialabtrags für die bei 600 °C konditionierte $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}/Ti_{51}N_{49}$ Viellagenschicht.

6 Diskussion

Das vorangegangene Kapitel präsentierte die Ergebnisse zur Variation des Viellagenaufbaus, zur Optimierung der Oxidationsbeständigkeit mittels einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage und zur Charakterisierung der Sensorfunktionalität unter externer Belastung im Hinblick auf Dehnung, Temperaturerhöhung und Materialabnahme bezüglich $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten mit kombinierten Schutz- und Sensoreigenschaften.

In diesem Kapitel werden zum einen die Zusammenhänge zwischen der Variation der Grenzflächenanzahl, des magnetischen Volumenanteils, der $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage sowie der Konditionierungstemperatur und den erzielten strukturellen, magnetischen und mechanischen Schichteigenschaften erörtert und hinsichtlich möglicher Sensoranwendungen bewertet. Daraus werden materialwissenschaftliche Erkenntnisse zur Herstellung von Viellagenfunktionsschichten für die Hochfrequenz-Sensorik abgeleitet.

Zum anderen werden zur Beurteilung der Sensoreigenschaften die statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften der Sensorschutzschicht mit den Einflussgrößen von mechanisch induzierten Schichtspannungen, der Schichttemperatur und des Schichtvolumens korreliert und in Bezug auf die Sensorfunktionalität bewertet. Zur Gesamtbeurteilung des Schichtzustands wird des Weiteren die dehnungs- und temperaturabhängige Grenzfrequenz sowie die Zusammenhänge zwischen der thermischen Belastung und des Materialabtrags mit der Mikrostruktur und den mechanischen Eigenschaften diskutiert.

6.1 Schichtsystem Fe-Co-Hf-N/Ti-N

Der folgende Abschnitt beleuchtet die strukturellen, magnetischen und mechanischen Eigenschaften im Zusammenhang mit der Variation der Doppellagenanzahl n , des magnetischen Volumens V_{mag} , der $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage sowie der Konditionierungstemperatur.

6.1.1 Mikrostruktur

In allen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten konnte unabhängig von der Nachbehandlung eine nanokristalline kfz TiN-Phase mit (200)-Textur nachgewiesen werden. Abbildung 6-1 verdeutlicht schematisch die Abhängigkeit der TiN(200)-Winkelposition und Halbwertsbreite $FWHM$ von der Doppellagenanzahl n , dem magnetischen Volumen V_{mag} sowie der Schichtnachbehandlung. Zusätzlich sind als Vergleich die Werte bezüglich der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage eingetragen.

Wie zu erkennen ist, zeigt sowohl die TiN(200)-Winkelposition als auch die TiN(200)-Halbwertsbreite eine deutliche Abhängigkeit von der Doppellagenanzahl n und damit

verbunden der Anzahl an Grenzflächen. Im Folgenden wird der Einfluss der Doppellagenanzahl n auf die TiN-Gitterstruktur für die unbehandelten und die konditionierten Viellagenschichten diskutiert.

Unbehandelte Viellagenschichten

Die Verschiebung der TiN(200)-Winkelposition zu kleineren Winkeln ist für die unbehandelten Viellagenschichten am größten. Die damit verbundene aufgeweitete Gitterstruktur kann durch Eigenspannungen oder Fremdatomeinbau in das TiN-Gitter hervorgerufen worden sein. Weiterhin ist aus Abbildung 6-1 zu erkennen, dass die TiN-Gitterdeformation und die TiN(200)-Halbwertsbreite von $n = 7$ bis $n = 28$ etwa gleichbleibend sind, ab einer Doppellagenanzahl von $n \geq 57$ stark zunehmen und schließlich für das Schichtsystem mit 399 Doppellagen am größten sind.

Anhand von TEM-Beugungsbildern konnte für die Schichtsysteme mit $n = 7$ und $n = 108$ Doppellagen neben der kfz TiN-Phase eine amorphe FeCo-Phase nachgewiesen werden. In der Hochauflösungsaufnahme der Schicht mit $n = 108$ Doppellagen wurden außerdem teilweise TiN(200)-Netzebenen beobachtet, die in die angrenzende Fe-Co-Hf-N Lage hineinreichten. Dies ließ auf ein lokales kohärentes Wachstum und auf die lokale Bildung einer kfz (Ti, Fe, Co, Hf)N-Substitutionsmischphase schließen.

Das TEM-Beugungsbild der Schicht mit der höchsten Anzahl an Doppellagen $n = 399$ offenbarte nur Reflexe bezüglich einer kubisch-flächenzentrierten Gitterstruktur. Weiterhin zeigten Hochauflösungsbilder dieser Schicht (200)-Netzebenen der TiN-Phase, welche über viele Lagen hinweg parallel zueinander verliefen. Demnach bildet sich das kfz TiN-Kristallgitter dieses Schichtsystems unabhängig von Lagengrenzen aus. Daraus lässt sich schließen, dass ein Einbau von Fe-, Co- und Hf-Atomen durch Substitution der Ti-Atome in die kfz TiN-Gitterstruktur und somit die Bildung einer (Ti, Fe, Co, Hf)N-Mischphase in der kfz TiN-Gitterstruktur stattgefunden hat. Diese Annahme basiert auf dem von Klever aufgestellten Wachstumsmodell zu (Fe,Co,Ti)N/TiN Viellagenschichten [296]. Die metallischen Atomradien betragen für Fe, Co und Hf jeweils $r_{m,Fe} = 128$ pm, $r_{m,Co} = 125$ pm und $r_{m,Hf} = 158$ pm [297], sodass die Abweichungen vom metallischen Atomradius von Ti mit $r_{m,Ti} = 146$ pm [297] klein sind und maximal 14 % betragen. In [296] werden die notwendigen Voraussetzungen zur Bildung einer kfz (Fe,Co,Ti)N-Substitutionsmischkristalllage detailliert beschrieben. Gleichzeitig besitzt dieses Schichtsystem jedoch eine definierte Doppellagenstruktur mit alternierenden Lagen, wie AES-Tiefenprofile und XRR-Messungen zeigten, sodass eine vollständige Durchmischung der Lagen auszuschließen ist. Insgesamt lässt sich daraus ableiten, dass diese Viellagenschicht verschiedenartige Lagen mit kohärentem Aufwuchsverhalten besitzt. In Anlehnung an das von Klever aufgestellte Wachstumsmodell zu (Fe,Co,Ti)N/TiN Viellagenschichten wird für das Schichtsystem mit $n = 399$ Doppellagen auf die Ausbildung einer kfz (Fe,Co,Hf,Ti)N-Substitutionsmischkristalllage anstelle der Fe-Co-Hf-N Lage geschlossen [296]. Weiterhin wurde von Klever beobachtet, dass die kfz TiN-Lagen in heteroepitaktischer Beziehung zu den (Fe,Co,Ti)N Mischkristalllagen aufwachsen und damit die Kristallstruktur des Mischkristalls stabilisieren, wenn die Dicke dieser Mischkristalllage hinreichend klein ist. Diese kritische Dicke wurde zu mindestens 2,2 nm abgeschätzt [296]. Neben dieser kritischen Dicke ist eine genügend hohe kinetische Energie der schichtbildenden Teilchen eine weitere Voraussetzungen zur Bildung der kfz (Fe,Co,Ti)N-Substitutionsmischkristalllage [296]. Die experimentell bestimmte Doppellagendicke der Schicht mit $n = 399$ Doppellagen betrug

$\Delta = 2$ nm, sodass eine Stabilisierung der Mischkristalllage durch die kfz TiN-Lagen möglich ist. Demnach besteht der Viellagenaufbau der Schicht mit der höchsten Anzahl an Doppellagen aus alternierenden $(\text{Ti, Fe, Co, Hf})\text{N}_y/\text{Ti}_{50+x}\text{N}_{50-x}$ Lagen mit heteroepitaktischem Aufwuchsverhalten. Der Einbau von Fremdatomen in das TiN-Gitter führte zu der beobachteten maximalen TiN-Gitteraufweitung.

Basierend auf den vorliegenden Erkenntnissen zu den Schichtsystemen mit niedriger, mittlerer und hoher Doppellagenanzahl wird folgendes Wachstumsmodell zur Abscheidung von Fe-Co-Hf-N/Ti-N Viellagenschichten vorgeschlagen:

- 1) Abscheidung einer Ti-N Lage, welche in ihrer kfz-Gleichgewichtskristallstruktur aufwächst.
- 2) Abscheidung einer Fe-Co-Hf-N Lage. Diese wächst kohärent zur darunterliegenden kfz-TiN Lage auf und bildet einen metastabilen kfz- $(\text{Fe,Co,Hf,Ti})\text{N}$ Mischkristall. In Abhängigkeit der Lagendicke ergeben sich im Folgenden verschiedene Möglichkeiten:

Hohe Doppellagenanzahl n und folglich geringe Fe-Co-Hf-N Lagendicke

Durch das Aufwachsen der nächsten TiN Lage in der kfz-Gitterstruktur wird der kfz-Mischkristall in der Fe-Co-Hf-N Lage stabilisiert.

Geringe Doppellagenanzahl n und folglich große Fe-Co-Hf-N Lagendicke

Bei der Abscheidung der Fe-Co-Hf-N Lage bildet sich an der Grenzfläche zur kfz TiN-Lage der metastabile kfz $(\text{Fe,Co,Hf,Ti})\text{N}$ -Mischkristall aus. Überschreitet die Lagendicke eine kritische Dicke, kann dieser nicht mehr durch die nächste kfz TiN-Lage stabilisiert werden. Daher wächst die Fe-Co-Hf-N Lage im Weiteren amorph auf und der Anteil der nanostabilisierten Mischkristalllagen am Gesamtvolumen nimmt mit steigender Lagendicke und daher mit sinkender Doppellagenanzahl n ab.

Für das Schichtsystem mit $n = 399$ Doppellagen wurde die Stabilisierung des Mischkristalls anhand von TEM-Untersuchungen nachgewiesen. Die Schicht mit $n = 229$ Doppellagen zeigte in den Röntgendiffraktogrammen, analog zu der Schicht mit 399 Doppellagen, einen asymmetrischen TiN(200)-Reflex und eine starke Reflexverbreiterung. Somit kann vermutlich auch in dieser Schicht der Mischkristall stabilisiert werden. In der Schicht mit $n = 108$ konnte anhand von TEM-Hochauflösungsaufnahmen teilweise die lokale Bildung eines Mischkristalls in der Fe-Co-Hf-N Lage aufgezeigt werden. Allerdings ließ sich die Mischkristalllage nur an der Grenzfläche und nicht über die komplette Fe-Co-Hf-N Lage hinweg beobachten. Daher wird in diesem Schichtsystem die Kristallstruktur der Mischkristallphase aufgrund der höheren Fe-Co-Hf-N Lagendicke nicht mehr von der nachfolgenden kfz TiN-Lage stabilisiert. Schichten mit $n \leq 108$ besitzen daher nur an den Lagengrenzflächen dünne Mischkristalllagen, wohingegen die Fe-Co-Hf-N Lagen ansonsten amorph sind. Anhand dessen lässt sich die kritische Fe-Co-Hf-N Lagendicke zur Stabilisierung des Mischkristalls zu etwa 2 nm abschätzen.

Während der Bildung der Mischkristalllage kommt es zu einem Einbau durch Substitution von Fe, Co, und Hf-Atomen in das TiN-Gitter. Damit verbunden ist eine TiN-Gitteraufweitung, die bei der Schicht mit der höchsten Anzahl an Doppellagen maximal ist. Mit sinkender Doppellagenanzahl von $n = 399$ bis $n = 57$ und damit steigender Fe-Co-Hf-N Lagendicke nimmt die TiN-Gitterdeformation aufgrund des sinkenden Anteils der Mischkristalllagen am Gesamtvolumen ab. Für Schichten mit $n \leq 28$ ist der Anteil des

Mischkristalls schließlich so gering, dass keine Abhängigkeit der TiN-Gitteraufweitung mehr von der Doppellagenanzahl beziehungsweise von der Lagendicke besteht. Stattdessen ist die TiN-Gitterdeformation dieser Schichten von Eigenspannungen, die bei der Schichtabscheidung auftreten, geprägt.

Konditionierte Viellagenschichten

Nach der Konditionierung bei 400 °C und 600 °C lässt sich in allen Viellagenschichten eine Abnahme der TiN(200)-Halbwertsbreite aufgrund von Kornwachstum beobachten. Die TiN-Gitterdeformation verringerte sich durch die Konditionierung bei 400 °C infolge von Spannungsrelaxation oder Diffusion der Atome hin zu ihren jeweiligen Gleichgewichtspositionen. Eine weitere Abnahme der Reflexverschiebung hin zu einer vollständigen Relaxation durch die Konditionierung bei 600 °C erfolgte nur für Schichten mit $n \leq 28$. Diese vollständige Relaxation der Gitterabstände deutet auf den Abbau von Eigenspannungen hin. In Schichten mit einer Doppellagenanzahl n größer als 28 kann durch die Konditionierung bei 600 °C keine weitere Reduzierung der Reflexverschiebung im Vergleich zur Konditionierung bei 400 °C erreicht werden. Des Weiteren nimmt die TiN-Gitteraufweitung auch nach der Konditionierung bei 600 °C mit steigender Doppellagenanzahl von $n = 57$ bis $n = 399$ zu.

Wie zuvor dargelegt, bildet sich bei der Abscheidung der Fe-Co-Hf-N-Lage auf die kfz TiN-Lage ein metastabiler kfz (Fe,Co,Hf,Ti)N-Mischkristall aus, der für die Schichtsysteme mit $n = 399$ und $n = 229$ durch die nachfolgende kfz TiN-Lage stabilisiert wird. Durch diese Stabilisierung bleibt die Kristallstruktur des Mischkristalls auch nach der Konditionierung bei 600 °C erhalten. Dies wurde experimentell für die Viellagenschicht mit $n = 399$ Doppellagen anhand von TEM-Beugungsbildern bestätigt. Das TiN-Gitter enthält demnach weiterhin Fremdatome und ist aus diesem Grund für diese Schichten auch nach der Konditionierung bei 600 °C stark aufgeweitet.

Für unbehandelte Viellagenschichten mit größerer Fe-Co-Hf-N Lagendicke kann der Mischkristall nach dem vorgeschlagenen Wachstumsmodell nicht mehr stabilisiert werden. Schichten mit $n \leq 108$ besitzen daher nur an den Lagengrenzflächen dünne Mischkristalllagen, wohingegen die Fe-Co-Hf-N Lagen ansonsten amorph sind. Der Anteil des Mischkristalls am Gesamtvolumen nimmt mit steigender Lagendicke ab. Durch eine Wärmebehandlung im Vakuum kristallisieren die zuvor amorphen Fe-Co-Hf-N Lagen in eine krz FeCo- und eine kfz HfN-Phase, wie im Weiteren noch diskutiert wird. Bei der Kristallisation der HfN-Phase tritt keine Kohärenz zu den bereits kfz TiN-Lagen auf. Weiterhin wird erwartet, dass der metastabile Mischkristall während der Konditionierung in die beiden krz FeCo- und kfz HfN-Gleichgewichtskristallstrukturen zerfällt. Demnach wäre nach der Schichtkonditionierung keine Abhängigkeit mehr der TiN-Gitterdeformation von der Doppellagenanzahl zu beobachten. Stattdessen zeigt sich auch nach der Konditionierung bei 600 °C, dass die TiN-Gitteraufweitung mit steigender Doppellagenanzahl von $n = 57$ bis $n = 399$ zunimmt. Folglich enthält auch das TiN-Gitter der Schichten mit $n \leq 108$ nach der Konditionierung bei 600 °C Fremdatome. Diese Beobachtung kann durch folgende Annahme erklärt werden. Die unbehandelten Viellagenschichten besitzen für $n \leq 108$ an den Lagengrenzflächen einen nanostabilisierten kfz (Fe,Co,Hf,Ti)N-Mischkristall. Durch die Wärmebehandlung kommt es zu einer Diffusion der Fe- und Co-Atome hin zu ihrer Gleichgewichtsposition und zu der Bildung der krz FeCo-Gleichgewichtskristallstruktur. Aus der Literatur ist bekannt, dass HfN und TiN vollständig ineinander löslich sind [53] und eine

lückenlose Mischkristallreihe $Ti_{1-x}Hf_xN$ mit $0 \leq x \leq 1$ bilden [298]. Daher wird angenommen, dass die Hf-Atome während der Wärmebehandlung in der Gitterstruktur des Mischkristalls verbleiben und dieser nur teilweise von einem kfz (Fe,Co,Hf,Ti)N-Mischkristall in einen kfz (Ti,Hf)N-Mischkristall zerfällt. Da der Anteil des Mischkristalls am Gesamtvolumen wie bei den unbehandelten Viellagenschichten mit steigender Fe-Co-Hf-N Lagendicke und damit mit sinkender Doppellagenanzahl n abnimmt, nimmt somit auch die TiN-Gitterdeformation der bei 600 °C konditionierten Schichten mit sinkender Doppellagenanzahl bis $n = 57$ ab. Schichten mit $n \leq 28$ zeigen aufgrund des geringen Anteils des Mischkristalls schließlich keine Abhängigkeit der TiN-Gitteraufweitung mehr von der Doppellagenanzahl. Außerdem sind die TiN-Gitterabstände für Schichtsysteme mit $n \leq 28$ durch den Abbau von Eigenspannungen nach der Konditionierung bei 600 °C vollständig relaxiert.

Insgesamt ist die TiN(200)-Reflexverschiebung für Schichten mit $n \leq 28$ überwiegend von Eigenspannungen und für Schichten mit $n \geq 57$ überwiegend von Fremdatomeinbau geprägt. Daraus lassen sich eine kritische TiN- und Fe-Co-Hf-N-Einzellagendicke von mindestens 18,8 nm beziehungsweise 15 nm ableiten, ab denen Schichteigenspannungen über dem Anteil der Mischkristalllage am Gesamtvolumen dominieren.

Die TiN(200)-Winkelposition und Halbwertsbreite zeigten keine eindeutige Abhängigkeit vom magnetischen Volumen V_{mag} . In dieser Studie betrug die $Ti_{51}N_{49}$ -Lagendicke konstant 67 nm und lag damit deutlich über der kritischen TiN-Lagendicke von 18,8 nm. Daher ist anzunehmen, dass die Mikrostruktur der $Ti_{51}N_{49}$ -Lagen durch eine Erhöhung der $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}$ -Lagendicke nicht beeinflusst wird. Des Weiteren besaßen die wie abgeschiedenen Schichten die größte TiN-Gitteraufweitung, welche infolge der Konditionierung bei 600 °C vollständig relaxierte.

Neben TiN wurde in dieser Arbeit der metastabile Hartstoff Ti-Al-N aufgrund seiner höheren Oxidationsbeständigkeit gegenüber TiN als Decklage verwendet. Das Gleichgewichtsphasendiagramm des ternären Systems Ti-Al-N beinhaltet keine $Ti_{1-x}Al_xN$ Phase, da diese Hartstoffverbindung aufgrund großer Diffusionswege den Gleichgewichtszustand nicht erreicht und somit metastabil ist. Für einen Al-Stoffmengenanteil zwischen $0 \leq x < 0,7$ kristallisiert die metastabile Phase $Ti_{1-x}Al_xN$ basierend auf der TiN Phase in der NaCl-Struktur [69], [70]. Dabei substituieren die kleineren Al-Atome (Atomradius $r_{Al} = 0,125$ nm) die Ti-Atome (Atomradius $r_{Ti} = 0,140$ nm) im TiN-Gitter, sodass ein kfz (Ti,Al)N-Substitutionsmischkristall entsteht, dessen Gitterparameter mit zunehmender Al-Konzentration abnimmt [59]. Für die $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Einlagenschicht konnte mittels der Röntgendiffraktometrie die Bildung einer metastabilen kfz $Ti_{0,5}Al_{0,5}N_y$ -Phase bestätigt werden. Das Gitter des Mischkristalls ist gegenüber dem TiN-Gitter aufgrund der Substitution der Ti- durch die Al-Atome stark gestaucht, sodass die Einlagenschicht hohe Eigenspannungen besitzt. Außerdem besitzt die $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Einlagenschicht ein Stickstoffdefizit von 10 At.%, welches zusätzlich die Schichteigenspannungen beeinflusst. Das Röntgendiffraktogramm der Viellagenschicht mit $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage ließ aufgrund der geringen Lagendicke keine Rückschlüsse auf die Mikrostruktur der Decklage zu. Abbildung 6-1 zeigt, dass die TiN(200)-Winkelposition und Halbwertsbreite dieser Schicht in guter Übereinstimmung mit denen der vergleichbaren Schicht mit sieben Doppellagen ohne $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage sind. Mittels TEM-Beugungsbildern konnte festgestellt werden, dass sowohl die unbehandelte als auch die bei 600 °C konditionierte $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage einphasig in der metastabilen kfz $Ti_{1-x}Al_xN$ -Phase

mit (200)-Textur kristallisiert und einen (Ti,Al)N-Substitutionsmischkristall bildet. Der Gitterparameter der kfz $Ti_{1-x}Al_xN$ -Phase ist verglichen mit dem des kfz TiN-Gitters wegen der Substitution der Ti-Atome durch die kleineren Al-Atome verkleinert. Diese Gitterstauchung bleibt auch nach der Konditionierung erhalten. Darüber hinaus ist der (Ti,Al)N-Gitterparameter der Viellagenschicht aufgrund des Stickstoffdefizits auch gegenüber dem der $Ti_{0,5}Al_{0,5}N$ -Phase verkleinert. Des Weiteren zeigten TEM-Hochauflösungsaufnahmen der bei 600 °C konditionierten Schicht keine Strukturbeziehungen zwischen dem kfz (Ti,Al)N-Substitutionsmischkristall und der kfz HfN-Phase. Somit besitzt die konditionierte Viellagenschicht eine inkohärente Grenzfläche zwischen der $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ und der $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}$ Lage. Außerdem wurde keine Kohärenz zwischen der kfz HfN- und der kfz TiN-Phase festgestellt. Daher ist auch die Grenzfläche zwischen der $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}$ Lage und der angrenzenden $Ti_{51}N_{49}$ Lage inkohärent.

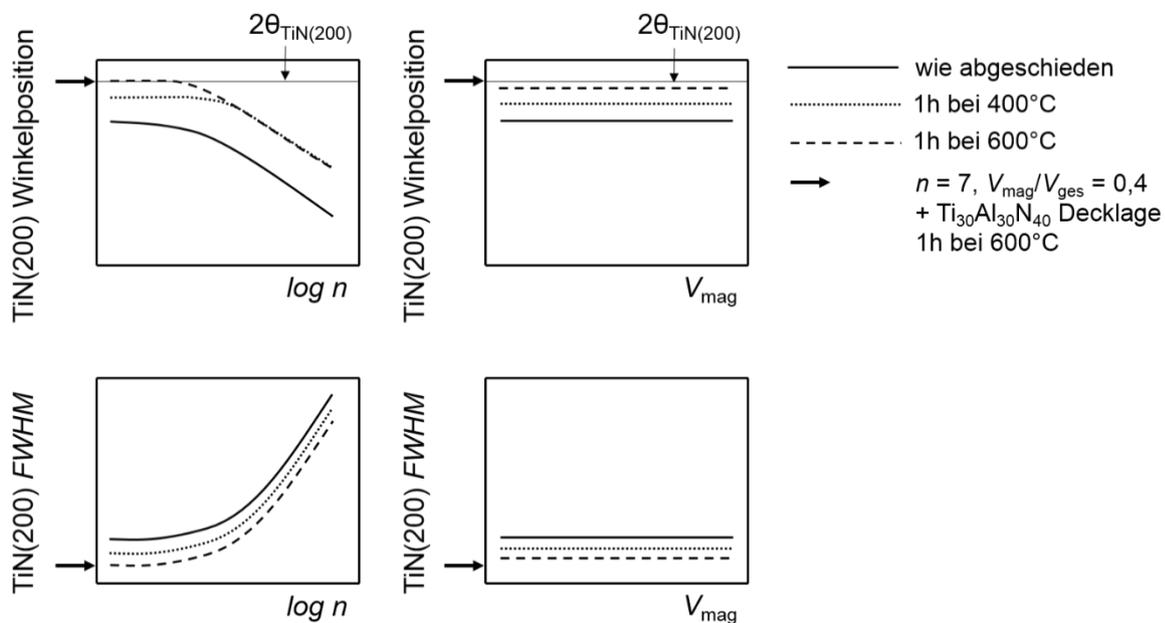


Abbildung 6-1: Schematische Abhängigkeit der TiN(200)-Reflexwinkelposition und Halbwertsbreite *FWHM* von der Doppellagenanzahl n , dem magnetischen Volumen V_{mag} sowie von der Konditionierungstemperatur. Zusätzlich sind als Vergleich die Werte bezüglich der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage eingetragen.

Neben der nanokristallinen kfz TiN-Phase besitzen die wie abgeschiedenen $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}/Ti_{51}N_{49}$ Viellagenschichten, bis auf die Schichtsysteme mit 229 und 399 Doppellagen, eine FeCo- und HfN-Phase. Diese sind zunächst für die wie abgeschiedenen Schichten amorph, wie anhand von TEM-Beugungsbildern nachgewiesen werden konnte. Aufgrund des geringen Materialanteils ließen sich zwar keine Reflexe bezüglich der HfN-Phase identifizieren, jedoch wurde die Existenz der amorphen HfN-Phase anhand einer unbehandelten $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}$ Einlagenschicht geprüft und bestätigt. Nach der Konditionierung bei 400 °C erwiesen sich beide Phasen für Viellagenschichten mit einer $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}$ Einzellagendicke bis 146,5 nm weiterhin als röntgenamorph. Erst ab Lagendicken von 198,9 nm wurde in den Röntgendiffraktogrammen aufgrund des hohen magnetischen Schichtvolumens eine nanokristalline krz FeCo-Phase sichtbar, wohingegen die HfN-Phase weiterhin röntgenamorph erschien. Von Seemann et al. wurde mittels TEM-

Beugungsbildern ermittelt, dass die FeCo-Phase bereits bei 300 °C anfängt zu kristallisieren und daher eine kleinere Kristallisationstemperatur als die HfN-Phase besitzt [27]. Während der Konditionierung bei 600 °C kristallisiert schließlich auch die HfN-Phase, sodass alle Viellagenschichten neben der kfz TiN-Phase, bis auf die Schichtsysteme mit 229 und 399 Doppellagen, jeweils eine polykristalline kfz FeCo- und eine polykristalline kfz HfN-Phase besitzen. Eine Strukturbeziehung zwischen der kfz HfN- und der kfz TiN-Phase ließ sich weder in den XRD-Messungen noch in den TEM-Untersuchungen feststellen. Somit tritt bei der Kristallisation der kfz HfN-Phase keine Kohärenz zu den bereits kristallinen kfz TiN-Lagen auf.

Aufgrund kleiner Korndurchmesser waren die Reflexe bezüglich der FeCo- und HfN-Phase in den Röntgendiffraktogrammen der konditionierten Viellagenschichten jedoch stark verbreitert. Weiterhin zeigten die Röntgendiffraktogramme der Viellagenschichten mit variierender Doppellagenanzahl n nach der Konditionierung bei 600 °C eine geringe Gitterstauchung sowohl der FeCo- als auch der HfN-Phase. Aufgrund des höheren magnetischen Schichtvolumens konnten die Winkelposition und Halbwertsbreite $FWHM$ des FeCo(110)- und HfN(200)-Reflexes am besten in Abhängigkeit vom magnetischen Volumen V_{mag} bei einer Doppellagenanzahl von $n=7$ studiert werden, welche in Abbildung 6-2 schematisch dargestellt sind. Zusätzlich sind als Vergleich die Werte für den FeCo(110)-Reflex der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage eingetragen. Auch hier zeigt sich, dass beide Gitter nach der Konditionierung bei 600 °C gestaucht sind. Die FeCo- und HfN-Gitterstauchungen bildet sich also unabhängig von der Doppellagenanzahl sowie der $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}$ Einzellagendicke aus. Dementsprechend weisen die $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}$ Lagen nach der Konditionierung bei 600 °C Zugeigenspannungen auf, die insbesondere bei der Diskussion der auftretenden Beiträge zum Anisotropiefeld berücksichtigt werden müssen.

Bei der hier beobachteten Gitterstauchung ist der FeCo- und HfN-Gitterparameter senkrecht zur Schichtoberfläche gegenüber der jeweiligen theoretischen Erwartung verkleinert. Beim Abkühlen der Schicht von 600 °C auf Raumtemperatur entstehen durch den höheren nach Schichtanteilen gemittelten thermischen Ausdehnungskoeffizient der Schicht $\alpha_F = 10,1 \text{ ppm K}^{-1}$ gegenüber dem des Si-Substrats mit $\alpha_S = 2,7 \text{ ppm K}^{-1}$ [283] Zugeigenspannungen, die die Stauchung des FeCo- und HfN-Gitters senkrecht zur Schichtoberfläche hervorrufen. Die beim Abkühlen auftretenden Zugeigenspannungen beeinflussen auch das TiN-Gitter. Dieses ist für die wie abgeschiedenen Viellagenschichten senkrecht zur Schichtoberfläche aufgeweitet und besitzt damit Druckspannungen, wie bereits diskutiert wurde. Während der Wärmebehandlung können die Druckeigenspannungen des TiN-Gitters je nach Temperatur teilweise bis vollständig relaxieren. Findet temperaturbedingt nur eine teilweise Spannungsrelaxation statt, so ist der TiN-Gitterparameter senkrecht zur Schichtoberfläche auch während der Wärmebehandlung vergrößert. Die beim Abkühlen der Schicht auftretenden Zugspannungen führen zu einer Stauchung des TiN-Gitterparameters senkrecht zur Schichtoberfläche. Insgesamt nimmt somit das TiN-Gitter in dieser Richtung nach der Konditionierung bei 600 °C seine Gleichgewichtsposition an, wie bereits experimentell festgestellt wurde.

Auch das FeCo- und HfN-Gitter der Viellagenschicht mit $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage ist nach der Konditionierung bei 600 °C gestaucht, wobei der anhand der TEM-Beugungsbilder experimentell bestimmte FeCo-Gitterparameter $a_{FeCo} = 0,264 \pm 0,002 \text{ nm}$ deutlich geringer

als der der vergleichbaren Viellagenschicht ohne $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage mit $a_{FeCo} = 0,287 \pm 0,002$ nm ist. Somit scheint die $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage nach der Konditionierung bei 600 °C eine zusätzliche FeCo-Gitterverzerrung zu bewirken, was sich auch auf die magnetischen Eigenschaften dieser Schicht auswirkt. Da das (Ti,Al)N-Gitter stark gestaucht ist und Zugspannungen aufweist, übertragen diese möglicherweise Spannungen auf die $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}$ Lage und bewirken so die zusätzliche FeCo-Gitterstauchung.

Weiterhin zeigt Abbildung 6-2, dass der FeCo-Korndurchmesser unabhängig von der $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}$ Einzellagendicke ist, wohingegen der HfN-Korndurchmesser mit steigendem magnetischem Volumen zunimmt. Dieser Anstieg kann beispielsweise auf die gleichzeitig zunehmende Einzellagendicke $d_{FeCoHfN}$ zurückgeführt werden, die bei inkohärenten Lagengrenzen eine obere Grenze für den Korndurchmesser darstellt. Insgesamt besitzen die FeCo-Körner einen größeren mittleren Durchmesser als die HfN-Körner, sodass die FeCo-Körner von den nicht-magnetischen HfN-Körnern umgeben sind. Der FeCo-Korndurchmesser der Viellagenschicht mit $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage ist gegenüber dem der Schichten ohne $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage leicht vergrößert, wie ein Vergleich der FeCo(110)-Halbwertsbreiten ergab. Diese Erkenntnis muss bei der Diskussion der statischen magnetischen Eigenschaften mitberücksichtigt werden, da sowohl die effektive Anisotropie (K) als auch das Koerzitivfeld stark vom FeCo-Korndurchmesser abhängen.

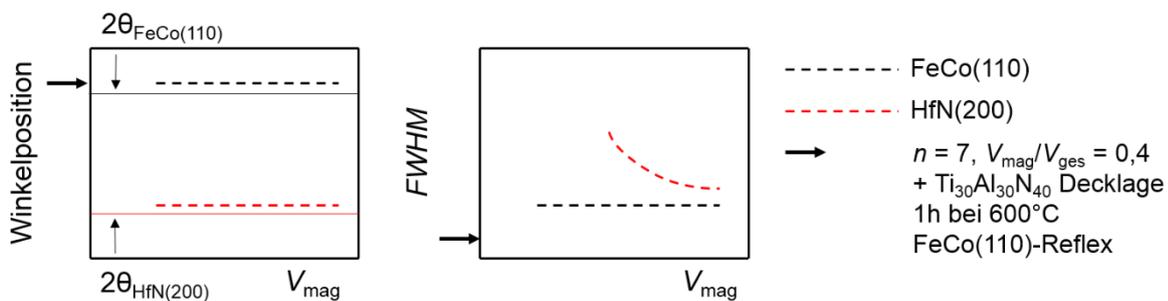


Abbildung 6-2: Winkelposition und Halbwertsbreite $FWHM$ des FeCo(110)- und HfN(200)-Röntgenreflexes in Abhängigkeit vom magnetischen Volumen V_{mag} . Zusätzlich sind als Vergleich die Werte für den FeCo(110)-Reflex der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage eingetragen.

6.1.2 Magnetische Eigenschaften

In Abbildung 6-3 sind schematisch die Abhängigkeiten der statischen magnetischen Eigenschaften von der Doppellagenanzahl n , dem magnetischen Volumen V_{mag} sowie von der Konditionierungstemperatur dargestellt. Als Vergleich sind die Werte der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage eingetragen.

Die Ergebnisse zur Variation des Viellagensaufbaus haben gezeigt, dass die Sättigungspolarisation J_s keine eindeutige Abhängigkeit von der Doppellagenanzahl n und dem magnetischen Volumen V_{mag} besitzt. Dahingegen konnte teilweise eine Abhängigkeit von der Konditionierungstemperatur festgestellt werden. Daher ist in Abbildung 6-3 exemplarisch für die Viellagenschicht mit sieben Doppellagen und einem magnetischem Volumenanteil von $V_{mag}/V_{ges} = 0,4$ der Einfluss der Konditionierungstemperatur auf J_s

gezeigt. Wie zu erkennen ist, steigt die Sättigungspolarisation mit zunehmender Konditionierungstemperatur leicht an. Die Magnetisierung eines ferromagnetischen Materials ist durch die Anzahl N_m der magnetischen Momente pro Volumen V definiert. Die wie abgeschiedenen Schichten weisen eine amorphe FeCo-Phase auf, wohingegen die bei 400 °C und bei 600 °C konditionierten Schichten eine polykristalline FeCo-Phase besitzen. Daher ist es möglich, dass aufgrund von Kristallisationsvorgängen und Diffusion der Fe- und Co-Atome hin zu ihrer Gleichgewichtsposition im FeCo-Gitter die effektive Anzahl an magnetischen Momenten pro Volumen beziehungsweise die Kopplung zwischen den Momenten erhöht wird, was in einer Erhöhung der Sättigungspolarisation mit steigender Konditionierungstemperatur resultiert. Zum Vergleich ist die Sättigungspolarisation der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage zu sehen, die in guter Übereinstimmung mit der der Viellagenschicht ohne $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage ist. Folglich besitzen unterschiedliche Decklagen, wie erwartet, keinen Einfluss auf die Sättigungspolarisation.

Die Koerzitivfeldstärke ist ein Maß für die Ummagnetisierungsenergie eines Materials und sollte für ferromagnetische Schichten für Hochfrequenzanwendungen möglichst klein sein, um Energieverluste zu minimieren. In Abschnitt 2.1.3 wurde dargelegt, dass das Koerzitivfeld polykristalliner Materialien nach Herzer stark vom Korndurchmesser D abhängt [18]. Der FeCo-Korndurchmesser wiederum steigt infolge von Kornwachstum mit höherer Konditionierungstemperatur an. Infolgedessen besitzen bei 600 °C konditionierte Schichten ein höheres Koerzitivfeld als bei 400 °C konditionierte, wie in Abbildung 6-3 zu erkennen ist. Dagegen besitzen die bei 400 °C konditionierten Schichten tendenziell ein kleineres Koerzitivfeld als die wie abgeschiedenen Schichten, da durch die Wärmebehandlung Diffusionsvorgänge induziert werden, die zu einer Umorientierung der Atome und zu einer Erhöhung der Ordnung führen, welche die Ummagnetisierung des magnetischen Materials erleichtern. Des Weiteren konnte experimentell festgestellt werden, dass sowohl die bei 400 °C als auch die bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten allesamt ein höheres Koerzitivfeld als die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht nach der gleichen Konditionierung aufweisen. Die Ausrichtung der Domänen im äußeren Feld wird in den Viellagenschichten durch Lagengrenzflächen behindert, welche als Pinningzentren wirken. Daher wird mehr Energie zur Ummagnetisierung des magnetischen Materials benötigt, was zu einem höheren Koerzitivfeld führt. Das Koerzitivfeld weist deutliche Abhängigkeiten von der Doppellagenanzahl n und dem magnetischen Volumen V_{mag} auf, wie aus Abbildung 6-3 ersichtlich wird. Die Viellagenschichten mit einer hohen Doppellagenanzahl $n > 28$ besitzen nach der Konditionierung ein höheres Koerzitivfeld als die Schichten mit $n \leq 28$. Diese Beobachtung stützt die Annahme, dass die Ausrichtung der magnetischen Domänen durch Grenzflächen behindert wird. Daher resultiert eine höhere Grenzflächenanzahl in einem höheren Koerzitivfeld. Im Gegensatz dazu ist die Änderung des Koerzitivfeldes für Schichten mit einer niedrigen Doppellagenanzahl für $n \leq 28$ gering und kann daher als unabhängig von der Anzahl der Doppellagen n angesehen werden. Dies entspricht einer $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einzellagendicke von $d_{\text{FeCoHfN}} = 15$ nm. Trotzdem wird das Koerzitivfeld dieser Schichten weiterhin von den Lagengrenzen beeinflusst, da $\mu_0 H_c$ dieser Schichten über dem der Einlagenschicht liegt. Eine Annäherung des Koerzitivfeldes der konditionierten Viellagenschichten an das der Einlagenschicht erfolgt erst mit Erhöhung der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einzellagendicke auf $d_{\text{FeCoHfN}} = 119$ nm. Somit stellt diese Dicke eine untere Grenze dar, ab

der das Koerzitivfeld nicht mehr von den Lagengrenzen der Viellagenschicht beeinflusst wird. Dahingegen zeigt das Koerzitivfeld der wie abgeschiedenen Schichten ab $d_{\text{FeCoHfN}} = 147$ nm einen Anstieg mit steigender $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einzellagendicke, welche sich damit der Schichtdicke der Einlagenschicht annähert. Die unbehandelte Einlagenschicht besitzt aufgrund von hohen kompressiven Schichteigenspannungen Domänen senkrecht zur Schichtebene mit abwechselnder Orientierung der magnetischen Momente, die auch als Streifendomänen bezeichnet werden und zu einer breiteren Hysteresekurve mit einem hohen Koerzitivfeld führen [299]. Dahingegen weisen wie abgeschiedene Viellagenschichten mit kleinen Einzellagendicken im Vergleich zur Schichtdicke der Einlagenschicht keine Streifendomänen auf, da die Ausbildung der Domänen senkrecht zur Schichtebene durch den Viellagenaufbau verhindert wird. Dieses Verhalten wurde auch von Singh et al. an $[\text{FeTaC}/\text{Ta}]_n/\text{FeTaC}$ Viellagenschichten im Vergleich zu FeTaC Einlagenschichten beobachtet [300]. Höhere Einzellagendicken d_{FeCoHfN} im Bereich der Schichtdicke der Einlagenschicht ermöglicht daher in Kombination mit kompressiven Schichteigenspannungen die Ausbildung von Streifendomänen. Somit steigt das Koerzitivfeld der unbehandelten Schichten mit steigendem magnetischem Volumenanteil aufgrund der Ausbildung von Streifendomänen an. Durch eine Wärmebehandlung werden die Eigenspannungen abgebaut, sodass weder die konditionierte Einlagenschicht noch die Viellagenschichten mit $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einzellagendicken von $d_{\text{FeCoHfN}} = 119$ nm Streifendomänen besitzen. Das Koerzitivfeld der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage ist gegenüber der vergleichbaren Viellagenschicht mit $n = 7$ und $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,4$ ohne $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage erhöht. Die Hysteresekurve dieser Schicht zeigte eine Stufe in der leichten Polarisationsrichtung beim Ausrichten der Domänen entlang des äußeren Magnetfeldes. Dies bedeutet, dass die magnetischen Momente nicht einheitlich und homogen in Richtung der leichten Magnetisierungsachse umklappen. Möglicherweise existieren Bereiche unterschiedlicher Magnetisierungsrichtungen, die durch die erhöhten Spannungen und Gitterverzerrungen der $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage verursacht sein könnten. Wie im vorigen Abschnitt dargelegt wurde, ruft die $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage nach der Konditionierung bei 600 °C eine höhere FeCo-Gitterverzerrung hervor, welche für die beobachtete Stufe und das gegenüber der Schicht ohne Decklage erhöhte Koerzitivfeld verantwortlich sein kann. Des Weiteren ist der FeCo-Korndurchmesser der Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage im Vergleich zu dem der Schicht ohne $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage vergrößert, was aufgrund der Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke vom Korndurchmesser in einem gegenüber der Viellagenschicht ohne $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage erhöhtem Koerzitivfeld resultiert.

Für eine homogene Präzession der magnetischen Momente im externen Hochfrequenzfeld wird eine einachsige Vorzugsrichtung der magnetischen Momente in der Schichtebene benötigt. Diese uniaxiale Anisotropie wurde über die Konditionierung im Vakuum und im Magnetfeld für eine Stunde bei 400 °C beziehungsweise bei 600 °C thermisch induziert. Wie allerdings aus Abbildung 6-3 hervorgeht, konnte nur für Schichtsysteme mit einer Doppellagenanzahl von $n \leq 28$ eine uniaxiale Anisotropie eingepreßt werden, wohingegen Schichten mit $n > 28$ keine uniaxiale Anisotropie in der Schichtebene besitzen. Somit existiert eine Mindestlagendicke $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ von $d_{\text{FeCoHfN}} = 15$ nm, ab der eine uniaxiale Anisotropie in der Viellagenschicht induziert werden kann. Gleichzeitig wurde für die Schichtsysteme mit einer hohen Doppellagenanzahl mit $n > 28$ ein stark ansteigendes Koerzitivfeld mit steigender Doppellagenanzahl n beobachtet. Ein hohes Koerzitivfeld kann

auf die Ausbildung von Streifendomänen hindeuten. Streifendomänen werden durch hohe kompressive Schichtspannungen hervorgerufen, die aufgrund der magnetoelastischen Kopplung eine Anisotropie induzieren, welche zur Minimierung der magnetoelastischen Energie senkrecht zur Schichtebene orientiert ist. Jedoch sind die Viellagenschichten nach der Konditionierung bei 600 °C nahezu spannungsfrei, wie in Abbildung 5-22 gezeigt wurde. Das Kristallgitter des Mischkristalls an den Lagengrenzflächen ist jedoch aufgeweitet und besitzt damit kompressive Eigenspannungen in der Schichtebene. Diese Spannungen übertragen sich auf die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lage und können gerade bei kleinen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einzellagendicken nicht relaxieren. Somit erzeugen diese lokalen Spannungen Streifendomänen in Schichten mit einer hohen Doppellagenanzahl, was geringen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einzellagendicken entspricht. Einhergehend damit ist das Induzieren einer Anisotropie senkrecht zur Schichtebene, sodass Schichten mit $n > 28$ keine uniaxiale Anisotropie in der Schichtebene aufweisen. Dahingegen besitzen die Schichtsysteme für $n \leq 28$ eine einachsige Vorzugsrichtung der magnetischen Momente in der Schichtebene, wobei deren Abhängigkeit von der Doppellagenanzahl n vermutlich auch von Schichtspannungen geprägt ist. Bei Erhöhung des magnetischen Volumens V_{mag} durch größere $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einzellagendicken nimmt der Einfluss der Eigenspannungen auf die uniaxiale Anisotropie ab, da an den Lagengrenzflächen induzierte Spannungen über die Lagendicke hinweg besser relaxieren können. Neben Schichtspannungen wird die uniaxiale Anisotropie außerdem von der Konditionierungstemperatur beeinflusst. Durch höhere Konditionierungstemperaturen kommt es zu einem verstärkten FeCo-Kornwachstum. Aufgrund der Abhängigkeit des mittleren magnetokristallinen Anisotropiekoeffizienten $\langle K_1 \rangle$ vom Korndurchmesser D nimmt der Beitrag der magnetokristallinen Anisotropie bei höheren Konditionierungstemperaturen zu und behindert das Einprägen einer einachsigen magnetischen Vorzugsrichtung entlang des äußeren magnetischen Feldes. Deswegen wird die uniaxiale Anisotropie von einer magnetokristallinen Anisotropie überlagert, welche durch die Bildung einer polykristallinen FeCo-Phase während der Wärmebehandlung begünstigt wird. Zur Unterdrückung der effektiven magnetokristallinen Anisotropie wurde das weichmagnetische Material FeCo mit der refraktären Metall-Nitrid Verbindung HfN zum ferromagnetischen Werkstoff Fe-Co-Hf-N kombiniert, wobei die HfN-Korngrenzen das Wachstum der FeCo-Körner hemmen und als FeCo-Kornverfeinerer agieren [27]. Daher ist es in dieser Arbeit gelungen, nach der Konditionierung bei 600 °C im Vergleich zu FeCo/TiN Viellagenschichten mit einem maximalen Anisotropiefeld von $\mu_0 H_u = 2,0$ mT hohe uniaxiale Anisotropiefelder von bis zu $\mu_0 H_u = 6,0$ mT einzuprägen [296]. Auch die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage besitzt nach der Konditionierung bei 600 °C ein hohes uniaxiales Anisotropiefeld, welches gegenüber der vergleichbaren Viellagenschicht ohne $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage leicht erhöht ist. Dies kann beispielsweise durch die höhere FeCo-Gitterverzerrung dieser Schicht verursacht worden sein.

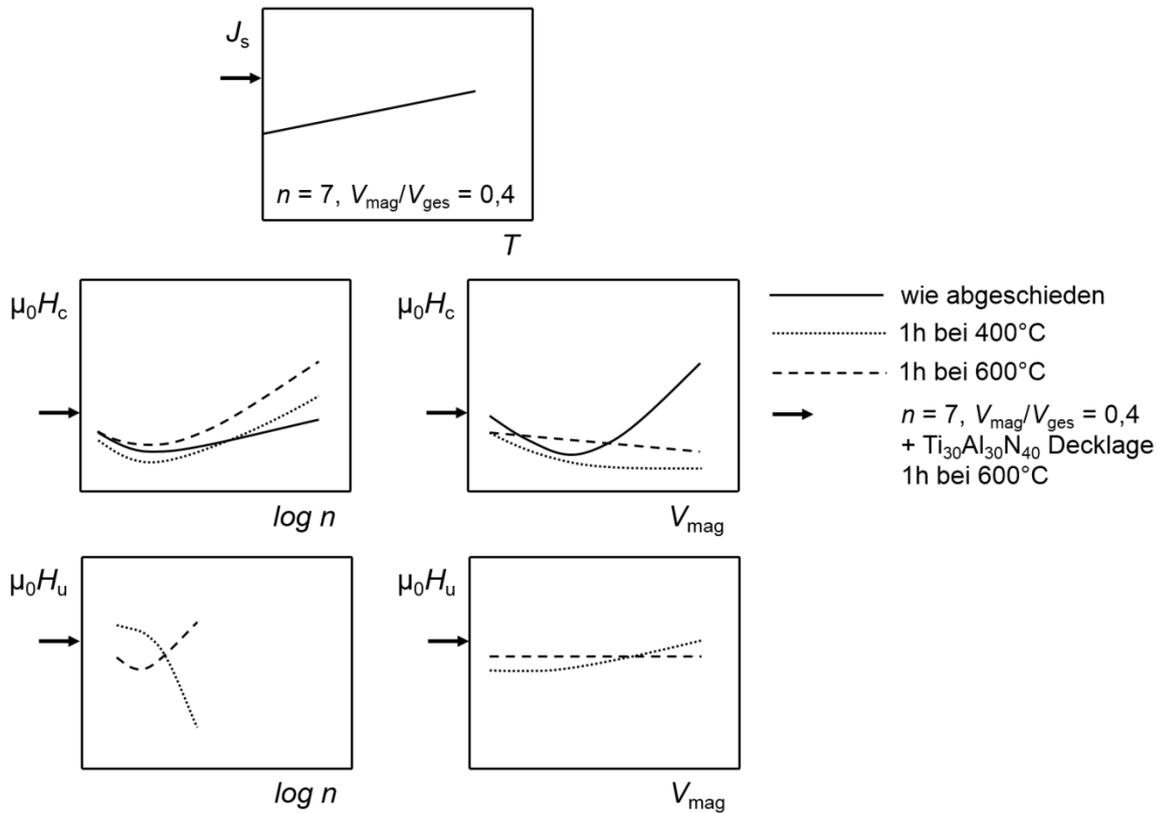


Abbildung 6-3: Schematische Abhängigkeiten der statischen magnetischen Eigenschaften von der Doppellagenanzahl n , dem magnetischen Volumen V_{mag} sowie von der Konditionierungstemperatur. Als Vergleich sind die Werte der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage eingetragen.

Abbildung 6-4 zeigt schematisch die Abhängigkeiten der dynamischen magnetischen Eigenschaften von der Doppellagenanzahl n , dem magnetischen Volumen V_{mag} sowie der Konditionierungstemperatur. Als Vergleich sind die Werte der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage eingetragen. Für eine homogene Präzession der magnetischen Momente im äußeren Hochfrequenzfeld wird eine einachsige Vorzugsrichtung der magnetischen Momente in der Schichtebene benötigt, sodass Viellagenschichten mit $n > 28$ kein Resonanzverhalten zeigen.

Es lässt sich feststellen, dass die Grenzfrequenz f_g stark mit der Doppellagenanzahl n variiert und bei Erhöhung des magnetischen Volumens V_{mag} nahezu unverändert bleibt. Die Resonanzfrequenz f_r ist nach Gleichung (2.26) eine Funktion der Sättigungspolarisation J_s und des uniaxialen Anisotropiefeldes $\mu_0 H_u$. Deswegen kann die Abhängigkeit von f_g mit steigender Doppellagenanzahl beziehungsweise steigendem magnetischen Volumen sowie von der Konditionierungstemperatur auf die jeweiligen in den VSM-Messungen beobachteten Abhängigkeiten von J_s und $\mu_0 H_u$ zurückgeführt werden. Insgesamt weisen alle konditionierten Viellagenschichten Grenzfrequenzen von über 2 GHz auf, welche damit deutlich über denen der FeCo/TiN Viellagenschichten mit Grenzfrequenzen von maximal $f_g = 1,42$ GHz liegen [296]. Daher ist es trotz der Reduzierung der Sättigungspolarisation infolge des zusätzlichen nicht-magnetischen Materials HfN gelungen, aufgrund des höheren uniaxialen Anisotropiefeldes höhere Grenzfrequenzen in $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$

Viellagenschichten als in FeCo/TiN Viellagenschichten zu erzielen. Auch die $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage besitzt nach der Konditionierung bei 600 °C eine hohe Grenzfrequenz von $f_g = 2,1$ GHz, die in guter Übereinstimmung mit der vergleichbaren Viellagenschicht ohne $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage ist.

Auch die Anfangspermeabilität μ_{Anf} ist nach Gleichung (2.27) eine Funktion der Sättigungspolarisation und des uniaxialen Anisotropiefeldes, wobei eine Steigung in J_s oder $\mu_0 H_u$ zu einer beziehungsweise Abnahme in μ_{Anf} führen. Daher lässt sich die Abhängigkeit von μ_{Anf} mit steigender Doppellagenanzahl n beziehungsweise steigendem magnetischen Volumen V_{mag} sowie von der Konditionierungstemperatur mit den jeweiligen in den VSM-Messungen beobachteten Abhängigkeiten von J_s und $\mu_0 H_u$ erklären. Eindeutige Abhängigkeiten können aufgrund der gegenläufigen Einflüsse der Sättigungspolarisation und des uniaxialen Anisotropiefeldes jedoch nicht beobachtet werden. Insgesamt besitzen alle Viellagenschichten nach der Konditionierung unabhängig von der Decklage hohe Anfangspermeabilitäten von über 200.

Die in Kapitel 5.1 präsentierten Ergebnisse haben gezeigt, dass der Dämpfungsparameter der Viellagenschichten α_{VL} gegenüber dem der Einlagenschicht deutlich erhöht ist. Der effektive Dämpfungsparameter der Einlagenschicht α_{eff} setzt sich aus intrinsischen und extrinsischen Dämpfungsmechanismen [22], [23] zusammen und wird für eine Fe-Co-Hf-N Einlagenschicht hauptsächlich durch die Streuung der magnetischen Momente an den nicht-magnetischen HfN-Körnern hervorgerufen [27]. Die Viellagenschichten hingegen besitzen aufgrund der $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lagen einen höheren Anteil an nicht-magnetischem Material, der zu zusätzlichen Streuzentren und damit zu einem höheren Dämpfungsparameter der Viellagenschichten im Vergleich zu der Einlagenschicht führt. Zusätzlich besitzen die $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lagen nach Abschnitt 2.2 eine höhere elektrische Leitfähigkeit als die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lagen, sodass die generierten Wirbelströme in den Viellagenschichten größer als die von rein ferromagnetischen Schichten sind und daher bei alleiniger Betrachtung des magnetischen Volumens in einem zusätzlichen Beitrag zum Dämpfungsparameter resultieren. Um den Einfluss der $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lagen auf die Dämpfung abschätzen zu können, wird der Dämpfungsparameter der Viellagenschichten $\alpha_{VL} = \alpha_{eff} + \alpha_{Grenzflächen}$ in den effektiven Dämpfungsparameter α_{eff} und in einen Dämpfungsparameter $\alpha_{Grenzflächen}$, der die durch die $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lagen hervorgerufenen Dämpfungsmechanismen enthält, aufgespalten [277]. Dabei entspricht α_{eff} dem Dämpfungsparameter der Einlagenschicht, der für die bei 400 °C konditionierte Schicht $\alpha_{eff} = 0,007$ und für die bei 600 °C konditionierte Schicht $\alpha_{eff} = 0,0165$ beträgt und damit sehr gering ist. Der Anstieg des effektiven Dämpfungsparameters mit höherer Konditionierungstemperatur wird durch den aufgrund von Kornwachstum größeren HfN-Korndurchmesser verursacht, der eine höhere Streuung der magnetischen Momente an den nicht-magnetischen HfN-Körnern bedingt [27]. Die Auswertung des Dämpfungsparameters der Viellagenschichten ergibt, dass der durch die $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lagen hervorgerufene Beitrag $\alpha_{Grenzflächen}$ mit zunehmender Doppellagenanzahl n ansteigt, da durch die steigende Anzahl an Grenzflächen auch die Anzahl an Streuzentren zunimmt. Für die bei 600 °C konditionierte Schicht mit 7 Doppellagen beträgt $\alpha_{Grenzflächen} = 0,0205$. Damit besitzen die Lagengrenzflächen einen beträchtlichen Einfluss auf das Dämpfungsverhalten der Viellagenschichten. Dahingegen zeigt α_{VL} keine Abhängigkeit von der Erhöhung des magnetischen Volumenanteils V_{mag} , obwohl das

Resonanzverhalten der Viellagenschichten ab einem kritischen Volumenanteil von $V_{\text{FeCoHfN}}/V_{\text{ges}} = 0,61$ durch Wirbelstromverluste geprägt ist. Die Wirbelstromverluste stellen jedoch keine Dämpfung im Sinne von Energiedissipation durch Streuung der magnetischen Momente an nicht-magnetischen Einschlüssen dar und werden daher bei der Auswertung der Hochfrequenzpermeabilität nach [21] über die Schichtdicke t des magnetischen Materials und über den spezifischen Widerstand ρ berücksichtigt. Der durch $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lagen hervorgerufene Dämpfungsbeitrag beträgt für die bei $600\text{ }^\circ\text{C}$ konditionierten Viellagenschichten mit variierendem magnetischen Volumenanteil etwa $\alpha_{\text{Grenzflächen}} = 0,023$ und stimmt gut mit dem der Viellagenschicht mit sieben Doppellagen überein. Daher besitzen die nicht-magnetischen Lagen einen gleichbleibenden Einfluss auf das Dämpfungsverhalten der Viellagenschichten bei Erhöhung der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lagendicke. Auch die bei $600\text{ }^\circ\text{C}$ konditionierte Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage besitzt einen Dämpfungsbeitrag von $\alpha_{\text{Grenzflächen}} = 0,023$, sodass die Decklage den Dämpfungsparameter der Viellagenschicht nicht beeinflusst. Bei sehr hohen Dämpfungen, die nicht als klein gegen eins abgeschätzt werden können, wird die Resonanzfrequenz f_r selbst eine Funktion der Dämpfung und nimmt mit steigendem α_{eff} ab [26]. Daher wird vor allem für die bei $400\text{ }^\circ\text{C}$ konditionierten Viellagenschichten eine sinkende Grenzfrequenz mit steigender Doppellagenanzahl n beobachtet.

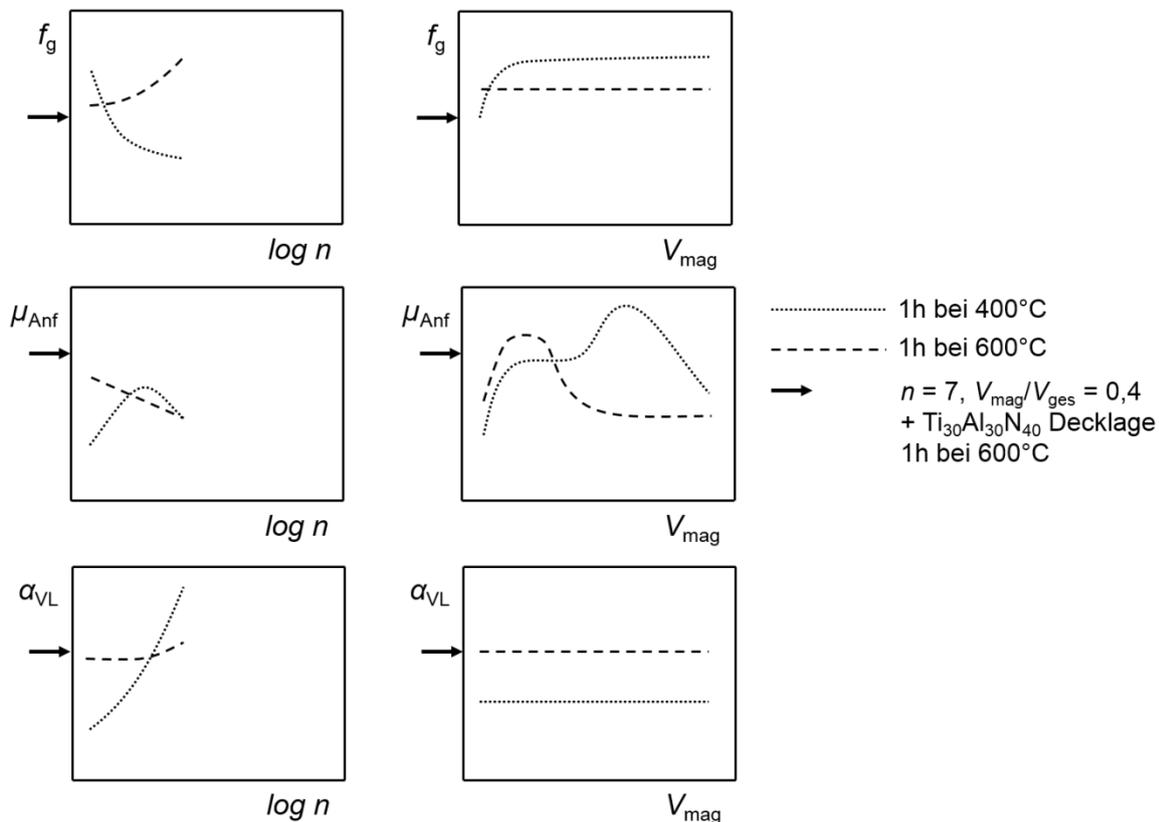


Abbildung 6-4: Schematische Abhängigkeiten der dynamischen magnetischen Eigenschaften von der Doppellagenanzahl n , dem magnetischen Volumen V_{mag} sowie von der Konditionierungstemperatur. Als Vergleich sind die Werte der bei $600\text{ }^\circ\text{C}$ konditionierten Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage eingetragen.

6.1.3 Mechanische Eigenschaften

In Abbildung 6-5 sind schematisch die Abhängigkeiten der mechanischen Eigenschaften von der Doppellagenanzahl n , dem magnetischen Volumen V_{mag} sowie der Konditionierungstemperatur zu sehen. Zusätzlich dienen die Werte der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage als Vergleich.

Bei der Kathodenzerstäubung können beträchtliche Schichteigenspannungen entstehen, da aufgrund der vergleichsweise hohen Abscheideraten und der niedrigen Substrattemperatur kinetische Prozesse dominieren und die Schichten abseits des thermodynamischen Gleichgewichts aufwachsen. Der Beschuss der Schicht mit schichtbildenden Teilchen oder Ionen führt zu Gitterexpansionen, durch die Druckeigenspannungen in der Schicht entstehen. Wie aus Abbildung 6-5 zu erkennen ist, besitzen die wie abgeschiedenen Viellagenschichten aufgrund des Herstellungsprozesses allesamt kompressive Eigenspannungen. Auch die TiN-Gitteraufweitung aufgrund von Fremdatomeinbau trägt zur Erzeugung von kompressiven Schichteigenspannungen bei. Da die kompressiven Eigenspannungen der wie abgeschiedenen Viellagenschichten höher als die der jeweiligen Einlagenschichten sind, werden diese darüber hinaus vom Viellagenaufbau der Schichten beeinflusst. So ließ sich eine lineare Abnahme der kompressiven Eigenspannungen der unbehandelten Schichten mit steigender Doppellagenanzahl n feststellen. Allerdings wurde für die Schichtsysteme mit steigender Doppellagenanzahl auch eine starke Zunahme der TiN-Gitteraufweitung aufgrund des Fremdatomeinbaus und der Bildung der kfz-(Fe,Co,Hf,Ti)N Mischkristalllagen beobachtet, wonach hohe kompressive Eigenspannungen zu erwarten wären. Insbesondere die Viellagenschichten mit der höchsten Anzahl an Doppellagen $n = 399$ besitzt durch die Stabilisierung des kfz-(Fe,Co,Hf,Ti)N Mischkristalls eine hohe TiN-Gitterdeformation. Vor diesem Hintergrund erscheint es unwahrscheinlich, dass die kompressiven Eigenspannungen mit zunehmender Anzahl an Doppellagen abnehmen. Stattdessen sind die Eigenspannungen dieser Schichten vermutlich so groß, dass sich feine Rissnetzwerke gebildet haben, wodurch Spannungen abgebaut werden konnten. Typischerweise werden bei Druckspannungen Risse zugeedrückt, sodass die Rissentstehung behindert wird. Zugspannungen hingegen begünstigen eine Rissentstehung. Dies stellt allerdings nur eine Vermutung dar, da mittels optischer Mikroskopie und Rauheitsmessungen keine Risse an der Oberfläche der Schichten nachgewiesen werden konnten. Im Gegensatz dazu erscheint die Abnahme der kompressiven Eigenspannungen mit steigendem magnetischem Volumen V_{mag} beziehungsweise steigender $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lagendicke plausibel, weil die intrinsischen Eigenspannungen der Lagen dickenabhängig sind [301], [302]. So können beispielsweise an den Lagengrenzen induzierte Spannungsfelder bei höheren Lagendicken leichter relaxieren. Durch eine Wärmenachbehandlung können Defekte ausheilen und Spannungen relaxieren, wodurch Eigenspannungen abgebaut werden. Aufgrund des größeren thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Schicht (nach Schichtanteilen gemittelt: $\alpha_F = 10,1 \text{ ppm K}^{-1}$) im Vergleich zu dem des Si-Substrats ($\alpha_S = 2,7 \text{ ppm K}^{-1}$ [283]) werden beim Abkühlen thermische Zugeigenspannungen in der Schicht induziert. Diese liegen nach Gleichung (5.21) etwa bei 700 MPa. Daher besitzen die Viellagenschichten nach der Konditionierung bei 600 °C weitestgehend tensile Eigenspannungen. Auch nach der Konditionierung zeigen die nunmehr tensilen Schichteigenspannungen eine zunehmende

Tendenz mit steigender Doppellagenanzahl n , wohingegen die zuvor bei den wie abgeschiedenen Schichten beobachtete Abhängigkeit vom magnetischen Volumen V_{mag} verschwindet. Somit relaxieren die durch das abnehmende magnetische Volumen hervorgerufenen Eigenspannungen während der Wärmebehandlung vollständig, sodass die Eigenspannungen nach der Konditionierung nur durch den unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten zwischen Schicht und Substrat hervorgerufen werden und unabhängig von der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lagendicke sind. Dahingegen werden die Eigenspannungen der Schichtsysteme mit hoher Doppellagenanzahl nach der Konditionierung aufgrund der geringen Einzellagendicken weiterhin vom deformierten TiN-Gitter und an den Lagengrenzen induzierten Spannungen beeinflusst. Die Eigenspannungen der wie abgeschiedenen als auch der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage sind in guter Übereinstimmung mit denen der vergleichbaren Viellagenschicht ohne $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage. Da die Dicke der Decklage im Vergleich zur Gesamtschichtdicke gering ist, ist auch der Einfluss der durch die Substitution der Ti-Atome durch die kleineren Al-Atome hervorgerufene Stauchung des TiN-Gitters auf die Eigenspannungen der Viellagenschicht gering.

Die Härte eines Festkörpers ist der mechanische Widerstand, den der Werkstoff dem mechanischen Eindringen eines härteren Prüfkörpers entgegensetzt und ist keine rein intrinsische Eigenschaft, sondern hängt von vielen Einflussgrößen, wie beispielsweise der Versetzungsdichte, der Korngröße und der Textur, ab. Aufgrund der Rauheit der Schichtoberfläche entstehen Messungenauigkeiten, sodass bei den geringen Eindringtiefen der Nanoindentierung absolute Aussagen bezüglich der Härtewerte nur bedingt möglich sind. Jedoch lässt sich der qualitative Härteverlauf der gemittelten Werte in Abhängigkeit von der Doppellagenanzahl n und dem magnetischen Volumen V_{mag} sowie der Wärmenachbehandlung diskutieren. So offenbart der Verlauf der Härte einen linearen Anstieg mit zunehmender Doppellagenanzahl n , wobei die Härtewerte der unbehandelten Viellagenschichten unterhalb der Erwartung nach der linearen Mischungsregel liegen. Allerdings werden bei der linearen Mischungsregel Grenzflächeneffekte nicht berücksichtigt. Eine hohe Anzahl an Grenzflächen begünstigt somit eine hohe Härte, da die Bewegung von Versetzungen durch die kfz TiN-Lage an der Grenzfläche zur amorphen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lage behindert wird. Des Weiteren nimmt der Anteil des kfz $(\text{Fe},\text{Co},\text{Hf},\text{Ti})\text{N}$ -Mischkristalls und damit die TiN-Gitterverzerrung am Gesamtvolumen mit steigender Doppellagenanzahl zu, wodurch die Bewegung von Versetzungen zusätzlich erschwert wird. Das Schichtsystem mit der höchsten Anzahl an Doppellagen weist die höchste Härte auf, da hier der Beitrag der Mischkristallverfestigung aufgrund der Stabilisierung der $(\text{Fe},\text{Co},\text{Hf},\text{Ti})\text{N}$ -Mischkristalllagen am höchsten ist. Insgesamt wird die Härte der wie abgeschiedenen Viellagenschichten von der Anzahl der Grenzflächen und von der TiN-Gitterverzerrung positiv beeinflusst. Der Härteverlauf der unbehandelten Viellagenschichten zeigt eine leicht abnehmende Tendenz mit zunehmendem magnetischem Volumen. Aufgrund der steigenden $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lagendicke nimmt auch der Einfluss des gegenüber den TiN Lagen weicheren magnetischen Werkstoffs bei Erhöhung der Eindringtiefe des Prüfkörpers zu. Dennoch liegen die Absolut-Härtewerte für $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \geq 0,46$ über denen der theoretischen Erwartung nach der linearen Mischungsregel. Demnach ist der Einfluss der harten $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ Decklage auf die Härte so groß, dass der steigende Anteil der weicheren $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lage einen geringeren Einfluss als erwartet auf die Härte besitzt. Durch die Konditionierung bei 600 °C konnte die Härte für alle Schichtsysteme gesteigert werden. Während der

Wärmebehandlung finden Kristallisationsvorgänge statt und es wird das thermodynamische Gleichgewicht angenähert, in dem die Bindung zwischen Atomen am größten ist. Dies resultierte in dem beobachteten Härteanstieg. Nach der Konditionierung ist die Härte unabhängig vom magnetischen Volumen, wohingegen sie weiterhin einen linearen Anstieg mit steigender Doppellagenanzahl aufweist. Diese Abhängigkeit lässt sich auf die TiN-Gitterdeformation zurückführen, die auch nach der Konditionierung für Schichtsysteme mit hoher Doppellagenanzahl vorhanden ist.

Die metastabile $Ti_{1-x}Al_xN$ -Phase bildet einen kfz (Ti,Al)N-Substitutionsmischkristall, dessen Gitterparameter gegenüber dem des TiN-Gitter verkleinert ist. Aufgrund der Mischkristallverfestigung wird daher für $(Ti_{0,5}Al_{0,5})N$ mit $H \approx 30$ GPa [80], [81] eine höhere Härte gegenüber dem Materialsystem TiN erwartet. Die wie abgeschiedene $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Einlagenschicht besitzt nach Tabelle 5-6 eine Härte von $H = 24,0 \pm 1,0$ GPa, welche aufgrund des Stickstoffdefizits kleiner als der Literaturwert ist, aber im Vergleich zur $Ti_{51}N_{49}$ Einlagenschicht mit $H = 18,5 \pm 1,4$ GPa deutlich erhöht ist. Dahingegen zeigt sowohl die wie abgeschiedene als auch die bei 600 °C konditionierte Viellagenschicht mit $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage eine vergleichbare Härte wie die Viellagenschicht ohne $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage, sodass die Härte der Viellagenschichten von der Decklage unbeeinflusst bleibt. Offensichtlich besitzen die Mischkristallverfestigung und die hohen kompressiven Eigenspannungen, die zu der hohen Härte der $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Einlagenschicht führten, keinen nennenswerten Einfluss auf die Härte der Viellagenschicht, obwohl mittels TEM-Beugungsbildern auch für die $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage die Bildung eines (Ti,Al)N-Substitutionsmischkristalls nachgewiesen wurde. Um einen Vergleich der beiden Decklagen hinsichtlich der Härte zu ermöglichen, wurde bei gleicher Lagendicke die gleiche Eindringtiefe des Prüfkörpers gewählt. Da die Viellagenschicht mit $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage dieselben Eigenspannungen wie die vergleichbare Viellagenschicht ohne $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage aufweist, war keine Steigerung in der Härte zu erwarten. Somit ist die geringe Dicke und der geringe Volumenanteil der $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage ein Grund dafür, dass die Härte der Viellagenschichten durch die Verwendung einer $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage nicht erhöht werden konnte. Die Röntgendiffraktogramme und TEM-Beugungsbilder zeigten, dass die $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Einlagenschicht eine (111)-Textur aufweist, wohingegen die $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage der Viellagenschicht eine (200)-Vorzugsorientierung besitzt. Aus der Literatur ist bekannt, dass dünne Metallnitrid-Schichten zur Minimierung der Oberflächenenergie eine (200)-Textur ausbilden [303]. Weiterhin wurde in der Literatur der Zusammenhang zwischen Härte und Textur eingehend untersucht [303]–[305]. So wurde berichtet, dass TiN Schichten mit einer (111)-Textur die höchste Härte im Vergleich zu anderen Vorzugsrichtungen besitzen [306], [307]. Da die $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage einen (Ti,Al)N-Substitutionsmischkristall in der kfz TiN-Gitterstruktur bildet, lassen sich die Überlegungen zur Abhängigkeit der Härte von der Textur auf dieses Materialsystem übertragen. Folglich besitzt die $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage möglicherweise aufgrund ihrer (200)-Texturierung eine geringere Härte als die $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Einlagenschicht mit (111)-Textur, sodass die Härte der Viellagenschicht mit $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage gegenüber der ohne $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage nicht gesteigert werden konnte.

Im Gegensatz zur Härte handelt es sich bei dem Elastizitätsmodul um eine intrinsische Größe. Allerdings ist die Querkontraktionszahl der in dieser Arbeit verwendeten Materialien unbekannt, da die $Ti_{51}N_{49}$ -Lagen beispielsweise eine (200)-Textur aufweisen. Typischerweise liegt die Querkontraktionszahl ν bei Metallen im Bereich von 0,25 bis 0,35.

Daher wurde für diese Arbeit anstelle des Elastizitätsmoduls der reduzierte Elastizitätsmodul ermittelt. Der in Abbildung 6-5 schematisch dargestellte Verlauf des reduzierten E-Moduls zeigt eine leicht steigende Tendenz mit zunehmender Doppellagenanzahl n , wohingegen keine Abhängigkeit vom magnetischen Volumen V_{mag} festzustellen ist. Wie bereits diskutiert wurde, nimmt die TiN-Gitterverzerrung mit steigender Doppellagenanzahl zu. Aus diesem Grund wird ein steigender reduzierter E-Modul sowohl für die wie abgeschiedenen als auch für die bei 600 °C konditionierten Schichtsysteme beobachtet. Dahingegen ändert sich die Mikrostruktur der Viellagenschichten bei Erhöhung der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lagendicke nicht, sodass auch keine Änderung des reduzierten E-Moduls zu erwarten ist. Nach der Konditionierung steigt der reduzierte Elastizitätsmodul aller Schichtsysteme an. Da E_r von der Kopplung zwischen benachbarten Atomen abhängt, ist der Anstieg nach der Konditionierung auf die verstärkten Atombindungen und auf die Kristallisation der zuvor amorphen FeCo- und HfN-Phase und der damit verbundenen Ausbildung einer Gitterstruktur zurückzuführen. Für die metastabile $\text{Ti}_{0,5}\text{Al}_{0,5}\text{N}$ Phase wird ein hoher E-Modul von $E = 650 \text{ GPa}$ erwartet [82]. Durch die Substitution der Ti-Atome durch die kleineren Al-Atome ist das Gitter des (Ti,Al)N-Mischkristalls gegenüber dem TiN-Gitter gestaucht und damit die Gitterabstände verkleinert. Dies führt zu einer stärkeren Kopplung benachbarter Atome und damit zu einem höheren reduzierten E-Modul der $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Einlagenschicht gegenüber der $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Schicht, wie Tabelle 5-7 zeigt. Dieser Mechanismus findet auch in der Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage statt, sodass auch hier der reduzierte E-Modul gegenüber der Viellagenschicht ohne $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage gesteigert wurde.

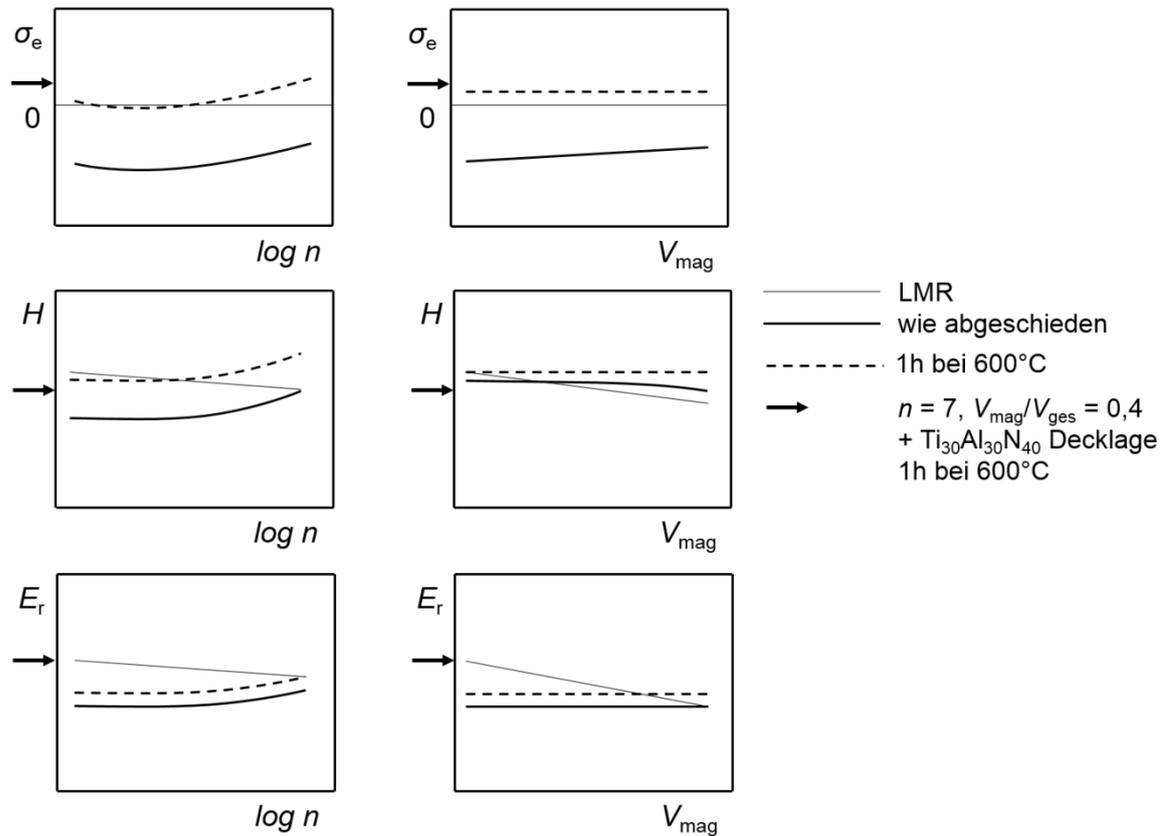


Abbildung 6-5: Schematische Abhängigkeiten der mechanischen Eigenschaften von der Doppellagenanzahl n , dem magnetischen Volumen V_{mag} sowie von der Konditionierungstemperatur. Zusätzlich sind als Vergleich die Werte der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage, und die nach der linearen Mischungsregel berechneten Werte eingetragen.

6.1.4 Erkenntnisse zur Herstellung von multifunktionalen Viellagenschichten für die Hochfrequenz-Sensorik

Aus der Diskussion der Zusammenhänge zwischen den erzielten strukturellen, magnetischen und mechanischen Schichteigenschaften von $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichtsystemen werden nachfolgend materialwissenschaftliche Erkenntnisse zur Herstellung von Viellagenfunktionsschichten mit kombinierten Schutz- und Sensoreigenschaften für die Hochfrequenz-Sensorik abgeleitet.

Im Hinblick auf mögliche Hochfrequenzsensoranwendungen basierend auf der Auswertung der ferromagnetischen Permeabilität sollte die Viellagensensorschicht ein ausgeprägtes Resonanzverhalten mit einer Resonanzfrequenz im GHz-Bereich, einer hohen Anfangspermeabilität und einer möglichst geringen Dämpfung zeigen, um ein Maximum an Sensorsensitivität zu erzielen. Dazu ist eine hohe Sättigungspolarisation, eine hohe uniaxiale Anisotropie in der Schichtebene sowie weichmagnetisches Verhalten erforderlich. Zusätzlich sollte die Viellagenschicht als potentielle Schutzschicht dienen, wofür eine hohe Härte und geringe Eigenspannungen benötigt werden.

Zwar nahm die Härte der Viellagenschichten linear mit steigender Doppellagenanzahl n aufgrund der Deformation des TiN-Gitters durch Fremdatomeinbau und der angenommenen

Bildung von kfz-(Fe,Co,Hf,Ti)N Mischkristalllagen zu. Gleichzeitig entstanden in Schichten mit hoher Doppellagenanzahl jedoch hohe Spannungen an den Lagengrenzflächen, die wegen der geringen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einzellagendicken nicht relaxierten. Als Folge dessen erzeugten diese lokalen Spannungen Streifendomänen und eine magnetische Anisotropie senkrecht zur Schichtebene, sodass es für Schichten mit einer Anzahl an Doppellagen von $n > 28$ nicht möglich war, thermisch eine uniaxiale Anisotropie in der Schichtebene einzuprägen. Daher ist zur Reduzierung der Spannungen an den Lagengrenzflächen und somit zur Unterdrückung der Streifendomänen eine $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Mindestlagendicke von $d_{\text{FeCoHfN}} = 15 \text{ nm}$ nötig, damit eine uniaxiale Anisotropie in der Schichtebene induziert werden kann. Neben einer hohen uniaxialen Anisotropie wiesen Viellagenschichten ab einer Doppellagenanzahl von $n \leq 28$ weichmagnetisches Verhalten und eine hohe Sättigungspolarisation auf, was in Grenzfrequenzen von über 2 GHz und Anfangspermeabilitäten über 200 resultierte. Demzufolge eignen sich diese Schichtsysteme für mögliche Hochfrequenzanwendungen. Des Weiteren wiesen diese Schichten nach der Konditionierung bei 600 °C Härten im Bereich der $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Einlagenschicht und sehr geringe Eigenspannungen auf. Damit ist es gelungen, geeignete mechanische und magnetische Eigenschaften in Viellagenschichten für $n \leq 28$ zu kombinieren. Insbesondere die Viellagenschicht mit 7 Doppellagen besitzt nach der Konditionierung bei 600 °C die geringsten Schichteigenspannungen sowie eine ausgeprägte Resonanzkurve mit der geringsten Dämpfung und der höchsten Anfangspermeabilität. Bei Erhöhung des magnetischen Volumens durch eine Erhöhung der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einzellagendicke bei gleichbleibender $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lagendicke ließen sich die erzielten magnetischen Hochfrequenzeigenschaften bis zu einem magnetischen Volumenverhältnis bis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,51$ beibehalten. Ab einem Volumenanteil von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \geq 0,61$ wurde das ferromagnetische Resonanzverhalten allerdings aufgrund der hohen magnetischen Einzellagendicke von $d_{\text{FeCoHfN}} = 119 \text{ nm}$ durch Wirbelstromverluste beeinträchtigt. Daneben ist es trotz der steigenden $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einzellagendicke gelungen, nach der Konditionierung bei 600 °C niedrige Schichteigenspannungen und hohe Härten im Bereich der $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ Einlagenschicht oder höher zu erzielen. Insgesamt konnten somit in Viellagenschichten mit $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \leq 0,51$ geeignete mechanische und magnetische Eigenschaften vereint werden. Die $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit sieben Doppellagen und einem magnetischen Volumenanteil von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,4$ mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage zeigte vergleichbare magnetische und mechanische Eigenschaften wie die entsprechende $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht und ist daher auch für mögliche Hochfrequenzanwendungen geeignet. Allerdings ist es trotz der Ausbildung einer metastabilen $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ -Phase mit kubisch-flächenzentriertem (Ti,Al)N-Substitutionsmischkristall aufgrund der (200)-Texturierung nicht gelungen, die hohe Härte und den hohen reduzierten E-Modul der $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Einlagenschicht in den Viellagenverbund zu übertragen.

6.2 Sensor- und Schutzeigenschaften unter Belastung

Im folgenden Abschnitt werden zur Beurteilung der Sensorfunktionalität und des Schichtzustands der Einfluss von mechanisch induzierten Schichtspannungen, der Erhöhung der Schichttemperatur und des Materialabtrags mittels Plasmaätzens auf die

magnetischen und mechanischen Eigenschaften sowie auf die Mikrostruktur der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen und einem magnetischem Volumenanteil von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,4$ erörtert. Darüber hinaus wird ein Vergleich zwischen den beiden Decklagen $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ und $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ hinsichtlich des Oxidationsverhaltens gezogen.

6.2.1 Magnetische Eigenschaften

In diesem Abschnitt werden die Zusammenhänge zwischen mechanisch induzierten Schichtspannungen, der Schichttemperatur sowie des Materialabtrags und den statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften diskutiert. Des Weiteren werden die Auswirkungen der Wärmebehandlung bei 600 °C unter Luft für verschiedene Zeiten auf die magnetischen Schichteigenschaften betrachtet.

Abbildung 6-6 verdeutlicht schematisch die Abhängigkeiten der Sättigungspolarisation J_s und des uniaxialen Anisotropiefeldes $\mu_0 H_u$ von der Erhöhung der Schichttemperatur T und der Reduzierung der Gesamtdicke der magnetischen Lagen t_m . Der Verlauf der temperaturabhängigen Sättigungspolarisation wird qualitativ durch die Molekularfeldtheorie beschrieben. Die spontane Magnetisierung eines Ferromagneten verschwindet bei der Curie-Temperatur T_c . Da die beobachteten Änderungen in J_s im Temperaturbereich von 25 °C bis 500 °C gering sind, liegt die Curie-Temperatur des Materialsystems $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ weit oberhalb von 500 °C und vermutlich in der Nähe der von $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ mit $T_c = 983$ °C [42]. Nach der temperaturabhängigen VSM-Messung unter Luft angefertigte AES-Tiefenprofile der bei 600 °C konditionierten Schicht zeigten eine teilweise Oxidation der obersten TiN Lage. Weiterhin ist aus der thermogravimetrischen Analyse bekannt, dass eine nennenswerte Oxidation der Schichten erst bei 600 °C unter Atmosphäre einsetzt. Somit blieb das ferromagnetische Verhalten der Schichten bis zu einer Schichttemperatur von 500 °C unter Luft erhalten. Ein qualitativer Vergleich zwischen der temperaturabhängigen Sättigungspolarisation der bei 400 °C und der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht zeigt eine geringfügig stärkere Temperaturabhängigkeit in J_s für die bei 400 °C konditionierte Schicht. Grundsätzlich ist die Sättigungspolarisation eine intrinsische Eigenschaft und bei ferromagnetischen Materialien mit gleicher Materialzusammensetzung identisch. Hier besitzen die temperaturabhängigen Kristallisations- und Ordnungsvorgänge der magnetischen FeCo-Phase aufgrund von Diffusion einen Einfluss auf die Abweichung der temperaturabhängigen Sättigungspolarisation der bei 400 °C und bei 600 °C konditionierten Schicht. Auch das uniaxiale Anisotropiefeld der bei 400 °C konditionierten Schicht zeigt eine stärkere Temperaturabhängigkeit als das der bei 600 °C konditionierten Schicht. Durch die Wärmebehandlung im Magnetofen werden die magnetischen Momente entlang des äußeren statischen Magnetfeldes ausgerichtet. Bei einer Abkühlung im Magnetfeld wird die Beweglichkeit der Atome wieder herabgesetzt, sodass die vorhandene Atomkonfiguration „eingefroren“ und ein metastabiler Zustand gebildet wird. Daher ist die thermische Stabilität dieser Diffusionsanisotropie im Hinblick auf das ferromagnetische Resonanzverhalten von großer Wichtigkeit. Wie in Abschnitt 5.2.2.1 gezeigt wurde, stellt die in den Hysteresekurven beobachtete Abnahme in $\mu_0 H_u$ der bei 400 °C konditionierten Schicht mit steigender Temperatur eine aufgrund von mechanischen und thermischen Spannungen induzierte Rotation aus ihrer Vorzugsrichtung dar, die jedoch nach einiger Zeit bei 500 °C wieder relaxiert und die ursprüngliche Orientierung bei Raumtemperatur annimmt. Dahingegen

verändert sich die Richtung des uniaxialen Anisotropiefeldes der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht nicht und lediglich die Stärke des Anisotropiefeldes nimmt geringfügig mit steigender Temperatur ab. Folglich wird durch die höhere Konditionierungstemperatur die Vorzugsrichtung der magnetischen Momente stärker stabilisiert. Die Diffusionsvorgänge und Umgruppierungen der Atome entlang der Magnetfeldlinien führen aufgrund der höheren Konditionierungstemperatur zu einer größeren thermischen Stabilität der magnetischen Vorzugsrichtung.

Die Abhängigkeit des auf das Ausgangsvolumen normierten Sättigungssignals $J_{s,R}$ von der Reduzierung der Gesamtdicke der magnetischen Lagen t_m durch Plasmaätzen wird durch Gleichung (5.22) beschrieben und stellt, wie bereits in Abschnitt 5.2.3.1 erläutert, keine Schichteigenschaft sondern lediglich eine Abhängigkeit des Messsignals vom magnetischen Schichtvolumen dar. Auch die uniaxiale Anisotropie in der Schichtebene ist unabhängig von der Schichtdicke. Dennoch werden Änderungen in $\mu_0 H_u$ mit abnehmender Gesamtdicke der magnetischen Lagen beobachtet. In magnetostriktiven Materialien rufen externe Spannungen eine zusätzliche magnetoelastische Anisotropie hervor, die die uniaxiale Anisotropie je nach Vorzeichen der äußeren Spannungen verstärkt oder abschwächt, wie im folgenden Abschnitt gezeigt wird. Somit wirkt sich auch eine Änderung der Schichteigenspannungen über die Erzeugung einer magnetoelastischen Anisotropie auf die uniaxiale Anisotropie aus, wobei eine Zu- beziehungsweise Abnahme der isotropen tensilen Schichteigenspannungen eine Verstärkung beziehungsweise Schwächung des uniaxialen Anisotropiefeldes bewirkt. Nach Abbildung 5-67 nehmen die tensilen Schichteigenspannungen nach dem Ätzen bei geringen Materialabträgen zunächst zu, erreichen ein Maximum, nehmen bei weiterem Abtrag wieder ab und bleiben schließlich für höhere Abträge nahezu unverändert. Das uniaxiale Anisotropiefeld zeigt verglichen damit denselben Verlauf. Daher kann der Verlauf der uniaxialen Anisotropie bei Reduzierung der Gesamtdicke der magnetischen Lagen auf die Abhängigkeit der Schichteigenspannungen nach dem Ätzen vom Materialabtrag zurückgeführt werden.

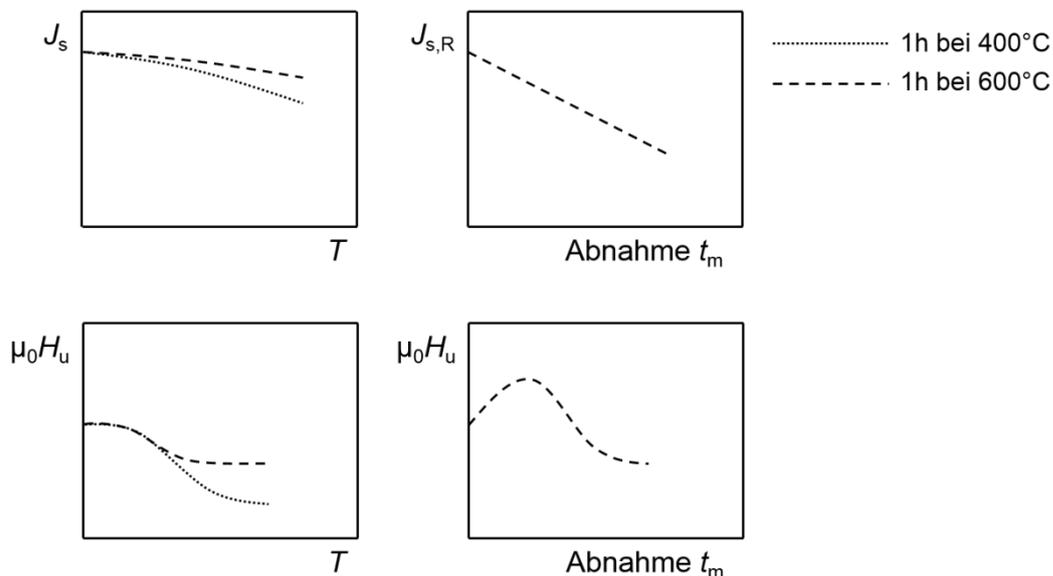


Abbildung 6-6: Schematische Darstellung der Abhängigkeiten der statischen magnetischen Eigenschaften von der Erhöhung der Schichttemperatur T und der Reduzierung der Gesamtdicke der magnetischen Lagen t_m . $J_{s,R}$ bezeichnet das auf das Ausgangsvolumen normierte Sättigungssignal.

Die schematischen Abhängigkeiten der Grenzfrequenz f_g von mechanisch induzierten Schichtspannungen σ_s , der Erhöhung der Schichttemperatur T sowie der Reduzierung der Gesamtdicke der magnetischen Lagen t_m sind in Abbildung 6-7 zu sehen. Dabei wird deutlich, dass die verschiedenen Einflüsse unterschiedliche Auswirkungen auf die Grenzfrequenz besitzen. Durch mechanisch induzierte Schichtspannungen lässt sich f_g je nach Vorzeichen von σ_s in einem großen Bereich zu höheren oder niedrigeren Frequenzen verschieben. Diese Beobachtungen stimmen gut mit Untersuchungen des Hochfrequenzverhaltens von FeCo/CoB Viellagenschichten überein, die von Ludwig et al. und Frommberger et al. publiziert wurden [215], [232], [308]. Dahingegen nimmt f_g bei einer Temperaturerhöhung ab und die temperaturabhängige Grenzfrequenz wird durch eine Superposition aus temperaturabhängigem ferromagnetischem Verhalten und thermisch induzierten Schichtspannungen beschrieben, wie in Abschnitt 5.2.2.3 gezeigt wurde. Auch Phuoc et al. beobachteten an Fe-Co-Hf-Dünnschichten mit uniaxialer Anisotropie in der Schichtebene eine Abnahme in f_g mit steigender Temperatur, die sie mit der temperaturabhängigen Sättigungspolarisation und einem temperaturabhängigen uniaxialen Anisotropiefeld begründeten [193]. Im Gegensatz dazu ist die gemessene Grenzfrequenz unabhängig vom Schichtvolumen. Dennoch lassen sich über die Intensitätsabnahme des Imaginär- und Realteils der Permeabilität in Bezug auf ein Referenzvolumen Rückschlüsse auf die Reduzierung des magnetischen Schichtvolumens beim Plasmaätzen ziehen.

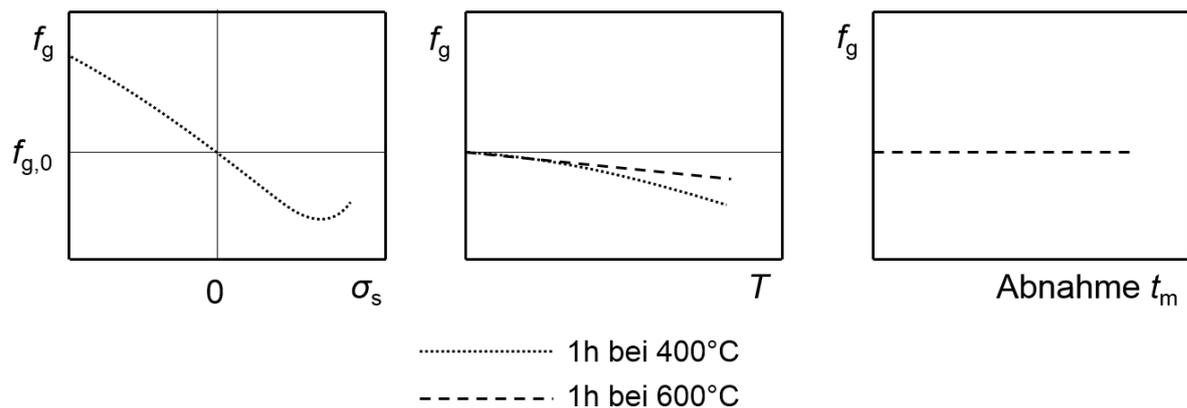


Abbildung 6-7: Schematische Darstellung der Abhängigkeiten der Grenzfrequenz f_g von mechanisch induzierten Schichtspannungen σ_s , der Erhöhung der Schichttemperatur T sowie der Reduzierung der Gesamtdicke der magnetischen Lagen t_m .

In Abschnitt 5.2.1.3 wurde zur Verifizierung der spannungsabhängigen Grenzfrequenz ein effektives biaxiales Anisotropiefeld $\vec{H}_{u,eff}$ eingeführt, welches sich aus der Addition des thermisch induzierten uniaxialen Anisotropiefeldes \vec{H}_u und dem durch mechanische Spannungen hervorgerufenen magnetoelastischen Anisotropiefeld \vec{H}_{me} ergibt. Die Vorzugsrichtung der magnetischen Momente wird durch das Minimum der gesamten Energiedichte $f_{ges} = f_u + f_{me}$ definiert und nunmehr nicht von \vec{H}_u sondern von der Richtung von $\vec{H}_{u,eff}$ vorgegeben. Dabei bestimmt der Winkel θ zwischen dem Magnetisierungsvektor \vec{M} und der Richtung der Spannung $\vec{\sigma}_s$ das Energieminimum der magnetoelastischen Energiedichte $f_{me} = -3/2 \cdot \lambda_s \sigma_s \cos^2 \theta$. Für ferromagnetische Materialien mit einer positiven Sättigungsmagnetostruktionskonstanten λ_s , wie beispielsweise FeCo, folgt aus dem

magnetoelastischen Energieminimum $\theta = 90^\circ$ für $\sigma_s < 0$ und $\theta = 0^\circ$ im Falle von $\sigma_s > 0$. Daher beeinflusst die Richtung der mechanisch induzierten Schichtspannung die Orientierung der magnetischen Momente. Abbildung 6-8 gibt eine Übersicht über den Einfluss von σ_s auf die Magnetisierungsrichtung, die Richtung des effektiven biaxialen Anisotropiefeldes $\vec{H}_{u,eff}$ sowie auf die Grenzfrequenz. Für kompressive Spannungen wird das Energieminimum erreicht, wenn der Magnetisierungsvektor senkrecht auf der Spannungsrichtung steht. Damit ist \vec{M} parallel zu \vec{H}_u orientiert, sodass diese Vorzugsrichtung durch die externe mechanische Spannung stabilisiert wird. Betrachtet man die Komponenten von $\vec{H}_{u,eff}$ in x- und y-Richtung, so wird $H_{u,eff,y} = H_u - 3\lambda_s\sigma_s/J_s$ wegen $\sigma_s < 0$ für steigende kompressive Spannungen in y-Richtung stärker ansteigen als $H_{u,eff,x} = 3\lambda_s\sigma_s/J_s$ in Richtung -x. Damit nimmt der Betrag von $\vec{H}_{u,eff}$ und folglich die Grenzfrequenz mit steigenden kompressiven Spannungen zu. Für tensile Spannungen hingegen wird das Energieminimum erreicht, wenn der Magnetisierungsvektor parallel zur Spannungsrichtung in x-Richtung orientiert ist. Daher findet eine Rotation der magnetischen Momente aus ihrer ursprünglichen Vorzugsrichtung statt. Außerdem nimmt die x-Komponente des Anisotropiefeldes $\vec{H}_{u,eff}$ für $\sigma_s > 0$ zu, wohingegen die y-Komponente abnimmt. Als Folge dessen rotiert das effektive Anisotropiefeld aus der y- in die x-Richtung. Dabei nimmt der Betrag von $\vec{H}_{u,eff}$ und folglich die Grenzfrequenz für $45^\circ < \theta < 90^\circ$ mit steigenden tensilen Spannungen ab. Bei einem Winkel von $\theta = 45^\circ$ sind die x- und y-Komponenten des biaxialen Anisotropiefeldes gerade gleich groß und der Betrag von $\vec{H}_{u,eff}$ sowie die spannungsabhängige Grenzfrequenz besitzen hier ein Minimum. Das in Gleichung (5.11) aufgestellte Modell zur Beschreibung der spannungsabhängigen Grenzfrequenz sagt für das Minimum in f_g für die Einlagenschicht $f_{g,Min} = 2,0$ GHz und für die Viellagenschicht $f_{g,Min} = 1,9$ GHz bei $\sigma_s = 22,5$ MPa voraus. Allerdings weicht das Modell ab $\sigma_s > 10$ MPa von den Messkurven ab. Der Grund dafür ist, dass in Gleichung (5.11) von einer festen Sättigungspolarisation ausgegangen wird. Da aber der Magnetisierungsvektor zum Erreichen des Energieminimums aus seiner ursprünglichen Orientierung in y-Richtung hin zur x-Richtung mit steigenden tensilen Spannungen rotiert, folgt auch der Sättigungspolarisationsvektor dieser Rotation. Bei der Messung der Hochfrequenzpermeabilität regt eine linear polarisierte elektromagnetische Welle h_x die magnetischen Momente zur Präzession um ihre Magnetisierung in y-Richtung an. Verschiebt sich nun die Magnetisierungs- bzw. Sättigungspolarisationsrichtung, so trägt lediglich der auf die y-Achse projizierte Anteil $J_{s,eff}$ zur Präzession bei. Dieser Anteil nimmt jedoch aufgrund der Rotation von J_s mit steigenden tensilen Spannungen ab, weswegen das Modell hier von den Messwerten abweicht. Für $\theta = 45^\circ$ lässt sich $J_{s,eff}$ aus $J_{s,eff} = J_s \cdot \cos 45^\circ$ berechnen. Setzt man in Gleichung (5.11) nun anstelle von J_s den berechneten Wert für $J_{s,eff}$ ein, erhält man für die Einlagenschicht $f_{g,Min} = 1,7$ GHz und für die Viellagenschicht $f_{g,Min} = 1,6$ GHz. Diese Werte sind somit in guter Übereinstimmung mit den gemessenen. Des Weiteren lässt sich die in Abbildung 5-42 beobachtete abnehmende Signalintensität des Realteils der Permeabilität mit steigenden tensilen Spannungen mit dem auf die y-Achse projizierten abnehmenden Anteil $J_{s,eff}$ erklären.

Nach den obigen Überlegungen würde man bei weiterer Erhöhung der tensilen Spannung und damit verbunden einer Rotation des biaxialen Anisotropiefeldes mit $\theta < 45^\circ$ einen

Anstieg im Betrag von $\vec{H}_{u,eff}$ und der Grenzfrequenz erwarten. Allerdings kann diese Vermutung experimentell nicht überprüft werden, da aufgrund der Rotation der Vorzugsrichtung der magnetischen Momente diese nicht mehr über die linear polarisierte elektromagnetische Welle h_x zur Präzession angeregt werden können. Außerdem würde irgendwann bei weiterer Erhöhung der mechanisch induzierten Schichtspannungen Rissbildung auftreten.

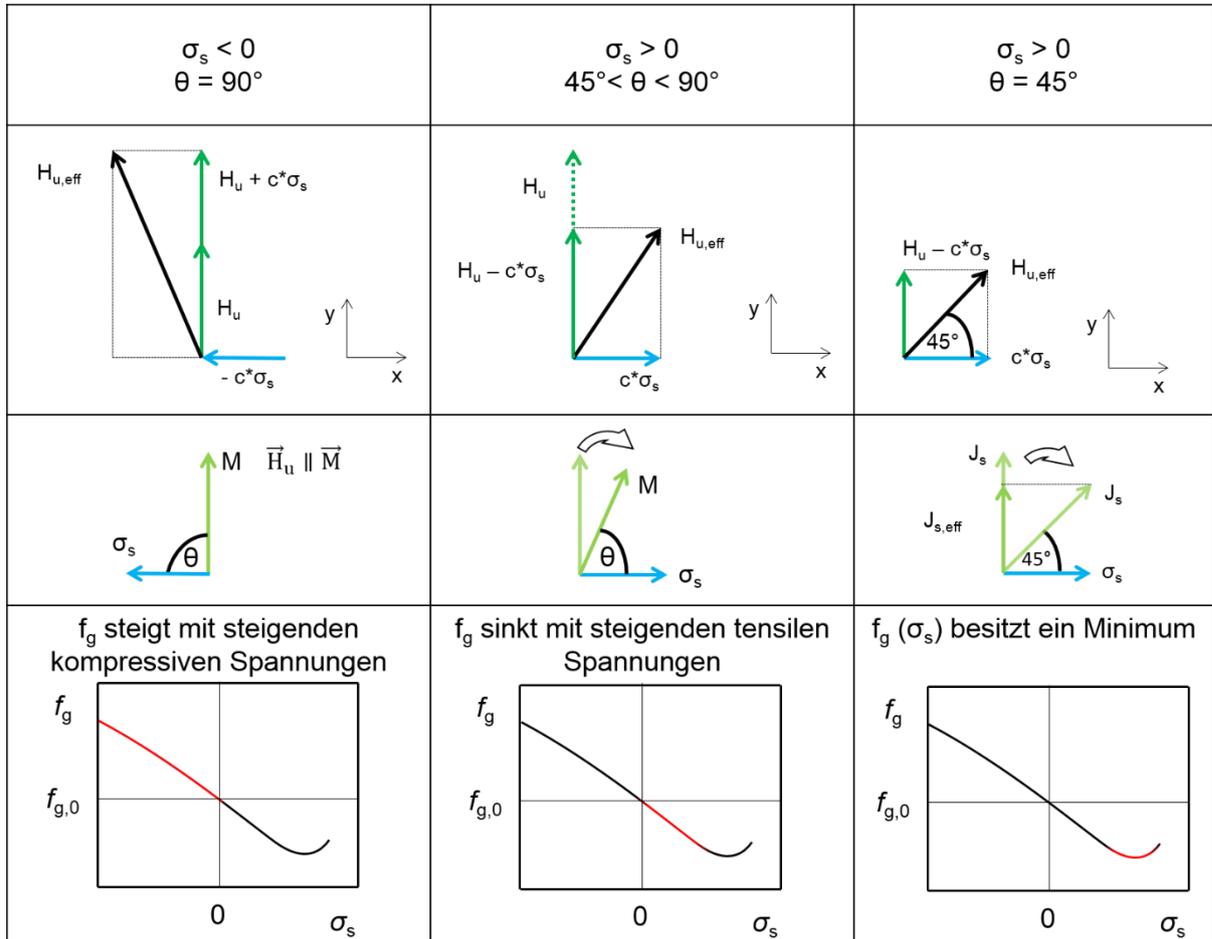


Abbildung 6-8: Übersicht über den Einfluss der mechanisch induzierten Schichtspannung σ_s auf die Richtung des effektiven biaxialen Anisotropiefeldes $\vec{H}_{u,eff}$, die Magnetisierungsrichtung sowie auf die Grenzfrequenz $f_g(\sigma_s)$.

Aus Abbildung 6-7 geht des Weiteren hervor, dass die Grenzfrequenz der bei 400 °C konditionierten Viellagenschicht eine stärkere Temperaturabhängigkeit als die der bei 600 °C konditionierten Schicht aufweist. Anhand der Anpassung der temperaturabhängigen Grenzfrequenz aus Gleichung (5.12) an die Messdaten ergaben sich unterschiedliche Exponenten $m = n(n+1)/2$ aus Gleichung (5.17) mit $m = 2$ für die bei 400 °C und $m = 0$ für die bei 600 °C konditionierte Schicht. Damit kann der unterschiedliche Verlauf der temperaturabhängigen Grenzfrequenz beider Schichten auf eine unterschiedliche Temperaturabhängigkeit des thermisch induzierten uniaxialen Anisotropiefeldes zurückgeführt werden, wobei $\mu_0 H_u$ der bei 400 °C konditionierten Schicht eine stärkere Abhängigkeit als der bei 600 °C konditionierten Schicht zeigt. Diese Beobachtung wird durch die temperaturabhängigen Hysteresekurven dieser Schichten in leichter und schwerer

Polarisationsrichtung bestätigt. Die Temperaturabhängigkeit des uniaxialen Anisotropiefeldes wird durch das Ein-Ionen-Anisotropie Modell von Callen und Callen beschrieben [309], wobei $\mu_0 H_u$ einem einfachen Potenzgesetz $H_u(T) \sim M(T)^m$ mit der temperaturabhängigen Magnetisierung $M(T)$ folgt. Für ein ferromagnetisches Material mit uniaxialer Anisotropie wird nach diesem Modell ein Exponent von $m = 3$ erwartet [295]. Messungen der temperaturabhängigen Grenzfrequenz an bei 400 °C konditionierten Fe-Co-Hf-N Einlagenschichten bestätigen diesen Exponenten [278]. Daraus wird ersichtlich, dass außerdem ein Unterschied in der temperaturabhängigen uniaxialen Anisotropie zwischen Einlagen- und Viellagenschichten besteht. Insgesamt beeinflussen also mehrere Faktoren, wie beispielsweise die Mikrostruktur, Diffusion oder nicht-magnetische Phasenanteile, die Stärke der Temperaturabhängigkeit der thermisch induzierten uniaxialen Anisotropie. Hinsichtlich Hochtemperaturanwendungen sollte die uniaxiale Anisotropie eine hohe thermische Stabilität aufweisen. Daher eignet sich hierfür eine hohe Temperatur von 600 °C zum thermischen Induzieren des uniaxialen Anisotropiefeldes. Ist man hingegen an der Detektion von Temperaturänderungen über das temperaturabhängige ferromagnetische Resonanzverhalten interessiert, erzielt man mit einer Konditionierungstemperatur von 400 °C eine höhere Abhängigkeit der uniaxialen Anisotropie und damit der Grenzfrequenz von der Temperatur.

In Abbildung 6-9 sind schematisch die Auswirkungen der Wärmebehandlung bei 600 °C unter Luftatmosphäre für verschiedene Zeiten auf die magnetischen Schichteigenschaften dargestellt. Die AES-Tiefenprofile in Abbildung 5-55 und Abbildung 5-56 zeigten, dass die obersten beiden Doppellagen der bei 400 °C und bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten mit $Ti_{51}N_{49}$ Decklage nach einer beziehungsweise zwei Stunden Wärmebehandlungszeit an Luft oxidierten. Bei dreistündiger Wärmebehandlung fanden im Vergleich zur zweistündigen Wärmebehandlung keine weitere Oxidation der Lagen und keine Sauerstoffdiffusion in tiefere Lagen statt. Daneben ließ sich für die bei 400 °C konditionierte Viellagenschicht bereits ab einer Stunde Wärmebehandlung eine Diffusion von Ti- und N-Atomen in die magnetischen Lagen feststellen, die für die bei 600 °C konditionierte Schicht erst ab zwei Stunden Wärmebehandlungszeit erfolgte. Beide Prozesse, Oxidation der obersten Lagen sowie teilweise Durchmischung der Lagen, führen zu einer Abnahme des magnetischen Volumens. Daher wurde für diese Schichten eine Reduzierung der Sättigungspolarisation mit steigender Wärmebehandlungszeit an Luft beobachtet. Außerdem wurde höchstwahrscheinlich die Orientierung der magnetischen Momente entlang einer Vorzugsrichtung durch die Ti- und N-Fremdatome gestört, sodass das uniaxiale Anisotropiefeld dieser Schichten mit zunehmender Wärmebehandlungszeit abnimmt. Aufgrund der sinkenden Sättigungspolarisation und des sinkenden uniaxialen Anisotropiefeldes nimmt auch die Grenzfrequenz tendenziell mit steigender Wärmebehandlungszeit an Luft ab. Allerdings sind aus dieser Abnahme keine Rückschlüsse auf eine Abnahme des magnetischen Volumens möglich, da die Oxidation der magnetischen Lagen in Abhängigkeit der Wärmebehandlungszeit nicht kontinuierlich abläuft. Dahingegen zeigten die AES-Tiefenprofile der Viellagenschicht mit $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage nach der Wärmebehandlung bei 600 °C an Luft nur die Ausbildung einer dünnen Al_2O_3 Oxidschicht an der Schichtoberfläche, sodass keine Oxidation der magnetischen Lagen stattfand. Aus diesem Grund besitzt die Sättigungspolarisation keine Abhängigkeit von der Wärmebehandlungszeit unter Atmosphäre. Im Gegensatz dazu steigt das uniaxiale Anisotropiefeld nach der Wärmebehandlung für eine und zwei Stunden unter Atmosphäre

gegenüber der nicht an Luft wärmebehandelten Schicht an. Als Folge dessen nimmt auch die Grenzfrequenz zu. Möglicherweise führen thermische Spannungen und die durch eine teilweise Oxidation der $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage erzeugten lokalen Gitterverzerrungen zu dem Anstieg des uniaxialen Anisotropiefeldes, welche jedoch nach dreistündiger Wärmebehandlung an Luft wieder relaxieren.

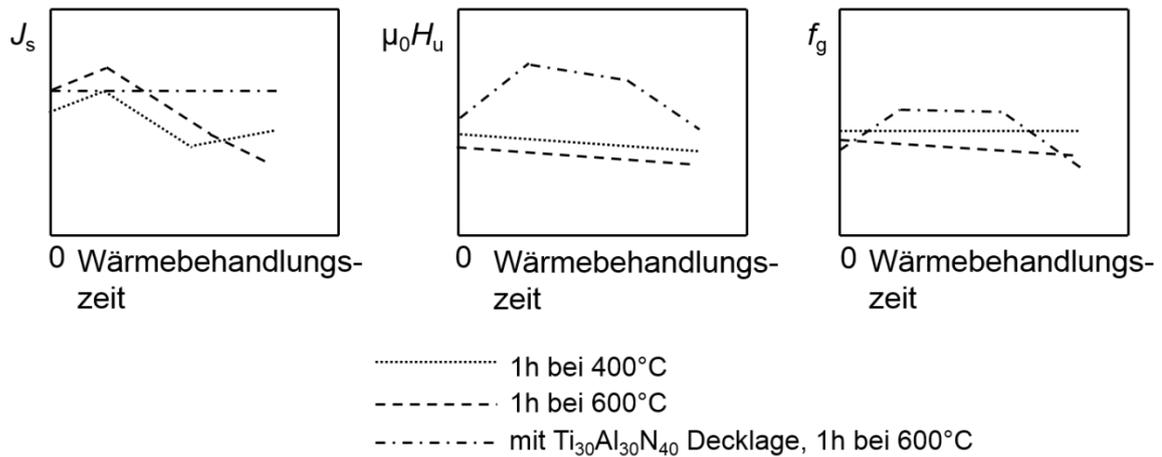


Abbildung 6-9: Schematische Abhängigkeit der magnetischen Eigenschaften von der Wärmebehandlungszeit bei 600 °C unter Luftatmosphäre.

6.2.2 Mikrostruktur und mechanische Eigenschaften

In diesem Abschnitt wird der Einfluss der Wärmebehandlung unter Atmosphäre sowie des Materialabtrags mittels Plasmaätzen auf die Mikrostruktur und auf die mechanischen Eigenschaften diskutiert.

Thermische Belastung unter Atmosphäre

Anhand der thermogravimetrischen Analyse in Abbildung 5-54 wurde deutlich, dass die Viellagenschichten mit $Ti_{51}N_{49}$ Decklage bereits ab 600 °C anfangen zu oxidieren, wohingegen die Schicht mit $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage erst ab 800 °C oxidiert. Die bessere Oxidationsbeständigkeit von (Ti,Al)N im Vergleich zu TiN ist in der Literatur hinlänglich bekannt und beruht auf der Ausbildung einer dichten Al_2O_3 Oberflächenschicht, wodurch die Sauerstoffdiffusion in die Schicht reduziert wird [59]. Die AES-Tiefenprofile der Viellagenschicht mit $Ti_{30}Al_{30}N_{40}$ Decklage bestätigten die Bildung einer dünnen Al_2O_3 Oberflächenschicht nach zwei- und dreistündiger Wärmebehandlung bei 600 °C unter Luft, wobei die Kristallstruktur mittels XRD-Messungen nicht verifiziert werden konnte. Da eine Sauerstoffdiffusion in die Schicht unterbunden wurde, blieb die metastabile $Ti_{1-x}Al_xN$ Phase jedoch erhalten. Dahingegen zeigten die AES-Tiefenprofile der Viellagenschichten mit $Ti_{51}N_{49}$ Decklage die Oxidation der beiden obersten Doppellagen zu einer Co-Fe-O/Ti(N,O)₂ Oberflächenschicht verbunden mit einer Diffusion von Co- und Fe-Atomen zur Schichtoberfläche. Die Bildung von $Ti(N,O)_2$ basierend auf der TiO_2 Phase resultiert dabei aus der Oxidation der TiN Lagen unter Abgabe von Stickstoff an die Atmosphäre [310], [311], wobei die Standardbildungsenthalpie für rutilen TiO_2 $\Delta H_f^0 = -944$ kJ/mol beträgt [312]. In den Röntgendiffraktogrammen dieser Schichten zeigte sich nach der Wärmebehandlung an Luft ein zusätzlicher Reflex, der möglicherweise einer orthorhombischen TiO_2 -Phase

zugeordnet werden kann. Allerdings ließ sich die Kristallstruktur mangels weiterer Reflexe bezüglich dieser Phase nicht abschließend feststellen. Die beiden obersten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Lagen oxidierten unter Abgabe von Hafnium und Stickstoff an die Atmosphäre jeweils zu einer Co-Fe-O Lage. Eine Analyse der sich dabei ausbildenden Phasen war wegen nicht vorhandener Reflexe in den Röntgendiffraktogrammen jedoch nicht durchführbar. Basierend auf einer negativen Standardbildungsenthalpie wäre beispielsweise die Bildung von FeO (-272 kJ/mol) [313], Fe_2O_3 (-823 kJ/mol) [314], Fe_3O_4 (-1,1 MJ/mol) [314], CoO (-118 kJ/mol) [315], Co_3O_4 (-130,7 kJ/mol) [315], oder CoO- Fe_2O_3 (-1,1 MJ/mol) [316] möglich. Des Weiteren wurde anhand der AES-Tiefenprofile deutlich, dass die beiden obersten Doppellagen der bei 400 °C konditionierten Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage bereits nach einer Stunde Wärmebehandlungszeit unter Atmosphäre oxidieren, wohingegen die bei 600 °C konditionierte Schicht nur eine teilweise Oxidation der $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage zu $\text{Ti}(\text{N},\text{O})_2$ aufweist und eine Oxidation der beiden obersten Doppellagen erst bei zweistündiger Wärmebehandlung an Luft erfolgt. Die bei 600 °C konditionierte Viellagenschicht besitzt aufgrund der höheren Konditionierungstemperatur einen größeren mittleren TiN-Korndurchmesser und demzufolge weniger Korngrenzen als die bei 400 °C konditionierte Schicht. Deshalb besitzt die bei 400 °C konditionierte Viellagenschicht im Vergleich zu der bei 600 °C konditionierten Schicht eine ausgeprägtere Korngrenzendiffusion von Sauerstoff durch die $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage, was zu einer rascheren Oxidation der tieferen Lagen führt. Daneben ist der TiN-Gitterparameter für die bei 400 °C konditionierte Schicht vergrößert, sodass die Bindungsenergie zwischen den Atomen geringer als bei der bei 600 °C konditionierten Schicht mit relaxiertem TiN-Gitter ist. Aufgrund dessen ist die Aktivierungsenergie für eine Volumendiffusion durch das TiN-Gitter der obersten Lage herabgesetzt, was zusätzlich in einer stärkeren Sauerstoffdiffusion in tiefere Lagen resultiert.

Der Einfluss der Wärmebehandlungszeit bei 600 °C unter Atmosphäre auf die Härte ist schematisch in Abbildung 6-10 dargestellt. Wie zu erkennen ist, nimmt die Härte der Viellagenschichten mit $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage gegenüber der nicht an Luft wärmebehandelten Schichten sprunghaft ab und zeigt eine lineare Abnahme mit zunehmender Wärmebehandlungszeit. Im Gegensatz dazu ändert sich die Härte der Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage durch die Wärmebehandlung an Luft nicht und weist auch keine Abhängigkeit von der Wärmebehandlungszeit auf. Die unterschiedliche Härte für Schichten mit verschiedenen Decklagen nach der Wärmebehandlung an Luft lässt sich auf das unterschiedliche Oxidationsverhalten zurückführen. Bei der Oxidation der $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage bildet sich eine dünne Al_2O_3 Oberflächenschicht aus, wohingegen die beiden obersten Doppellagen der Viellagenschichten mit $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage zu einer Co-Fe-O/ $\text{Ti}(\text{N},\text{O})_2$ Oberflächenschicht oxidieren. Da Al_2O_3 eine dichte Lage ausbildet und TiO_2 porös ist [59], ist die Härte der Schicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage nach dem Oxidieren höher als die der Schichten mit $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage. Durch die Diffusion von Sauerstoff werden außerdem vermutlich Schichtspannungen erzeugt, die zu dem beobachteten Härteverlauf der bei 400 °C und bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten führen.

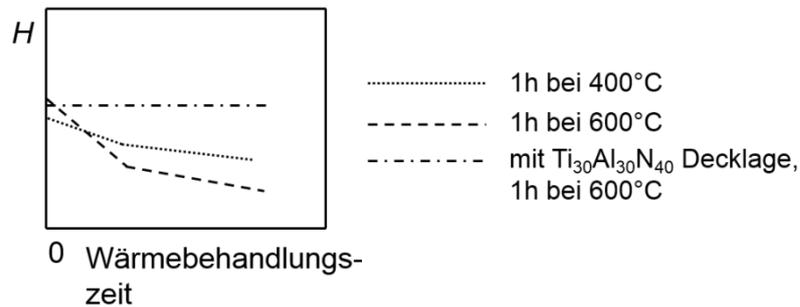


Abbildung 6-10: Schematische Darstellung der Abhängigkeit der Härte H von der Wärmebehandlungszeit bei 600 °C unter Atmosphäre.

Materialabtrag mittels Plasmaätzen

In Abbildung 6-11 sind schematisch die Abhängigkeit der Schichteigenspannungen σ_e und der durch das Ätzen in der Schicht hervorgerufenen Spannung $\sigma_{\text{Ätz}}$ vom Materialabtrag mittels Plasmaätzens dargestellt. Der Verlauf der tensilen Eigenspannungen mit zunehmendem Materialabtrag beziehungsweise mit abnehmender Gesamtschichtdicke deutet einerseits auf einen Spannungsgradienten über der Schichtdicke der konditionierten Viellagenschichten hin, der durch den Materialabtrag sichtbar wird. Andererseits werden die Schichteigenspannungen nach dem Ätzen auch durch den Ar-Ionenbeschuss und den dadurch in der Schicht induzierten kompressiven Spannungen $\sigma_{\text{Ätz}}$ beeinflusst.

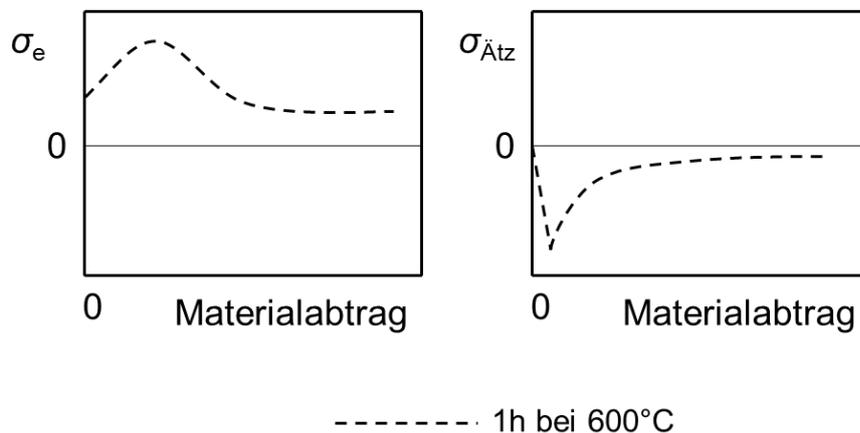


Abbildung 6-11: Schematische Darstellung der Abhängigkeit der Eigenspannungen σ_e und der durch das Ätzen in der Schicht hervorgerufenen Spannung $\sigma_{\text{Ätz}}$ vom Materialabtrag mittels Plasmaätzen.

In der Literatur wird von TiN Dünnschichten berichtet, die für verschiedene Schichtdicken unterschiedliche Eigenspannungen aufweisen [317], [318]. Eine mögliche Erklärung dafür ist eine abnehmende Punktdefektdichte mit steigender Schichtdicke, welche bei dickeren Schichten zu geringeren kompressiven Eigenspannungen führt [317]. R. Machunze et al. führten Experimente durch, bei denen die Schichtdicke von TiN Schichten schrittweise mittels nasschemischen Ätzen reduziert wurde [318]. Die jeweils nach dem Ätzprozess gemessenen Eigenspannungen der Schicht zeigten eine Schichtdickenabhängigkeit. Aufgrund dieses Ergebnisses schlossen die Autoren eine Spannungsrelaxation mit steigender Schichtdicke als Grund für die beobachteten unterschiedlichen Eigenspannungen bei unterschiedlich dicken TiN Dünnschichten aus und schlossen stattdessen auf einen

Spannungsgradienten in der Schicht, der durch den sukzessiven Materialabtrag sichtbar wird [318]. Daher ist es möglich, dass auch die Viellagenschichten in dieser Arbeit einen Spannungsgradienten in der Schicht besitzen, welcher zu dem beobachteten Verlauf der Eigenspannung in Abhängigkeit des Materialabtrags führt. Allerdings stellt sich bei diesem Modell die Frage, ob der Spannungsgradient über die komplette Schichtdicke oder über die einzelnen Lagen des Viellagenverbunds existiert. Bei letzterem wäre ein periodisches Verhalten der Eigenspannungen in Abhängigkeit des Materialabtrags zu erwarten, welches allerdings nicht beobachtet wurde. Möglicherweise reichen jedoch die Messgenauigkeit und die Abstufung des Materialabtrags nicht aus, um ein periodisches Verhalten aufzulösen. Weiterhin wurde in der Literatur nur von Spannungsgradienten in unbehandelten Dünnschichten berichtet. Daher kann nicht abschließend geklärt werden, ob ein möglicher Spannungsgradient in den Viellagenschichten auch nach der Konditionierung bei 600 °C und der damit einhergehenden Spannungsrelaxation bestehen bleibt. Somit stellt dieses Modell lediglich eine qualitative Beschreibung zur schichtdickenabhängigen Eigenspannung der Viellagenschichten nach dem Ätzen dar.

Daneben werden die Schichteigenspannungen auch durch den Ar-Ionenbeschuss und den dadurch in der Schicht induzierten kompressiven Spannungen $\sigma_{\dot{A}tz}$ beeinflusst. Zur Beschreibung der Abhängigkeit der durch das Ätzen in der Schicht hervorgerufenen Spannung $\sigma_{\dot{A}tz}$ vom Materialabtrag wird ein Modell zum physikalischen Materialabtrag mittels Ar-Ionenbeschuss aufgestellt, welches in Abbildung 6-12 gezeigt ist. In dieser Studie wurden geringe Materialabträge bis 83 nm über eine Variation der Ätzzeit bei einer verhältnismäßig niedrigen am Substratteller anliegenden DC-Spannung von -230 V realisiert. Damit verbunden war eine geringe kinetische Energie der ankommenden Ar-Ionen. Offenbar reichte diese Energie bei dem gegebenen Masseverhältnis zwischen Ar- und Ti- sowie N-Atomen nur bedingt aus, um die Atombindungen der obersten $Ti_{51}N_{49}$ -Lage aufzubrechen, sodass Atome den Festkörperverbund verlassen können. Stattdessen führte die geringe kinetische Energie der Ar-Ionen zu einer Ar-Implantation in der Schicht und zu einer Deponierung der auf die Schicht übertragenen Energie. Dies resultierte in der Erzeugung von kompressiven Spannungen $\sigma_{\dot{A}tz}$, wie Abbildung 6-11 zeigt. Zur Umsetzung von höheren Materialabträgen wurde eine höhere DC-Spannung am Substratteller von -560 V gewählt, sodass die dadurch gestiegene kinetische Energie der Ar-Ionen nun zum Aufbrechen der Atombindungen ausreichte und die Atome einen genügend hohen Impuls besaßen, um den Festkörperverbund zu verlassen. Daher wurde die Energie der Ar-Ionen anstelle zur Implantation zum Abtrag von Schichtmaterial genutzt, weswegen wesentlich weniger Spannungen $\sigma_{\dot{A}tz}$ in der Schicht erzeugt wurden.

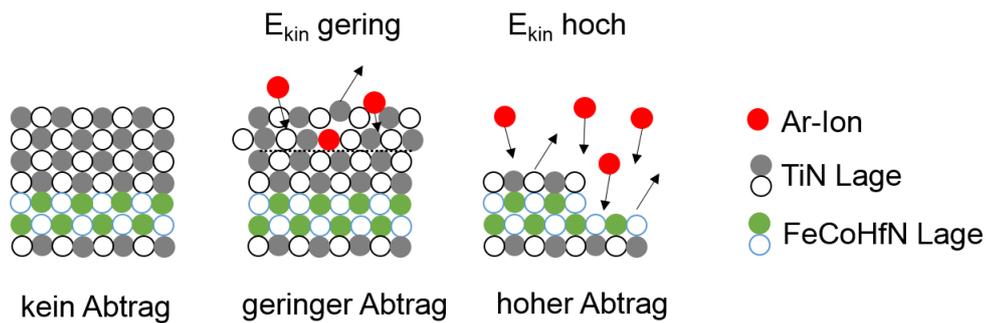


Abbildung 6-12: Vereinfachtes Modell zum Materialabtrag mittels Plasmaätzen für geringe und hohe kinetische Energien der Ar-Ionen.

Abbildung 6-13 zeigt schematisch die Abhängigkeit der TiN(200)-Winkelposition und der Härte H vom Materialabtrag mittels Plasmaätzen. Anhand dessen lässt sich erkennen, dass der ursprünglich zu höheren Winkeln verschobene TiN(200)-Reflex sich bei geringen Materialabträgen zu kleineren Winkeln gegenüber der theoretischen TiN(200)-Winkelposition verschiebt. Daher weitet sich das ursprünglich gestauchte TiN-Gitter aufgrund des Plasmaätzens auf. Außerdem werden bei geringen Materialabträgen hohe kompressive Spannungen in der Schicht induziert, wie in Abbildung 6-11 zu sehen ist. Kompressive Schichteigenspannungen entstehen, wenn das Schichtvolumen, beispielsweise durch Fremdatomeinbau verursacht, relativ zum Substrat expandiert. Aus der Randbedingung, dass die Schicht dieselbe Länge wie das Substrat besitzen muss, folgt die Durchbiegung des Schicht-Substrat-Verbunds und die Erzeugung von kompressiven Schichtspannungen. Aus diesem Grund ist die Beobachtung des aufgeweiteten TiN-Gitters bei geringen Materialabträgen konsistent mit den beobachteten kompressiven Spannungen $\sigma_{\text{Ätz}}$, welche durch das Ätzen in der Schicht erzeugt wurden. Diese hohen Schichtspannungen führen des Weiteren zu einem Anstieg der Härte im Vergleich zu ungeätzten Schichten. Für höhere Materialabträge nimmt die TiN-Gitteraufweitung wieder ab, sodass sich die Atome nahezu auf ihren Gleichgewichtspositionen befinden. Auch die durch das Plasmaätzen hervorgerufenen kompressiven Spannungen $\sigma_{\text{Ätz}}$ relaxieren mit steigendem Materialabtrag. Die wiederum beeinflussen die Härte, sodass auch diese mit steigendem Materialabtrag abnimmt und relaxiert.

Somit lässt sich die Abhängigkeit der TiN(200)-Winkelposition und der Härte vom Materialabtrag mittels Plasmaätzen qualitativ durch den Verlauf der durch das Ätzen in der Schicht hervorgerufenen kompressiven Spannung $\sigma_{\text{Ätz}}$ und dem vorgeschlagenem Modell zum Materialabtrag mittels Plasmaätzen beschreiben. Eine vollständige Beschreibung durch dieses Modell ist jedoch nicht möglich, da die Ar-Implantation bei geringen Materialabträgen beispielsweise nur die obersten Atomlagen beeinflusst und daher der Einfluss auf das Gesamtvolumen der Schicht als gering eingeschätzt werden kann. Auch erlaubt das Modell zur schichtdickenabhängigen Eigenspannung keine vollständige Beschreibung der TiN(200)-Winkelposition und der Härte in Abhängigkeit vom Materialabtrag. Dennoch bieten die aufgestellten Modelle eine qualitative Beschreibung der beobachteten Abhängigkeiten an.

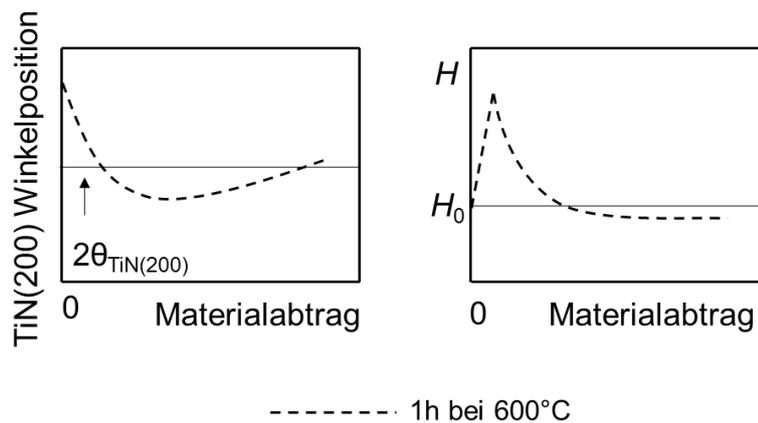


Abbildung 6-13: Schematische Darstellung der Abhängigkeit der TiN(200)-Röntgenwinkelposition und der Härte H vom Materialabtrag mittels Plasmaätzen.

6.2.3 Beurteilung der Sensorfunktionalität und der Oxidationsbeständigkeit

Zur berührungslosen Detektion von mechanischen Spannungs-, Temperatur- und Volumenänderungen spielt die Sensorfunktionalität der potentiellen Sensorschutzschicht eine entscheidende Rolle. Anhand der experimentell verifizierten Abhängigkeiten des ferromagnetischen Resonanzverhaltens von mechanisch induzierten Schichtspannungen, der Schichttemperatur, und des Schichtvolumens ist es gelungen, die Sensorfunktionalität der Schicht nachzuweisen.

Dabei reagierte die Sensorschicht auf mechanische Druck- und Zugspannungen mit einer mittleren Änderung der Grenzfrequenz von 25,8 MHz/MPa beziehungsweise von 39,7 MHz/MPa. Darüber hinaus blieb die Halbwertsbreite der Resonanzkurve bei der mechanischen Induzierung von Druckspannungen unverändert, sodass eine Detektion von Druckspannungen über die Zunahme der Grenzfrequenz theoretisch auch für größere Spannungen als die in dieser Arbeit induzierten -70,5 MPa möglich wäre. Allerdings können bei hohen Schichtspannungen Rissbildung und Schichtversagen auftreten, wodurch die Funktionalität des Sensors nicht mehr gewährleistet ist. Die Induzierung von Zugspannungen in der Sensorschicht ließ sich aufgrund der zunehmenden Verbreiterung der Resonanzkurve nur bis Spannungen von 28,2 MPa über die Änderung der Grenzfrequenz erfassen. Gleichzeitig nimmt der Verlauf der spannungsabhängigen Grenzfrequenz in diesem Spannungsbereich ein Minimum an, wie in Abschnitt 6.2.1 dargelegt wurde.

Eine Temperaturerhöhung der bei 600 °C beziehungsweise bei 400 °C konditionierten Sensorschicht verschob die Grenzfrequenz im Mittel um 0,4 MHz/°C beziehungsweise um 1,5 MHz/°C. Gleichzeitig fand eine Erhöhung der Halbwertsbreite des Resonanzreflexes um 0,25 MHz/°C bzw. um 0,82 MHz/°C statt. Somit besitzt die bei 400 °C konditionierte Schicht eine größere Temperaturempfindlichkeit als die bei 600 °C konditionierte Schicht, was sich auf eine unterschiedliche Temperaturabhängigkeit des thermisch induzierten uniaxialen Anisotropiefeldes zurückführen ließ. Die berührungslose Erfassung der Sensorschichttemperatur über die Abnahme der Grenzfrequenz erfolgte in dieser Arbeit bis zu einer Temperatur von 300 °C. Theoretisch ist die Detektion der Schichttemperatur

anhand des temperaturabhängigen ferromagnetischen Verhaltens bis zum Erreichen der Curie-Temperatur möglich, die für das Schichtsystem $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ auf ungefähr $T_c = 800\text{ °C}$ abgeschätzt werden kann. Dabei muss allerdings beachtet werden, dass bereits ab 600 °C an Luft eine Oxidation der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Sensorschicht einsetzt, die die magnetischen Eigenschaften und damit die Sensorfunktionalität beeinträchtigt. Durch die Verwendung einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage anstelle der $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage konnte die Oxidationsbeständigkeit der Sensorschicht von 600 °C auf 800 °C heraufgesetzt werden. Während der Wärmebehandlung bei 600 °C an Luft bildete die $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage eine dichte Al_2O_3 Oberflächenschicht aus, welche eine Sauerstoffdiffusion in die Schicht und damit eine Degradation der magnetischen Eigenschaften verhinderte.

Die Reduzierung des magnetischen Volumens mittels Plasmaätzens resultierte in einer Abnahme des statischen magnetischen Sättigungssignals $J_{s,R}$ der Sensorschicht um 56 %. Eine Intensitätsabnahme des Imaginär- und Realteils der ferromagnetischen Hochfrequenzpermeabilität in Bezug auf ein Referenzvolumen konnte erst ab einer Reduzierung der magnetischen Gesamtdicke auf 293 nm beobachtet werden. Die Grenzfrequenz zeigte erwartungsgemäß keine Abhängigkeit vom magnetischen Schichtvolumen, wohingegen die auf das Ausgangsvolumen normierte Anfangspermeabilität eine abnehmende Tendenz mit sinkendem magnetischem Volumen aufwies. Allerdings wurde die uniaxiale Anisotropie der Sensorschicht während des Ätzvorgangs durch induzierte Spannungen beeinflusst, weswegen keine eindeutige Korrelation zwischen Materialabnahme und ferromagnetischem Resonanzverhalten, wie beispielsweise der Anfangspermeabilität, in Bezug auf das Referenzvolumen möglich war.

In dieser Arbeit wurden die Einflüsse von mechanisch induzierten Schichtspannungen, der Schichttemperatur und des Schichtvolumens getrennt voneinander auf das ferromagnetische Resonanzverhalten untersucht, um die jeweiligen Abhängigkeiten einzeln zu analysieren. Dabei wurde deutlich, dass die verschiedenen Einflüsse unterschiedliche Auswirkungen auf die Grenzfrequenz besitzen. Im realen Einsatz treten die verschiedenen Belastungen in der Regel jedoch gleichzeitig auf und eine Unterscheidung zwischen Spannungs-, Temperatur- und Volumenänderungen anhand des ferromagnetischen Resonanzverhaltens ist erstrebenswert. Die vorgestellten Ergebnisse haben gezeigt, dass sowohl mechanisch induzierte Schichtzugspannungen als auch Temperaturerhöhungen zu einer Abnahme der Grenzfrequenz bei gleichzeitiger Verbreiterung der Resonanzkurve führen. Daher lässt eine abnehmende Grenzfrequenz keine eindeutigen Rückschlüsse bezüglich einer möglichen mechanischen oder thermischen Belastung zu. Mechanisch induzierte Druckspannungen resultieren in einer Zunahme der Grenzfrequenz. Tritt aber gleichzeitig eine Temperaturerhöhung der Schicht auf, welche die Grenzfrequenz sinken lässt, können sich diese gegenläufigen Effekte gerade kompensieren, sodass letztlich keine Änderung in der Grenzfrequenz beobachtet wird. Insgesamt kann man also a priori aus einer abnehmenden, gleichbleibenden, oder zunehmenden Grenzfrequenz keine Rückschlüsse auf die verschiedenen Beanspruchungen ziehen. Möglicherweise ließe sich dieses Ziel mit einer geschlossenen Beschreibung der spannungs- und temperaturabhängigen Grenzfrequenz unter genauer Kenntnis der Schichteigenschaften realisieren.

Die Integration der in dieser Arbeit entwickelten Sensorschutzschicht in reale Systeme bietet sich vor allem für Anwendungsgebiete an, bei denen entweder nur mechanische oder

thermische Belastungen auftreten. Beispielsweise finden bei im Maschinenbau eingesetzten geschmierten Bauteilen überwiegend Temperaturänderungen statt, die mit Hilfe der Sensorschutzschicht berührungslos erfasst werden könnten. Des Weiteren ist bei hochbeanspruchten Werkzeugen der Fertigungstechnik die Kenntnis der Temperatur an der Schneidkante von großer Bedeutung. Auch in diesem Fall wäre eine berührungslose Detektion der Temperaturänderungen mittels der Sensorschutzschicht prinzipiell möglich.

7 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurden multifunktionale Viellagenschichten mit kombinierten Sensor- und Schutzeigenschaften aus den Schichtsystemen Fe-Co-Hf-N, Ti-N und Ti-Al-N zur Realisierung ferromagnetischer Sensorschutzschichten hergestellt und die Sensorfunktionalität in Hinblick auf Dehnung, Temperaturänderungen und Materialabnahme charakterisiert. Daher wurden zunächst TiN Hartstofflagen und ferromagnetische Fe-Co-Hf-N Lagen in einem Fe-Co-Hf-N/TiN Dünnschichtviellagenverbund miteinander kombiniert und die Zusammenhänge zwischen der Konstitution und Mikrostruktur mit den erzielten mechanischen und magnetischen Eigenschaften werkstoffwissenschaftlich untersucht. Aus diesen Ergebnissen leiteten sich materialwissenschaftliche Erkenntnisse über die Herstellung von Viellagenfunktionsschichten für die Hochfrequenz-Sensorik ab. Im nächsten Schritt wurde die Sensorfunktionalität der optimierten Viellagenschicht analysiert und anhand der Abhängigkeit des ferromagnetischen Resonanzverhaltens von mechanisch induzierten Schichtspannungen, des Schichtvolumens und der Schichttemperatur nachgewiesen. Dazu diente eine Korrelation der magnetischen Eigenschaften mit den entsprechenden externen Einflussgrößen. Eine modellhafte Beschreibung der dehnungs- und temperaturabhängigen Resonanzfrequenz ermöglichte es schließlich, Aussagen über den Schichtzustand aus der Messung der Grenzfrequenz abzuleiten.

Die Abscheidung der Viellagenschichten erfolgte mittels der Hochleistungskathodenzerstäubung in reaktiver Argon- und Stickstoffatmosphäre. Aufgrund der vergleichsweise hohen Abscheideraten und der niedrigen Substrattemperatur dominieren bei dieser Methode kinetische Prozesse. Damit lassen sich metastabile Schichten abseits des thermodynamischen Gleichgewichts herstellen. Ein weiterer wesentlicher Vorteil liegt in der Möglichkeit, über die Einstellung der Beschichtungsparameter gezielt Einfluss auf das Schichtwachstum und die Mikrostruktur und damit auf die Schichteigenschaften zu nehmen. Die in den verschiedenen Versuchsreihen hergestellten Proben wurden im Anschluss an die Schichtabscheidung im Vakuum in einem externen Magnetfeld von $B = 50$ mT für eine Stunde bei Temperaturen von $T = 400$ °C beziehungsweise $T = 600$ °C konditioniert, um eine uniaxiale Anisotropie in der Ebene der Funktionslagen zu induzieren und um Eigenspannungen abzubauen. Die Konstitution und Mikrostruktur der Viellagenschichten wurde bezüglich ihrer chemischen Zusammensetzung, des Schichtaufbaus, der Kristallstruktur und Phasen untersucht. Zusätzliche Messungen zur Härte und zum reduzierten Elastizitätsmodul erlaubten eine Beurteilung in Bezug auf die Einsetzbarkeit als Verschleißschutzschicht. Weiterhin sind die Schichteigenspannungen zum Abschätzen des technischen Anwendungspotentials der Schichten entscheidend, da bei großen Eigenspannungszuständen Schichtversagen durch Ablösungseffekte der Schicht vom Substrat und Rissbildung auftreten kann. Die Charakterisierung der statischen und dynamischen ferromagnetischen Eigenschaften der Schichten erfolgte im Hinblick auf ihr Potential als mögliche Sensorfunktion.

Zur werkstoffwissenschaftlichen Untersuchung des Viellagenaufbaus von Fe-Co-Hf-N/TiN Viellagenschichten wurde zunächst die Anzahl n der Doppellagen von $n = 7$ bis $n = 399$

systematisch variiert. Anschließend wurde der Anteil des ferromagnetischen Werkstoffs Fe-Co-Hf-N am Gesamtvolumen der Viellagenschichten bei konstanter Doppellagenanzahl $n = 7$ von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,4$ bis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,7$ erhöht. Zudem wurde die Werkstoffauswahl anhand des in den vorangegangenen Versuchsreihen optimierten Viellagenaufbaus bezüglich der Oxidationsbeständigkeit durch das Ersetzen der obersten TiN Lage durch eine Ti-Al-N Deckschicht derselben Dicke weiterentwickelt und werkstoffwissenschaftlich untersucht.

Die Ergebnisse zur Untersuchung des Einflusses der Grenzflächen auf die strukturellen, magnetischen und mechanischen Eigenschaften zeigten, dass die Härte der Viellagenschichten linear mit steigender Doppellagenanzahl n aufgrund der Deformation des TiN-Gitters durch Fremdatomeinbau und der angenommenen Bildung von kfz-(Fe,Co,Hf,Ti)N Mischkristalllagen zunahm. Gleichzeitig entstanden in Schichten mit hoher Doppellagenanzahl jedoch hohe Spannungen an den Lagengrenzflächen, die wegen der geringen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einzellagendicken nicht relaxierten. Als Folge dessen erzeugten diese lokalen Spannungen Streifendomänen und eine magnetische Anisotropie senkrecht zur Schichtebene, sodass es für Schichten mit einer Anzahl an Doppellagen von $n > 28$ nicht möglich war, thermisch eine uniaxiale Anisotropie in der Schichtebene einzuprägen. Daher ist zur Reduzierung der Spannungen an den Lagengrenzflächen und somit zur Unterdrückung der Streifendomänen eine $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Mindestlagendicke von $d_{\text{FeCoHfN}} = 15$ nm nötig, um eine uniaxiale Anisotropie in der Schichtebene zu induzieren. Da diese Vorzugsrichtung für eine homogene Präzession der magnetischen Momente im externen Hochfrequenzfeld nötig ist, besitzen diese Schichtsysteme ein ferromagnetisches Resonanzverhalten und sind für mögliche Hochfrequenzanwendungen geeignet. Neben einer hohen uniaxialen Anisotropie wiesen Viellagenschichten bei einer Doppellagenanzahl von $n \leq 28$ weichmagnetisches Verhalten und eine hohe Sättigungspolarisation auf, was in Grenzfrequenzen von über 2 GHz und Anfangspermeabilitäten über 200 resultierte. Des Weiteren besitzen diese Schichten nach der Konditionierung bei 600 °C Härten im Bereich der $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Einlagenschicht und sehr geringe Eigenspannungen. Damit ist es gelungen, geeignete mechanische und magnetische Eigenschaften in Viellagenschichten für $n \leq 28$ zu kombinieren. Insbesondere die Viellagenschicht mit 7 Doppellagen besitzt nach der Konditionierung bei 600 °C die geringsten Schichteigenspannungen sowie eine ausgeprägte Resonanzkurve mit der geringsten Dämpfung und der höchsten Anfangspermeabilität. Bei Erhöhung des magnetischen Volumens durch eine Erhöhung der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einzellagendicke bei gleichbleibender $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lagendicke ließen sich die erzielten magnetischen Hochfrequenzeigenschaften bis zu einem magnetischen Volumenverhältnis von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,51$ beibehalten. Ab einem Volumenanteil von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \geq 0,61$ wurde das ferromagnetische Resonanzverhalten aufgrund der hohen magnetischen Einzellagendicke von $d_{\text{FeCoHfN}} = 119$ nm durch Wirbelstromverluste beeinträchtigt. Daneben ist es trotz der steigenden $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einzellagendicke gelungen, nach der Konditionierung bei 600 °C niedrige Schichteigenspannungen und hohe Härten im Bereich der $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ Einlagenschicht oder höher zu erzielen. Insgesamt konnten somit in Viellagenschichten mit $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} \leq 0,51$ geeignete mechanische und magnetische Eigenschaften vereint werden. Die $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit sieben Doppellagen und einem magnetischen Volumenanteil von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,4$ mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage zeigte vergleichbare magnetische und mechanische Eigenschaften wie die entsprechende

$\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht und ist daher auch für mögliche Hochfrequenzanwendungen geeignet. Allerdings ist es trotz der Ausbildung einer metastabilen $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ -Phase mit kubisch-flächenzentriertem (Ti,Al)N-Substitutionsmischkristall aufgrund der (200)-Texturierung nicht gelungen, die hohe Härte und den hohen reduzierten E-Modul der $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Einlagenschicht in den Viellagenverbund zu übertragen.

Zusätzlich wurde die Oxidationsbeständigkeit der Viellagenschichten mit $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ und $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage sowie der Einfluss der Wärmebehandlungszeit bei 600 °C unter Atmosphäre auf die strukturellen, magnetischen und mechanischen Eigenschaften untersucht. Durch die Verwendung einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage anstelle einer $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage konnte die Oxidationsbeständigkeit der Viellagenschichten von 600 °C auf 800 °C heraufgesetzt werden. Während der Wärmebehandlung bei 600 °C unter Atmosphäre bildete die $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage eine dünne und dichte Al_2O_3 Oberflächenschicht aus, welche eine Sauerstoffdiffusion in die Schicht nahezu verhinderte. Im Gegensatz dazu oxidierten die beiden obersten Doppellagen der Viellagenschichten mit $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage, was zu einer Beeinträchtigung der magnetischen und mechanischen Eigenschaften führte. Somit konnte mittels der $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage einerseits die Oxidationsbeständigkeit erhöht und andererseits die Degradation der magnetischen und mechanischen Eigenschaften nach bis zu dreistündigen Wärmebehandlungen bei 600 °C an Luft unterbunden werden.

Im nächsten Schritt wurden die magnetischen Eigenschaften der optimierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit sieben Doppellagen und einem magnetischen Volumenanteil von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,4$ unter äußerer Belastung gemessen, um quantitative Aussagen zu mechanischen Spannungs-, Temperatur- oder Volumenänderungen in der Schicht aus der Änderung des ferromagnetischen Resonanzverhaltens ableiten zu können. Dazu wurde der Einfluss von mechanisch induzierten Schichtspannungen, der Schichttemperatur und des Schichtvolumens auf die statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften analysiert sowie jeweils ein Modell zur Beschreibung der spannungs- und temperaturabhängigen Resonanzfrequenz erarbeitet.

Anhand der Messung der Hochfrequenzpermeabilität bei gleichzeitiger Biegung des Schicht-Substrat-Verbunds konnte der Einfluss von mechanisch induzierten Schichtspannungen auf die ferromagnetische Resonanzfrequenz exemplarisch an der bei 400 °C konditionierten Viellagenschicht verifiziert werden. Ausgehend von dem Resonanzverhalten ohne äußere mechanische Belastung verschob sich das Maximum der Resonanzkurve mit steigenden Zugspannungen zu niedrigeren und mit steigenden Druckspannungen zu höheren Frequenzen. Somit ließ sich über mechanisch induzierte Zug- oder -druckspannungen in den Schichten eine Verschiebung der Grenzfrequenz zu niedrigeren oder höheren Frequenzen einstellen. Dabei zeigte die Grenzfrequenz eine deutliche Abhängigkeit von den mechanischen Spannungen. Durch das Induzieren einer Zugspannung von $\sigma_s = 28,2$ MPa sank die Grenzfrequenz von $f_g = 2,28$ GHz auf $f_g = 1,16$ GHz ab, wohingegen Druckspannungen zu einem Anstieg der Grenzfrequenz auf $f_g = 4,1$ GHz führten. Insgesamt ließ sich die Grenzfrequenz der Viellagenschicht über einen großen Frequenzbereich von über 2,5 GHz variieren. Damit ist es gelungen, Änderungen der mechanisch induzierten Schichtspannungen mit einer Schrittweite von $\Delta\sigma_s = 4,8$ MPa über eine Verschiebung der Grenzfrequenz zu detektieren. Zur Verifizierung der spannungsabhängigen Resonanzfrequenz $f_r(\sigma_s)$ wurde ein effektives biaxiales Anisotropiefeld $\vec{H}_{u,eff}$ eingeführt,

welches sich aus der Addition des thermisch induzierten uniaxialen Anisotropiefeldes \vec{H}_u und des durch die externe mechanische Spannung induzierten magnetoelastischen Anisotropiefeldes \vec{H}_{me} ergibt. Die Vorzugsrichtung der magnetischen Momente wird durch das Minimum der gesamten Energiedichte $f_{ges} = f_u + f_{me}$ definiert und daher von der Richtung von $\vec{H}_{u,eff}$ vorgegeben. Somit beeinflusst die Richtung der mechanisch induzierten Schichtspannung die Orientierung der magnetischen Momente, was zu dem beobachteten Verlauf der spannungsabhängigen Grenzfrequenz führte.

Zur Untersuchung des Einflusses der Schichttemperatur auf die statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften wurden die Hystereseurve und die Hochfrequenzpermeabilität der bei 400 °C beziehungsweise bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten von RT bis 500 °C beziehungsweise bis 300 °C gemessen und die temperaturabhängige ferromagnetische Resonanzfrequenz modellhaft beschrieben. Das ferromagnetische Verhalten der Schichten blieb bis zu einer Schichttemperatur von 500 °C unter Luft erhalten. Anhand der gemessenen Hysteresekurven konnte eine Abhängigkeit des thermisch induzierten uniaxialen Anisotropiefeldes von der Schichttemperatur beobachtet werden, welche für die bei 400 °C konditionierte Schicht stärker als für die bei 600 °C konditionierte Schicht war. Durch die höhere Temperatur während der Wärmebehandlung im Magnetfeld wurde die Vorzugsrichtung der magnetischen Momente stärker stabilisiert. Die Resonanzkurve beider Viellagenschichten offenbarte eine Verschiebung der Grenzfrequenz zu kleineren Frequenzen mit zunehmender Temperatur, wobei die bei 400 °C konditionierte Schicht eine größere Temperaturabhängigkeit zeigte. Die Grenzfrequenz der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht sank bei Erhöhung der Schichttemperatur von RT auf 300 °C um 120 MHz, wohingegen die der bei 400 °C konditionierten Schicht insgesamt um 410 MHz abnahm. Damit ermöglichte die Verschiebung der Grenzfrequenz eine Detektion von Schichttemperaturänderungen bei einer Schrittweite von $\Delta T = 25$ °C. Die temperaturabhängige Resonanzfrequenz $f_r(T)$ wurde unter Berücksichtigung der Temperaturabhängigkeiten der Sättigungspolarisation $J_s(T)$, des effektiven Dämpfungsparameters $\alpha_{eff}(T)$, des uniaxialen Anisotropiefeldes $H_u(T)$ und der induzierten Schichtspannungen $\sigma(T)$ modelliert und stellt damit eine Superposition aus temperaturabhängigem ferromagnetischen Verhalten und thermisch induzierten Schichtspannungen dar. Der unterschiedliche Verlauf der temperaturabhängigen Grenzfrequenz beider Schichten konnte mittels der Anpassung des aufgestellten Modells an die Messdaten auf eine unterschiedliche Temperaturabhängigkeit des thermisch induzierten uniaxialen Anisotropiefeldes zurückgeführt werden, wobei das der bei 400 °C konditionierten Schicht in Übereinstimmung mit den temperaturabhängigen Hysteresekurven eine stärkere Abhängigkeit als das der bei 600 °C konditionierten Schicht zeigte. Daher beeinflusst die Temperatur zum Induzieren der uniaxialen Anisotropie deren thermische Stabilität und die Stärke der Temperaturabhängigkeit der Grenzfrequenz. Eine große Abhängigkeit der Grenzfrequenz von der Temperatur wird mit einer Konditionierungstemperatur von 400 °C erzielt, wohingegen höhere Konditionierungstemperaturen die thermische Stabilität der uniaxialen Anisotropie im Hinblick auf mögliche Hochtemperaturanwendungen erhöhen.

Der Einfluss des Schichtvolumens auf die statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften wurde anhand eines Modellversuchs zum physikalischen Materialabtrag mittels Plasmaätzens exemplarisch an der bei 600 °C konditionierten

$\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht untersucht. Dazu wurde die Gesamtdicke der magnetischen Lagen gezielt von 355 nm auf 164 nm durch einen Gesamtmaterialabtrag von bis zu 499 nm verringert. Die intrinsischen ferromagnetischen Materialeigenschaften sind unabhängig vom Schichtvolumen. Dennoch kann durch eine Materialabnahme ein gegenüber dem Ausgangsvolumen in der Intensität reduziertes Messsignal detektiert werden, da dieses proportional zum magnetischen Schichtvolumen ist. Die experimentell bestimmte Sättigungspolarisation nahm bezogen auf die Ausgangsschicht linear mit sinkender magnetischer Gesamtdicke ab. Auch das Messsignal der ferromagnetischen Hochfrequenzpermeabilität ist proportional zum magnetischen Schichtvolumen, sodass ab einer Reduzierung der magnetischen Gesamtdicke auf 293 nm eine Intensitätsabnahme des Imaginär- und Realteils der Permeabilität verbunden mit einer tendenziell abnehmenden Anfangspermeabilität beobachtet wurde. Dahingegen zeigte die Grenzfrequenz erwartungsgemäß keine Abhängigkeit von der Reduzierung der magnetischen Gesamtdicke. Zusammenfassend ist es gelungen, anhand der experimentell verifizierten Abhängigkeit des ferromagnetischen Resonanzverhaltens von mechanisch induzierten Schichtspannungen, des Schichtvolumens und der Schichttemperatur die Sensorfunktionalität der Sensorschutzschicht nachzuweisen. Eine modellhafte Beschreibung der spannungs- und temperaturabhängigen Resonanzfrequenz erlaubte es schließlich, Aussagen über Spannungs- und Temperaturänderungen in der Schicht aus der Messung der Grenzfrequenz abzuleiten.

Die Integration der in dieser Arbeit entwickelten Sensorschutzschicht in reale Systeme bietet sich vor allem für Anwendungsgebiete an, bei denen entweder nur mechanische oder thermische Belastungen auftreten. Beispielsweise finden bei im Maschinenbau eingesetzten geschmierten Bauteilen überwiegend Temperaturänderungen statt, die mit Hilfe der Sensorschutzschicht berührungslos erfasst werden könnten. Des Weiteren ist bei hochbeanspruchten Werkzeugen der Fertigungstechnik die Kenntnis der Temperatur an der Schneidkante von großer Bedeutung. Auch in diesem Fall wäre eine berührungslose Detektion der Temperaturänderungen mittels der Sensorschutzschicht prinzipiell möglich.

A Anhang

Die im Rahmen dieser Arbeit erzielten Ergebnisse wurden teilweise in ISI-referierten Publikationen, sowie auf nationalen und internationalen Tagungen in Form von Vorträgen und Postern veröffentlicht:

ISI-referierte Publikationen:

K. Seemann, K. Krüger, und H. Leiste, „Temperature induced ferromagnetic resonance frequency change and resonance line broadening of a Fe–Co–Hf–N film with in-plane uniaxial anisotropy – a theoretical and experimental study“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 369, S. 142–146, 2014.

K. Seemann, H. Leiste, und K. Krüger, „Ferromagnetic resonance frequency increase and resonance line broadening of a ferromagnetic Fe–Co–Hf–N film with in-plane uniaxial anisotropy by high-frequency field perturbation“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 345, S. 36–40, 2013.

K. Krüger, K. Seemann, H. Leiste, M. Stüber, und S. Ulrich, „High-frequency magnetoelastic measurements on Fe–Co–Hf–N/Ti–N multilayer coatings“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 343, S. 42–48, 2013.

K. Krüger, C. Thede, K. Seemann, H. Leiste, M. Stüber, und E. Quandt, „Thermal Stability of the Ferromagnetic In-Plane Uniaxial Anisotropy of Fe-Co-Hf-N/Ti-N Multilayer Films for High-Frequency Sensor Applications“, *IEEE Trans. Magn.*, Bd. 49, Nr. 7, S. 3870–3873, 2013.

K. Seemann, H. Leiste, und K. Krüger, „Theoretic 3-D study of the high-frequency magnetic moment dynamics in thin ferromagnetic films with in-plane uniaxial anisotropy by considering eddy-current generation“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 324, Nr. 11, S. 1926–1932, 2012.

K. Seemann, H. Leiste, und K. Krüger, „On the comparison of the polarisation behaviour of exchange-biased AF/F NiMn/Fe(37)Co(48)Flf(15) bi-layer and multi-layer films with increased ferromagnetic cut-off frequencies“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 324, Nr. 6, S. 1165–1171, 2012.

Vorträge:

K. Krüger, K. Seemann, H. Leiste, M. Stüber, und S. Ulrich, „Temperature-dependent shift of the ferromagnetic cut-off frequency in Fe-Co-Hf-N/Ti-N multilayer films“, 59th Annual Magnetism and Magnetic Materials (MMM) Conference, Honolulu, 3. – 7. November 2014

K. Krüger, K. Seemann, H. Leiste, M. Stüber, und S. Ulrich, „Contactless temperature and mechanical stress inspection of Fe-Co-Hf-N/Ti-N multilayer coatings using high frequency sensor signals“, 10th European Conference on Magnetic Sensors and Actuators (EMSA), Wien, 6. – 9. Juli 2014

K. Krüger, K. Seemann, H. Leiste, M. Stüber, und S. Ulrich, „High-frequency permeability changes in Fe-Co-Hf-N/Ti-N multilayer coatings for mechanical stress characterization“, Joint European Magnetic Symposia (JEMS), Rhodos, 25. – 30. August 2013

K. Krüger, K. Seemann, H. Leiste, M. Stüber, S. Ulrich, und H. J. Seifert, „Fe₃₂Co₄₄Hf₁₂N₁₂/TiN multilayer coatings with wear resistant and ferromagnetic properties for in-situ high frequency sensor applications“, Materials Science Engineering (MSE), Darmstadt, 25. – 27. September 2012

K. Krüger, K. Seemann, H. Leiste, M. Stüber, und S. Ulrich, „Fe₃₂Co₄₄Hf₁₂N₁₂/TiN multilayer coatings for non-contact highfrequency sensor applications“, DPG-Frühjahrstagung der Sektion Kondensierte Materie, Berlin, 25. – 30. März 2012

Poster:

K. Krüger, K. Seemann, H. Leiste, M. Stüber, und S. Ulrich, „Contactless Mechanical Stress Characterization using the Stress Dependent Shift of the Ferromagnetic Resonance Frequency of Fe-Co-Hf-N/Ti-N Multilayer Coatings“, Materials Science Engineering (MSE), Darmstadt, 23. – 25. September 2014

K. Seemann, K. Krüger, und H. Leiste, „Temperature-dependent ferromagnetic resonance frequency shift and damping behaviour of an FeCoHfN film“, 10th European Conference on Magnetic Sensors and Actuators (EMSA), Wien, 6. – 9. Juli 2014

K. Krüger, K. Seemann, H. Leiste, M. Stüber, und S. Ulrich, „Fe-Co-Hf-N/Ti-N multilayer coatings with functional properties for high frequency sensor applications“, Euro Intelligent Materials, Kiel, 25. – 27. September 2013

K. Krüger, C. Thede, K. Seemann, H. Leiste, M. Stüber, und E. Quandt, „Thermal stability of the ferromagnetic in-plane uniaxial anisotropy of Fe-Co-Hf-N/Ti-N multilayer films for high-frequency sensor applications“, 12th Joint MMM/Intermag Conference, Chicago, 14. – 18. Januar 2013

H. Leiste, K. Seemann, K. Krüger, „Ferromagnetic resonance frequency increase and line broadening of a Fe₃₃Co₄₃Hf₁₀N₁₄ film by high-frequency field perturbation“, Joint European Magnetic Symposia (JEMS), Parma, 9. – 14. September 2012

K. Krüger, K. Seemann, H. Leiste, M. Stüber, S. Ulrich, und H. J. Seifert, „Structural, magnetic and mechanical investigations on Fe₃₂Co₄₄Hf₁₂N₁₂/TiN thin multilayer coatings with wear resistant and ferromagnetic properties“, 13th International Conference on Plasma Surface Engineering (PSE), Garmisch-Partenkirchen, 10. – 14. September 2012

K. Krüger, M. Stüber, K. Seemann, H. Leiste, „Combined ferromagnetic and mechanical properties of Fe₃₂Co₄₄Hf₁₂N₁₂/TiN multilayer coatings for high frequency sensor applications“, 3rd KIT PhD Symposium, 22. März 2012

K. Krüger, M. Stüber, K. Seemann, H. Leiste, „Combined ferromagnetic and mechanical properties of Fe₃₂Co₄₄Hf₁₂N₁₂/TiN multilayer coatings for high frequency sensor applications“, European School on Magnetism, 22. August – 02. September 2011

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1: Darstellung der temperaturabhängigen Magnetisierung $M(T)$ normiert auf die Magnetisierung $M(0)$ bei 0 K für Nickel, nach [3]. Die Temperatur T ist auf die Curie-Temperatur T_c normiert. Der Verlauf der spontanen Magnetisierung wird qualitativ durch die Molekularfeldtheorie beschrieben.	4
Abbildung 2-2: Reduzierung der Streufeld- und Entmagnetisierungsenergie in einem ferromagnetischen Kristall durch Bildung einer geschlossenen Domänenstruktur.....	5
Abbildung 2-3: Schematische Darstellung des Entmagnetisierungsfeldes einer dünnen Schicht und ihrer Magnetisierung.....	8
Abbildung 2-4: Schematische Darstellung einer a) statistischen, b) geordneten und c) gerichteten Atomverteilung eines binären Mischkristalls [14].	9
Abbildung 2-5: Schematische Darstellung einer Magnetisierungskurve und der Domänenstruktur eines ferromagnetischen Festkörpers.	11
Abbildung 2-6: Zusammenfassende Darstellung der Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke von der Korngröße für amorphe, nano- und polykristalline Materialien, nach [18].	12
Abbildung 2-7: Schematische Darstellung einer dünnen ferromagnetischen Schicht, deren magnetische Momente durch die Anregung eines äußeren Wechselfeldes um ihre Gleichgewichtslage präzedieren, nach [24].	14
Abbildung 2-8: Phasendiagramm des binären Systems Fe-Co, nach [42]. T_c bezeichnet die Curie-Temperatur.	17
Abbildung 2-9: Phasendiagramm des binären Systems Hf-N, nach [49].	19
Abbildung 2-10: Phasendiagramm des binären Systems Ti-N, nach [49].	20
Abbildung 2-11: Isothermer Schnitt des ternären Phasendiagramms Ti-Al-N bei 1000 °C, nach [65].	22
Abbildung 2-12: Berechnetes pseudobinäres Phasendiagramm TiN-AlN [66], [67]. Das Diagramm wurde aufgrund des zu niedrigen Schmelzpunktes für TiN entsprechend modifiziert [68].	23
Abbildung 2-13: Schematische Darstellung einiger wichtiger Prozesse der Kathodenzerstäubung im Gleichstrom-Modus, nach [91].	26
Abbildung 2-14: Das Strukturzonenmodell nach Thornton [96]–[98] unterteilt die Gefügestruktur abgeschiedener Schichten in Abhängigkeit des Temperaturverhältnisses $T^* = T_{\text{Substrat}}/T_{\text{Schmelz}}$ von Substrat- zu Schichttemperatur, sowie in Abhängigkeit des Prozessgasdrucks p . In der hier gezeigten Erweiterung von Anders [102] wird anstelle des Prozessgasdrucks die deponierte Energie E^* pro schichtbildendem Teilchen berücksichtigt.	29
Abbildung 3-1: Übersicht über weichmagnetische Werkstoffe eingeteilt nach Koerzitivfeldstärke und Sättigungspolarisation, nach [16].	35

Abbildung 4-1: Darstellung des Sensorkonzepts basierend auf Änderungen der ferromagnetischen Permeabilität induziert durch Spannungs-, Temperatur- oder Volumenänderungen.....	46
Abbildung 4-2: Übersicht über die Systematik der in dieser Arbeit durchgeführten Versuchsreihen zur Optimierung des Viellagenaufbaus.	48
Abbildung 4-3: Übersicht zur Charakterisierung der Sensoreigenschaften unter externen Belastungen.....	50
Abbildung 4-4: Schematische Darstellung des Beschichtungsrezipienten zur Abscheidung von Fe-Co-Hf-N/Ti-N Viellagenschichten. Für die Hochleistungskathodenzerstäubung sind hinter den Targets Magnete platziert. Das Substrat befindet sich auf einem drehbaren Teller und wird zur sequentiellen Abscheidung der einzelnen Lagen unter das entsprechende Target bewegt. Die Targets können im DC- oder RF-Modus betrieben werden. Zur reaktiven Abscheidung wird neben dem Prozessgas Ar auch das Reaktivgas N ₂ in die Beschichtungskammer eingeleitet.....	51
Abbildung 4-5: Schematische Darstellung der Heizkammer des Magnetfeldofens. Die Probe (P) wird mittig zwischen den Polen eines Elektromagneten platziert. Die Heizeinheit besteht aus 12 Halogenlampen, deren Wärmestrahlung die Probe erwärmt.....	53
Abbildung 4-6: Schematische Darstellung der Schichtdickenbestimmung mittels Oberflächenprofilometrie.....	55
Abbildung 4-7: Schematische Darstellung des Messaufbaus eines Vibrationsmagnetometers.	60
Abbildung 4-8: Aufbau zur Messung der frequenzabhängigen Permeabilität unter mechanischer Last.....	62
Abbildung 4-9: Schematische Darstellung einer Last-Eindringtiefe Kurve mittels Nanoindentierung mit den zugehörigen Kennwerten, nach [279].	63
Abbildung 5-1: AES-Tiefenprofile der Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 119,6$ nm) plus einer Ti ₅₁ N ₄₉ Decklage vor (links) und nach (rechts) der Konditionierung bei 600 °C. ..	68
Abbildung 5-2: Konzentrationsverteilung der Elemente O, Si, Ti und Hf einer unbehandelten 7 ° Schrägschliffprobe mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 119,6$ nm) und einer Ti ₅₁ N ₄₉ Decklage gemessen mittels Augerelektronenspektroskopie.	69
Abbildung 5-3: Konzentrationsverteilung der Elemente O, Si, Ti und Hf einer bei 600 °C konditionierten 7 ° Schrägschliffprobe mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 119,6$ nm) und einer Ti ₅₁ N ₄₉ Decklage gemessen mittels Augerelektronenspektroskopie.	69
Abbildung 5-4: AES-Tiefenprofile der Viellagenschicht mit $n = 108$ Doppellagen ($\lambda = 8,8$ nm) plus einer Ti ₅₁ N ₄₉ Decklage vor (links) und nach (rechts) der Konditionierung bei 600 °C. ..	70
Abbildung 5-5: AES-Tiefenprofile der Viellagenschicht mit $n = 399$ Doppellagen ($\lambda = 2,4$ nm) plus einer Ti ₅₁ N ₄₉ Decklage vor (links) und nach (rechts) der Konditionierung bei 600 °C. ..	71
Abbildung 5-6: Röntgenreflektometriemessungen von Schichten mit variierender Doppellagendicke λ ohne Nachbehandlung (links) und bei 400 °C konditioniert (rechts). ...	72
Abbildung 5-7: REM-Aufnahmen der Bruch- und Oberfläche einer Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 119,6$ nm) und einer Ti ₅₁ N ₄₉ Decklage unbehandelt (links) und bei 600 °C	

konditioniert (rechts). Zu erkennen sind die alternierenden $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ (hell) und $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ (dunkel) Lagen.....	72
Abbildung 5-8: Quadratische Rauheit R_q und Rautiefe R_t in Abhängigkeit der Doppellagenanzahl n für wie abgeschiedene und jeweils bei 400 °C und 600 °C konditionierte Viellagenschichten.....	73
Abbildung 5-9: Röntgendiffraktogramme der unbehandelten (oben) und bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten (unten) mit variierender Doppellagenanzahl n . Substratreflexe sind mit einem „S“ gekennzeichnet.	75
Abbildung 5-10: Abhängigkeit der TiN(200)-Winkelposition (links) und Halbwertsbreite (rechts) von der Doppellagenanzahl n und der Schichtnachbehandlung.....	77
Abbildung 5-11: TEM-Hellfeldaufnahmen einer unbehandelten (links) und bei 600 °C konditionierten (rechts) Viellagenschicht mit der kleinsten Anzahl an Doppellagen $n = 7$ ($\lambda = 119,6$ nm).....	77
Abbildung 5-12: TEM-Beugungsbilder der unbehandelten (links) und bei 600 °C konditionierten (rechts) Viellagenschicht mit $n = 7$ ($\lambda = 119,6$ nm).....	78
Abbildung 5-13: TEM-Hochauflösungsaufnahme einer wie abgeschiedenen Viellagenschicht mit $n = 108$ Doppellagen ($\lambda = 8,8$ nm). Die gestrichelten Linien verdeutlichen den Verlauf der Lagengrenzen.....	79
Abbildung 5-14: TEM- Hochauflösungsaufnahme einer bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $n = 108$ Doppellagen ($\lambda = 8,8$ nm). Der Verlauf der Lagengrenzen wird durch gestrichelte Linien visualisiert.....	80
Abbildung 5-15: TEM-Beugungsbilder der unbehandelten (links) und bei 600 °C konditionierten (rechts) Viellagenschicht mit $n = 108$ Doppellagen ($\lambda = 8,8$ nm).....	81
Abbildung 5-16: TEM-Hochauflösungsaufnahme der wie abgeschiedenen und Dunkelfeldaufnahme (rechts oben) der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $n = 399$ Doppellagen ($\lambda = 2,4$ nm).....	81
Abbildung 5-17: TEM-Beugungsbilder einer unbehandelten (links) und bei 600°C konditionierten (rechts) Schicht mit $n = 399$ Doppellagen ($\lambda = 2,4$ nm).....	82
Abbildung 5-18: Hysteresekurven in leichter und schwerer Polarisationsrichtung der Viellagenschicht mit der niedrigsten Anzahl an Doppellagen $n = 7$ ($\lambda = 119,6$ nm) nach der Konditionierung bei 400 °C (links) beziehungsweise bei 600 °C (rechts).....	84
Abbildung 5-19: Abhängigkeit der Sättigungspolarisation J_s , des Koerzitivfeldes $\mu_0 H_c$ und des uniaxialen Anisotropiefeldes $\mu_0 H_u$ von der Doppellagenanzahl n für wie abgeschiedene und bei 400 °C und 600 °C konditionierte Viellagenschichten. Als Vergleich dienen Messungen an einer $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht.....	86
Abbildung 5-20: Frequenzabhängige relative magnetische Permeabilität μ_r der Viellagenschicht mit der niedrigsten Anzahl an Doppellagen $n = 7$ ($\lambda = 119,6$ nm) nach der Konditionierung bei 400 °C (links) und bei 600 °C (rechts).....	87
Abbildung 5-21: Grenzfrequenz f_g , Anfangspermeabilität μ_{Anf} und Dämpfungsparameter α_{VL} in Abhängigkeit der Doppellagenanzahl n für bei 400 °C und bei 600 °C konditionierte Viellagenschichten. Die Messgrößen einer $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht dienen als Vergleich.....	89

Abbildung 5-22: Eigenspannungen σ_e der Viellagenschichten mit variierender Doppellagenanzahl n vor und nach der Konditionierung bei 600 °C. Zum Vergleich sind die Messwerte für die $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ und $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschichten gezeigt.....	90
Abbildung 5-23: Härte H und reduzierter E-Modul E_r der wie abgeschiedenen und jeweils bei 400 °C und 600 °C konditionierten Viellagenschichten mit variierender Doppellagenanzahl n . Zum Vergleich sind die Messwerte für die $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ und $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschichten gezeigt.	91
Abbildung 5-24: Quadratische Rauheit R_q und Rautiefe R_t in Abhängigkeit vom magnetischen Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ für wie abgeschiedene und bei 400 °C und 600 °C konditionierte Viellagenschichten mit sieben Doppellagen.	93
Abbildung 5-25: Röntgendiffraktogramme der wie abgeschiedenen (oben) und bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten (unten) mit sieben Doppellagen und steigendem magnetischen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ -Volumenanteil V_{mag} . Substratreflexe sind mit einem „S“ gekennzeichnet.....	95
Abbildung 5-26: Abhängigkeit der TiN(200)-Winkelposition (links) und der Halbwertsbreite (rechts) von dem magnetischen Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ und der Schichtnachbehandlung von Viellagenschichten mit sieben Doppellagen.....	96
Abbildung 5-27: Winkelposition (links) und Halbwertsbreite (rechts) des FeCo(110)- und HfN(200)-Reflexes in Abhängigkeit von dem magnetischen Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ der bei 600 °C konditionierten Viellagenschichten mit sieben Doppellagen.....	97
Abbildung 5-28: Hysteresekurven in leichter und schwerer Polarisationsrichtung der Viellagenschicht mit einem magnetischen Volumenverhältnis von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,51$ und sieben Doppellagen nach der Konditionierung bei 400 °C (links) und 600 °C (rechts).....	98
Abbildung 5-29: Abhängigkeit der Sättigungspolarisation J_s , des Koerzitivfeldes $\mu_0 H_c$ und des uniaxialen Anisotropiefeldes $\mu_0 H_u$ vom magnetischen Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ für wie abgeschiedene und bei 400 °C und 600 °C konditionierte Viellagenschichten mit sieben Doppellagen. Als Vergleich dienen Messungen an einer $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht.	100
Abbildung 5-30: Frequenzabhängige relative magnetische Permeabilität μ_r der Viellagenschichten mit sieben Doppellagen und einem magnetischem Volumenverhältnis von $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}} = 0,51$ (links) und 0,66 (rechts) nach der Konditionierung bei 600 °C.....	101
Abbildung 5-31: Grenzfrequenz f_g , Anfangspermeabilität μ_{anf} und Dämpfungsparameter α_{VL} in Abhängigkeit vom magnetischen Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ für bei 400 °C und 600 °C konditionierte Viellagenschichten mit sieben Doppellagen. Als Vergleich dienen die Messergebnisse einer $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht.....	103
Abbildung 5-32: Eigenspannungen σ_e der Viellagenschichten mit sieben Doppellagen und variierendem magnetischen Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$ vor und nach der Konditionierung bei 600 °C. Zum Vergleich sind die Messwerte für die $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ und $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschichten gezeigt.	104
Abbildung 5-33: Härte H und reduzierter E-Modul E_r der wie abgeschiedenen und bei 400 °C und 600 °C konditionierten Viellagenschichten mit sieben Doppellagen und variierendem magnetischen Volumenverhältnis $V_{\text{mag}}/V_{\text{ges}}$. Zum Vergleich sind die Messwerte für die $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ und $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschichten gezeigt.....	105

- Abbildung 5-34: AES-Tiefenprofile der $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120$ nm) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage vor (links) und nach (rechts) der Konditionierung bei 600 °C. 107
- Abbildung 5-35: REM-Aufnahmen der Bruch- und Oberfläche der $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120$ nm) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage (hell) unbehandelt (links) und bei 600 °C konditioniert (rechts). Zu erkennen sind die alternierenden $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}$ (hell) und $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ (dunkel) Lagen. 108
- Abbildung 5-36: Röntgendiffraktogramme der wie abgeschiedenen (oben) und bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht (unten) mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120$ nm) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage. Zusätzlich dienen Messungen an den $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}$, $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ und $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Einlagenschichten als Vergleich. Substratreflexe sind mit einem „S“ gekennzeichnet. 110
- Abbildung 5-37: TEM-Beugungsbilder der unbehandelten (links) und bei 600 °C konditionierten (rechts) $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120$ nm) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage. Die SAD-Blende wurde zur Untersuchung der Kristallstruktur der $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage auf die obersten Lagen gerichtet. 111
- Abbildung 5-38: TEM-Hellfeld- und Hochauflösungsaufnahme der unbehandelten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120$ nm) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage. 112
- Abbildung 5-39: TEM-Hellfeld- und Hochauflösungsaufnahme der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120$ nm) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage. 113
- Abbildung 5-40: Hysteresekurven in leichter und schwerer Polarisationsrichtung (links) und frequenzabhängige relative magnetische Permeabilität μ_r (rechts) der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120$ nm) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage. 114
- Abbildung 5-41: a) Schematischer Versuchsaufbau zur Messung der frequenzabhängigen Permeabilität unter externer mechanischer Last. b) Kennzeichnung der Größen, die zur Berechnung der mechanisch induzierten Spannung benötigt werden, nach [277]. Die Biegehöhe h_B beträgt einige 10 μm bis 100 μm 118
- Abbildung 5-42: Frequenzabhängige Resonanzkurve $\text{Re}(S_{11})$ der bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht unter äußerer mechanischer Belastung. Durch mechanisch in der Schicht induzierte Zugspannungen (links) verringert sich die Grenzfrequenz, wohingegen sie bei Druckspannungen (rechts) zunimmt, nach [277]. 121
- Abbildung 5-43: Abhängigkeit der Grenzfrequenz f_g von mechanisch induzierten Spannungen σ_S für die bei 400 °C konditionierte Viellagenschicht. Zum Vergleich ist die Messung an einer ebenfalls bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht gezeigt, nach [277]. 122
- Abbildung 5-44: Schematisches Modell einer ferromagnetischen Dünnschicht mit einem uniaxialen Anisotropiefeld in der Schichtebene H_u und einem effektiven biaxialen Anisotropiefeld H_u, eff . Die mechanische Spannung σ_S induziert eine interne magnetostruktive Spannung σ_λ (großer weißer Pfeil) mit entgegengesetztem Vorzeichen und

den Komponenten $\sigma_{x\lambda}$, $\sigma_{y\lambda}$, sodass die induzierte magnetostruktive Dehnung der elastischen entgegenwirkt, nach [277].	123
Abbildung 5-45: Anpassung der modellierten spannungsabhängigen Resonanzfrequenz $f_{r\sigma}$ nach Gleichung (5.10) an die gemessene Grenzfrequenz f_g der bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagen- und $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ Einlagenschicht unter mechanischer Last, nach [277].	125
Abbildung 5-46: Temperaturabhängige Hystereseurve an Luft in leichter und schwerer Polarisationsrichtung der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht, nach [292].	126
Abbildung 5-47: AES-Tiefenprofil der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht nach der temperaturabhängigen VSM-Messung und der damit verbundenen Wärmebehandlung für eine Stunde bei 500 °C unter Luft, nach [292].	127
Abbildung 5-48: Temperaturabhängige Hystereseurve an Luft in leichter und schwerer Polarisationsrichtung der bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht, nach [292].	127
Abbildung 5-49: Winkelabhängige Remanenzpolarisation J_R der bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht bei RT und nach diversen Zeiten bei 500 °C unter Luft.	128
Abbildung 5-50: Temperaturabhängiges Resonanzverhalten der bei 600 °C (oben) beziehungsweise bei 400 °C (unten) konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten. Dargestellt ist jeweils der gemessene Imaginär- und Realteil der relativen magnetischen Permeabilität μ_r im Temperaturbereich von RT bis 300 °C.	129
Abbildung 5-51: Temperaturabhängige Halbwertsbreite $FWHM$ der bei 600 °C und 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten.	130
Abbildung 5-52: Temperaturabhängige Grenzfrequenz f_g der bei 600 °C und bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten.	131
Abbildung 5-53: Anpassung der modellierten temperaturabhängigen Resonanzfrequenz $f_i(T)$ nach Gleichung (5.11) an die im Temperaturbereich von 25 °C bis 300 °C gemessene Grenzfrequenz f_g der bei 600 °C und bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht. Die gestrichelten Linien zeigen den Verlauf der Anpassung für einen größeren Temperaturbereich.	134
Abbildung 5-54: Thermogravimetrische Analyse zur Untersuchung der Massenzunahme durch Oxidation der bei 400 °C und bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten sowie der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage in Abhängigkeit der Probertemperatur und Zeit.	136
Abbildung 5-55: AES-Tiefenprofile der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten mit sieben Doppellagen und einer $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage (links) beziehungsweise einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage (rechts) und anschließender Wärmebehandlung unter Luft bei 600 °C für 1 h, 2 h und 3 h.	138

Abbildung 5-56: AES-Tiefenprofile der bei 400 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit sieben Doppellagen und einer $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Decklage und anschließender Wärmebehandlung unter Luft bei 600 °C für 1 h, 2 h und 3 h.....	139
Abbildung 5-57: Röntgendiffraktogramme der bei 400 °C und bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten sowie der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage und anschließender Wärmebehandlung unter Luft bei 600 °C für 1 h, 2 h beziehungsweise 3 h.	140
Abbildung 5-58: Abhängigkeit der Sättigungspolarisation J_s und des uniaxialen Anisotropiefeldes $\mu_0 H_u$ von der Wärmebehandlungszeit bei 600 °C unter Luft für die bei 400 °C und bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten sowie für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage.....	141
Abbildung 5-59: Abhängigkeit der Grenzfrequenz f_g , der Anfangspermeabilität μ_{Anf} und des Dämpfungsparameters α_{VL} von der Wärmebehandlungszeit bei 600 °C unter Luft für die bei 400 °C und bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten sowie für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage.....	143
Abbildung 5-60: Abhängigkeit der Härte H und des reduzierten E-Moduls E_r von der Wärmebehandlungszeit bei 600 °C unter Luft für die bei 400 °C und bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschichten sowie für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage.	144
Abbildung 5-61: Abhängigkeit des auf das Ausgangsvolumen normierten Sättigungsmesssignals $J_{s,R}$, vom Materialabtrag durch Plasmaätzen für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht. Zusätzlich ist der Viellagenaufbau eingezeichnet, um den Bezug zwischen Sättigungsmesssignal und den abgetragenen Lagen zu verdeutlichen. Dazu wurden die $\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Lagen schraffiert.....	146
Abbildung 5-62: Abhängigkeit des auf das Ausgangsvolumen normierten Sättigungsmesssignals $J_{s,R}$, des Koerzitivfeldes $\mu_0 H_c$ und des uniaxialen Anisotropiefeldes $\mu_0 H_u$ von der Reduzierung der Gesamtdicke der magnetischen Lagen t_m durch Plasmaätzen für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht. Zudem ist die theoretische Erwartung der relativen Änderung des Sättigungsmesssignals nach Gleichung (5.23) bezogen auf die Ausgangsdicke der magnetischen Lagen von 355 nm gezeigt.....	147
Abbildung 5-63: Abhängigkeit des auf das Ausgangsvolumen normierten Imaginär- und Realteils der relativen magnetischen Permeabilität μ_r von der Reduzierung der Gesamtdicke der magnetischen Lagen t_m durch Plasmaätzen für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht.....	148
Abbildung 5-64: Abhängigkeit der Grenzfrequenz f_g und der auf das Ausgangsvolumen normierten Anfangspermeabilität μ_{Anf} von der Reduzierung der Gesamtdicke der magnetischen Lagen t_m durch Plasmaätzen für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht.....	149
Abbildung 5-65: REM-Oberflächenaufnahmen der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht vor und nach dem Plasmaätzen mit einem Materialabtrag von 232 nm bzw. 499 nm.	149

Abbildung 5-66: Röntgendiffraktogramme und TiN(200) Winkelposition der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht in Abhängigkeit vom Materialabtrag durch Plasmaätzen. Substratreflexe sind mit einem „S“ gekennzeichnet.....	150
Abbildung 5-67: Links: Eigenspannungen σ_e vor und nach dem Plasmaätzen in Abhängigkeit des Materialabtrags für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht. Rechts: Aus der Differenz der Eigenspannungen vor und nach dem Ätzen wurde bezogen auf den jeweiligen Materialabtrag die durch das Ätzen in der Schicht erzeugte Spannung $\sigma_{\text{Ätz}}$ gemäß der Stoney-Gleichung (Gl. (4.16)) berechnet.....	152
Abbildung 5-68: Härte H und reduzierter E-Modul E_r vor und nach dem Plasmaätzen in Abhängigkeit des Materialabtrags für die bei 600 °C konditionierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht.....	153
Abbildung 6-1: Schematische Abhängigkeit der TiN(200)-Reflexwinkelposition und Halbwertsbreite $FWHM$ von der Doppellagenanzahl n , dem magnetischen Volumen V_{mag} sowie von der Konditionierungstemperatur. Zusätzlich sind als Vergleich die Werte bezüglich der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage eingetragen.	160
Abbildung 6-2: Winkelposition und Halbwertsbreite $FWHM$ des FeCo(110)- und HfN(200)-Röntgenreflexes in Abhängigkeit vom magnetischen Volumen V_{mag} . Zusätzlich sind als Vergleich die Werte für den FeCo(110)-Reflex der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage eingetragen.....	162
Abbildung 6-3: Schematische Abhängigkeiten der statischen magnetischen Eigenschaften von der Doppellagenanzahl n , dem magnetischen Volumen V_{mag} sowie von der Konditionierungstemperatur. Als Vergleich sind die Werte der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage eingetragen.....	166
Abbildung 6-4: Schematische Abhängigkeiten der dynamischen magnetischen Eigenschaften von der Doppellagenanzahl n , dem magnetischen Volumen V_{mag} sowie von der Konditionierungstemperatur. Als Vergleich sind die Werte der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage eingetragen.....	168
Abbildung 6-5: Schematische Abhängigkeiten der mechanischen Eigenschaften von der Doppellagenanzahl n , dem magnetischen Volumen V_{mag} sowie von der Konditionierungstemperatur. Zusätzlich sind als Vergleich die Werte der bei 600 °C konditionierten Viellagenschicht mit $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage, und die nach der linearen Mischungsregel berechneten Werte eingetragen.	173
Abbildung 6-6: Schematische Darstellung der Abhängigkeiten der statischen magnetischen Eigenschaften von der Erhöhung der Schichttemperatur T und der Reduzierung der Gesamtdicke der magnetischen Lagen t_m . $J_{s,R}$ bezeichnet das auf das Ausgangsvolumen normierte Sättigungssignal.....	176
Abbildung 6-7: Schematische Darstellung der Abhängigkeiten der Grenzfrequenz f_g von mechanisch induzierten Schichtspannungen σ_s , der Erhöhung der Schichttemperatur T sowie der Reduzierung der Gesamtdicke der magnetischen Lagen t_m	177
Abbildung 6-8: Übersicht über den Einfluss der mechanisch induzierten Schichtspannung σ_s auf die Richtung des effektiven biaxialen Anisotropiefeldes $H_{u,eff}$, die Magnetisierungsrichtung sowie auf die Grenzfrequenz $f_g(\sigma_s)$	179

Abbildung 6-9: Schematische Abhängigkeit der magnetischen Eigenschaften von der Wärmebehandlungszeit bei 600 °C unter Luftatmosphäre.	181
Abbildung 6-10: Schematische Darstellung der Abhängigkeit der Härte H von der Wärmebehandlungszeit bei 600 °C unter Atmosphäre.....	183
Abbildung 6-11: Schematische Darstellung der Abhängigkeit der Eigenspannungen σ_e und der durch das Ätzen in der Schicht hervorgerufenen Spannung $\sigma_{\text{Ätz}}$ vom Materialabtrag mittels Plasmaätzen.....	183
Abbildung 6-12: Vereinfachtes Modell zum Materialabtrag mittels Plasmaätzen für geringe und hohe kinetische Energien der Ar-Ionen.	185
Abbildung 6-13: Schematische Darstellung der Abhängigkeit der TiN(200)-Röntgenwinkelposition und der Härte H vom Materialabtrag mittels Plasmaätzen.	186

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1: Phasen und Gitterparameter für die Zusammensetzung $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$	18
Tabelle 2-2: Übersicht über verschiedene Eigenschaften von $\alpha_2\text{-Fe}_{50}\text{Co}_{50}$	18
Tabelle 2-3: Phasen und Gitterparameter für das binäre System Hf-N.....	19
Tabelle 2-4: Übersicht über verschiedene Eigenschaften von $\text{Hf}_{50}\text{N}_{50}$, nach [53].	19
Tabelle 2-5: Phasen und Gitterparameter für das binäre System Ti-N	20
Tabelle 2-6: Übersicht über verschiedene Eigenschaften von $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$, nach [53].....	21
Tabelle 2-7: Phasen und Gitterparameter für das ternäre System Ti-Al-N.....	23
Tabelle 2-8: Übersicht über verschiedene Eigenschaften der metastabilen $\text{Ti}_{0,5}\text{Al}_{0,5}\text{N}$ Phase	24
Tabelle 4-1: Übersicht der Prozessparameter zur Herstellung von Fe-Co-Hf-N/Ti-N Viellagenschichten mit und ohne Ti-Al-N Deckschicht.....	53
Tabelle 5-1: Experimentell anhand der Beugungsmuster bestimmter Gitterparameter für TiN für Viellagenschichten mit $n = 7, 108$ und 399 Doppellagen.....	83
Tabelle 5-2: Experimentell anhand der Beugungsmuster bestimmte Gitterparameter für FeCo für Viellagenschichten mit $n = 7, 108$ und 399 Doppellagen.	83
Tabelle 5-3: Quadratische Rauheit R_q und Rautiefe R_t der wie abgeschiedenen und für eine Stunde bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120\text{ nm}$) und $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage.	108
Tabelle 5-4: Experimentell anhand der Beugungsmuster bestimmte Gitterparameter a für die Phasen (Ti,Al)N, FeCo und HfN der $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120\text{ nm}$) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage.....	112
Tabelle 5-5: Eigenspannungen σ_e für die wie abgeschiedenen und bei 600 °C konditionierten Einlagenschichten (EL) sowie der $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht (VL) mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120\text{ nm}$) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage.	115
Tabelle 5-6: Härte H der wie abgeschiedenen und bei 600 °C konditionierten Einlagenschichten (EL) sowie der $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht (VL) mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120\text{ nm}$) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage. Zusätzlich wurde die Härte nach der linearen Mischungsregel errechnet.	115
Tabelle 5-7: Reduzierter E-Modul E_r der wie abgeschiedenen und bei 600 °C konditionierten Einlagenschichten sowie der $\text{Fe}_{31}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{13}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht mit $n = 7$ Doppellagen ($\lambda = 120\text{ nm}$) und einer $\text{Ti}_{30}\text{Al}_{30}\text{N}_{40}$ Decklage. Zusätzlich wurde $E_{r,\text{LMR}}$ nach der linearen Mischungsregel berechnet.	116
Tabelle 5-8: Übersicht über den mittels Plasmaätzens an der bei 600 °C konditionierten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}/\text{Ti}_{51}\text{N}_{49}$ Viellagenschicht erzielten Materialabtrag, sowie die verbleibende Schichtdicke t und die Dicke der magnetischen Lagen t_m . Die ursprüngliche Viellagenschicht	

besaß eine Schichtdicke von 868 nm mit sieben Doppellagen und einer obersten $Ti_{51}N_{49}$ Decklage, wobei die Einzellagendicke der $Fe_{32}Co_{44}Hf_{12}N_{12}$ und $Ti_{51}N_{49}$ Lagen 51 nm beziehungsweise 64 nm betrug..... 145

Literaturverzeichnis

- [1] C. Klever, M. Stüber, H. Leiste, E. Nold, K. Seemann, S. Ulrich, H. Brunken, A. Ludwig, C. Thede, und E. Quandt, „Multifunctional FeCo/TiN multilayer thin films with combined magnetic and protective properties“, *Adv. Eng. Mater.*, Bd. 11, Nr. 12, S. 969–975, 2009.
- [2] C. Klever, K. Seemann, M. Stüber, S. Ulrich, H. Brunken, A. Ludwig, und H. Leiste, „Epitaxially stabilized TiN/(Ti, Fe, Co) N multilayer thin films in (pseudo-) fcc crystal structure by sequential magnetron sputter deposition“, *J. Phys. Appl. Phys.*, Bd. 43, S. 395406–1–395406–6, 2010.
- [3] H. Ibach und H. Lüth, *Festkörperphysik : Einführung in die Grundlagen*. Springer, 2009.
- [4] S. Krupička, *Physik der Ferrite und der verwandten magnetischen Oxide*. Friedr. Vieweg und Sohn, 1973.
- [5] D. Sander, „The magnetic anisotropy and spin reorientation of nanostructures and nanoscale films“, *J. Phys. Condens. Matter*, Bd. 16, Nr. 20, S. R603–R636, 2004.
- [6] B. Peng, Q. Y. Xie, W. L. Zhang, und Z. Y. Zhong, „Stress dependence of magnetic domains in FeCoSiB amorphous films“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 101, Nr. 9, S. 09C511–1–09C511–3, 2007.
- [7] B. Peng, W. L. Zhang, Q. Y. Xie, H. C. Jiang, W. X. Zhang, und Y. R. Li, „Study on the magnetic domain and anisotropy of FeCoSiB amorphous films fabricated by strained growth method“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 318, Nr. 1, S. 14–17, 2007.
- [8] B. Peng, Q. Y. Xie, B. K. Shen, W. X. Zhang, H. C. Jiang, und W. L. Zhang, „An investigation of the magnetic domains in the stressed amorphous FeCoSiB magnetoelastic films“, *J. Non-Cryst. Solids*, Bd. 354, Nr. 10–11, S. 978–981, 2008.
- [9] A. Ney, T. Hesjedal, C. Pampuch, J. Mohanty, A. K. Das, L. Daweritz, R. Koch, und K. H. Ploog, „Magnetic out-of-plane component in MnAs/GaAs(001)“, *Appl. Phys. Lett.*, Bd. 83, Nr. 14, S. 2850–2852, 2003.
- [10] M. Ciria, J. I. Arnaudas, L. Benito, C. de la Fuente, A. del Moral, J. K. Ha, und R. C. O’Handley, „Magnetoelastic coupling in thin films with weak out-of-plane anisotropy“, *Phys. Rev. B*, Bd. 67, Nr. 2, S. 024429–1–024429–6, 2003.
- [11] V. Bekker, „Entwicklung neuartiger thermisch stabiler weichmagnetischer Fe-Co-Al-N- und Fe-Co-Ta-N-Dünnschichtmaterialien für Hochfrequenzanwendungen“, Dissertation, Universität Karlsruhe, Karlsruhe, 2005.
- [12] L. Néel, „Anisotropie magnétique superficielle et surstructures d’orientation“, *J. Phys. Radium*, Bd. 15, Nr. 4, S. 225–239, 1954.
- [13] L. Néel, „Les Surstructures d’Orientation“, *C R Acad Sci*, Bd. 237, Nr. 25, S. 1613–1616, 1953.
- [14] C. D. Graham, *Magnetic properties of metals and alloys*. Cleveland, Ohio: ASM, 1959.
- [15] D. Sander, „The correlation between mechanical stress and magnetic anisotropy in ultrathin films“, *Rep. Prog. Phys.*, Bd. 62, Nr. 5, S. 809–858, 1999.
- [16] R. Boll, *Weichmagnetische Werkstoffe–Einführung in den Magnetismus, VAC-Werkstoffe und ihre Anwendungen*, 4. Aufl. Siemens Aktiengesellschaft, 1990.
- [17] R. Alben, J. J. Becker, und M. C. Chi, „Random anisotropy in amorphous ferromagnets“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 49, Nr. 3, S. 1653–1658, 1978.

- [18] G. Herzer, „Grain size dependence of coercivity and permeability in nanocrystalline ferromagnets“, *IEEE Trans. Magn.*, Bd. 26, Nr. 5, S. 1397–1402, 1990.
- [19] K. Suzuki, G. Herzer, und J. M. Cadogan, „The effect of coherent uniaxial anisotropies on the grain-size dependence of coercivity in nanocrystalline soft magnetic alloys“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 177, S. 949–950, 1998.
- [20] T. L. Gilbert, „A phenomenological theory of damping in ferromagnetic materials“, *IEEE Trans. Magn.*, Bd. 40, Nr. 6, S. 3443–3449, 2004.
- [21] K. Seemann, H. Leiste, und V. Bekker, „New theoretical approach to the RF-dynamics of soft magnetic FeTaN films for CMOS components“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 278, Nr. 1, S. 200–207, 2004.
- [22] K. Seemann, H. Leiste, und C. Klever, „On the relation between the effective ferromagnetic resonance linewidth Δf_{eff} and damping parameter α_{eff} in ferromagnetic Fe–Co–Hf–N nanocomposite films“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 321, Nr. 19, S. 3149–3154, 2009.
- [23] K. Seemann, H. Leiste, und C. Klever, „Determination of intrinsic FMR line broadening in ferromagnetic (Fe₄₄Co₅₆)₇₇Hf₁₂N₁₁ nanocomposite films“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 322, Nr. 20, S. 2979–2983, 2010.
- [24] K. Seemann, H. Leiste, und K. Krüger, „Theoretic 3-D study of the high-frequency magnetic moment dynamics in thin ferromagnetic films with in-plane uniaxial anisotropy by considering eddy-current generation“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 324, Nr. 11, S. 1926–1932, 2012.
- [25] C. Kittel, „Interpretation of Anomalous Larmor Frequencies in Ferromagnetic Resonance Experiment“, *Phys. Rev.*, Bd. 71, Nr. 4, S. 270–271, 1947.
- [26] K. Seemann, H. Leiste, und K. Krüger, „Ferromagnetic resonance frequency increase and resonance line broadening of a ferromagnetic Fe–Co–Hf–N film with in-plane uniaxial anisotropy by high-frequency field perturbation“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 345, S. 36–40, 2013.
- [27] K. Seemann, H. Leiste, und A. Kovács, „Damping and ferromagnetic resonance linewidth broadening in nanocrystalline soft ferromagnetic Fe–Co–Hf–N films“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 320, Nr. 13, S. 1952–1957, 2008.
- [28] A. I. C. Persiano und R. D. Rawlings, „Effect of niobium additions on the structure and magnetic properties of equiatomic iron-cobalt alloys“, *J. Mater. Sci.*, Bd. 26, Nr. 15, S. 4026–4032, 1991.
- [29] E. Gratz, R. Resel, E. Bauer, N. Pillmayer, und N. Baranov, „Transport properties in Hf(Fe_xCo_{1-x})₂ compounds“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 104–107, Part 3, S. 1918–1920, 1992.
- [30] A. M. van der Kraan, P. C. M. Gubbens, und K. H. J. Buschow, „Magnetic behaviour of Hf(Fe,Co)₂“, *J. Phys. Colloq.*, Bd. 41, Nr. C1, S. C1–189–C1–190, 1980.
- [31] A. F. Guillermet und S. Jonsson, „Thermodynamic analysis of the Fe-Co-N system and predictive approach to the phase diagram“, *Z. Für Met.*, Bd. 83, Nr. 3, S. 165–175, 1992.
- [32] Collaboration: Scientific Group Thermodata Europe (SGTE), „Thermodynamic Properties of Compounds, SrH₂ to HgSO₄“, in *Pure Substances. Part 4 _ Compounds from HgH₂g to ZnTe₂g*, Bd. 19A4, Lehrstuhl für Theoretische Hüttenkunde und Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, Hrsg. Berlin/Heidelberg: Springer-Verlag, S. 51–74.
- [33] O. Kubaschewski, E. L. Evans, und C. B. Alcock, *Metallurgical thermochemistry*. New York, Pergamon Press, 1967.
- [34] E. A. Nesbitt, „The Magnetostriction of Permanent Magnet Alloys“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 21, Nr. 9, S. 879–889, 1950.

- [35] R. C. Hall, „Magnetic Anisotropy and Magnetostriction of Ordered and Disordered Cobalt-Iron Alloys“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 31, Nr. 5, S. S157–S158, 1960.
- [36] R. M. Bozorth, „Ferromagnetism“, *N. Y.*, S. 279, 1951.
- [37] C. Kuhrt und L. Schultz, „Formation and magnetic properties of nanocrystalline mechanically alloyed Fe-Co“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 71, Nr. 4, S. 1896–1900, 1992.
- [38] M. D. Cooke, L. C. Wang, R. Watts, R. Zuberek, G. Heydon, W. M. Rainforth, und G. A. Gehring, „The effect of thermal treatment, composition and substrate on the texture and magnetic properties of FeCo thin films“, *J. Phys. Appl. Phys.*, Bd. 33, Nr. 12, S. 1450–1459, 2000.
- [39] A. Chamberod, P. Villemain, und J. Pauleve, „Magnetic anisotropy and ordering in equiatomic FeCo alloy equilibrium state vs. temperature“, *J. Phys. Chem. Solids*, Bd. 33, Nr. 3, S. 593–600, 1972.
- [40] T. Sourmail, „Near equiatomic FeCo alloys: Constitution, mechanical and magnetic properties“, *Prog. Mater. Sci.*, Bd. 50, Nr. 7, S. 816–880, 2005.
- [41] G. Couderchon und J. F. Tiers, „Some aspects of magnetic properties of Ni-Fe and Co-Fe alloys“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 26, Nr. 1, S. 196–214, 1982.
- [42] T. Nishizawa und K. Ishida, „Binary alloy phase diagrams“, *Mater. Inf. Soc. ASM Int. Mater. Park Ohio*, Bd. 2, Nr. 2, 1990.
- [43] E. Josso, „Iron-cobalt-vanadium alloys: A critical study of the phase diagrams in relation to magnetic properties“, *IEEE Trans. Magn.*, Bd. 10, Nr. 2, S. 161–165, 1974.
- [44] I. Ohnuma, H. Enoki, O. Ikeda, R. Kainuma, H. Ohtani, B. Sundman, und K. Ishida, „Phase equilibria in the Fe–Co binary system“, *Acta Mater.*, Bd. 50, Nr. 2, S. 379–393, 2002.
- [45] P. Eckerlin und H. Kandler, „CeHg - CoFeS“, in *Structure Data of Elements and Intermetallic Phases*, Bd. 6, K.-H. Hellwege und A. M. Hellwege, Hrsg. Berlin/Heidelberg: Springer-Verlag, 1971, S. 415–429.
- [46] P. Franke und D. Neuschütz, Hrsg., *Binary systems. Part 2: Elements and Binary Systems from B – C to Cr – Zr*, Bd. 19B2. Berlin/Heidelberg: Springer-Verlag, 2004.
- [47] A. F. Guillermet, *High Temp. High Press.*, Bd. 19, S. 477–499, 1988.
- [48] G. K. White, „Thermal expansion of magnetic metals at low temperatures“, *Proc. Phys. Soc.*, Bd. 86, Nr. 1, S. 159–169, 1965.
- [49] T. B. Massalski, H. Okamoto, P. R. Subramanian, und L. Kacprzak, *Binary alloy phase diagrams*, 2. Aufl. Ohio: ASM international, Metal Park, OH, 1990.
- [50] E. Rudy, „The crystal structures of Hf₃N₂ and Hf₄N₃“, *Metall. Mater. Trans.*, Bd. 1, Nr. 5, S. 1249–1252, 1970.
- [51] P. Villars und L. D. Calvert, *Pearson's Handbook of Crystallographic Data for Intermetallic Compounds*, 2. Aufl., Bd. 3. Ohio: Materials Information Soc., Materials Park, 1991.
- [52] F. W. Glaser, D. Moskowitz, und B. Post, „A Study of Some Binary Hafnium Compounds“, *Trans AIME*, Bd. 197, Nr. 9, S. 1119–1120, 1953.
- [53] H. O. Pierson, *Handbook of Refractory Carbides & Nitrides: Properties, Characteristics, Processing and Applications*. Westwood, NJ: Noyes Publ., 1996.
- [54] C. Vahlas, B. D. Ladouce, P. Y. Chevalier, C. Bernard, und L. Vandenbulcke, „A thermodynamic evaluation of the Ti-N system“, *Thermochim Acta*, Bd. 180, S. 23–37, 1991.
- [55] B. Holmberg, „Structural studies on the titanium-nitrogen system“, *Acta Chem Scand*, Bd. 16, Nr. 5, S. 1255–1261, 1962.

- [56] A. N. Christensen, V. Romano, R. Hesse, A. F. Andresen, und P. Fischer, „A Neutron Diffraction Investigation on Single Crystals of Titanium Carbide, Titanium Nitride, and Zirconium Nitride.“, *Acta Chem. Scand.*, Bd. 29a, S. 563–564, 1975.
- [57] G. Lobier und J.-P. Marcon, „Structure of a new phase modification of Ti₂N“, *Compt Rend*, Bd. 268, S. 1132–1135, 1969.
- [58] J.-Y. Chang, G.-P. Yu, und J.-H. Huang, „Determination of Young's modulus and Poisson's ratio of thin films by combining $\sin^2\psi$ X-ray diffraction and laser curvature methods“, *Thin Solid Films*, Bd. 517, Nr. 24, S. 6759–6766, 2009.
- [59] S. PalDey und S. . Deevi, „Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti,Al)N: a review“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 342, Nr. 1–2, S. 58–79, 2003.
- [60] P. H. Mayrhofer, A. Hörling, L. Karlsson, J. Sjöln, T. Larsson, C. Mitterer, und L. Hultman, „Self-organized nanostructures in the Ti–Al–N system“, *Appl. Phys. Lett.*, Bd. 83, Nr. 10, S. 2049–2051, 2003.
- [61] P. H. Mayrhofer, D. Music, und J. M. Schneider, „Ab initio calculated binodal and spinodal of cubic Ti_{1-x}Al_xN“, *Appl. Phys. Lett.*, Bd. 88, Nr. 7, S. 071922–1–071922–3, 2006.
- [62] Y. S. Han, K. B. Kalmykov, S. F. Dunaev, und A. I. Zaitsev, „Solid-state phase equilibria in the Titanium-Aluminum-Nitrogen system“, *J. Phase Equilibria Diffus.*, Bd. 25, Nr. 5, S. 427–436, 2004.
- [63] V. Raghavan, „Al-N-Ti (aluminum-nitrogen-titanium)“, *J. Phase Equilibria Diffus.*, Bd. 27, Nr. 2, S. 159–162, 2006.
- [64] M. W. Barsoum, T. El-Raghy, und A. Procopio, „Characterization of Ti₄AlN₃“, *Metall. Mater. Trans. A*, Bd. 31, Nr. 2, S. 333–337, 2000.
- [65] J. C. Schuster und J. Bauer, „The ternary system titanium-aluminum-nitrogen“, *J. Solid State Chem.*, Bd. 53, Nr. 2, S. 260–265, 1984.
- [66] H. Holleck, „Metastable coatings—Prediction of composition and structure“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 36, Nr. 1, S. 151–159, 1988.
- [67] H. Holleck, „Neue Entwicklungen bei PVD–Hartstoffbeschichtungen“, *Met. Fachz.*, Bd. 43, Nr. 7, S. 614–624, 1989.
- [68] P. Perrot und V. Tomashik, „Al-Ni-Ti (Aluminium - Nitrogen - Titanium)“, in *Light Metal Ternary Systems: Phase Diagrams, Crystallographic and Thermodynamic Data*, Bd. 11A3: Light Metal Systems. Part 3, G. Effenberg und S. Ilyenko, Hrsg. Berlin/Heidelberg: SpringerMaterials - The Landolt-Börnstein Database, S. 322–333.
- [69] H. A. Jehn, S. Hofmann, V.-E. Ruckborn, und W.-D. Munz, „Morphology and properties of sputtered (Ti, Al) N layers on high speed steel substrates as a function of deposition temperature and sputtering atmosphere“, *J. Vac. Sci. Technol. Vac. Surf. Films*, Bd. 4, Nr. 6, S. 2701–2705, 1986.
- [70] H. Jehn, S. Hofmann, und W. Munz, „(Ti,Al)N Coatings - an Example of Ternary Nitride Hard Coatings“, *Metall*, Bd. 42, Nr. 7, S. 658–669, 1988.
- [71] L. Hultman, G. Håkansson, U. Wahlström, J.-E. Sundgren, I. Petrov, F. Adibi, und J. E. Greene, „Transmission electron microscopy studies of microstructural evolution, defect structure, and phase transitions in polycrystalline and epitaxial Ti_{1-x}Al_xN and TiN films grown by reactive magnetron sputter deposition“, *Thin Solid Films*, Bd. 205, Nr. 2, S. 153–164, 1991.
- [72] Y. Tanaka, T. M. Gur, M. Kelly, S. B. Hagstrom, T. Ikeda, K. Wakihira, und H. Satoh, „Properties of (Ti_{1-x}Al_x)N coatings for cutting tools prepared by the cathodic arc ion plating method“, *J. Vac. Sci. Technol. Vac. Surf. Films*, Bd. 10, Nr. 4, S. 1749–1756, 1992.

- [73] Y. Tanaka, T. M. Gür, M. Kelly, S. B. Hagstrom, und T. Ikeda, „Structure and properties of $(\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x)\text{N}$ films prepared by reactive sputtering“, *Thin Solid Films*, Bd. 228, Nr. 1–2, S. 238–241, 1993.
- [74] U. Wahlström, L. Hultman, J.-E. Sundgren, F. Adibi, I. Petrov, und J. E. Greene, „Crystal growth and microstructure of polycrystalline $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ alloy films deposited by ultra-high-vacuum dual-target magnetron sputtering“, *Thin Solid Films*, Bd. 235, Nr. 1–2, S. 62–70, 1993.
- [75] H. Schulz und K. H. Thiemann, „Crystal structure refinement of AlN and GaN “, *Solid State Commun.*, Bd. 23, Nr. 11, S. 815–819, 1977.
- [76] A. N. Christensen, R. Hämäläinen, U. Turpeinen, A. F. Andresen, O. Smidsrød, C.-O. Pontchour, P. Phavanantha, S. Pramatus, B. N. Cyvin, und S. J. Cyvin, „The Temperature Factor Parameters of Some Transition Metal Carbides and Nitrides by Single Crystal X-Ray and Neutron Diffraction.“, *Acta Chem. Scand.*, Bd. 32a, S. 89–90, 1978.
- [77] S. Sridharan, H. Nowotny, und S. F. Wayne, „Investigations within the quaternary system titanium-nickel-aluminium-carbon“, *Monatshefte Für Chem. Chem. Mon.*, Bd. 114, Nr. 2, S. 127–135, 1983.
- [78] W. Jeitschko, H. Nowotny, und F. Benesovsky, „ Ti_2AlN , eine stickstoffhaltige H-Phase“, *Monatshefte Für Chem. Verwandte Teile Anderer Wiss.*, Bd. 94, Nr. 6, S. 1198–1200, 1963.
- [79] I. Petrov, E. Mojab, F. Adibi, J. E. Greene, L. Hultman, und J.-E. Sundgren, „Interfacial reactions in epitaxial $\text{Al/Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ ($0 \leq x \leq 0.2$) model diffusion-barrier structures“, *J. Vac. Sci. Technol. Vac. Surf. Films*, Bd. 11, Nr. 1, S. 11–17, 1993.
- [80] T. Ikeda und H. Satoh, „Phase formation and characterization of hard coatings in the Ti-Al-N system prepared by the cathodic arc ion plating method“, *Thin Solid Films*, Bd. 195, Nr. 1–2, S. 99–110, 1991.
- [81] A. Kimura, H. Hasegawa, K. Yamada, und T. Suzuki, „Metastable $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ films with different Al content“, *J. Mater. Sci. Lett.*, Bd. 19, Nr. 7, S. 601–602, 2000.
- [82] M. Zhou, Y. Makino, M. Nose, und K. Nogi, „Phase transition and properties of Ti-Al-N thin films prepared by r.f.-plasma assisted magnetron sputtering“, *Thin Solid Films*, Bd. 339, Nr. 1–2, S. 203–208, 1999.
- [83] D.-Y. Wang, C.-L. Chang, K.-W. Wong, Y.-W. Li, und W.-Y. Ho, „Improvement of the interfacial integrity of $(\text{Ti,Al})\text{N}$ hard coatings deposited on high speed steel cutting tools“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 120–121, S. 388–394, 1999.
- [84] F. Hartmut, *Dünnschichttechnologie*. VDI Verlag, 1987.
- [85] L. I. Maissel, *Physics of Thin Films*, Bd. 3. New York: Academic Press, 1966.
- [86] W. Lotz, „Electron-impact ionization cross-sections and ionization rate coefficients for atoms and ions from hydrogen to calcium“, *Z. Für Phys.*, Bd. 216, Nr. 3, S. 241–247, 1968.
- [87] W. Lotz, „Electron-impact ionization cross-sections for atoms up to $z = 108$ “, *Z. Für Phys.*, Bd. 232, Nr. 2, S. 101–107, 1970.
- [88] P. J. Kelly und R. D. Arnell, „Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications“, *Vacuum*, Bd. 56, Nr. 3, S. 159–172, 2000.
- [89] S. Berg und T. Nyberg, „Fundamental understanding and modeling of reactive sputtering processes“, *Thin Solid Films*, Bd. 476, Nr. 2, S. 215–230, 2005.
- [90] S. Berg, T. Larsson, C. Nender, und H.-O. Blom, „Predicting thin-film stoichiometry in reactive sputtering“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 63, Nr. 3, S. 887–891, 1988.
- [91] R. A. Haefer, *Oberflächen- und Dünnschicht-Technologie, Teil I: Beschichtung von Oberflächen*. Springer-Verlag, Berlin, 1987.

- [92] H. Holleck und H. Schulz, „Advanced layer material constitution“, *Thin Solid Films*, Bd. 153, Nr. 1–3, S. 11–17, 1987.
- [93] B. A. Movchan und A. V. Demchishin, „Structure and Properties of Thick Condensates of Nickel, Titanium, Tungsten, Aluminum Oxides, and Zirconium Dioxide in Vacuum.“, *Fiz Met. Met.*, Bd. 28, S. 653–660, 1969.
- [94] S. M. Rossnagel und J. J. Cuomo, „Ion beam bombardment effects during films deposition“, *Vacuum*, Bd. 38, Nr. 2, S. 73–81, 1988.
- [95] J. S. Colligon, „Energetic condensation: Processes, properties, and products“, *J. Vac. Sci. Technol. Vac. Surf. Films*, Bd. 13, Nr. 3, S. 1649–1657, 1995.
- [96] J. A. Thornton, „Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings“, *J. Vac. Sci. Technol.*, Bd. 11, Nr. 4, S. 666–670, 1974.
- [97] J. A. Thornton, „High rate thick film growth“, *Annu. Rev. Mater. Sci.*, Bd. 7, Nr. 1, S. 239–260, 1977.
- [98] J. A. Thornton, „The microstructure of sputter-deposited coatings“, *J. Vac. Sci. Technol. Vac. Surf. Films*, Bd. 4, Nr. 6, S. 3059–3065, 1986.
- [99] D. Teer und B. Delcea, „Grain structure of ion-plated coatings“, *Thin Solid Films*, Bd. 54, Nr. 3, S. 295–301, 1978.
- [100] R. Messier, A. P. Giri, und R. A. Roy, „Revised structure zone model for thin film physical structure“, *J. Vac. Sci. Technol. Vac. Surf. Films*, Bd. 2, Nr. 2, S. 500–503, 1984.
- [101] P. B. Barna und M. Adamik, „Fundamental structure forming phenomena of polycrystalline films and the structure zone models“, *Thin Solid Films*, Bd. 317, Nr. 1–2, S. 27–33, 1998.
- [102] A. Anders, „A structure zone diagram including plasma-based deposition and ion etching“, *Thin Solid Films*, Bd. 518, Nr. 15, S. 4087–4090, 2010.
- [103] L. Toth, *Transition metal carbides and nitrides*. New York: Academic press, 1971.
- [104] W. Lengauer, „Transition metal carbides, nitrides, and carbonitrides“, *Handb. Ceram. Hard Mater.*, S. 202–252, 2000.
- [105] C. P. Constable, J. Yarwood, und W.-D. Münz, „Raman microscopic studies of PVD hard coatings“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 116–119, S. 155–159, 1999.
- [106] W. D. Sproul, „Very high rate reactive sputtering of TiN, ZrN and HfN“, *Thin Solid Films*, Bd. 107, Nr. 2, S. 141–147, 1983.
- [107] B. Deng, Y. Tao, und D. Guo, „Effects of vanadium ion implantation on microstructure, mechanical and tribological properties of TiN coatings“, *Appl. Surf. Sci.*, Bd. 258, Nr. 22, S. 9080–9086, 2012.
- [108] G. Ma, S. Gong, G. Lin, L. Zhang, und G. Sun, „A study of structure and properties of Ti-doped DLC film by reactive magnetron sputtering with ion implantation“, *Appl. Surf. Sci.*, Bd. 258, Nr. 7, S. 3045–3050, 2012.
- [109] P. Panjan, B. Navinsek, A. Cvelbar, A. Zalar, und I. Milosev, „Oxidation of TiN, ZrN, TiZrN, CrN, TiCrN and TiN/CrN multilayer hard coatings reactively sputtered at low temperature“, *Thin Solid Films*, Bd. 282, Nr. 1–2, S. 298–301, 1996.
- [110] J.-W. Lim, J.-S. Park, und S.-W. Kang, „Kinetic modeling of film growth rates of TiN films in atomic layer deposition“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 87, Nr. 9, S. 4632–4634, 2000.
- [111] K. Polychronopoulou, J. Lee, C. Tsotsos, N. G. Demas, R. L. Meschewski, C. Rebholz, und A. A. Polycarpou, „Deposition and Nanotribological Characterization of Sub-100-nm Thick Protective Ti-Based Coatings for Miniature Applications“, *Tribol. Lett.*, Bd. 44, Nr. 2, S. 213–221, 2011.

- [112] D. Ferro, J. V. Rau, V. Rossi Albertini, A. Generosi, R. Teghil, und S. M. Barinov, „Pulsed laser deposited hard TiC, ZrC, HfC and TaC films on titanium: Hardness and an energy-dispersive X-ray diffraction study“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 202, Nr. 8, S. 1455–1461, 2008.
- [113] M. D. Abad, J. C. Sánchez-López, N. Cusnir, und R. Sanjines, „WC/a-C nanocomposite thin films: Optical and electrical properties“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 105, Nr. 3, S. 033510–1033510–6, 2009.
- [114] Y. Xin, H. Qi-Zhong, C. Xin, S. Zhe-An, Z. Ming-Yu, Z. Le-Ping, und J. Gu-Yin, „Preparation of ZrC-SiC Multi-coating on Graphite with ZrSiO₄ Powder via Pack Cementation“, *J. Inorg. Mater.*, Bd. 25, Nr. 1, S. 41–46, 2010.
- [115] J. Vetter und R. Rochotzki, „Tribological behaviour and mechanical properties of physical-vapour-deposited hard coatings: TiN_x, ZrN_x, TiC_x, TiC_x/i-C“, *Thin Solid Films*, Bd. 192, Nr. 2, S. 253–261, 1990.
- [116] W. D. Sproul, „Reactively sputtered nitrides and carbides of titanium, zirconium, and hafnium“, *J. Vac. Sci. Technol. Vac. Surf. Films*, Bd. 4, Nr. 6, S. 2874–2878, 1986.
- [117] S. Kanamori, „Investigation of reactively sputtered TiN films for diffusion barriers“, *Thin Solid Films*, Bd. 136, Nr. 2, S. 195–214, 1986.
- [118] K. Hinode, Y. Homma, M. Horiuchi, und T. Takahashi, „Morphology-dependent oxidation behavior of reactively sputtered titanium–nitride films“, *J. Vac. Sci. Technol. Vac. Surf. Films*, Bd. 15, Nr. 4, S. 2017–2022, 1997.
- [119] B. Karlsson, R. P. Shimshock, B. O. Seraphin, und J. C. Haygarth, „Optical Properties of CVD-Coated TiN, ZrN and HfN“, *Phys. Scr.*, Bd. 25, Nr. 6A, S. 775–779, 1982.
- [120] A. Mumtaz und W. H. Class, „Color of titanium nitride prepared by reactive dc magnetron sputtering“, *J. Vac. Sci. Technol.*, Bd. 20, Nr. 3, S. 345–348, 1982.
- [121] M. Nose, T. Nagae, M. Yokota, S. Saji, M. Zhou, und M. Nakada, „Electrical and colorimetric properties of TiN thin films prepared by DC reactive sputtering in a facing targets sputtering (FTS) system“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 116, S. 296–301, 1999.
- [122] E. Zalnezhad, A. A. D. Sarhan, und M. Hamdi, „Optimizing the PVD TiN thin film coating’s parameters on aerospace AL7075-T6 alloy for higher coating hardness and adhesion with better tribological properties of the coating surface“, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, Bd. 64, Nr. 1–4, S. 281–290, 2013.
- [123] M. S. R. N. Kiran, M. Ghanashyam Krishna, und K. A. Padmanabhan, „Substrate-dependent structure, microstructure, composition and properties of nanostructured TiN films“, *Solid State Commun.*, Bd. 151, Nr. 7, S. 561–563, 2011.
- [124] C. T. Wang, N. Gao, M. G. Gee, R. J. K. Wood, und T. G. Langdon, „Processing of an ultrafine-grained titanium by high-pressure torsion: An evaluation of the wear properties with and without a TiN coating“, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, Bd. 17, S. 166–175, 2013.
- [125] P. Yang, C. S. Ren, D. Z. Wang, X. L. Qi, S. H. Guo, und T. C. Ma, „Influence of additional magnetic field on plasma parameters in magnetron sputtering“, *Vacuum*, Bd. 83, Nr. 11, S. 1376–1381, 2009.
- [126] J. T. Gudmundsson, „The high power impulse magnetron sputtering discharge as an ionized physical vapor deposition tool“, *Vacuum*, Bd. 84, Nr. 12, S. 1360–1364, 2010.
- [127] J. Narayan, P. Tiwari, X. Chen, J. Singh, R. Chowdhury, und T. Zheleva, „Epitaxial growth of TiN films on (100) silicon substrates by laser physical vapor deposition“, *Appl. Phys. Lett.*, Bd. 61, Nr. 11, S. 1290–1292, 1992.
- [128] L. I. Wei und C. Jun-Fang, „Growth of TiN films at low temperature“, *Appl. Surf. Sci.*, Bd. 253, Nr. 17, S. 7019–7023, 2007.

- [129] F. Elstner, A. Ehrlich, H. Giegengack, H. Kupfer, und F. Richter, „Structure and properties of titanium nitride thin films deposited at low temperatures using direct current magnetron sputtering“, *J. Vac. Sci. Technol. Vac. Surf. Films*, Bd. 12, Nr. 2, S. 476–483, 1994.
- [130] M. Kawamura, Y. Abe, H. Yanagisawa, und K. Sasaki, „Characterization of TiN films prepared by a conventional magnetron sputtering system: influence of nitrogen flow percentage and electrical properties“, *Thin Solid Films*, Bd. 287, Nr. 1–2, S. 115–119, 1996.
- [131] C. Ziebert und S. Ulrich, „Hard multilayer coatings containing TiN and/or ZrN: A review and recent progress in their nanoscale characterization“, *J. Vac. Sci. Technol. A*, Bd. 24, Nr. 3, S. 554–583, 2006.
- [132] V. Pankov, M. Evstigneev, und R. H. Prince, „Enhanced stability of rocksalt-type AlN phase in AlN/TiN superlattices synthesized by room-temperature pulsed laser deposition“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 92, Nr. 8, S. 4255–4260, 2002.
- [133] D. F. Arias, Y. C. Arango, und A. Devia, „Study of TiN and ZrN thin films grown by cathodic arc technique“, *Appl. Surf. Sci.*, Bd. 253, Nr. 4, S. 1683–1690, 2006.
- [134] K. G. Budinski, *Surface engineering for wear resistance*. Prentice Hall Upper Saddle River, NJ, 1988.
- [135] P. . Mayrhofer, F. Kunc, J. Musil, und C. Mitterer, „A comparative study on reactive and non-reactive unbalanced magnetron sputter deposition of TiN coatings“, *Thin Solid Films*, Bd. 415, Nr. 1–2, S. 151–159, 2002.
- [136] X. Wang, J. Liu, J. Y. Chen, Y. Leng, und N. Huang, „Wear and Failure Process of TiN and DLC Films Monitored With Open Circuit Potential“, *IEEE Trans. Plasma Sci.*, Bd. 41, Nr. 8, S. 1844–1849, 2013.
- [137] I. Petrov, P. B. Barna, L. Hultman, und J. E. Greene, „Microstructural evolution during film growth“, *J. Vac. Sci. Technol. A*, Bd. 21, Nr. 5, S. S117–S128, 2003.
- [138] T. F. Zhang, Q. M. Wang, J. Lee, P. Ke, R. Nowak, und K. H. Kim, „Nanocrystalline thin films synthesized from a Ti₂AlN compound target by high power impulse magnetron sputtering technique“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 212, S. 199–206, 2012.
- [139] A. Guillaumot, F. Lapostolle, C. Langlade, A. Billard, J. C. Oliveira, A. Cavaleiro, und C. Dublanche-Tixier, „Influence of Substrate Biasing on (Al, Ti)N Thin Films Deposited by a Hybrid HiPIMS/DC Sputtering Process“, *IEEE Trans. Plasma Sci.*, Bd. 38, Nr. 11, S. 3040–3045, 2010.
- [140] R. Rachbauer, J. J. Gengler, A. A. Voevodin, K. Resch, und P. H. Mayrhofer, „Temperature driven evolution of thermal, electrical, and optical properties of Ti–Al–N coatings“, *Acta Mater.*, Bd. 60, Nr. 5, S. 2091–2096, 2012.
- [141] G. E. Spriggs, „13.2 Raw materials used in the production of hard materials“, in *Powder Metallurgy Data. Refractory, Hard and Intermetallic Materials*, Bd. 2A2, P. Beiss, R. Ruthardt, und H. Warlimont, Hrsg. Berlin/Heidelberg: Springer-Verlag, 2002.
- [142] P. . Jindal, A. . Santhanam, U. Schleinkofer, und A. . Shuster, „Performance of PVD TiN, TiCN, and TiAlN coated cemented carbide tools in turning“, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, Bd. 17, Nr. 1–3, S. 163–170, 1999.
- [143] S. J. Suresha, R. Bhide, V. Jayaram, und S. K. Biswas, „Processing, microstructure and hardness of TiN/(Ti, Al)N multilayer coatings“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 429, Nr. 1–2, S. 252–260, 2006.
- [144] K. N. Andersen, E. J. Bienk, K. O. Schweitz, H. Reitz, J. Chevallier, P. Kringhøj, und J. Bøttiger, „Deposition, microstructure and mechanical and tribological properties of magnetron sputtered TiN/TiAlN multilayers“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 123, Nr. 2–3, S. 219–226, 2000.

- [145] G. Greczynski, J. Lu, M. P. Johansson, J. Jensen, I. Petrov, J. E. Greene, und L. Hultman, „Role of Tin⁺ and Aln⁺ ion irradiation (n = 1, 2) during Ti_{1-x}Al_xN alloy film growth in a hybrid HIPIMS/magnetron mode“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 206, Nr. 19–20, S. 4202–4211, 2012.
- [146] G. Greczynski, J. Lu, J. Jensen, I. Petrov, J. E. Greene, S. Bolz, W. Kölker, C. Schiffers, O. Lemmer, und L. Hultman, „Strain-free, single-phase metastable Ti_{0.38}Al_{0.62}N alloys with high hardness: metal-ion energy vs. momentum effects during film growth by hybrid high-power pulsed/dc magnetron cosputtering“, *Thin Solid Films*, Bd. 556, S. 87–98, 2014.
- [147] K. Vasu, M. G. Krishna, und K. A. Padmanabhan, „Effect of Nb concentration on the structure, mechanical, optical, and electrical properties of nano-crystalline Ti_{1-x}Nb_xN thin films“, *J. Mater. Sci.*, Bd. 47, Nr. 8, S. 3522–3528, 2012.
- [148] G. Abadias, L. E. Koutsokeras, A. Siozios, und P. Patsalas, „Stress, phase stability and oxidation resistance of ternary Ti–Me–N (Me = Zr, Ta) hard coatings“, *Thin Solid Films*, Bd. 538, S. 56–70, 2013.
- [149] D. Holec, L. Zhou, R. Rachbauer, und P. H. Mayrhofer, „Alloying-related trends from first principles: An application to the Ti–Al–X–N system“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 113, Nr. 11, S. 113510–1–113510–8, 2013.
- [150] R. Rachbauer, A. Blutmager, D. Holec, und P. H. Mayrhofer, „Effect of Hf on structure and age hardening of Ti–Al–N thin films“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 206, Nr. 10, S. 2667–2672, 2012.
- [151] R. Rachbauer, D. Holec, und P. H. Mayrhofer, „Increased thermal stability of Ti–Al–N thin films by Ta alloying“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 211, S. 98–103, 2012.
- [152] H. Riedl, D. Holec, R. Rachbauer, P. Polcik, R. Hollerweger, J. Paulitsch, und P. H. Mayrhofer, „Phase stability, mechanical properties and thermal stability of Y alloyed Ti–Al–N coatings“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 235, S. 174–180, 2013.
- [153] L. Chen, D. Holec, Y. Du, und P. H. Mayrhofer, „Influence of Zr on structure, mechanical and thermal properties of Ti–Al–N“, *Thin Solid Films*, Bd. 519, Nr. 16, S. 5503–5510, 2011.
- [154] Y. H. Cheng, T. Browne, B. Heckerman, C. Bowman, V. Gorokhovskiy, und E. I. Meletis, „Mechanical and tribological properties of TiN/Ti multilayer coating“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 205, Nr. 1, S. 146–151, 2010.
- [155] X. Bai, C. Zhang, H. She, C. Li, und H. Yu, „Effects of Deposition Pressure on the Microstructure and Hardness of Ti/TiN Nanolayered Coatings“, *Integr. Ferroelectr.*, Bd. 145, Nr. 1, S. 32–39, 2013.
- [156] U. Wiklund, P. Hedenqvist, und S. Hogmark, „Multilayer cracking resistance in bending“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 97, Nr. 1–3, S. 773–778, 1997.
- [157] A. K. Krella, „Cavitation erosion resistance of Ti/TiN multilayer coatings“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 228, S. 115–123, 2013.
- [158] I. W. Kim, Q. Li, L. D. Marks, und S. A. Barnett, „Critical thickness for transformation of epitaxially stabilized cubic AlN in superlattices“, *Appl. Phys. Lett.*, Bd. 78, Nr. 7, S. 892–894, 2001.
- [159] G. Li, J. Lao, J. Tian, Z. Han, und M. Gu, „Coherent growth and mechanical properties of AlN/VN multilayers“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 95, Nr. 1, S. 92–96, 2004.
- [160] S. Zhang, F. Cai, und M. Li, „The nanostructured phase transition and thermal stability of superhard f-TiN/h-AlSiN films“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 206, Nr. 17, S. 3572–3579, 2012.
- [161] H. Holleck, „Protective coating for metallic substrates“, US4835062A, 30-Mai-1989.

- [162] R. Ananthakumar, B. Subramanian, A. Kobayashi, und M. Jayachandran, „Electrochemical corrosion and materials properties of reactively sputtered TiN/TiAlN multilayer coatings“, *Ceram. Int.*, Bd. 38, Nr. 1, S. 477–485, 2012.
- [163] J. Zheng, J. Hao, X. Liu, Q. Gong, und W. Liu, „A thick TiN/TiCN multilayer film by DC magnetron sputtering“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 209, S. 110–116, 2012.
- [164] J. Zheng, J. Hao, X. Liu, Q. Gong, und W. Liu, „The plasma nitriding treatment of TiN/TiCN multilayer films“, *Appl. Surf. Sci.*, Bd. 268, S. 195–203, 2013.
- [165] D. Craciun, G. Socol, G. Dorcioman, S. Niculaie, G. Bourne, J. Zhang, E. Lambers, K. Siebein, und V. Craciun, „Wear resistance of ZrC/TiN and ZrC/ZrN thin multilayers grown by pulsed laser deposition“, *Appl. Phys. -Mater. Sci. Process.*, Bd. 110, Nr. 3, S. 717–722, 2013.
- [166] M. Kong, J. Dai, J. Lao, und G. Li, „Crystallization of amorphous SiC and superhardness effect in TiN/SiC nanomultilayers“, *Appl. Surf. Sci.*, Bd. 253, Nr. 10, S. 4734–4739, 2007.
- [167] L. Wei, F. Mei, N. Shao, M. Kong, G. Li, und J. Li, „Template-induced crystallization of amorphous SiO₂ and its effects on the mechanical properties of TiN/SiO₂ nanomultilayers“, *Appl. Phys. Lett.*, Bd. 86, Nr. 2, S. 021919–1–021919–3, 2005.
- [168] L. Wei, M. Kong, Y. Dong, und G. Li, „Crystallization of Al₂O₃ and its effects on the mechanical properties in TiN/Al₂O₃ nanomultilayers“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 98, Nr. 7, S. 074302–1–074302–4, 2005.
- [169] M. Kong, X. Wu, B. Huang, und G. Li, „Epitaxial growth and superhardness effect of TiN/AlON nanomultilayers synthesized by reactive magnetron sputtering technology“, *J. Alloys Compd.*, Bd. 485, Nr. 1, S. 435–438, 2009.
- [170] G. Herzer, „Modern soft magnets: Amorphous and nanocrystalline materials“, *Acta Mater.*, Bd. 61, Nr. 3, S. 718–734, 2013.
- [171] Y. P. Wu, G.-C. Han, und L. B. Kong, „Microstructure and microwave permeability of FeCo thin films with Co underlayer“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 322, Nr. 21, S. 3223–3226, 2010.
- [172] L.-R. Zhang, H. Lü, X. Liu, J.-M. Bai, und F.-L. Wei, „Excellent soft magnetic properties realized in FeCoN thin films“, *Chin. Phys. B*, Bd. 21, Nr. 3, S. 037502–1–037502–4, 2012.
- [173] Y. Liu, Z. W. Liu, C. Y. Tan, und C. K. Ong, „High frequency characteristics of FeCoN thin films fabricated by sputtering at various (Ar+N₂) gas flow rates“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 100, Nr. 9, S. 093912–1–093912–5, 2006.
- [174] J. Li, X. Zhang, D. Jiao, X. Ni, und S. Wang, „Magnetic properties and high frequency characteristics of (Fe₈₁Co₁₉)N thin films“, *Thin Solid Films*, Bd. 516, Nr. 10, S. 3217–3222, 2008.
- [175] K. H. Kim, Y. H. Kim, J. Kim, S. H. Han, und H. J. Kim, „The magnetic properties of nanocrystalline Fe-Co (Cr)–Hf–N thin films“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 87, Nr. 9, S. 5248–5250, 2000.
- [176] N. N. Phuoc, L. T. Hung, und C. K. Ong, „FeCoHfN thin films fabricated by co-sputtering with high resonance frequency“, *J. Alloys Compd.*, Bd. 509, Nr. 9, S. 4010–4013, 2011.
- [177] G. Wang, F. Zhang, H. Zuo, Z. Yu, und S. Ge, „Fabrication and Magnetic Properties of Fe₆₅Co₃₅-ZnO Nano-Granular Films“, *Nanoscale Res. Lett.*, Bd. 5, Nr. 7, S. 1107–1110, 2010.
- [178] Y. Wang, H. Zhang, D. Wen, Z. Zhong, und F. Bai, „Magnetic and high frequency properties of nanogranular CoFe-TiO₂ films“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 113, Nr. 17, S. 17A316–1–17A316–3, 2013.

- [179] G. Lu, H. Zhang, J. Q. Xiao, X. Tang, Z. Zhong, und F. Bai, „High-Frequency Properties and Thickness-Dependent Damping Factor of FeCo-SiO₂ Thin Films“, *IEEE Trans. Magn.*, Bd. 48, Nr. 11, S. 3654–3657, 2012.
- [180] S. Ge, Z. Chen, H. Zuo, D. Yao, und J. Yin, „High Frequency Magnetic Properties and Intergranule Interaction of Nano-Granular Films with High Resistivity and High Permeability“, *J. Nanosci. Nanotechnol.*, Bd. 10, Nr. 10, S. 6411–6418, 2010.
- [181] N. D. Ha, A.-T. Le, M.-H. Phan, H. Lee, und C.-O. Kim, „High resistive Co–Fe–Hf–O magnetic thin films for high-frequency applications“, *Mater. Sci. Eng. B*, Bd. 139, Nr. 1, S. 37–40, 2007.
- [182] W. Wang, Y. Chen, G. H. Yue, K. Sumiyama, T. Hihara, und D. L. Peng, „Magnetic softness and high-frequency characteristics of Fe₆₅Co₃₅–O alloy films“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 106, Nr. 1, S. 013912–1–013912–6, 2009.
- [183] T. Morikawa, M. Suzuki, und Y. Taga, „Soft magnetic properties of Co–Cr–O granular films“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 83, Nr. 11, S. 6664–6666, 1998.
- [184] A. Hashimoto, K. Hirata, T. Matsuu, S. Saito, und S. Nakagawa, „Crystal structure as an origin of high-anisotropy field of FeCoB films with Ru underlayer“, *IEEE Trans. Magn.*, Bd. 44, Nr. 11, S. 3899–3901, 2008.
- [185] V. Jain, S. Jani, N. Lakshmi, V. Sebastian, V. R. Reddy, K. Venugopalan, und A. Gupta, „Uniaxial anisotropy induced in 57Fe/Co/Al multilayers“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 113, Nr. 23, S. 233906–1–233906–4, 2013.
- [186] G. Chai, Z. Wang, G. Wang, W. Sui, und D. Xue, „Adjustable Microwave Properties in FeCoZr/Cu Multilayers“, *IEEE Trans. Magn.*, Bd. 47, Nr. 10, S. 3115–3117, 2011.
- [187] Q. Ma, „Soft magnetic multilayer films with wide frequency band losses and high resistivity“, *Phys. Status Solidi -Appl. Mater. Sci.*, Bd. 208, Nr. 7, S. 1693–1697, 2011.
- [188] H. Zuo, S. Ge, Z. Wang, Y. Xiao, und D. Yao, „Soft magnetic Fe–Co–Si/native oxide multilayer films on flexible substrates for high-frequency applications“, *Scr. Mater.*, Bd. 62, Nr. 10, S. 766–769, 2010.
- [189] Y. Wang, H. Geng, J. B. Wang, S. Nie, L. S. Wang, Y. Chen, und D. L. Peng, „Magnetic properties of [Fe₆₅Co₃₅–O/SiO₂]_n multilayer thin films for high-frequency application“, *Appl. Phys. A*, Bd. 111, Nr. 2, S. 569–574, 2012.
- [190] B. Liu, Y. Yang, D. Tang, B. Zhang, M. Lu, und H. Lu, „The contributions of intrinsic damping and two magnon scattering on the ferromagnetic resonance linewidth in [Fe₆₅Co₃₅/SiO₂]_n multilayer films“, *J. Alloys Compd.*, Bd. 524, S. 69–72, 2012.
- [191] R. Urban, G. Woltersdorf, und B. Heinrich, „Gilbert Damping in Single and Multilayer Ultrathin Films: Role of Interfaces in Nonlocal Spin Dynamics“, *Phys. Rev. Lett.*, Bd. 87, Nr. 21, S. 217204–1–217204–4, 2001.
- [192] B. Heinrich, R. Urban, und G. Woltersdorf, „Magnetic relaxation in metallic films: Single and multilayer structures“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 91, Nr. 10, S. 7523–7525, 2002.
- [193] N. N. Phuoc, G. Chai, und C. K. Ong, „Temperature-dependent dynamic magnetization of FeCoHf thin films fabricated by oblique deposition“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 112, Nr. 8, S. 083925–1–083925–6, 2012.
- [194] R. D. McMichael, C. G. Lee, J. E. Bonevich, P. J. Chen, W. Miller, und W. F. Egelhoff, „Strong anisotropy in thin magnetic films deposited on obliquely sputtered Ta underlayers“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 88, Nr. 6, S. 3561–3564, 2000.
- [195] F. Tang, D. L. Liu, D. X. Ye, Y. P. Zhao, T. M. Lu, G. C. Wang, und A. Vijayaraghavan, „Magnetic properties of Co nanocolumns fabricated by oblique-angle deposition“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 93, Nr. 7, S. 4194–4200, 2003.
- [196] S. Li, Z. Huang, J.-G. Duh, und M. Yamaguchi, „Ultrahigh-frequency ferromagnetic properties of FeCoHf films deposited by gradient sputtering“, *Appl. Phys. Lett.*, Bd. 92, Nr. 9, S. 092501–092501–3, 2008.

- [197] C.-L. Kuo, S. Li, und J.-G. Duh, „Development and optimisation of FeCoHfN soft magnetic thin films with high-frequency characteristics“, *Appl. Surf. Sci.*, Bd. 254, Nr. 22, S. 7417–7420, 2008.
- [198] Z. Wang, E. Feng, W. Wang, Z. Ma, Q. Liu, J. Wang, und D. Xue, „Adjustable magnetic anisotropy and resonance frequency of patterned ferromagnetic films by laser etching“, *J. Alloys Compd.*, Bd. 543, S. 197–199, 2012.
- [199] A. N. Lagar'kov, O. Y. Kashurkin, S. A. Maklakov, A. V. Osipov, K. N. Rozanov, I. A. Ryzhikov, S. N. Starostenko, und I. T. Yakubov, „Influence of the magnetoelastic effect on the microwave magnetic properties of Fe-N thin films“, *J. Commun. Technol. Electron.*, Bd. 57, Nr. 4, S. 404–411, 2012.
- [200] B. Peng, W. L. Zhang, J. D. Liu, und W. X. Zhang, „Stress impedance effect of FeCoSiB/Cu/FeCoSiB sandwich layers on flexible substrate“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 323, Nr. 11, S. 1574–1576, 2011.
- [201] Z. K. Wang, E. X. Feng, Q. F. Liu, J. B. Wang, und D. S. Xue, „Tuning stress-induced magnetic anisotropy and high frequency properties of FeCo films deposited on different curvature substrates“, *Phys. B Condens. Matter*, Bd. 407, Nr. 18, S. 3872–3875, 2012.
- [202] N. Martin, J. McCord, A. Gerber, T. Strache, T. Gemming, I. Monch, N. Farag, R. Schafer, J. Fassbender, und E. Quandt, „Local stress engineering of magnetic anisotropy in soft magnetic thin films“, *Appl. Phys. Lett.*, Bd. 94, Nr. 6, S. 062506–1–062506–3, 2009.
- [203] J. E. Hamann, S. Mohanan, und U. Herr, „A method for applying a large persistent in-plane biaxial stress to influence the perpendicular magnetic anisotropy of magnetic thin films“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 102, Nr. 11, S. 113910–1–113910–5, 2007.
- [204] S. A. Wilson, R. P. J. Jourdain, Q. Zhang, R. A. Dorey, C. R. Bowen, M. Willander, Q. U. Wahab, M. Willander, Al-hilli Safaa M., O. Nur, E. Quandt, C. Johansson, E. Pagounis, M. Kohl, J. Matovic, B. Samel, W. van der Wijngaart, E. W. H. Jager, D. Carlsson, Z. Djinovic, M. Wegener, C. Moldovan, R. Iosub, E. Abad, M. Wendlandt, C. Rusu, und K. Persson, „New materials for micro-scale sensors and actuators: An engineering review“, *Mater. Sci. Eng. R Rep.*, Bd. 56, Nr. 1–6, S. 1–129, 2007.
- [205] N. H. Duc, K. Mackay, J. Betz, und D. Givord, „Giant magnetostriction in amorphous (Tb_{1-x}Dyx)(Fe_{0.45}Co_{0.55})_y films“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 79, Nr. 2, S. 973–977, 1996.
- [206] E. Quandt und A. Ludwig, „Giant magnetostrictive multilayers (invited)“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 85, Nr. 8, S. 6232–6237, 1999.
- [207] F. T. Calkins, A. B. Flatau, und M. J. Dapino, „Overview of magnetostrictive sensor technology“, *J. Intell. Mater. Syst. Struct.*, Bd. 18, Nr. 10, S. 1057–1066, 2007.
- [208] M. Pasquale, „Mechanical sensors and actuators“, *Sens. Actuators Phys.*, Bd. 106, Nr. 1, S. 142–148, 2003.
- [209] E. Quandt und M. Frommberger, „Magnetostrictive LC circuit sensors“, *Mater. Trans.*, Bd. 45, Nr. 2, S. 244–248, 2004.
- [210] S. Stein, M. Wuttig, D. Viehland, und E. Quandt, „Magnetolectric effect in sputtered composites“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 97, Nr. 10, S. 10Q301–1–10Q301–3, 2005.
- [211] R. Lebourgeois und C. Coillot, „Mn-Zn ferrites for magnetic sensor in space applications“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 103, Nr. 7, S. 07E510–1–07E510–3, 2008.
- [212] M. Wun-Fogle, H. T. Savage, und M. L. Spano, „Enhancement of magnetostrictive effects for sensor applications“, *J. Mater. Eng.*, Bd. 11, Nr. 1, S. 103–107, 1989.
- [213] A. G. Olabi und A. Grunwald, „Design and application of magnetostrictive materials“, *Mater. Des.*, Bd. 29, Nr. 2, S. 469–483, 2008.
- [214] C. Bechtold, I. Teliban, C. Thede, S. Chernitz, und E. Quandt, „Non-contact strain measurements based on inverse magnetostriction“, *Sens. Actuators Phys.*, Bd. 158, Nr. 2, S. 224–230, 2010.

- [215] A. Ludwig, M. Tewes, S. Glasmachers, M. Löhndorf, und E. Quandt, „High-frequency magnetoelastic materials for remote-interrogated stress sensors“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 242–245, Part 2, Nr. 0, S. 1126–1131, 2002.
- [216] I. Teliban, S. Chemnitz, C. Thede, C. Bechtold, B. Mozooni, H.-J. Krause, und E. Quandt, „M(H) shape reconstruction using magnetic spectroscopy“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 324, Nr. 6, S. 895–902, 2012.
- [217] P. Grünberg, R. Schreiber, Y. Pang, M. B. Brodsky, und H. Sowers, „Layered Magnetic Structures: Evidence for Antiferromagnetic Coupling of Fe Layers across Cr Interlayers“, *Phys. Rev. Lett.*, Bd. 57, Nr. 19, S. 2442–2445, 1986.
- [218] M. Knobel und K. R. Pirota, „Giant magnetoimpedance: concepts and recent progress“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 242, S. 33–40, 2002.
- [219] M. Yamaguchi, Y. Miyazawa, K. Kaminishi, H. Kikuchi, S. Yabukami, K. I. Arai, und T. Suzuki, „Soft magnetic applications in the RF range“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 268, Nr. 1–2, S. 170–177, 2004.
- [220] R. Jahns, A. Piorra, E. Lage, C. Kirchhof, D. Meyners, J. L. Gugat, M. Krantz, M. Gerken, R. Knöchel, und E. Quandt, „Giant Magnetoelectric Effect in Thin-Film Composites“, *J. Am. Ceram. Soc.*, Bd. 96, Nr. 6, S. 1673–1681, 2013.
- [221] C. Binek und B. Doudin, „Magneto-electronics with magnetoelectrics“, *J. Phys.-Condens. Matter*, Bd. 17, Nr. 2, S. L39–L44, 2005.
- [222] A. Barthelemy, A. Fert, J. P. Contour, M. Bowen, V. Cros, J. M. De Teresa, A. Hamzic, J. C. Faini, J. M. George, J. Grollier, F. Montaigne, F. Pailloux, F. Petroff, und C. Vouille, „Magnetoresistance and spin electronics“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 242, S. 68–76, 2002.
- [223] T. Duenas, A. Sehrbrock, M. Lohndorf, A. Ludwig, J. Wecker, P. Grunberg, und E. Quandt, „Micro-sensor coupling magnetostriction and magnetoresistive phenomena“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 242, S. 1132–1135, 2002.
- [224] M. Lohndorf, T. Duenas, M. Tewes, E. Quandt, M. Ruhrig, und J. Wecker, „Highly sensitive strain sensors based on magnetic tunneling junctions“, *Appl. Phys. Lett.*, Bd. 81, Nr. 2, S. 313–315, 2002.
- [225] M. Lohndorf, T. A. Duenas, A. Ludwig, M. Ruhrig, J. Wecker, D. Burgler, P. Grunberg, und E. Quandt, „Strain sensors based on magnetostrictive GMR/TMR structures“, *IEEE Trans. Magn.*, Bd. 38, Nr. 5, S. 2826–2828, 2002.
- [226] B. Peng, W. L. Zhang, W. X. Zhang, H. C. Jiang, und S. Q. Yang, „Simulation of stress impedance effect in magnetoelastic films“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 288, Nr. 0, S. 326–330, 2005.
- [227] C. Tyren, A. H. G. Vazquez, und C. Quinones, „Stress-wire antenna“, WO2000057147 A1, 28-Sep-2000.
- [228] M. Tewes, M. Löhndorf, A. Ludwig, und E. Quandt, „Wireless Tyre Sensors Based on Amorphous Magneto-Elastic Materials“, in *Advanced Microsystems for Automotive Applications 2001*, S. Krueger und W. Gessner, Hrsg. 2001, S. 83–87.
- [229] L. P. Shen, T. Uchiyama, K. Mohri, E. Kita, und K. Bushida, „Sensitive stress-impedance micro sensor using amorphous magnetostrictive wire“, *IEEE Trans. Magn.*, Bd. 33, Nr. 5, S. 3355–3357, 1997.
- [230] K. H. Shin, M. Inoue, und K. Arai, „Strain sensitivity of highly magnetostrictive amorphous films for use in microstrain sensors“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 85, Nr. 8, S. 5465–5467, 1999.
- [231] H. Yamadera und Y. Nishibe, „Strain-impedance properties of a CoSiB/Cu/CoSiB layered film“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 87, Nr. 9, S. 5356–5358, 2000.

- [232] M. Frommberger, C. Zanke, A. Ludwig, M. Tewes, und E. Quandt, „Processing and application of magnetoelastic thin films in high-frequency devices“, *Microelectron. Eng.*, Bd. 67–68, S. 588–594, 2003.
- [233] C. Thede, S. Chemnitz, I. Teliban, C. Bechtold, C. Klever, M. Stueber, und E. Quandt, „Non-contact temperature determination of embedded magnetic phases of hard coatings by exploitation of the magnetic hysteresis“, *Sens. Actuators Phys.*, Bd. 178, S. 104–109, 2012.
- [234] Y. Wang und J. Atulasimha, „Nonlinear magnetoelectric model for laminate piezoelectric–magnetostrictive cantilever structures“, *Smart Mater. Struct.*, Bd. 21, Nr. 8, S. 085023–1–085023–12, 2012.
- [235] E. Lage, C. Kirchhof, V. Hrkac, L. Kienle, R. Jahns, R. Knöchel, E. Quandt, und D. Meyners, „Exchange biasing of magnetoelectric composites“, *Nat. Mater.*, Bd. 11, Nr. 6, S. 523–529, 2012.
- [236] D. E. Dimla Snr., „Sensor signals for tool-wear monitoring in metal cutting operations—a review of methods“, *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, Bd. 40, Nr. 8, S. 1073–1098, 2000.
- [237] R. Teti, K. Jemielniak, G. O'Donnell, und D. Dornfeld, „Advanced monitoring of machining operations“, *CIRP Ann. - Manuf. Technol.*, Bd. 59, Nr. 2, S. 717–739, 2010.
- [238] A. G. Rehorn, J. Jiang, und P. E. Orban, „State-of-the-art methods and results in tool condition monitoring: a review“, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, Bd. 26, Nr. 7–8, S. 693–710, 2004.
- [239] B. Sick, „On-line and indirect tool wear monitoring in turning with artificial neural networks: A review of more than a decade of research“, *Mech. Syst. Signal Process.*, Bd. 16, Nr. 4, S. 487–546, 2002.
- [240] A. Siddhpura und R. Paurobally, „A review of flank wear prediction methods for tool condition monitoring in a turning process“, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, Bd. 65, Nr. 1–4, S. 371–393, 2013.
- [241] R. Komanduri und Z. Hou, „A review of the experimental techniques for the measurement of heat and temperatures generated in some manufacturing processes and tribology“, *Tribol. Int.*, Bd. 34, Nr. 10, S. 653–682, 2001.
- [242] N. A. Abukhshim, P. T. Mativenga, und M. A. Sheikh, „Heat generation and temperature prediction in metal cutting: A review and implications for high speed machining“, *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, Bd. 46, Nr. 7–8, S. 782–800, 2006.
- [243] D. Stephenson und A. Ali, „Tool Temperatures in Interrupted Metal-Cutting“, *J. Eng. Ind.-Trans. Asme*, Bd. 114, Nr. 2, S. 127–136, 1992.
- [244] B. Alvelid, „Cutting temperature thermo-electrical measurements“, *Ann CIRP*, Bd. 18, S. 547–554, 1970.
- [245] P. Lezanski und M. Shaw, „Tool Face Temperatures in High Speed Milling“, *J. Manuf. Sci. Eng.*, Bd. 112, Nr. 2, S. 132–135, 1990.
- [246] T. Kitagawa, A. Kubo, und K. Maekawa, „Temperature and wear of cutting tools in high-speed machining of Inconel 718 and Ti-6Al-6V-2Sn“, *Wear*, Bd. 202, Nr. 2, S. 142–148, 1997.
- [247] W.-C. Chen, C.-C. Tsao, und P.-W. Liang, „Determination of temperature distributions on the rake face of cutting tools using a remote method“, *Int. Commun. Heat Mass Transf.*, Bd. 24, Nr. 2, S. 161–170, 1997.
- [248] X. Tian, F. Kennedy, J. Deacutis, und A. Henning, „The development and use of thin film thermocouples for contact temperature measurement“, *Tribol. Trans.*, Bd. 35, Nr. 3, S. 491–499, 1992.
- [249] D. O'sullivan und M. Cotterell, „Temperature measurement in single point turning“, *J. Mater. Process. Technol.*, Bd. 118, Nr. 1, S. 301–308, 2001.

- [250] J. Lin, S.-L. Lee, und C.-I. Weng, „Estimation of cutting temperature in high speed machining“, *J. Eng. Mater. Technol.*, Bd. 114, Nr. 3, S. 289–296, 1992.
- [251] R. Dewes, E. Ng, K. Chua, P. Newton, und D. Aspinwall, „Temperature measurement when high speed machining hardened mould/die steel“, *J. Mater. Process. Technol.*, Bd. 92, S. 293–301, 1999.
- [252] H.-T. Young, „Cutting temperature responses to flank wear“, *Wear*, Bd. 201, Nr. 1, S. 117–120, 1996.
- [253] Y. Liu, J. Liu, und B. Zhu, „Temperature distribution near cutting edge of ceramic cutting tools measured by thermal video system (TVS)“, *Prog. Nat. Sci.-BEIJING-*, Bd. 8, S. 44–49, 1998.
- [254] B. Müller und U. Renz, „Time resolved temperature measurements in manufacturing“, *Measurement*, Bd. 34, Nr. 4, S. 363–370, 2003.
- [255] S. Darwish und R. Davies, „Investigation of the heat flow through bonded and brazed metal cutting tools“, *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, Bd. 29, Nr. 2, S. 229–237, 1989.
- [256] C. Ming, S. Fanghong, W. Haili, Y. Renwei, Q. Zhenghong, und Z. Shuqiao, „Experimental research on the dynamic characteristics of the cutting temperature in the process of high-speed milling“, *J. Mater. Process. Technol.*, Bd. 138, Nr. 1, S. 468–471, 2003.
- [257] G. Boothroyd, „Photographic technique for the determination of metal cutting temperatures“, *Br. J. Appl. Phys.*, Bd. 12, Nr. 5, S. 238–242, 1961.
- [258] G. Boothroyd, „Temperatures in orthogonal metal cutting“, *Proc. Inst. Mech. Eng.*, Bd. 177, Nr. 1, S. 789–810, 1963.
- [259] S. Jeelani, „Measurement of temperature distribution in machining using IR photography“, *Wear*, Bd. 68, Nr. 2, S. 191–202, 1981.
- [260] H. Schallbroach und M. Lang, „Messung der Schnitttemperatur mittels Temperaturanzeigender Farbanstriche“, *Z. Vereines Dtsch. Ingenieure*, Bd. 87, S. 15–9, 1943.
- [261] K. Okushima und R. Shimoda, „The cutting temperature“, *Bull. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, S. 73–77, 1957.
- [262] S. Rossetto und U. Koch, „An investigation of temperature distribution on tool flank surface“, *Ann. CIRP*, Bd. 19, S. 551–557, 1971.
- [263] E. M. Trent und P. K. Wright, *Metal cutting*, Bd. 434. Butterworth-Heinemann Woburn, MA, 2000.
- [264] P. Wright und E. Trent, „Metallographic methods of determining temperature gradients in cutting tools“, *J Iron Steel Inst*, Bd. 211, Nr. 5, S. 364–368, 1973.
- [265] S. Kato, K. Yamaguchi, Y. Watanabe, und Y. Hiraiwa, „Measurement of temperature distribution within tool using powders of constant melting point“, *J Eng IndTrans ASME B*, Bd. 98, Nr. 2, S. 607–613, 1976.
- [266] L. Dan und J. Mathew, „Tool wear and failure monitoring techniques for turning—A review“, *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, Bd. 30, Nr. 4, S. 579–598, 1990.
- [267] T. Kato und H. Fujii, „PVD film method for measuring the temperature distribution in cutting tools“, *J. Eng. Ind.*, Bd. 118, Nr. 1, S. 117–122, 1996.
- [268] A. Basti, T. Obikawa, und J. Shinozuka, „Tools with built-in thin film thermocouple sensors for monitoring cutting temperature“, *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, Bd. 47, Nr. 5, S. 793–798, 2007.
- [269] D. Biermann, M. Kirschner, K. Pantke, W. Tillmann, und J. Herper, „New coating systems for temperature monitoring in turning processes“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 215, S. 376–380, 2013.

- [270] W. Tillmann, E. Vogli, J. Herper, D. Biermann, und K. Pantke, „Development of temperature sensor thin films to monitor turning processes“, *J. Mater. Process. Technol.*, Bd. 210, Nr. 5, S. 819–823, 2010.
- [271] K. Weinert, W. Tillmann, N. Hammer, C. Kempmann, und E. Vogli, „Tool coatings as thermocouple for the monitoring of temperatures in turning processes“, *Adv. Eng. Mater.*, Bd. 8, Nr. 10, S. 1007–1010, 2006.
- [272] Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung e.V., „Mechanische Komponente mit mehreren Verschleißsensoren sowie entsprechendes Werkzeug, insbesondere Wendeschneidplatte“, DE000029824985U1, 29-Jan-2004.
- [273] K. Nordmann, „Vorrichtung zur magnetinduktiven Verschleiß- und Bruchüberwachung von rotierenden Werkzeugen“, DE000003706847C2, 16-Feb-1989.
- [274] H. Aoyama und T. Ishii, „Sensor to Detect Cutting Force Components, Cutting Torque, and Cutting Tool Deflections“, *J. Manuf. Process.*, Bd. 6, Nr. 2, S. 141–147, 2004.
- [275] T. N. Blanton und C. R. Hoople, „X-ray diffraction analysis of ultrathin platinum silicide films deposited on (100) silicon“, *Powder Diffr.*, Bd. 17, Nr. 01, S. 7–9, 2002.
- [276] V. Bekker, K. Seemann, und H. Leiste, „A new strip line broad-band measurement evaluation for determining the complex permeability of thin ferromagnetic films“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 270, Nr. 3, S. 327–332, 2004.
- [277] K. Krüger, K. Seemann, H. Leiste, M. Stüber, und S. Ulrich, „High-frequency magnetoelastic measurements on Fe–Co–Hf–N/Ti–N multilayer coatings“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 343, S. 42–48, 2013.
- [278] K. Seemann, K. Krüger, und H. Leiste, „Temperature induced ferromagnetic resonance frequency change and resonance line broadening of a Fe–Co–Hf–N film with in-plane uniaxial anisotropy – a theoretical and experimental study“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 369, S. 142–146, 2014.
- [279] W. C. Oliver und G. M. Pharr, „An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments“, *J. Mater. Res.*, Bd. 7, Nr. 06, S. 1564–1583, 1992.
- [280] J. S. Field und M. V. Swain, „A simple predictive model for spherical indentation“, *J. Mater. Res.*, Bd. 8, Nr. 02, S. 297–306, 1993.
- [281] G. C. A. M. Janssen, M. M. Abdalla, F. van Keulen, B. R. Pujada, und B. van Venrooy, „Celebrating the 100th anniversary of the Stoney equation for film stress: Developments from polycrystalline steel strips to single crystal silicon wafers“, *Thin Solid Films*, Bd. 517, Nr. 6, S. 1858–1867, 2009.
- [282] D. Martinez-Martinez, C. Lopez-Cartes, A. Fernandez, und J. C. Sanchez-Lopez, „Exploring the benefits of depositing hard TiN thin films by non-reactive magnetron sputtering“, *Appl. Surf. Sci.*, Bd. 275, S. 121–126, Juni 2013.
- [283] Y. Okada und Y. Tokumaru, „Precise determination of lattice parameter and thermal expansion coefficient of silicon between 300 and 1500 K“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 56, Nr. 2, S. 314–320, 1984.
- [284] E. P. Popov und T. A. Balan, *Engineering mechanics of solids*, Bd. 2. Prentice Hall Englewood Cliffs, NJ, 1990.
- [285] A. C. Ugural und S. K. Fenster, *Advanced strength and applied elasticity*. Prentice-Hall, New Jersey, 1995.
- [286] G. F. C. Searle, *Experimental Elasticity*. Cambridge UP, 1920.
- [287] D. G. Ashwell und E. D. Greenwood, „The pure bending of rectangular plates“, *Engineering*, S. 51–52, 1950.

- [288] S. K. Kaldor und I. C. Noyan, „Flexural loading of rectangular Si beams and plates“, *Mater. Sci. Eng. Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, Bd. 399, Nr. 1–2, S. 64–71, 2005.
- [289] R. J. Jaccodine und W. A. Schlegel, „Measurement of Strains at Si-SiO₂ Interface“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 37, Nr. 6, S. 2429–2434, 1966.
- [290] J. P. Jay, F. Le Berre, S. P. Pogossian, und M. V. Indenbom, „Direct and inverse measurement of thin films magnetostriction“, *J. Magn. Magn. Mater.*, Bd. 322, Nr. 15, S. 2203–2214, 2010.
- [291] E. Du Trémolet de Lacheisserie, *Magnetostriction: theory and applications of magnetoelasticity*. CRC Press, Boca Raton, 1993.
- [292] K. Krüger, C. Thede, K. Seemann, H. Leiste, M. Stuber, und E. Quandt, „Thermal Stability of the Ferromagnetic In-Plane Uniaxial Anisotropy of Fe-Co-Hf-N/Ti-N Multilayer Films for High-Frequency Sensor Applications“, *IEEE Trans. Magn.*, Bd. 49, Nr. 7, S. 3870–3873, 2013.
- [293] K. Lenz, H. Wende, W. Kuch, K. Baberschke, K. Nagy, und A. Janossy, „Two-magnon scattering and viscous Gilbert damping in ultrathin ferromagnets“, *Phys. Rev. B*, Bd. 73, Nr. 14, S. 144424–1–144424–6, 2006.
- [294] C. Zener, „Classical Theory of the Temperature Dependence of Magnetic Anisotropy Energy“, *Phys. Rev.*, Bd. 96, Nr. 5, S. 1335–1337, 1954.
- [295] J. B. Staunton, L. Szunyogh, A. Buruzs, B. L. Gyorffy, S. Ostanin, und L. Udvardi, „Temperature dependence of magnetic anisotropy: An ab initio approach“, *Phys. Rev. B*, Bd. 74, Nr. 14, S. 144411–1–144411–13, 2006.
- [296] C. Klever, „Aufbau, Struktur und Eigenschaftsprofile von Viellagenschichtsystemen aus Tantal- oder Titanitriden mit Eisenkobaltlagen“, Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe, 2012.
- [297] W. H. Zachariasen, „Metallic radii and electron configurations of the 5f–6d metals“, *J. Inorg. Nucl. Chem.*, Bd. 35, Nr. 10, S. 3487–3497, 1973.
- [298] W. Pies und A. Weiss, „c139, VI.1.5.1 Binary nitrides and their solid solutions“, in *Landolt-Börnstein - Group III Condensed Matter*, K.-H. Hellwege und A. M. Hellwege, Hrsg. Berlin/Heidelberg: Springer-Verlag, 1978.
- [299] S. Dieter, A. Pyzalla, A. Bauer, N. Schell, J. McCord, K. Seemann, N. Wanderka, und W. Reimers, „Correlation between magnetic properties of CoFe single and CoFe/SiO₂ multi-layer thin films and their microstructure, texture and internal stress state“, *Z. Für Met.*, Bd. 95, Nr. 3, S. 164–175, 2004.
- [300] A. K. Singh, S. Mallik, S. Bedanta, und A. Perumal, „Effect of Postannealing and Multilayer Structure on Soft Magnetic Properties of FeTaC Thin Film“, *IEEE Trans. Magn.*, Bd. 50, Nr. 1, S. 1–4, 2014.
- [301] R. Daniel, D. Holec, M. Bartosik, J. Keckes, und C. Mitterer, „Size effect of thermal expansion and thermal/intrinsic stresses in nanostructured thin films: Experiment and model“, *Acta Mater.*, Bd. 59, Nr. 17, S. 6631–6645, 2011.
- [302] R. Daniel, K. J. Martinschitz, J. Keckes, und C. Mitterer, „The origin of stresses in magnetron-sputtered thin films with zone T structures“, *Acta Mater.*, Bd. 58, Nr. 7, S. 2621–2633, 2010.
- [303] A. R. Shetty und A. Karimi, „Texture change through film thickness and off-axis accommodation of (0 0 2) planes“, *Appl. Surf. Sci.*, Bd. 258, Nr. 4, S. 1630–1638, 2011.
- [304] W.-J. Chou, G.-P. Yu, und J.-H. Huang, „Mechanical properties of TiN thin film coatings on 304 stainless steel substrates“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 149, Nr. 1, S. 7–13, 2002.

- [305] H.-M. Tung, J.-H. Huang, D.-G. Tsai, C.-F. Ai, und G.-P. Yu, „Hardness and residual stress in nanocrystalline ZrN films: Effect of bias voltage and heat treatment“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 500, Nr. 1–2, S. 104–108, 2009.
- [306] H. Ljungcrantz, M. Odén, L. Hultman, J. E. Greene, und J.-E. Sundgren, „Nanoindentation studies of single-crystal (001)-, (011)-, and (111)-oriented TiN layers on MgO“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 80, Nr. 12, S. 6725–6733, 1996.
- [307] C. T. Chen, Y. C. Song, G.-P. Yu, und J.-H. Huang, „Microstructure and hardness of hollow cathode discharge ion-plated titanium nitride film“, *J. Mater. Eng. Perform.*, Bd. 7, Nr. 3, S. 324–328, 1998.
- [308] A. Ludwig, M. Frommberger, M. Tewes, und E. Quandt, „High-frequency magnetoelastic multilayer thin films and applications“, *IEEE Trans. Magn.*, Bd. 39, Nr. 5, S. 3062 – 3067, 2003.
- [309] H. B. Callen und E. Callen, „The present status of the temperature dependence of magnetocrystalline anisotropy, and the $l(l+1)^2$ power law“, *J. Phys. Chem. Solids*, Bd. 27, Nr. 8, S. 1271–1285, 1966.
- [310] J. Desmaison, P. Lefort, und M. Billy, „Oxidation mechanism of titanium nitride in oxygen“, *Oxid. Met.*, Bd. 13, Nr. 6, S. 505–517, 1979.
- [311] M. Wittmer, J. Noser, und H. Melchior, „Oxidation kinetics of TiN thin films“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 52, Nr. 11, S. 6659–6664, 1981.
- [312] Collaboration: Scientific Group Thermodata Europe (SGTE), „Thermodynamic Properties of Compounds, SbO₂ to Rh₂O₃“, in *Pure Substances. Part 4 _ Compounds from HgH₂g to ZnTe₂g*, Bd. 19A4, Lehrstuhl für Theoretische Hüttenkunde und Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, Hrsg. Berlin/Heidelberg: Springer-Verlag, S. 301–324.
- [313] Collaboration: Scientific Group Thermodata Europe (SGTE), „Thermodynamic Properties of Compounds, XeF₆ to Fe₂Si₂“, in *Pure Substances. Part 3 _ Compounds from CoCl₃g to Ge₃N₄*, Bd. 19 A3, Lehrstuhl für Theoretische Hüttenkunde und Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, Hrsg. Berlin/Heidelberg: Springer-Verlag, 2000, S. 351–374.
- [314] Collaboration: Scientific Group Thermodata Europe (SGTE), „Thermodynamic Properties of Compounds, Fe₂Si₂ to Ge₂Si₂“, in *Pure Substances. Part 3 _ Compounds from CoCl₃g to Ge₃N₄*, Bd. 19 A3, Lehrstuhl für Theoretische Hüttenkunde und Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, Hrsg. Berlin/Heidelberg: Springer-Verlag, S. 375–400.
- [315] P. Franke, D. Neuschütz, und Scientific Group Thermodata Europe (SGTE), „Co-O (Cobalt - Oxygen)“, in *Binary Systems. Part 5: Binary Systems Supplement 1*, Bd. 19B5, P. Franke und D. Neuschütz, Hrsg. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2007, S. 1–2.
- [316] Collaboration: Scientific Group Thermodata Europe (SGTE), „Thermodynamic Properties of Compounds, ZrCl₄ to CoTi₂O₅“, in *Pure Substances. Part 3 _ Compounds from CoCl₃g to Ge₃N₄*, Bd. 19 A3, Lehrstuhl für Theoretische Hüttenkunde und Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, Hrsg. Berlin/Heidelberg: Springer-Verlag, 2000, S. 75–100.
- [317] H. Köstenbauer, G. A. Fontalvo, M. Kapp, J. Keckes, und C. Mitterer, „Annealing of intrinsic stresses in sputtered TiN films: The role of thickness-dependent gradients of point defect density“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 201, Nr. 8, S. 4777–4780, 2007.
- [318] R. Machunze und G. C. A. M. Janssen, „Stress gradients in titanium nitride thin films“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 203, Nr. 5–7, S. 550–553, 2008.

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei all denjenigen bedanken, die mich beim Entstehen dieser Arbeit unterstützt haben.

Allen voran möchte ich mich bei Herrn Priv.-Doz. Dr. Sven Ulrich für die Betreuung dieser Arbeit und die Übernahme des Hauptreferats bedanken. Darüber hinaus danke ich Herrn Prof. Dr. Oliver Kraft für die Übernahme des Korreferats und für sein bekundetes Interesse an meiner Arbeit.

Herrn Prof. Dr. Hans Jürgen Seifert danke ich für die Möglichkeit, ein spannendes Thema weitestgehend eigenständig zu erarbeiten.

Allen Mitgliedern der Abteilung Stoffverbunde und Dünnschichten möchte ich sehr herzlich für die angenehme Arbeitsatmosphäre und für ihre volle Unterstützung bedanken. Ganz besonders möchte ich mich bei Herrn Dr. Michael Stüber, Herrn Dr. Klaus Seemann und Herrn Dr. Harald Leiste bedanken, die mir jederzeit mit Rat und Tat zur Seite standen. Herrn Dr. Stüber danke ich insbesondere für seine wertvollen konstruktiven Anregungen. Bei Herrn Dr. Klaus Seemann möchte ich mich darüber hinaus für hilfreiche Diskussionen und Denkanstöße bezüglich der magnetischen Schichteigenschaften sowie für die ergänzende Erarbeitung der modellhaften Beschreibung der temperaturabhängigen Resonanzfrequenz bedanken. Herrn Dr. Harald Leiste danke ich vor allem für seine Unterstützung bei Fragestellungen zur Mikrostruktur der Schichten und für die Erstellung von qualitativ hochwertigen TEM-Aufnahmen. Für die aufwendige Präparation der TEM-Proben danke ich Frau Beate Rabsch sehr herzlich. Darüber hinaus bedanke ich mich bei ihr und bei Frau Laura Trauth für die Anfertigung von REM-Bildern in hoher Qualität. Frau Laura Trauth möchte ich außerdem für die Präparation der Schrägschliffproben danken. Bei Herrn Dr. Carlos Ziebert möchte ich mich für die Einweisung in die Bedienung des Nanoindenters bedanken. Herrn Stefan Zils, Herrn Steffen Schweiger und Herrn Steffen Mumbauer danke ich vielmals für ihre großartige Unterstützung und Hilfestellungen bei technischen Fragestellungen. Des Weiteren danke ich Herrn Kolja Erbes für die sorgfältige Durchführung der chemischen Analyse sowie Herrn Tobias Weingärtner von der chemischen Analytik für die Erstellung von präzisen AES-Tiefenprofilen. Bei Herrn Dr. Damian Cupid und Frau Maren Lepple von der Gruppe Thermophysik und Thermodynamik bedanke ich mich für die Durchführung der thermogravimetrischen Analyse sowie für die Unterstützung bei der Interpretation der Ergebnisse.

Ich möchte mich bei allen Kollegen für eine tolle Zeit und die wunderbare Zusammenarbeit bedanken. Insbesondere meinen Mitdotorandinnen und Mitdotoranden danke ich sehr herzlich für die gegenseitige Unterstützung und den großen Zusammenhalt.

Des Weiteren danke ich Herrn Dr. Hayo Brunken und Herrn Professor Alfred Ludwig von der Ruhr-Universität Bochum sowie Herrn Claas Thede und Herrn Professor Eckhard Quandt von der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel für die gute und konstruktive

Zusammenarbeit im Rahmen des Schwerpunktprogramms 1299 „Oberflächen für Hochtemperaturanwendungen“.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft danke ich für die finanzielle Förderung dieser Arbeit im Rahmen des SPP 1299.