

Entwicklung eines ferromagnetischen Schichtsystems auf Hartmetallsubstraten für die Anwendung als Temperatur- und Kraftsensor

**Zur Erlangung des akademischen Grades eines
DOKTORS DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN (Dr.-Ing.)**

**von der KIT-Fakultät für Maschinenbau des
Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)
angenommene**

DISSERTATION

von

M. Sc. Stefan Beirle

Tag der mündlichen Prüfung: 27. Mai 2019

Hauptreferent: apl. Prof. Dr. Sven Ulrich

Korreferent: Prof. Dr.-Ing. Volker Schulze

„Alles ist möglich, vorausgesetzt, dass es genügend unvernünftig ist.“

Niels Bohr



Dieses Werk ist lizenziert unter einer Creative Commons
Namensnennung-Nicht kommerziell 4.0 International Lizenz (CC BY-NC 4.0):
<https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/deed.de>

Abstract

The present PhD Thesis is about the investigation and characterization of the sensor properties of soft ferromagnetic thin $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ films on cemented carbide and silicon substrates. The focus is on the development and realization of the sensor functionality of the ferromagnetic film on the cemented carbide substrate. The idea is to use soft ferromagnetic thin films for non-contact temperature and / or force determination on thermomechanically loaded cutting tools or mechanically loaded shafts. The film substrate systems are characterized with respect to the sensor application. The application as a temperature and / or stress sensor is demonstrated on selected, optimized film substrate composites.

PVD magnetron sputtering was used, in order to deposit the films on the substrates. After deposition the samples were annealed in a static magnetic field in high vacuum. After preparation, the static and dynamic magnetic properties were characterized. It could be shown that the thin ferromagnetic $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ film interacts with the magnetically harder substrate which leads to a loss of the sensor functionality. Through the deposition of various non-magnetic buffer layers between the substrate and the film it was experimentally shown that the $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ film can be magnetically decoupled from the substrate. For this purpose two hard coatings TiN and $(\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x)\text{N}_y$ were selected, in order to realize the application as a temperature sensor on cutting tools. Amorphous SiO_2 was used, in order to carry out the fundamental decoupling mechanism. The decoupling leads to soft ferromagnetic films with an imprinted uniaxial anisotropy after annealing and the film shows a defined response in the high-frequency range when it is subjected hence a high-frequency alternating electromagnetic field. The cut-off frequency is above 2 GHz and the initial permeability of the film reached more than 300, which is consistent with comparable films on the non-magnetic silicon substrate. The different film buffer layer substrate systems impressively show that the electrical

conductance of the interlayer, the cemented carbide substrate as well as voids in the film and the surface roughness possess a significant influence on the signal quality and magnetic film properties.

In this dissertation the application of the ferromagnetic film on the cemented carbide substrate as a temperature sensor could be successfully and reproducibly demonstrated. The cut-off frequency shifts to lower frequencies as the temperature increases with increasing the full width at half maximum of the sensor signal. Thus the film substrate system is suitable for temperature determination. The application as a non-contact temperature sensor during machining was successfully demonstrated on a metal working lathe. The machining tests indicate that the ferromagnetic layer can be used as a sensor system for online temperature monitoring during the machining process.

The change of the cut-off frequency of the ferromagnetic film as a function of mechanical force was demonstrated on a mechanically loaded shaft as well based on this experiment it was shown that the sensor signal can be detected without contacting the ferromagnetic film by using a certain short circuited stripline technique.

Kurzfassung

Diese Dissertation befasst sich mit der Untersuchung und Charakterisierung der Sensoreigenschaften von weichmagnetischen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Dünnschichten auf Hartmetall- und Siliziumsubstraten. Der Fokus liegt auf der Entwicklung und Realisierung der Sensorfunktionalität der ferromagnetischen Schicht auf dem Hartmetallsubstrat. Die Idee ist mit diesem Schicht-Substratverbund nachzuweisen, dass man weichmagnetische Dünnschichten zur kontaktlosen Temperatur- und / oder Kraftbestimmung auf thermomechanisch belasteten Werkzeugen für die spanende Bearbeitung (spanabhebende Fertigung) oder mechanisch belasteten Wellen einsetzen kann. Die Schicht-Substratsysteme werden bezüglich der Sensoranwendung materialwissenschaftlich charakterisiert. An ausgewählten, optimierten Schicht-Substratverbunden wird die Anwendung als Temperatur- und / oder Kraftsensor demonstriert.

Die Schichtherstellung erfolgte mit der Magnetron-Hochleistungskathodenzerstäubung. Zur Einprägung einer uniaxialen Anisotropie in die ferromagnetische Schicht wurden die Proben in einem statischen Magnetfeld im Hochvakuum wärmebehandelt. Nach der Präparation wurden die statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften der Proben charakterisiert. Die Ergebnisse haben gezeigt, dass die dünne ferromagnetische $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit dem magnetisch härteren Substrat wechselwirkt, was zu einem Verlust der Sensorfunktionalität führt. Anhand von verschiedenen nicht-magnetischen Schichten zwischen Substrat und Film wurde experimentell gezeigt dass die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht vom Substrat magnetisch entkoppelt werden kann. Als Zwischenschichtmaterial wurden die beiden Hartstoffmaterialien TiN und $(\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x)\text{N}_y$ hinsichtlich der potentiellen Anwendung als Temperatursensor auf zerspanenden Werkzeugen ausgewählt und eine amorphe Zwischenschicht aus dem binären System Si-O wurde benutzt, um eine grundlegende Untersuchung des Entkopplungsmechanismus durchzuführen.

Durch die Entkopplung ist es gelungen, eine uniaxiale Anisotropie in die ferromagnetische Schicht einzuprägen, so dass diese Schicht bei der Anregung mit einem hochfrequenten elektromagnetischen Wechselfeld eine ausgeprägte Signalantwort im Hochfrequenzbereich zeigt. Die Grenzfrequenz liegt bei über 2 GHz und die ferromagnetische Schicht weist eine hohe Anfangspermeabilität von mehr als 300 auf, was mit vergleichbaren Schichten auf dem nicht-magnetischen Siliziumsubstrat übereinstimmt. Anhand der verschiedenen Zwischenschichtmaterialien konnte eindrucksvoll nachgewiesen werden, dass sowohl die elektrische Leitfähigkeit des Materials für die Zwischenschicht, das Hartmetallsubstrat wie auch Poren beziehungsweise nicht-magnetische Einschlüsse und die Oberflächenrauheit einen bedeutenden Einfluss auf die Signalgüte und magnetischen Schichteigenschaften haben.

Die Anwendung der ferromagnetischen Schicht auf dem Hartmetallsubstrat als Temperatursensor konnte im Rahmen dieser Arbeit erfolgreich und reproduzierbar gezeigt werden. Die Grenzfrequenz verschiebt sich bei einer Temperaturerhöhung zu niedrigeren Frequenzen und die Halbwertsbreite des Sensorsignals erhöht sich mit zunehmender Temperatur. Das Schicht-Substratsystem ist für die Temperaturbestimmung geeignet. Auf einer Drehbank konnte erfolgreich die Anwendung der ferromagnetischen Schicht als kontaktloser Temperatursensor während der spanenden Materialbearbeitung demonstriert werden. Die durchgeführten Zerspanexperimente heben hervor, dass die Schicht als Sensorschicht zur in-situ Temperaturüberwachung bei spanenden Fertigungsverfahren genutzt werden kann.

Die Änderung der Grenzfrequenz der ferromagnetischen Schicht in Abhängigkeit einer mechanischen Kraft wurde eindrucksvoll an einer mechanisch belasteten Welle demonstriert. Anhand dieses Experiments wurde nachgewiesen, dass das Messsignal berührungslos mit einer speziellen kurzgeschlossenen Streifenleitung detektiert werden kann.

Danksagung

Vorab möchte ich mich an dieser Stelle bei all denjenigen bedanken, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben und die mich während den letzten drei Jahren tatkräftig unterstützt haben. Mein besonderer Dank gilt:

- Herrn apl. Prof. Dr. Sven Ulrich, der mich als Doktorvater hervorragend betreut hat. Ich danke ihm für die fachlichen Diskussionen, Anregungen und Ratschlägen, die mich bei der Arbeit voran gebracht und die maßgeblich zur Entstehung der schriftlichen Ausarbeitung beigetragen haben. Ich bin ihm vor allem sehr dankbar für seine stets freundliche und offene Art, sowie für die Übernahme des Hauptreferats.
- Herrn Prof. Dr. Hans Jürgen Seifert für die Möglichkeit, dass ich meine Doktorarbeit am Karlsruher Institut für Technologie (KIT) am Institut für Angewandte Materialien, Angewandte Werkstoffphysik (IAM-AWP) in der Abteilung Stoffverbunde und Dünnschichten (SD) anfertigen konnte.
- Herrn Prof. Dr.-Ing. Volker Schulze für die Übernahme des Korreferats und das bekundete Interesse an meiner Arbeit.
- Herrn Dr.-Ing. Klaus Seemann für die sehr interessante und spannende Themenstellung im Bereich ferromagnetischer Dünnschichtsensoren, die ich eigenständig bearbeiten durfte. Ich danke ihm vor allem für die fachlichen Diskussionen, Ideen und Ratschläge die mich in meiner experimentellen Arbeit stets voran gebracht haben und die zum Gelingen dieser Arbeit maßgeblich beigetragen haben. Ich bin ihm sehr dankbar für seine außerordentlich gute Betreuung und für seine Bereitschaft bei Laborarbeiten unterstützend zu helfen sowie für das Korrekturlesen.
- Herrn Dr. Harald Leiste für die tolle und sehr gute Unterstützung bei allen wissenschaftlichen Fragestellungen. Besonders möchte ich mich bei

Ihm für seine fachliche Ausbildung im Bereich der Röntgenbeugung und für die Erstellung von TEM-Aufnahmen, sowie für die Unterstützung bei der Auswertung bedanken. Ich danke ihm für das Korrekturlesen und die wertvollen Denkanstöße, sowie Anregungen, die bei der Erstellung dieser Arbeit sehr hilfreich waren. Darüber hinaus danke ich Ihm für sein offenes Ohr und Hilfestellungen bei allen wissenschaftlichen wie auch organisatorischen Angelegenheiten.

- Herrn Dr.-Ing. Michael Stüber für seine konstruktive Kritik und Unterstützung bei wissenschaftlichen Fragestellungen. Ich möchte mich recht herzlich bei Ihm dafür bedanken, dass ich meine Ergebnisse auf der ICMCTF 2018 in San Diego präsentieren konnte.
- Herrn Stefan Zils für seine hervorragende Einarbeitung und technischen Ausbildung in der Reinraumtechnologie und der Beschichtungstechnologie im Allgemeinen, sowie für die Unterstützung bei der Ausbildung zur Herstellung der Schichten mittels Magnetron-Hochleistungskathodenzerstäubung im Speziellen.
- Frau Beate Rabsch für die aufwendige und präzise Präparation der TEM-Proben und für die Anfertigung der TEM- sowie REM-Bilder.
- Herrn Steffen Mumbauer für die Hilfe und Unterstützung beim Polieren der Substrate, sowie für die technische Unterstützung. Besonders danke ich Ihm für die tolle Freundschaft, die in den letzten drei Jahren entstanden ist.
- Herrn Steffen Schweiger für die technische Unterstützung.
- Herrn Kolja Erbes und Herrn Tobias Weingärtner für die sorgfältige Durchführung der chemischen Analysen.
- Herrn Fabian Seifried für die freundschaftliche und stets gute Zusammenarbeit. Für die vielen wissenschaftlichen und anregenden Diskussionen. Darüber hinaus bedanke ich mich bei Ihm für das tolle Arbeitsklima während unserer gemeinsamen Zeit als Doktoranden am Institut für Angewandte Materialien, Angewandte Werkstoffphysik.

-
- Herrn Christian Poltorak für die tatkräftige Unterstützung beim Erstellen der AFM-Bilder und für die gute Zusammenarbeit während unserer Doktorandentätigkeit.
 - Frau Dr. Monika Rinke, Herrn Marc Strafela und Frau Yin Gao für die freundschaftliche und konstruktive Zusammenarbeit in der Abteilung Stoffverbunde und Dünnschichten.
 - Frau Jutta Howell und Cathrin Schuler, die mich bei den administrativen Angelegenheiten stets unterstützt haben.
 - Herrn Dr.-Ing. Dominic Diechle und Herrn Dr.-Ing. Veit Schier von der Firma Walter AG, sowie Herrn Dr.-Ing. Claas Thede und Herrn Prof. Dr.-Ing. Eckhard Quandt von der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel für die gute Kooperation im Rahmen des DFG Projekts SE2516/1-1.
 - Der Deutschen Forschungsgemeinschaft danke ich für die finanzielle Förderung dieser Arbeit im Rahmen des DFG Projekts SE2516/1-1.
 - Ein besonderer Dank gilt meiner Mutter Barbara Beirle und meiner Schwester Corinna Beirle, sowie meiner Freundin Saskia Kraft, die mich stets unterstützt haben und die mir immer zur Seite standen. Zuletzt möchte ich mich bei meinem Vater Michael Beirle bedanken, der leider viel zu früh verstorben ist. Doch in meinem Herzen bist du immer bei mir!

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungsverzeichnis	xi
Symbolverzeichnis	xiv
1. Einleitung, Aufgabenstellung, Ziele und Motivation	1
2. Magnetismus - Grundlagen	5
2.1. Materie im Magnetfeld	5
2.2. Die Koerzitivfeldstärke	11
2.3. Magnetische Anisotropie	13
2.3.1. Magnetokristalline Anisotropie	13
2.3.2. Magnetoelastische Anisotropie	14
2.3.3. Formanisotropie	15
2.3.4. Diffusionsanisotropie	16
2.3.5. Oberflächen- und Grenzflächenanisotropie	18
2.4. Entstehung der thermisch induzierten uniaxialen Anisotropie	18
2.5. Magnetostriktion	27
2.6. Dynamik im oszillierenden Magnetfeld	28
3. Kathodenzerstäubung - Grundlagen	33
3.1. Herstellung dünner Schichten	33
3.2. Kathodenzerstäubung - Diodenzerstäubung	34
3.3. Magnetron-Hochleistungskathodenzerstäubung	38
3.4. Schichtwachstum	40
4. Stand der Technik	44
4.1. Weichmagnetische Dünnschichten für die Sensoranwendung	44
4.2. Magnetostriktive Dünnschichten für die Sensorik	49
4.3. Hartstoffschichten aus Titanitrid und Titanaluminiumnitrid	52

4.4.	Temperaturerfassung bei der zerspanenden Bearbeitung	56
4.4.1.	Kalorimetrie	56
4.4.2.	Thermoelemente	58
4.4.3.	Widerstandsthermometer	61
4.4.4.	Metallographische Methoden	62
4.4.5.	Thermofarben	63
4.4.6.	Kontaktlose Temperaturfassung	64
4.5.	Verschleißüberwachung bei der spanenden Bearbeitung	65
4.5.1.	Direkte Methoden zur Verschleißerkennung	67
4.5.2.	Indirekte Messmethoden zur Verschleißerkennung	68
5.	Eigenschaften der verwendeten Werkstoffe	72
5.1.	Substratmaterial - Wolframcarbid-Kobalt	73
5.2.	Eisenkobalt-Hafniumnitrid	78
5.2.1.	Eisenkobalt	79
5.2.2.	Hafniumnitrid	81
5.3.	Titannitrid	83
5.4.	Titanaluminiumnitrid	84
5.5.	Siliziumdioxid	87
6.	Experimentelle Grundlagen	89
6.1.	Systematik der Experimente	89
6.2.	Schichtpräparation	92
6.2.1.	Wärmenachbehandlung	97
6.3.	Charakterisierung des Schichtaufbaus	98
6.3.1.	Bestimmung der Schichtdicke	98
6.3.2.	Auger-Elektronenspektroskopie	100
6.3.3.	Elektronenstrahlmikroanalyse	101
6.3.4.	Röntgendiffraktometrie	103
6.3.5.	Rasterelektronenmikroskopie	105
6.3.6.	Transmissionselektronenmikroskopie	106
6.3.7.	Rasterkraftmikroskopie	107
6.3.8.	Bestimmung des spezifischen elektrischen Widerstands	110
6.4.	Charakterisierung der magnetischen Eigenschaften	111
6.4.1.	Statische magnetische Eigenschaften - VSM	111

6.4.2. Statische magnetische Eigenschaften - MOKE	113
6.4.3. Dynamische magnetische Eigenschaften	118
6.4.4. Berührungslose Torsionsmomentbestimmung	120
6.4.5. Frequenzmischverfahren zur Temperaturerfassung	121
7. Ergebnisse	123
7.1. Substrateinfluss	123
7.2. Magnetische Entkopplung mit einer TiN-Zwischenschicht	133
7.3. Entkopplung mit einer SiO ₂ -Zwischenschicht	144
7.4. Dynamisches Modell zur Entkopplung	154
7.5. Statisches, illustratives Modell zur magnetischen Entkopplung . .	160
7.6. Entkopplung mit einer Zwischenschicht im System Ti-Al-N	166
7.6.1. Entkopplung mit einer Schichtkombination	178
7.7. Magnetische Entkopplungsversuche mit rauen Zwischenschichten .	180
7.8. Untersuchung der Bruch- und Oberflächenmorphologie	191
7.9. Magnetische Entkopplung mit glatten Ti ₁₉ Al ₃₅ N ₄₆ -Zwischenschichten	198
7.10. Demonstration Temperatursensor	211
7.11. Kontaktlose Temperaturerfassung bei der spanenden Bearbeitung	222
7.12. Demonstration Torsionsmomentsensor	229
8. Diskussion	236
8.1. Diskussion - Substrateinfluss	236
8.2. Diskussion - Entkopplung	239
8.3. Diskussion - Sensoranwendung	244
9. Zusammenfassung	251
A. Anhang	260
A.1. Ausführliche Herleitung der Energieeigenwerte	260
A.2. Quantitative Erklärung des MOKE-Effekts	264
A.3. Schichtverbund auf einem Si-Substrat	267
A.4. HR-TEM Untersuchungen	272
Literaturverzeichnis	276
Publikationen	313

Abkürzungsverzeichnis

AES	Auger-Eelektronenspektroskopie
AFM	Rasterkraftmikroskop
BSE	Rückstreuelektronen
CVD	chemische Gasphasenabscheidung
DC	Gleichstrom
EDX	energiedispersive Röntgenspektroskopie
ESMA	Elektronenstrahlmikroanalyse
FEM	Finite-Elemente-Methode
FFT	schnelle Fourier-Transformation
FMR	ferromagnetische Resonanz
FWHM	Halbwertsbreite
GMR	Riesenmagnetowiderstand
HF	Hochfrequenz
HiPIMS	Hochleistungsimpulsmagnetronzerstäubungsverfahren
HM	Hartmetall
HSS	Schnellarbeitsstahls
LLG	Landau-Lifshitz-Gilbert-Differentialgleichung
MOKE	magneto-optische Kerr-Effekt
PDF	Röntgenpulverdiffraktometrie Dateien
PLD	Laserstrahlverdampfen
PVD	physikalische Gasphasenabscheidung
REM	Rasterelektronenmikroskopie
RKKY	Ruderman-Kittel-Kasuya-Yoshida-Wechselwirkung
RT	Raumtemperatur
SE	Sekundärelektronen
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
TFTC	Dünnschichtthermoelemente

TMR	Tunnelmagnetowiderstand
VNA	Vektor-Netzwerkanalysators
VSM	Vibrationsmagnetometer
WSP	Wendeschneidplatte
XRD	Röntgendiffraktometrie
hdp	hexagonal dichteste Packung
kfz	kubisch-flächenzentriert
krz	kubisch-raumzentriert
o. B. d. A.	ohne Beschränkung der Allgemeinheit
AES	A uger E lectron S pectroscopy
AFM	A tomic F orce M icroscope
BSE	B ack S cattered E lectrons
CVD	C hemical V apour D eposition
DC	D irect C urrent
EDX	E nergy D ispersive X -ray spectroscopy
EPMA	E lectron P robe M icro A nalysis
FFT	F ast F ourier T ransform
FMR	F erro M agnetic R esonance
FWHM	F ull W idth at H alf M aximum
GMR	G iant M agneto R esistance
HiPIMS	H igh P ower I mpulse M agnetron S puttering
HSS	H igh S peed S teel
MOKE	M agneto- O ptic K err E ffect
PDF	P owder- D iffraction- F iles
PLD	P ulsed L aser D eposition
PVD	P hysical V apour D eposition
RF	R adio F requency
SEM	S canning E lectron M icroscopy
SE	S econdary E lectrons
TEM	T ransmission E lectron M icroscopy
TFTC	T hin F ilm T hermo C ouple
TMR	T unnel M agneto R esistance
VNA	V ector N etwork A nalyzer
VSM	V ibrating S ample M agnetometer

XRD	X-Ray Diffraction
hcp	hexagonal closest packed
fcc	face-centered cubic
bcc	body-centered cubic

Symbolverzeichnis

Symbol	Beschreibung	Einheit
A_i	Austauschkonstante	J/m
A	Fläche	m ²
\vec{B}	magnetische Flussdichte	T
B_{ext}	Betrag der externen magnetischen Flussdichte	T
B_S	Brillouin-Funktion	
C	Curie-Konstante	K
C_{ij}	Wechselwirkungsparameter	J
D	Korndurchmesser	m
\vec{D}	Dielektrische Verschiebung	As/m ²
\vec{E}	elektrisches Feld	V/m
E^*	normierte Energie im Strukturzonenmodell	
$\langle E_i \rangle$	Energieeigenwert	J
E_{Akt}	Aktivierungsenergie	J
E_{krit}	kritische Energie	J
E	E-Modul	GPa
E_r	reduzierter E-Modul	GPa
G	Schubmodul	GPa
\hat{H}	Hamiltonoperator	
\vec{H}	magnetische Feldstärke	A/m
H	Betrag der magnetischen Feldstärke	A/m
H_0	magnetische Feldstärke 0	A/m
H_1	magnetische Feldstärke 1	A/m
H_2	magnetische Feldstärke 2	A/m
\vec{H}_{eff}	effektive magnetische Feldstärke	A/m

Symbol	Beschreibung	Einheit
\vec{H}_{ext}	externe magnetische Feldstärke	A/m
$\vec{H}_{\text{dis}}(t)$	magnetisches Störfeld	A/m
H_{dis}	Betrag des magnetischen Störfelds	A/m
$\vec{H}_{\text{exc}}(t)$	magnetische Feldstärke des anregenden elektromagnetischen Wechselfeldes	A/m
H_{ext}	externe Magnetfeldstärke	A/m
\vec{H}_{sub}	magnetische Feldstärke des Substrats	A/m
H_{c}	Koerzitivfeldstärke	A/m
$H_{\text{c}-}$	Koerzitivfeldstärke	A/m
$H_{\text{c}+}$	Koerzitivfeldstärke	A/m
H_{K}	magnetokristalline Anisotropiefeldstärke	A/m
H_{me}	magnetoelastische Anisotropiefeldstärke	A/m
\vec{H}_{d}	Entmagnetisierungsfeld	A/m
\vec{H}_{u}	uniaxiale Anisotropiefeld	A/m
H_{u}	uniaxiale Anisotropiefeldstärke	A/m
$H_{\text{u,eff}}$	effektive uniaxiale Anisotropiefeldstärke	A/m
I	Strom	A
J	Trägheitsmoment	kg ² m
J_{ij}	Austauschintegral	J
J_{S}	Sättigungspolarisation	T
K	Anisotropiekonstante	J/m ³
$\langle K \rangle$	mittlere magnetokristalline Anisotropiekonstante	J/m ³
K_1	magnetokristalline Anisotropiekonstante	J/m ³
K_2	magnetokristalline Anisotropiekonstante	J/m ³
K_{me}	magnetoelastische Anisotropiekonstante	N/m ²
K_{S}	Grenzflächenanteil der Anisotropiekonstante	J/m ²
K_{u}	uniaxiale Anisotropiekonstante	J/m ³
$K_{\text{u}}(T, t_0 \rightarrow \infty)$	uniaxiale Anisotropiekonstante im thermodynamischen Gleichgewicht	J/m ³
K_{V}	Volumenanteil der Anisotropiekonstante	J/m ³
L	Länge	m
L_{K}	Kameralänge	m

Symbol	Beschreibung	Einheit
L_{aus}	Austauschlänge	m
\vec{M}	Magnetisierung	A/m
M_{R}	magnetische Remanenz	A/m
M_{S}	Sättigungsmagnetisierung	A/m
M_{t}	Betrag des Torsionsmoments	Nm
N	Anzahl der Atome	
N_{Fe}	Anzahl der Fe Atome	
N_{Co}	Anzahl der Co Atome	
\bar{N}	Entmagnetisierungstensor	
N_i	Komponenten des Entmagnetisierungstensors ($i = x, y, z$)	
N_{S}	Anzahl der Grenzflächen	
\vec{P}	dielektrische Polarisation	C/m ²
P	Leistung	W
R_{a}	mittlere Rauheit	m
R_{q}	quadratische Rauheit	m
R_{t}	Rautiefe	m
\hat{S}_i	Spinoperator	
\hat{S}_j	Spinoperator	
$S_{i,j}^z$	Spineigenwerte	
S_{11}	Reflexionskoeffizient	
T	Temperatur	K
T_{C}	Curie-Temperatur	K
T_{h}	homologe Temperatur	
T_{krit}	kritische Temperatur	K
T^*	verallgemeinerte Temperatur im Strukturzonenmodell	
U	Spannung	V
V	Volumen	m ³
a	Gitterkonstante	m
a_{p}	Schnitttiefe	mm
c_0	Lichtgeschwindigkeit im Vakuum	m/s
d	Abstand	m

Symbol	Beschreibung	Einheit
d_{hkl}	Netzebenenabstand	m
d_i	Flächendiagonale ($i=1,2$)	m
dl	infinitesimale Längenänderung	m
e	Elementarladung des Elektrons	C
f	Frequenz	Hz
f_{FMR}	ferromagnetische Resonanzfrequenz	Hz
f_g	Grenzfrequenz	Hz
f_K	magnetokristallinen Energiedichte	J/m ³
f_d	Entmagnetisierungsdichte	J/m ³
f_{me}	magnetoelastische Energiedichte	N/m ²
f_v	Vorschub	mm/U
f_1	Frequenz 1	Hz
f_2	Frequenz 2	Hz
g_i	gyromagnetischer Faktor	
\vec{h}	oszillierendes Magnetfeld	A/m
h_x	x-Komponente des oszillierenden Magnetfeldes	A/m
h	Höhe	m
$h_{\text{ätz}}$	Höhe des Ätzgraben	m
h_{sl}	Höhe der Streifenleitung	m
\vec{j}	Stromdichte	A/m ²
k_B	Boltzmann-Konstante	J/K
l	Nebenquantenzahl oder Drehimpulsquantenzahl	
l_{leer}	Länge der Streifenleitung abzüglich der Substratlänge	m
l_{sub}	Länge des Substrats	m
l_0	Länge	m
m	Masse	kg
m_l	magnetische Quantenzahl des Drehimpulses	
n	Teilchendichte	1/m ³
p	Druck	Pa
\vec{p}_m	magnetisches Dipolmoment	Am ²
r_b	Radius des Beugungsringes	m
r	Radius	m

Symbol	Beschreibung	Einheit
r_0	mittlerer Atomabstand	m
s	Spin	
t	Schichtdicke	m
t^*	Nettoschichtdicke im Strukturzonenmodell	m
t_0	Zeit	s
v_p	Schnittgeschwindigkeit	m/min
x	Abstand zwischen ferromagnetischer Schicht und Substrat	m
Δ_{SO}	Austauschenergie	J
Δ_{ex}	Austauschenergie	J
Φ_K	komplexer Kerr-Winkel	
α	mechanische Spannung Anpassungsparameter (Offset)	
α_{eff}	Dämpfungsparameter	
β	mechanische Dämpfung	
α_i	Richtungskosinus ($i = 1, 2, 3$)	
γ	gyromagnetisches Verhältnis	GHz/T
γ	Dämpfungskonstante des harmonischen Oszillators	
γ	Scherwinkel	°
ϵ_{eff}^{leer}	effektive Permittivität der leeren Streifenleitung	
ϵ_{sub}^{leer}	effektive Permittivität des Substrats	
ϵ_i	relative Längenänderung ($i=1,2$)	
η_K	Eliptizität der reflektierten Strahlung	
θ	Beugungswinkel	°
θ_K	Drehung der Polarisationsachse	°
λ	Wellenlänge	m
$\tilde{\lambda}$	isotrope Magnetostruktionskonstante	
λ_S	Sättigungsmagnetostruktionskonstante	
λ_{100}	Magnetostruktionskonstante in [100]-Richtung	
λ_{111}	Magnetostruktionskonstante in [111]-Richtung	
λ_{\perp}	Magnetostruktionskonstante senkrecht zur Magnetisierungsrichtung	
μ_0	magnetische Feldkonstante (Vakuumpermeabilität)	N/A ²

Symbol	Beschreibung	Einheit
μ_B	Bohrsches Magneton	J/T
μ_{Anf}	Anfangspermeabilität	
μ_{eff}	effektive Permeabilität	
μ_r	Permeabilitätszahl (relative magnetische Permeabilität)	
μ^*	komplexe Permeabilität	
μ'	Realteil der komplexen Permeabilität	
μ''	Imaginärteil der komplexen Permeabilität	
ν	Querkontraktionszahl	
ρ_{el}	spezifischer elektrischer Widerstand	$\mu\Omega\text{cm}$
σ	mechanische Spannung	Pa
τ	Relaxationszeit	s
τ_∞	Relaxationszeit für eine unendliche hohe Temperatur	s
χ	magnetische Suszeptibilität	
ω_0	Resonanzfrequenz	Hz
\varnothing	Durchmesser	cm
φ	Drehwinkel	°

1. Einleitung, Aufgabenstellung, Ziele und Motivation

Die Fertigungstechnik ist ein Teilgebiet der Produktionstechnik und des Maschinenbaus, die sich mit der wirtschaftlichen Herstellung von Bauteilen und Werkstücken mit einer geometrisch definierten Form befasst. Bei der spanenden Fertigung werden feste Rohmaterialien beispielsweise mit Bohr-, Fräs-, und Drehprozesse bearbeitet. Dabei werden Werkzeuge eingesetzt, die in die Oberfläche des Rohmaterials eindringen und Material in Form von Spänen abheben, um das Endprodukt in die vordefinierte Geometrie zu überführen. Im Allgemeinen muss für das Abheben des Spans bei der spanenden Bearbeitung mit geometrischer bestimmter Schneide das Werkstoffmaterial der verwendeten Werkzeuge härter als das zu bearbeitende Material sein [1]. Die Werkzeuge sind im Einsatz hohen mechanischen, tribologischen und thermischen Belastungen ausgesetzt. Die Folge ist Werkzeugverschleiß. Fortschreitender Verschleiß während der Produktion führt zu Maß- und Formabweichungen oder Qualitätsmängeln beispielsweise in der Oberflächenrauheit des Endprodukts. Um die Fertigungsgenauigkeit und Qualitätsanforderungen erfüllen zu können, ist dann ein Werkzeugwechsel erforderlich. Dieser ist mit einem großen Zeitaufwand verbunden, der die Arbeits- und Maschinenkosten in die Höhe treibt. Der Werkzeugverschleiß kann zwar durch die Wahl der Prozessparameter, wie Vorschub, Schnittgeschwindigkeit und Kühl- beziehungsweise Schmiermittels reduziert werden. Dies ist jedoch unter Umständen mit einer geringeren Produktivität verbunden.

Die Minimierung der Fertigungskosten, Steigerung der Produktivität, Verbesserung der Mengenleistung, eine hohe Energieeffizienz und die Nachhaltigkeit sind zentrale Themen in der industriellen Fertigungstechnik, um im Wandel der Globalisierung konkurrenzfähig zu bleiben. Bei der spanenden Bearbeitung zielt dies auf die maxi-

male Ausreizung der Schnittparameter bei möglichst hohen Standzeiten und einem hohen Grad der Automatisierung von Arbeitsgängen ab. Trotz der Steigerung der Produktivität dürfen dabei die Prozesssicherheit und die Produktqualität wie auch die Mengenleistung nicht vernachlässigt werden. Für die Optimierung dieser Aspekte ist es wünschenswert, Sensoren zu entwickeln, die für eine Automatisierung von Arbeitsgängen und zur Überwachung von Prozessparameter eingesetzt werden können. Ein zentraler Punkt bei dieser Entwicklung sind Verschleißerkennungssysteme. Die Verschleißüberwachung bietet die Möglichkeit, die Standzeit des Werkzeugs maximal auszunutzen, und die Bearbeitungsprozesse dabei vollständig zu automatisieren, was vor allem bei der Massenproduktion enorme Kosten einspart. Des Weiteren verhindert die rechtzeitige Erkennung von Verschleiß den Bruch des Werkzeugs, wodurch Beschädigungen am Werkstück vermieden werden können. In der Literatur findet man verschiedene Messmethoden und Sensoren, die eine direkte oder indirekte Verschleißerkennung ermöglichen [2–6]. Jedoch gibt es bis jetzt keine hinreichende Methode, die eine Überwachung während des Bearbeitungsprozesses ermöglicht, welche sich in der Fertigungstechnik flächendeckend durchgesetzt hat.

Eine notwendige Maßnahme ist die Temperaturüberwachung des Werkzeugs im Einsatz. Bei der spanenden Formgebung entsteht eine erhebliche Menge an Wärme, die durch, Reibung im Kontaktbereich von Werkzeug und Werkstück, plastische Verformung und Reibung der abgetragenen Späne auf der Spanfläche des Werkzeugs entsteht. Die Temperaturentwicklung des Werkzeugs korreliert mit dem fortschreitenden Verschleiß des Werkzeugs während der Bearbeitung. Die Bestimmung der Temperatur des Werkzeugs im Betrieb stellt eine große Herausforderung dar. Kühl- und Schmiermittel oder herumfliegende Späne verhindern eine permanente direkte Sicht auf das Werkzeug. Deshalb können optische Temperaturmessverfahren nicht ausreichend eingesetzt werden. Auch Temperaturmessverfahren, die auf Basis der Wärmeleitung entwickelt wurden, wie zum Beispiel Thermoelemente, Thermofarben, Pulver und metallografische Methoden, bieten bisher keine hundertprozentige zufriedenstellende Lösung für die Anwendung in der Industrie. Eine neuartige Möglichkeit der kontaktlosen Detektion der Temperatur von Werkzeugen bieten ferromagnetische Schichten, die in das Werkzeug integriert sind [7]. Die Eigenschaften der weichmagnetischen Schichten mit uniaxialer Anisotropie

ermöglichen eine Temperatur und / oder Kraftbestimmung anhand der statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaftsänderungen in Abhängigkeit von der Temperatur, was für die Sensoranwendung eingesetzt werden könnte [8–10].

Der bisherige Stand der Entwicklung für dieses Sensorkonzept zeigt, dass die Anwendung als Temperatur- und Kraftsensor auf Siliziumsubstraten funktioniert [7–10]. Für die Applikation in der Fertigungstechnik ist es jedoch erforderlich, das Konzept auf Substratmaterialien zu übertragen, die für die Werkzeugherstellung benutzt werden. Abgesehen von den Schneidkeramiken werden in der Fertigungstechnik Werkzeuge verwendet, die als Strukturwerkstoff ferromagnetische Bestandteile enthalten. Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Hartmetallsubstrat ausgewählt, das aus Wolframkarbid und Kobalt besteht, um zu untersuchen, inwiefern ferromagnetische Dünnschichten als Temperatur- oder Kraftsensoren auf diesem Substratmaterial und im Vergleich zu Siliziumsubstraten eingesetzt werden können. Die Zielsetzung hierbei ist es aufzuzeigen, wie sich die magnetischen Eigenschaften von ferromagnetischen Dünnschichten des Systems Fe-Co-Hf-N auf dem magnetischen Hartmetallsubstrat ändern. Untersuchungen an vergleichbaren Schichten auf den nicht-magnetischen Siliziumsubstraten sollen Aufschluss darüber geben, welche Mechanismen zu Eigenschaftsänderungen der Dünnschichten auf den Hartmetallsubstraten führen. Darüber hinaus ist das Ziel dieser Arbeit, das Sensorkonzept auf das Hartmetallsubstrat zu übertragen, so dass die Detektion eines Hochfrequenz-Signals des Schichtsystems Fe-Co-Hf-N möglich ist. Im Zusammenhang damit soll die Anwendung als Temperatursensor demonstriert werden.

Neben der Entwicklung des Schichtkonzepts auf dem Hartmetallsubstrat, das für die Anwendung als Temperatursensor in Betracht kommt, wird die Anwendung von ferromagnetischen Dünnschichten als Kraftsensor für mechanisch belastete Wellen experimentell untersucht. Hierbei soll verifiziert werden, ob anhand der dynamischen magnetischen Eigenschaften dieser Schichten berührungslos ein Messsignal detektiert werden kann. Dieses Messsignal soll mit der wirkenden Kraft korreliert werden, um einen Torsionsmomentsensor für eine mechanische belastete Welle zu realisieren. Im Zuge der digitalen Revolution und Voranschreitung der Industrie 4.0 steht die Entwicklung von Sensoren im Mittelpunkt vieler Forschungsbereiche. Sensoren sind die Vermittler zwischen der analogen und digitalen Welt. Sie liefern

die relevanten physikalischen, chemischen oder biologischen Messgrößen, die zur Überwachung, Optimierung und Automatisierung von Fertigungsprozessen oder für die Effizienzsteigerung, Sicherheit und Steigerung der Lebensqualität in den Bereichen Arbeit, Freizeit, Infrastruktur und Mobilität eingesetzt werden [11]. In Verbindung mit diesem Wandel soll das Funktionsprinzip des neuartigen Torsionsmomentsensors aufgezeigt und auf einer mechanisch belastenden Welle vorgeführt werden.

Diese Dissertationsschrift gliedert sich in neun Kapitel. Nach der Einleitung und Motivation werden in Kapitel 2 die wichtigsten Grundlagen zum Magnetismus zusammengefasst. Im Vordergrund stehen dabei die Themen, die für das Verständnis von ferromagnetischen Dünnschichten, die für die Sensoranwendung benutzt werden können, notwendig sind. In Kapitel 3 werden die wichtigsten Grundlagen zur Kathodenzerstäubung beschrieben. Die Kathodenzerstäubung ist ein auf Vakuum basiertes Beschichtungsverfahren der Dünnschichttechnologie, das zu den Verfahren der physikalischen Gasphasenabscheidung gehört und in dieser Arbeit für die Schichtherstellung eingesetzt wurde. Im darauffolgenden 4. Kapitel wird der Stand der Technik zu weichmagnetischen Dünnschichten für die Sensoranwendung und zur Temperatur- wie auch Verschleißfassung bei der zerspanenden Bearbeitung zusammengefasst. Kapitel 5 befasst sich mit den Eigenschaften, der nach dem Stand der Technik ausgewählten Werkstoffe. Die experimentellen Grundlagen, wie die Schichtpräparation und die Charakterisierung der Schicht- und Sensoreigenschaften, werden in Kapitel 6 zusammenfassend beschrieben. Die experimentell herausgearbeiteten Ergebnisse werden im 7. Kapitel präsentiert und im darauffolgenden 8. Kapitel diskutiert. Zum Abschluss dieser Arbeit werden die zentralen Ergebnisse und Schlussfolgerungen in Kapitel 9 zusammengefasst.

2. Magnetismus - Grundlagen

In diesem Kapitel werden die wichtigsten Grundlagen zum Magnetismus beschrieben, die zum Verständnis der Eigenschaften von dünnen ferromagnetischen Schichten mit einer uniaxialen Anisotropie erforderlich sind. Im Vordergrund stehen dabei die Themen, die zum Verständnis der magnetischen Schichteigenschaften in Bezug auf die Sensoranwendung beitragen.

2.1. Materie im Magnetfeld

Bringt man Materie in ein äußeres Magnetfeld \vec{H} , so werden atomare magnetische Dipolmomente \vec{p}_m erzeugt oder die bereits Vorhandenen werden im Feld ausgerichtet. Die Probe wird dadurch magnetisiert. Die Magnetisierung \vec{M} ist definiert durch das gesamte erzeugte magnetische Moment pro Volumen V

$$\vec{M} = \frac{1}{V} \sum_V \vec{p}_m. \quad (2.1)$$

Der magnetische Fluss \vec{B} , der im Vakuum durch die magnetische Feldkonstante μ_0 mit dem äußeren Magnetfeld \vec{H} verknüpft ist

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H}, \quad (2.2)$$

erweitert sich durch die Magnetisierung der Probe zu

$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M}). \quad (2.3)$$

Die Magnetisierung ist für nicht allzu große Magnetfeldstärken direkt proportional zur magnetischen Erregung \vec{H} , so dass gilt

$$\vec{M} = \chi \vec{H}. \quad (2.4)$$

Die Proportionalitätskonstante χ heißt magnetische Suszeptibilität und sie gibt die Stärke sowie Richtung der Magnetisierung eines Materials in einem externen Magnetfeld an. Für den magnetischen Fluss folgt damit

$$\vec{B} = \mu_0 (1 + \chi) \vec{H} = \mu_0 \mu_r \vec{H}, \quad (2.5)$$

wobei μ_r die relative magnetische Permeabilität bezeichnet und durch $\mu_r = 1 + \chi$ mit der magnetischen Suszeptibilität verknüpft ist. Anhand des magnetischen Verhaltens von Materie im äußeren Feld werden verschiedene Klassifizierungen des Magnetismus gemacht:

- Diamagnetismus ($-1 < \chi < 0$): Diamagnetische Materialien bestehen aus Atomen oder Molekülen, die kein permanentes magnetisches Dipolmoment aufweisen. Im äußeren Magnetfeld werden magnetische Momente induziert, die so gerichtet sind, dass sie ihrer Ursache entgegenwirken (Lenz'sche Regel). Die magnetische Suszeptibilität ist deshalb negativ. Das Feld im Inneren der Probe ist folglich kleiner als das Äußere. Im inhomogenen Magnetfeld wird ein Diamagnet aus dem Bereich großer Feldstärke herausgedrängt.
- Paramagnetismus ($0 < \chi < 10^{-2}$): Ein paramagnetisches Material besteht aus Atomen mit einem permanenten Dipolmoment, deren Orientierung ohne äußeres Magnetfeld in alle Raumrichtungen verteilt sind, so dass die Summe über alle Dipolmomente, also die Magnetisierung verschwindet. Im externen Magnetfeld werden die Dipole teilweise ausgerichtet. Der Grad der Ausrichtung ist von dem Verhältnis der potentiellen Energie des Dipols im Magnetfeld zur thermischen Energie abhängig. Die Temperaturabhängigkeit wird durch das Curie-Gesetz beschrieben [12, 13]

$$\vec{M} = \frac{\mu_0 n p_m^2}{3k_B T} \vec{H} = \frac{C}{T} \vec{H} = \chi \vec{H}, \quad (2.6)$$

wobei $C = \frac{\mu_0 n p_m^2}{3k_B}$ die Curie-Konstante bezeichnet. Hierbei ist n die Teilchendichte, p_m der Betrag des magnetischen Dipolmoments, k_B die Boltzmann-Konstante und T die Temperatur. Man erkennt, dass mit zunehmender Temperatur die Magnetisierung beziehungsweise die Suszeptibilität und die damit verbundene relative Permeabilität abnehmen.

- Kollektiver Magnetismus ($\chi \gg 0$): Ferro-, antiferro- und ferrimagnetische Materialien weisen im Gegensatz zu paramagnetischen Materialien eine spontane Ordnung der elementaren magnetischen Momente auf, so dass eine spontane Magnetisierung existiert. Die Ordnung entsteht durch innere Wechselwirkungen aufgrund der Kopplung der Momente. Die Stärke der Kopplung steht im Zusammenhang mit der kritischen Ordnungstemperatur. Unterhalb dieser Temperatur ist die Wechselwirkungsenergie der Momente größer als die thermische Energie, so dass eine spontane Ordnung entsteht. Oberhalb der kritischen Temperatur geht der kollektive Magnetismus in den Paramagnetismus über. In Abhängigkeit von der Orientierung der Momente unterscheidet man zwischen dem Ferromagnetismus, wenn die Momente parallel zum äußeren Magnetfeld ausgerichtet sind, Antiferromagnetismus, bei antiparalleler Orientierung der Momente und Ferrimagnetismus, wenn sich die Momente bei antiparalleler Orientierung nicht vollständig kompensieren.

Wie oben bereits erwähnt, liegt durch die parallele Ausrichtung der magnetischen Momente bei einem Ferromagnet eine spontane Magnetisierung vor. Für die Ordnung der Momente ist die quantenmechanische Austauschwechselwirkung verantwortlich, die die elektrostatische Wechselwirkung der Elektronen zwischen verschiedenen Atomen beschreibt [12]. Die durch die spontane Ordnung der magnetischen Momente entstehende Magnetisierung für einen Ferromagneten kann mit der Molekularfeldnäherung hergeleitet werden [12]. Die temperaturabhängige magnetische Suszeptibilität ist durch das Curie-Weiss Gesetz gegeben [12]

$$\chi = \frac{|\vec{M}|}{|\vec{H}|} = \frac{C}{T - T_C}, \quad (2.7)$$

wobei C die Curie-Konstante und T_C die Curie-Temperatur ist. Für Temperaturen die größer als die Curie-Temperatur sind, zeigen Ferromagnete paramagnetisches Verhalten. Die Austauschkräfte sind bei Temperaturen oberhalb dieser kritischen Temperatur nicht mehr ausreichend, um die Ordnung entgegen der thermischen Fluktuationen aufrechtzuerhalten. Bei Raumtemperatur zeigen nur die 3d-Übergangsmetalle Fe, Co und Ni ferromagnetisches Verhalten. Der Verlauf der temperaturabhängigen Magnetisierung ist in Abbildung 2.1 dargestellt.

Weit unterhalb der Curie-Temperatur besteht ein ferromagnetischer Körper aus

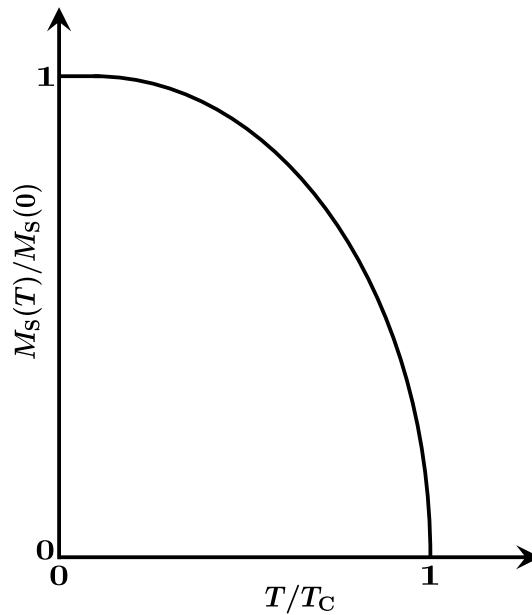


Abbildung 2.1.: Qualitative Abhängigkeit des Quotienten aus Sättigungsmagnetisierung $M_S(T)$ und Sättigungsmagnetisierung $M_S(0)$ beim absoluten Nullpunkt $T = 0$ K vom Quotienten aus Temperatur T und Curie-Temperatur T_C . (nach [14])

kleinen Bereichen, die eine lokale gesättigte Magnetisierung aufweisen, das heißt die magnetischen Momente innerhalb dieses Bereiches sind alle parallel zueinander ausgerichtet. Diese Bereiche werden als Domänen beziehungsweise Weiss'sche Bezirke bezeichnet. Die Entstehung dieser Bereiche ist auf eine Verringerung der freien Energie zurückzuführen, die sich aus der Austauschenergie, der Anisotropie und der magnetostatischen Energie zusammensetzt [15]. Die Domänen ordnen sich in einer geschlossenen Struktur an, um die Entmagnetisierungsenergie zu minimieren, so dass das magnetische Moment des gesamten Körpers verschwindet, wie es in Abbildung 2.2 dargestellt ist. Der allmähliche Übergang zwischen zwei benachbarten Domänen wird als Domänenwand bezeichnet. Man unterscheidet in Abhängigkeit der Drehung der magnetischen Momente beim Übergang von einer Domäne zur benachbarten zwischen einer Bloch- und einer Néel-Wand. Bei der Bloch-Wand ist die Rotation senkrecht zur Magnetisierungsebene und bei der Néel-Wand liegt sie planar zu Magnetisierung vor [14].

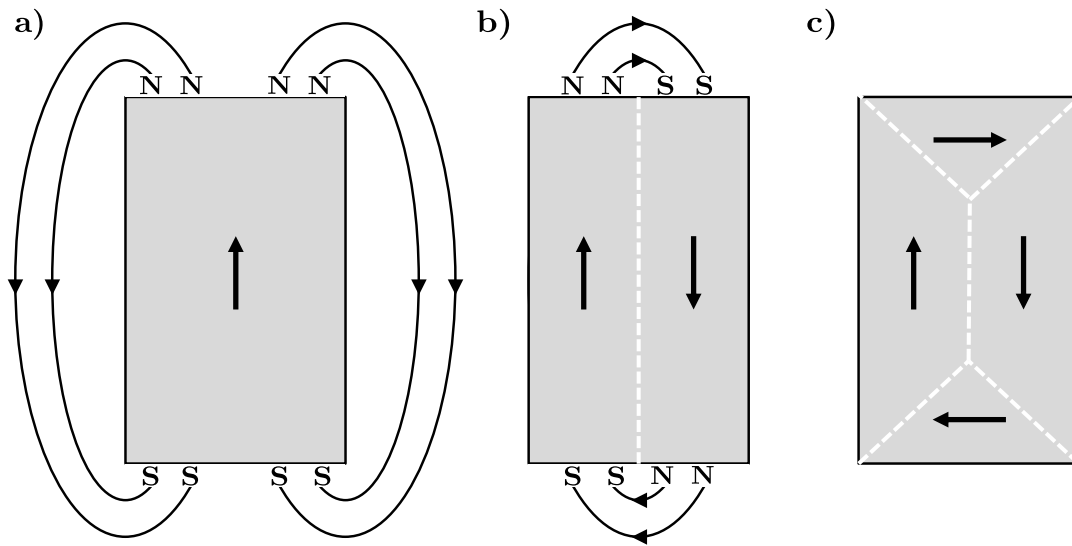


Abbildung 2.2.: Entstehung einer geschlossenen Domänenstruktur zur Reduzierung der Streufeld- und Entmagnetisierungsenergie. a) Einzelne Domäne mit hoher magnetischer Energie. b) Die Aufteilung in zwei Domänen mit entgegengesetzter Magnetisierungsrichtung reduziert die Energie etwa um die Hälfte. c) Bildung einer geschlossenen Domänenstruktur verringert die magnetische Energie auf null. (nach [14])

Legt man ein äußeres Magnetfeld an einen nichtmagnetisierten ferromagnetischen Körper an, so wächst das Volumen der Domänen, die in Bezug auf das Feld günstig orientiert sind, auf Kosten der anderen Domänen an. Es finden zunächst reversible und mit zunehmender Feldstärke irreversible Wandverschiebungen statt. Bei sehr hohen äußeren Feldstärken klappen schließlich die Domänen in Richtung des Feldes um. Durch das Umklappen aller Domänen erreicht man eine magnetische Sättigung (Sättigungsmagnetisierung M_S). Reduziert man nun das äußere Magnetfeld auf null, so drehen sich die Domänen nicht wieder in ihre ursprüngliche Orientierung zurück, sondern es bleibt eine Restmagnetisierung, die Remanenz M_R genannt wird, erhalten. Um eine Entmagnetisierung zu erreichen, muss das äußere Feld umgekehrt werden. Die Feldstärke des Gegenfeldes bei der die Magnetisierung wieder verschwindet, wird Koerzitivfeldstärke H_c genannt. Dieses Verhalten resultiert in einer magnetischen Hysterese, wie sie in Abbildung 2.3 dargestellt ist. Die von der Magnetisierungskurve (Hysteresekurve) eingeschlossene Fläche ist proportional

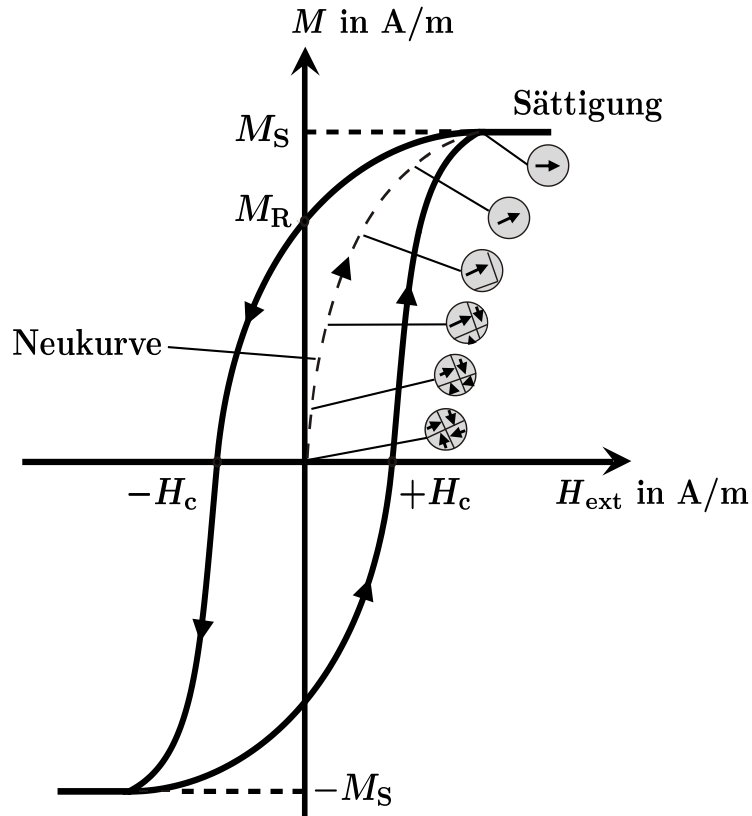


Abbildung 2.3.: Magnetisierungskurve eines ferromagnetischen Materials.

der Energie, die beim Durchlaufen der Schleife für die Ausrichtung der Weiss'schen Bezirke benötigt wird und in Form von Wärme ins Material übergeht. In Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke benötigt man mehr oder weniger Energie für einen vollständigen Zyklus. Ferromagnetische Materialien mit einer geringen Koerzitivfeldstärke $\mu_0 H_c < 1,3 \text{ mT}$ ($H_c < 1035 \text{ A m}^{-1}$) [16] werden als weich bezeichnet (leichte Ummagnetsierung) und diejenigen mit einer hohen Koerzitivfeldstärke $\mu_0 H_c > 40 \text{ mT}$ ($H_c > 31\,800 \text{ A m}^{-1}$) [16] als hart (schwere Ummagnetsierung). Für die Herstellung von Transformatoren ist es zum Beispiel wünschenswert, ein möglichst weichmagnetisches Material zu verwenden, um Hystereseverluste zu vermeiden. Hingegen bei Speichermedien werden hartmagnetische Materialien verwendet, um eine langanhaltende permanente Magnetisierung zu ermöglichen.

2.2. Die Koerzitivfeldstärke

Die Eigenschaften der Magnetisierung eines idealen einkristallinen, ferromagnetischen Festkörpers können durch die Minimierung der freien Energie unter Berücksichtigung der verschiedenen Anisotropien erklärt werden, die im Abschnitt 2.3 beschrieben werden. In der Praxis und bei vielen technischen Anwendungen sind die Materialien in der Regel nicht einkristallin, sondern sie sind amorph, nano- oder polykristallin. Zur Beschreibung der Magnetisierung eines amorphen Ferromagneten wurde von Alben et al. [17] ein „Random Anisotropy“ Modell aufgestellt, das von Herzer [18] zur Erklärung der Magnetisierung nano- und mikrokristalliner Ferromagneten weiterentwickelt wurde.

Unter der Annahme, dass der Korndurchmesser D eines nanokristallinen Materials kleiner als die ferromagnetische Austauschlänge ist, konnte Herzer zeigen, dass die Koerzitivfeldstärke H_c proportional zur sechsten Potenz des Korndurchmessers ist [18]

$$H_c \propto \frac{K_1^4}{M_S A_i^3} D^6, \quad (2.8)$$

K_1 entspricht der magnetokristallinen Anisotropiekonstante, M_S der Sättigungspolarisation und A_i bezeichnet die Austauschkonstante, die mit der Austauschlänge L_{aus} wie folgt zusammenhängt

$$L_{\text{aus}} = \sqrt{\frac{A_i}{K_1}}. \quad (2.9)$$

Nanokristalline ferromagnetische Materialien mit einer induzierten uniaxialen Anisotropie zeigen anstatt des D^6 Gesetzes eine D^3 Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke H_c [19]. Für polykristalline Materialien bei denen der Korndurchmesser größer als die Austauschlänge ist, die im Allgemeinen in der Größenordnung einiger 10 nm liegt [19], gilt für die Koerzitivfeldstärke [20, 21]

$$H_c \propto \frac{\sqrt{AK_1}}{M_S D}, \quad (2.10)$$

das heißt H_c ist umgekehrt proportional zum Korndurchmesser. Die Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke vom Korndurchmesser ist in Abbildung 2.4 zusammenfassend dargestellt.

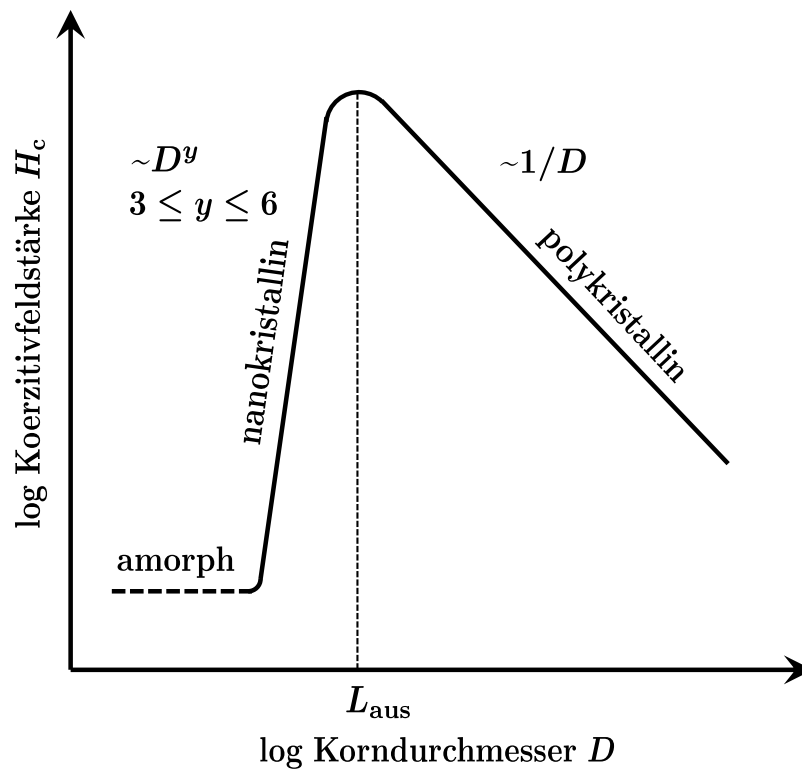


Abbildung 2.4.: Doppelt logarithmische Darstellung der Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke von der Korngröße für ferromagnetische Materialien. (nach [18])

Die Koerzitivfeldstärke ist maßgebend für den Energieverlust, der durch die magnetische Hysterese bei Ummagnetisierungsprozessen entsteht. Für viele technische Anwendungen und vor allem im Bereich von Hochfrequenzsensoren, bei denen ferromagnetische Materialien eingesetzt werden, ist es erstrebenswert, Materialien mit einer möglichst geringen Koerzitivfeldstärke einzusetzen. In der Forschung liegt dementsprechend der Fokus auf der Entwicklung amorpher und nanokristalliner Materialien mit möglichst kleiner Korngröße [22]. Bei der Materialauswahl für die Herstellung eines ferromagnetischen Dünnschichtensors, der für die Hochfrequenzanwendung konzipiert sein soll, ist darauf zu achten, dass das Material möglichst weichmagnetisch ist.

2.3. Magnetische Anisotropie

Der Magnetisierungszustand eines ferromagnetischen Festkörpers wird durch die Minimierung der freien Energie bestimmt. Für die Erklärung der Entstehung der spontanen Magnetisierung in einem Ferromagneten sind die quantenmechanischen Austauschwechselwirkungen verantwortlich, die als isotrop angenommen werden. Die entsprechende Austauschenergie ist deshalb unabhängig von der Orientierung der Spins gegenüber den Kristallachsen [12, 15]. Dennoch stellt man bei magnetischen Materialien fest, dass die Magnetisierung eine Vorzugsrichtung in Bezug auf die Kristallachsen aufweisen kann. Das heißt es gibt Richtungen leichter Magnetisierbarkeit in Bezug auf die Kristallorientierung. Die Energie die aufgebracht werden muss, um die Magnetisierung aus dieser Vorzugsrichtung herauszudrehen, wird Anisotropie-Energie genannt. Man bezeichnet die Richtung mit minimaler Energie als leichte Richtung und die mit maximaler Energie als schwere Richtung. Im Folgenden werden die verschiedenen Anisotropie-Arten vorgestellt, die zur freien Energie beitragen.

2.3.1. Magnetokristalline Anisotropie

Die magnetokristalline Anisotropie beschreibt den Energieanteil, der durch die Orientierung des Magnetisierungsvektors gegenüber den kristallographischen Achsen entsteht. Die Ursache hierfür ist die Spin-Bahn-Wechselwirkung. Aufgrund der Überlappung der Elektronenbahnen wird die Magnetisierung vom Kristallgitter beeinflusst, wodurch die Orientierung der Spins abhängig von den verschiedenen Richtungen im Kristall wird. Die Energiedichte der magnetokristallinen Anisotropie f_K ist durch eine Funktion der Richtungskosinusse α_i des Magnetisierungsvektors gegeben. Für ein kubisches Kristallsystem erhält man [12]

$$f_K = K_1 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 \dots \quad (2.11)$$

Die Konstanten K_1 und K_2 bezeichnen die magnetokristallinen Anisotropiekonstanten. Das Vorzeichen und die relative Größe der Konstanten entscheiden über die Richtung der leichten Magnetisierbarkeit. Das magnetokristalline Anisotropiefeld H_K ist parallel zu der Richtung mit der niedrigsten Energie ausgerichtet und

der Betrag des Feldes ist gegeben durch [12]

$$H_K = \frac{2 \langle K \rangle}{\mu_0 M_S}. \quad (2.12)$$

M_S bezeichnet die Sättigungsmagnetisierung und $\langle K \rangle$ den mittleren Anisotropiekoeffizienten. Der mittlere Anisotropiekoeffizient hängt im Allgemeinen von der Korngröße ab. Dies wirkt sich unter anderem auf die Koerzitivfeldstärke aus, wie es in Abschnitt 2.2 beschrieben ist.

2.3.2. Magnetoelastische Anisotropie

Eine Verformung des Kristalls führt zu einer Deformation des Kristallgitters, wodurch die Gittersymmetrie gestört und die Spin-Bahn-Kopplung durch die Veränderung der Atomabstände beeinflusst wird. Dadurch verändert eine elastische Spannung an einer magnetischen Probe die Vorzugsrichtung der Magnetisierung in Bezug auf die Kristallachsen. Umgekehrt stellt man fest, dass die Magnetisierung eines ferromagnetischen Kristalls mit einer spontanen Verformung der Probe verbunden ist. Dieser Effekt wird Magnetostriktion genannt und wird in Abschnitt 2.5 ausführlicher erklärt. Die Verformung der Probe ist mit einer Änderung der magnetischen Energie verbunden. Durch die Gitterdeformation entsteht ein zusätzlicher magnetoelastischer Energiebeitrag, der im Allgemeinen eine Funktion der Dehnungen und Elastizitätsmoduli ist [12]. Phänomenologisch lässt sich dieser Energiebeitrag mithilfe der Magnetostriktionskonstanten beschreiben. Im Fall von kubischen Kristallen ist es ausreichend zwei Konstanten λ_{100} und λ_{111} einzuführen, mit denen die relativen Längenänderungen bezüglich der [100]- und [111]-Richtungen im Kristall ausgedrückt werden [12]. Da die magnetoelastische Energiedichte f_{me} von der Deformation des Festkörpers abhängt, ist sie nach dem Hooke'schen Gesetz von der mechanischen Spannung abhängig. Für den Fall einer isotropen Magnetostriktion, das heißt $\lambda_{100} = \lambda_{111} = \tilde{\lambda}$, und einer homogenen Spannung σ , ist der Beitrag zur freien Energie proportional zur magnetoelastischen Energiedichte [12]

$$f_{me} = \frac{3}{2} \tilde{\lambda} \sigma \sin^2 \vartheta. \quad (2.13)$$

ϑ gibt den Winkel zwischen dem Magnetisierungsvektor und der Spannungsrichtung an. Die Orientierung der Vorzugsrichtung wird durch das Energieminimum

definiert. Für Zugspannungen $\sigma > 0$ und einer positiven Magnetostruktionskonstanten $\lambda > 0$ ergibt sich das Energieminimum, wenn der Magnetisierungsvektor parallel $\vartheta = 0$ zur Spannungsrichtung ausgerichtet ist. Hingegen wird bei Druckspannungen $\sigma < 0$ eine senkrechte Ausrichtung $\vartheta = \pi/2$ der Magnetisierung gegenüber der Spannungsrichtung bevorzugt. Die magnetoelastische Energie ist somit eine uniaxiale Anisotropie die proportional zur effektiven magnetoelastischen Anisotropiekonstante $K_{\text{me}} = \frac{3}{2}\tilde{\lambda}\sigma$ [12] ist. Die Stärke des magnetoelastischen Anisotropiefeldes H_{me} ergibt sich damit zu [12]

$$H_{\text{me}} = \frac{2K_{\text{me}}}{\mu_0 M_S} = \frac{3\tilde{\lambda}\sigma}{\mu_0 M_S}. \quad (2.14)$$

Typische Beispiele, bei denen sich der magnetoelastische Effekt bemerkbar macht, sind ultradünne epitaktisch gewachsene Filme, sowie amorphe und nanokristalline Schichten, in denen durch das Schichtwachstum Spannungen induziert werden. Die Spannungen im Film führen zum Beispiel zur Ausbildung von Streifendomänen oder einer „out-of-plane“ Magnetisierung [23–27].

2.3.3. Formanisotropie

Neben der magnetokristallinen Anisotropie, die von der Kristallsymmetrie abhängig ist, beeinflusst die Form der magnetischen Probe die Anisotropie. Die sogenannte Formanisotropie entsteht durch die Wechselwirkung zwischen den magnetischen Dipolen in der Probe. Die an der Oberfläche vorhandenen magnetischen Dipole erzeugen ein Entmagnetisierungsfeld \vec{H}_d , das dem äußeren Magnetfeld entgegen gerichtet ist [12]

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

$\vec{\bar{N}}$ bezeichnet den Entmagnetisierungstensor, in dem sich die Abhängigkeit von der Form der Probe widerspiegelt. Die Dichte der Entmagnetisierungsenergie f_d ergibt sich aus der Wechselwirkung des magnetisierten Körpers mit dem eigenen Entmagnetisierungsfeld [12]

$$f_d = -\frac{1}{2}\vec{H}_d \cdot \vec{M}. \quad (2.16)$$

Die Entmagnetisierungsenergie ist demnach sowohl von der Form der Probe als auch von der Magnetisierungsrichtung abhängig und ist im Allgemeinen anisotrop.

Für den Fall einer dünnen Schicht, bei der die Filmebene in der xz -Ebene liegt, ist der Entmagnetisierungstensor gegeben durch

$$\bar{\bar{N}} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}, \quad (2.17)$$

das heißt $N_x = N_z = 0$ und $N_y = 1$. Das Entmagnetisierungsfeld steht senkrecht zur Schichtoberfläche und die Magnetisierung liegt in der Filmebene.

Die Formanisotropie ist die Ursache für die Entstehung von magnetischen Domänen. Durch die Teilung des ferromagnetischen Kristalls in Bezirke mit unterschiedlicher Magnetisierung wird das Streufeld und das damit verbundene entmagnetisierende Feld minimiert. Die Formanisotropie spielt aber auch in der Nähe von Poren, Rissen und nicht-magnetischen Einschlüssen eine wichtige Rolle. Diese sind von Entmagnetisierungsfeldern umgeben.

2.3.4. Diffusionsanisotropie

In einem ferromagnetischen binären Mischkristall der aus den Atomsorten A und B besteht, kann durch Richtungsordnung von Atompaaaren oder Entstehung kleinerer Ketten gleicher Atome eine uniaxiale Anisotropie induziert werden. Die Ursache für die Entstehung der induzierten Anisotropie ist auf die Verringerung der freien Energie zurückzuführen, indem durch eine diffusionsgesteuerte Umordnung beziehungsweise Umgruppierung der Gitteratome unter bestimmten Umständen ein energetisch günstigerer Zustand eingenommen wird. Voraussetzung für eine Diffusionsanisotropie ist, dass sich die Atome durch den Kristall bewegen können, das heißt es müssen ausreichend Leerstellen vorhanden sein und es muss zunächst eine ungeordnete Struktur oder isotrope Fernordnung vorliegen, wie es in Abbildung 2.5 a) und b) dargestellt ist. Die durch die Diffusion entstehende neue Atomkonfiguration wird durch die Anpassung der Atome an eine vorgegebene Magnetisierungsrichtung bestimmt. Um die Probe möglichst homogen zu magnetisieren wird ein starkes Magnetfeld angelegt, gegenüber dem sich die Atome ausrichten. Durch die Herabsetzung der freien Energie durch Platzwechsel wird die Magnetisierung in Feldrichtung stabilisiert. Es entsteht eine uniaxiale anisotrope

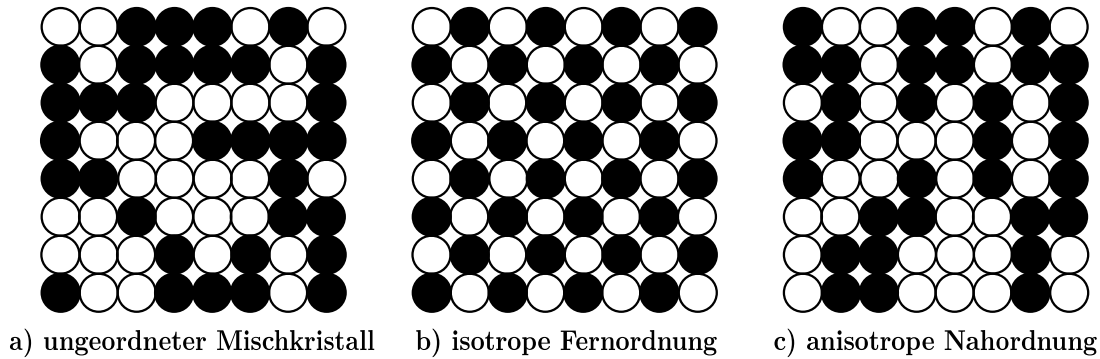


Abbildung 2.5.: *Verschiedene Atomanordnungen in einem Mischkristall. Durch die Herabsetzung der freien Energie durch Platzwechsel entsteht eine uniaxiale anisotrope Nahordnung. (nach [28])*

Nahordnung, wie es in Abbildung 2.5 c) dargestellt ist. Da es sich hierbei um einen Diffusionsprozess handelt ist das ganze temperaturabhängig und läuft bei niedrigen Temperaturen nur sehr langsam ab. Um diesen Prozess zu beschleunigen, kann man die Probe im Magnetfeld wärmenachbehandeln, wodurch die Beweglichkeit der Atome erhöht wird. Für die Stabilisierung und Aufrechterhaltung der geordneten Struktur muss die Probe hinreichend schnell im Magnetfeld abgekühlt werden. Dadurch wird die Beweglichkeit der Atome herabgesetzt und die vorhandene Atomkonfiguration „eingefroren“. Es entsteht dadurch ein thermisch induziertes uniaxiales Anisotropiefeld H_u (Diffusionsanisotropie) mit der Stärke

$$H_u = \frac{2K_u}{\mu_0 M_S}, \quad (2.18)$$

K_u bezeichnet die uniaxiale Anisotropiekonstante.

Durch die Wärmebehandlung im Magnetfeld können sowohl in polykristallinen wie auch in nanokristallinen oder amorphen ferromagnetischen Materialien eine uniaxiale Anisotropie induziert werden, wobei man bei nanokristallinen oder amorphen Materialien nur eine lokale Nahordnung erreicht. Eine theoretische Beschreibung der Diffusionsanisotropie findet man bei Néel [29] sowie Taniguchi [30] und wird im Abschnitt 2.4 anhand eines quantenmechanischen Modells zur Entstehung der uniaxialen Anisotropie näher beschrieben.

2.3.5. Oberflächen- und Grenzflächenanisotropie

Für Atome an der Ober- beziehungsweise an Grenzflächen wird die Symmetrie im Vergleich zu Volumenatomen gebrochen, so dass für diese Atome eine andere Kristallenergie folgt. Die Ursache dafür ist, dass die Spin-Bahn-Kopplung und die Austauschwechselwirkung für Ober- bzw. Grenzflächenatome im Gegensatz zu Volumenatomen verändert sind. Es entsteht dadurch ein zusätzlicher Energiebeitrag zur gesamten freien Energie der eine grenzflächenspezifische Anisotropie zur Folge hat. Der Energiebeitrag ist proportional zur Fläche des Films und die Energiedichte ist folglich umgekehrt proportional zur Schichtdicke [31]. Der Anisotropiekoeffizient K wird in seinen Volumen- K_V und Grenzflächenanteil K_S aufgeteilt [32, 33]

$$K = K_V + \frac{N_S K_S}{t}, \quad (2.19)$$

wobei N_S die Anzahl der Grenzflächen und t die Schichtdicke bezeichnen. Aus Gleichung (2.19) ist ersichtlich, dass sich die Grenzflächenanisotropie im Wesentlichen bei sehr dünnen ferromagnetischen Filmen bemerkbar macht. Bei sehr kleinen Schichtdicken unterhalb von 1,5 nm [32] entsteht eine bevorzugte Orientierung der Magnetisierung senkrecht zur Filmebene und oberhalb dieser kritischen Schichtdicke überwiegt die Formanisotropie, so dass die Magnetisierung bevorzugt in der Filmebene liegt [32, 33].

2.4. Entstehung der thermisch induzierten uniaxialen Anisotropie

In Abschnitt 2.3.4 wurde erklärt, dass die Entstehung einer thermisch induzierten uniaxialen Anisotropie in einem ferromagnetischen Mischkristall auf die Verringerung der freien Energie zurückzuführen ist. Die Minimierung der Energie entsteht durch diffusionsgesteuerte Umordnungsprozesse, wobei sich gleiche Atome zu Paaren oder kleineren Ketten anordnen. Für die Einprägung der uniaxialen Anisotropie wird das ferromagnetische Material in einem Magnetfeld wärmebehandelt. Die Stabilisierung der geordneten Atomkonfiguration erreicht man durch hinreichend schnelles Abkühlen im Magnetfeld. In diesem Abschnitt wird ein vereinfachtes Modell vorgestellt, welches die Entstehung der uniaxialen Anisotropie in einem

nanokristallinen ferromagnetischen Material anhand von energetischen Betrachtungen der ungeordneten und geordneten Atomkonfigurationen erklärt [34]. Die Energiebetrachtungen zeigen, dass ab einer kritischen Temperatur der Energiezustand der geordneten Atomkonfiguration von Fe und Co gegenüber der isotropen ungeordneten Struktur energetisch günstiger ist. Die geordnete Struktur wird ab dieser Temperatur bevorzugt eingenommen und bleibt beim Abkühlen im Magnetfeld metastabil aufrechterhalten. Die aus diesem Modell errechnete kritische Energie, ab der die geordnete Struktur bevorzugt wird, lässt sich nicht nur experimentell verifizieren, sondern ist auch in guter Übereinstimmung mit der aus der Néel Theorie [29] berechneten Aktivierungsenergie, die für das Einprägen der Anisotropie notwendig ist.

Im weiteren Verlauf wird für den ungeordneten Zustand die in Abbildung 2.6 a) aufgezeigte Anordnung der Fe- und Co-Atome angenommen. Der ungeordnete Zustand bezeichnet die isotrope Anordnung der Atome in einem Mischkristall. Vereinfachend sollen abwechselnd Fe- und Co-Atome einen homogenen Atomverbund bilden. Im Gegensatz dazu ordnen sich durch die thermische Aktivierung im Magnetfeld mehrere Fe-Atome zu reinen Fe-Atomketten und Co-Atome zu längeren reinen Co-Atomketten an. Die einzelnen Ketten sind miteinander verbunden. In Abbildung 2.6 b) ist der geordnete Zustand aufgezeigt, der die uniaxiale Anisotropie darstellt, die sich bei der Wärmebehandlung im Magnetfeld in einem nanokristallinen ferromagnetischen Material einstellt.

Im Folgenden werden zur Vereinfachung der Problemstellung die Atomkonfigurationen von Fe- und Co-Atomen in einem nanokristallinen Material in nur einer Dimension betrachtet. Begründen lässt sich dieser Ansatz dadurch, dass sich bei der Diffusionsanisotropie Atome gleicher Sorte zu kleineren Ketten anordnen, was einer eindimensionalen Anordnung entspricht. Des Weiteren werden für die Energiebetrachtungen der zweiatomigen Kette zwei Randsysteme betrachtet. Zum einen ein ungeordneter Zustand bevor das Material im Magnetfeld wärmebehandelt wird, in dem die Atome isotrop angeordnet sind. Zum anderen ein geordneter Zustand bei dem sich gleiche Atome durch die Diffusionsanisotropie zu einer Kette anordnen, das heißt die Atome sind anisotrop angeordnet. Die magnetische Wechselwirkung ist durch eine idealisierte „head-to-tail“ Spinkonfiguration

beschreibbar. Der isotrope Zustand ist in Abbildung 2.6 a) dargestellt und es wird angenommen, dass die Fe- und Co-Atome als abwechselnde Fe-Co-Paare in einer endlichen Kette angeordnet sind. Der nach der Diffusion entstehende anisotrope Zustand ist in Abbildung 2.6 b) dargestellt, hierzu wird vorausgesetzt, dass nach dem Umordnungsprozess der Atome reine Fe-Ketten und Co-Atomketten endlicher, aber gleicher Länge entstehen, die miteinander verbunden sind. Die Energie der beiden Zustände bei der Wärmebehandlung im Magnetfeld kann aus

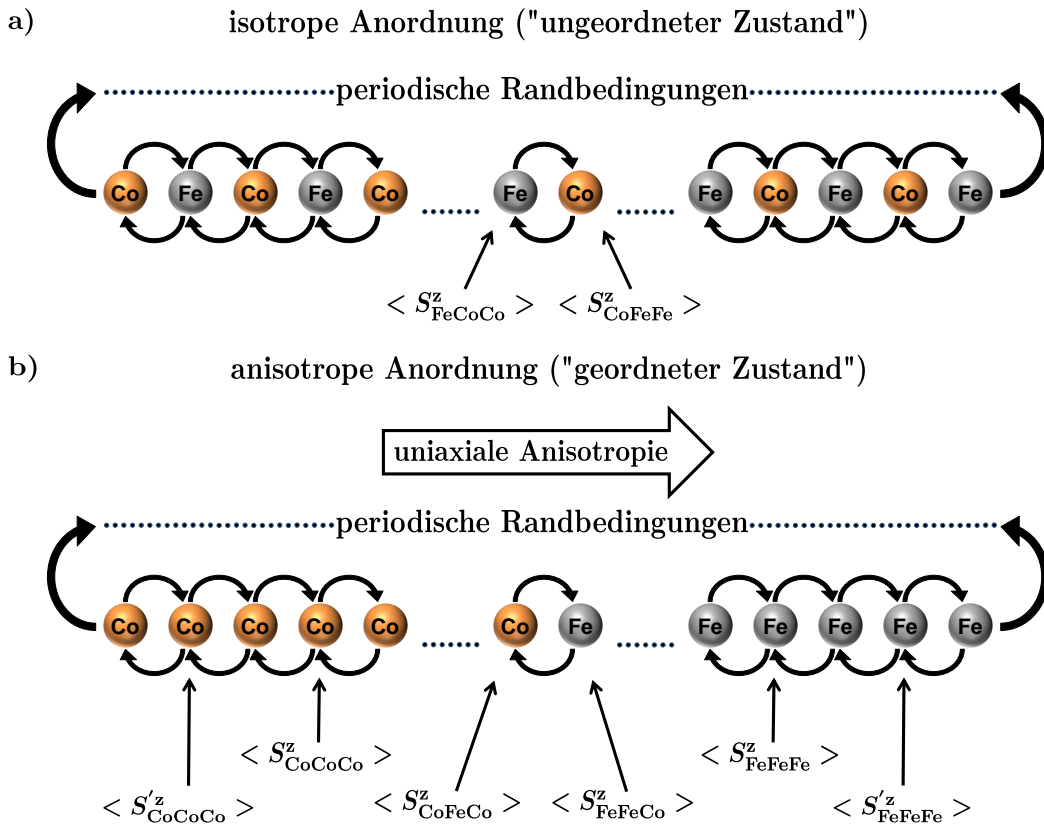


Abbildung 2.6.: Eindimensionale Modellvorstellung einer zweiatomigen Kette bei der die Atome a) eine isotrope und b) uniaxiale anisotrope Anordnung einnehmen. Die Wechselwirkung zwischen den nächsten Nachbaratomen ist durch die Pfeile gekennzeichnet. (nach [34])

den Eigenwerten des Hamiltonoperators \hat{H} [34]

$$\hat{H} = \underbrace{-\frac{1}{2} \sum_{i,j} J_{ij} \hat{S}_i \hat{S}_j}_{\text{Heisenberg}} + \underbrace{\frac{1}{2} \sum_{i,j} C_{ij}(\vec{r}_{ij}) \left[\hat{S}_i \hat{S}_j - 3 \frac{(\hat{S}_i \cdot \vec{r}_{ij}) \cdot (\hat{S}_j \cdot \vec{r}_{ij})}{r_{ij}^2} \right]}_{\text{Pseudo-Dipol-Wechselwirkung}} + \underbrace{\mu_B \mu_0 H_{\text{ext}} \sum_i g_i \hat{S}_i}_{\text{Zeeman}} \quad (2.20)$$

berechnet werden. Der erste Term ist der Heisenberg Operator, der die isotrope Austauschwechselwirkung zwischen dem Atom am Gitterplatz i mit dem Spin \hat{S}_i und dem Atom am Gitterplatz j mit dem Spin \hat{S}_j wiedergibt. Die Stärke der Wechselwirkung zwischen diesen Atomen wird durch das Austauschintegral J_{ij} bestimmt. Der zweite Term ist die Pseudo-Dipol-Wechselwirkung. Dieser Term beschreibt die Anisotropie, die durch die Verzerrung der Atomorbitale aufgrund der Spin-Bahn Kooplung entsteht. Da ein nanokristallines Gefüge in der Schicht vorliegt, kann die magnetokristalline Anisotropie (Kristallfeld) vernachlässigt werden. $C_{ij}(\vec{r}_{ij}) = \mu_0 g_i g_j (\mu_B^2 / r_0^3) \vec{e}_{ij}$ ist der Wechselwirkungsparameter in Abhängigkeit vom mittleren Abstand r_0 zwischen den Atomen. Der letzte Term ist die Zeeman Energie, die den Energiebeitrag eines Atoms i mit dem Spin \hat{S}_i im externen Magnetfeld angibt. Im Zeeman Term ist μ_B das Bohrsche Magneton, μ_0 die Vakuumpermeabilität, H_{ext} die externe Magnetfeldstärke und g_i der gyromagnetische Faktor. Für den Fall einer endlichen Kette bestehend aus N Atomen und der Annahme, dass die Austauschwechselwirkung nur zwischen nächsten Nachbarn einen nicht verschwindenden Beitrag liefert, kann der Hamiltonian in folgender Form geschrieben werden

$$\hat{H} = -\frac{1}{2} \sum_{i=1}^N \sum_{j \neq i}^{\text{nn}} J_{ij} \hat{S}_i \hat{S}_j + \frac{1}{2} \sum_{i=1}^N \sum_{j \neq i}^{\text{nn}} C_{ij}(\vec{r}_{ij}) \left[\hat{S}_i \hat{S}_j - 3 \frac{(\hat{S}_i \cdot \vec{r}_{ij}) \cdot (\hat{S}_j \cdot \vec{r}_{ij})}{r_{ij}^2} \right] + \mu_B \mu_0 H_{\text{ext}} \sum_{i=1}^N g_i \hat{S}_i. \quad (2.21)$$

Für das nanokristalline Material kann eine homogene Magnetisierung in z-Richtung beim Glühen im Magnetfeld angenommen werden, so dass für die Berechnung der Energieeigenwerte mit den Spineigenwerten $S_{i,j}^z$ gerechnet werden kann. Des Weiteren soll die Gesamtanzahl der Atome mindestens $N = N_{\text{Fe}} + N_{\text{Co}} \geq 10$

sein, um alle Atomkonfigurationen einer Nahordnung abzudecken. Die Anzahl der Fe-Atome soll gleich der Anzahl Co-Atome entsprechen, was für einen Mischkristall bestehend aus 50 At.-% Fe und 50 At.-% Co gilt. Um die räumliche Ausdehnung des Nanokristalls zu berücksichtigen werden periodische Randbedingungen angenommen, die dazu führen, dass jedes Atom mit genau zwei nächsten Nachbarn wechselwirkt. Die Indizierung bei der Berechnung der Energieeigenwerte ist so gewählt, dass der erste Index das betrachtete Atom am Gitterplatz i angibt und die beiden anderen Indizes den rechten beziehungsweise linken Nachbar. Für ein Co-Atom mit einem Fe-Atom und Co-Atom als nächsten Nachbarn ist demnach die Indizierung gegeben durch CoFeCo. Der Energieeigenwert $\langle E_i \rangle$ ergibt sich aus der Summe

$$\langle E_i \rangle = \langle E_{\text{Heisenberg}} \rangle + \langle E_{\text{Dipol}} \rangle + \langle E_{\text{Zeeman}} \rangle. \quad (2.22)$$

Eine ausführliche Herleitung der Energieeigenwerte ist im Anhang A.1 zu finden.

In Abbildung 2.7 sind in Abhängigkeit der Temperatur die beiden Energiekurven für den isotropen und anisotropen Zustand für a) 10^2 und b) 10^5 Atome dargestellt. Anhand der beiden Graphen erkennt man, dass ab einer kritischen Energie E_{krit} und kritischen Temperatur T_{krit} der anisotrope Zustand gegenüber dem isotropen Zustand energetisch günstiger ist, so dass dieser Zustand von den Atomen bevorzugt eingenommen wird. Durch die Abkühlung im Magnetfeld auf Raumtemperatur nach der Wärmebehandlung oberhalb der kritischen Temperatur bleibt die uniaxiale Anisotropie als metastabiler Zustand erhalten. Während die Gesamtenergie der Atomkonfiguration mit der Anzahl der Atome zunimmt (einzelne Energiebeiträge zur Gesamtenergie sind direkt proportional zur Atomanzahl siehe Anhang A.1), bleibt die kritische Temperatur, die sich aus dem Schnittpunkt zwischen der Energie des isotropen und anisotropen Zustands ergibt, nahezu konstant.

Um eine Korrelation zwischen diesem neuen theoretischen Ansatz zur Entstehung der uniaxialen Anisotropie und einer etablierten Theorie herzustellen, soll hier noch kurz auf die von Néel [29] aufgestellte Theorie eingegangen werden.

In Abschnitt 2.3.4 wurde gezeigt, dass das uniaxiale Anisotropiefeld von der

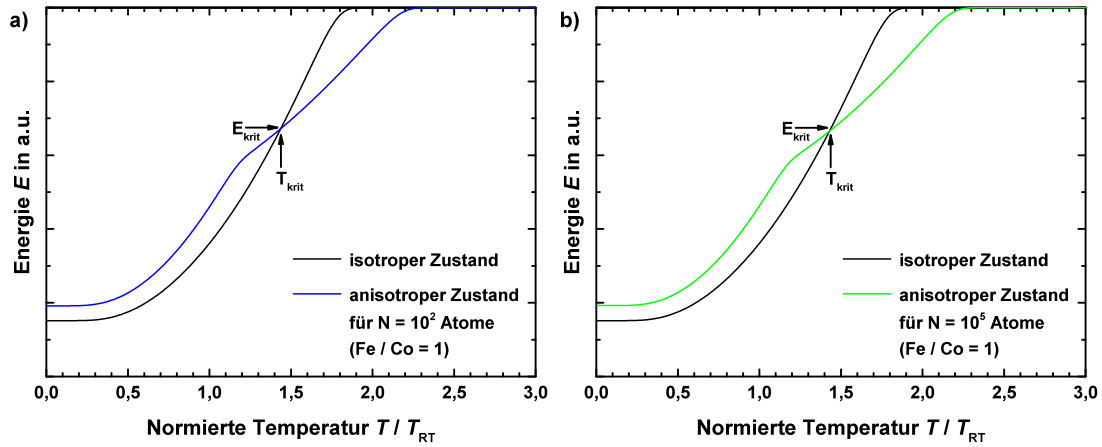


Abbildung 2.7.: Theoretischer Energieverlauf für den isotropen und anisotropen Zustand für a) 10^2 und b) 10^5 Atome. Die Temperatur ist auf die Raumtemperatur normiert. Der Schnittpunkt zwischen der Energie des isotropen und anisotropen Zustands definiert die kritische Energie und kritische Temperatur, ab der eine thermische uniaxiale Anisotropie in das ferromagnetische Material eingeprägt werden kann. (entnommen aus [34])

Sättigungsmagnetisierung und der uniaxialen Anisotropiekonstante abhängt

$$H_u = \frac{2K_u}{\mu_0 M_S}. \quad (2.23)$$

Nach Néel [29] hängt die uniaxiale Anisotropiekonstante von der Wärmebehandlungstemperatur T und von der Zeit t_0 ab, wie lange man tempert. Dieses Modell basiert auf den Grundlagen der Thermodynamik und beinhaltet im Wesentlichen die durch die Temperatur aktivierten Diffusionsprozesse. Der Zusammenhang zwischen dem uniaxialen Anisotropiefeld und der uniaxialen Anisotropiekonstante ist demnach von der Temperatur und Zeit abhängig

$$H_u(T, t) = \frac{2K_u(T, t \rightarrow \infty) \cdot \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right)}{\mu_0 M_S}, \quad (2.24)$$

wobei $K_u(T, t_0 \rightarrow \infty)$ die uniaxiale Anisotropiekonstante im thermodynamischen Gleichgewicht nach einer unendlich langen Zeit ist und τ ist die Relaxationszeit, die für die Anordnung zu Fe- und Co-Ketten benötigt wird. Die Relaxationszeit

ist eine Funktion der Temperatur

$$\tau(T) = \tau_{\infty} \cdot e^{\frac{E_{\text{Akt}}}{k_{\text{B}}T}}. \quad (2.25)$$

Der Vorfaktor τ_{∞} ist die Relaxationszeit für eine unendlich hohe Temperatur. Die Aktivierungsenergie E_{Akt} kann mithilfe dieser Gleichung bestimmt werden, indem man zwei zeitabhängige Wärmebehandlungsversuche bei den Temperaturen T_1 und T_2 durchführt, für die man die Relaxationszeiten τ_1 sowie τ_2 erhält. Die Aktivierungsenergie erhält man durch Eliminierung von τ_{∞} zu

$$E_{\text{Akt}} = k_{\text{B}}T_1 \frac{T_2}{T_2 - T_1} \ln \left(\frac{\tau_1}{\tau_2} \right). \quad (2.26)$$

Experimentell wurde in [34] anhand von Nanokompositschichten bestehend aus Fe, Co, Zr und N mit der Schichtzusammensetzung $\text{Fe}_{40}\text{Co}_{37}\text{Zr}_{11}\text{N}_{12}$ für die Temperatur $T_1 = 250 \text{ }^{\circ}\text{C}$ die Relaxationszeit $\tau_1 = 580 \text{ s}$ und für die Temperatur $T_2 = 300 \text{ }^{\circ}\text{C}$ die Relaxationszeit $\tau_2 = 350 \text{ s}$ bestimmt. Die Aktivierungsenergie ergibt sich mit diesen Werten zu $E_{\text{Akt}} = 220 \text{ meV}$.

Unter den Bedingungen, dass es sich bei den in [34] hergestellten Schichten mit thermisch induzierter uniaxialer Anisotropie um Nanokomposite aus den Elementen Fe, Co, Zr und N handelt und die Atomkonzentration der ferromagnetischen Anteile etwa 50 At.-% Fe und 50 At.-% Co entspricht, kann die temperaturabhängige Energie für den isotropen und anisotropen Zustand nach den Gleichungen (2.22) und im Anhang (A.1) - (A.6) numerisch berechnet werden. Unter der Annahme, dass sich bei der Diffusionsanisotropie eine Nahordnung einstellt, die aus etwa 5 Atomen gleicher Sorte entlang einer Kette besteht, ergibt sich der in Abbildung 2.8 dargestellte temperaturabhängige Energieverlauf für den isotropen und anisotropen Zustand. Die kritische Energie ergibt sich zu $E_{\text{krit}} = 243 \text{ meV}$, was in sehr guter Übereinstimmung zu der mit der Néel Theorie berechneten Aktivierungsenergie ist. Für die Berechnung der Energiekurven wurde für $J_{\text{FeFe}} = 27 \text{ meV}$, $J_{\text{CoCo}} = 23 \text{ meV}$ und $J_{\text{FeCo}} = 28 \text{ meV}$ eingesetzt, was mit den in der Literatur [35] gegebenen Werte übereinstimmt. Die kritische Temperatur ergibt sich aus Abbildung 2.8 zu $T_{\text{krit}} = 449 \text{ K}$ ($176 \text{ }^{\circ}\text{C}$). Dieser Wert konnte experimentell in [34] sehr gut verifiziert werden. Die Messungen in [34] zeigen, dass ab einer Temperatur von $200 \text{ }^{\circ}\text{C}$ eine schwache uniaxiale Anisotropie in der Filmebene bei der Wärmenachbehandlung

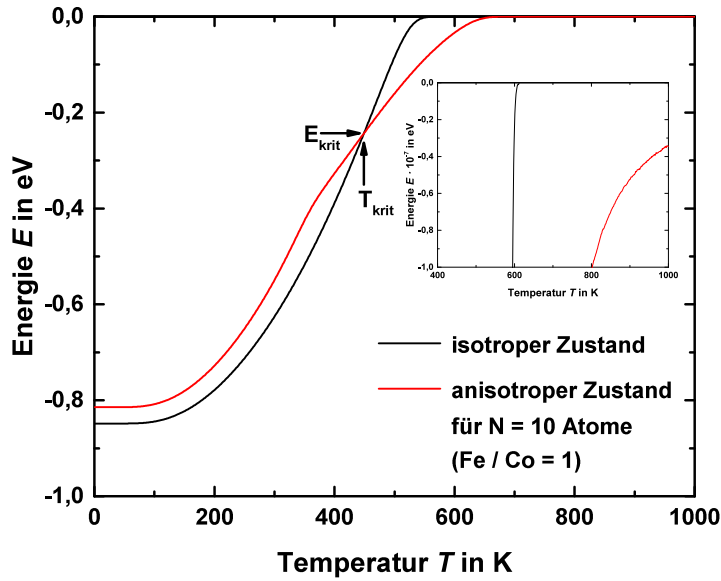


Abbildung 2.8.: Energieverlauf des isotropen und anisotropen Zustandes für 10 Atome in Abhängigkeit der Wärmebehandlungstemperatur. Die kritische Energie liegt bei $E_{\text{krit}} = 243 \text{ meV}$ und die kritische Temperatur beträgt $T_{\text{krit}} = 449 \text{ K}$ ($176 \text{ }^\circ\text{C}$). Rechts oben im Graph ist der Bereich zwischen 400 K und 1000 K vergrößert dargestellt. (entnommen aus [34])

im Magnetfeld entsteht.

Die aus dem neuen Modell bestimmten kritischen Parameter sind sowohl in sehr guter Übereinstimmung mit dem theoretischen Modell nach Néel wie auch mit den experimentellen Ergebnissen [34]. Es zeigt sich, dass trotz der sehr starken Vereinfachung in Form einer eindimensionalen Energiebetrachtung eine kritische Temperatur und kritische Energie berechnet werden kann, ab der sich in einem binären ferromagnetischen Material eine uniaxiale Anisotropie beim Glühen im Magnetfeld ausbildet. Das Modell lässt sich ohne weitere Einschränkungen auf das in dieser Arbeit untersuchte Stoffsystem Fe-Co-Hf-N übertragen, da die Modellannahmen unabhängig von der gewählten refraktären Metall-Nitrid Verbindung sind. Anhand der gewonnenen Erkenntnisse aus dem hier vorgestellten neuen Modell zur Entstehung der uniaxialen Anisotropie werden die Schichten bei einer Temperatur von $400 \text{ }^\circ\text{C}$ im Magnetfeld geüht (siehe Abschnitt 6.2.1). Diese Temperatur liegt deutlich über der kritischen Temperatur. Die Dauer der Wärmebehandlung im

Magnetfeld kann aufgrund der höheren Beweglichkeit der Atome bei höheren Temperaturen gegenüber niedrigeren Temperaturen auf eine Stunde reduziert werden. Noch höhere Wärmebehandlungstemperaturen haben zum einen den Nachteil, dass der Energieunterschied zwischen isotropen und anisotropen Zustand wieder abnimmt, wobei der anisotrope Zustand trotzdem energetisch günstiger ist, was man in Abbildung 2.8 anhand der oben rechts eingefügten vergrößerten Darstellung der Energiekurven erkennen kann. Zum anderen haben höhere Temperaturen den Nachteil, dass aufgrund unterschiedlicher Ausdehnungskoeffizienten des Substratmaterials und der Schichtmaterialien starke Eigenspannungen auftreten können, die zur Rissbildung im Material führen. Die gewählte Temperatur von 400 °C ist ein guter Kompromiss, um durch eine kurze Wärmebehandlung eine uniaxiale Anisotropie in die Filmebene des Stoffsystems Fe-Co-Hf-N einzuprägen, ohne dabei zu große thermische Spannungen zu erzeugen.

2.5. Magnetostriktion

Der Begriff Magnetostriktion beschreibt die elastische Deformation eines magnetischen Materials, das sich in einem äußeren Magnetfeld befindet. Die Ursache für diesen Effekt ist die magnetoelastische Kopplung. Die gesamte freie Energie eines magnetisierten Festkörpers wird durch die Kristallverzerrungen minimiert [12]. Die Kristallverzerrungen haben eine richtungsabhängige Längenänderung unter Erhaltung des Volumens zur Folge (Joule-Magnetostriktion) [36]. Neben der Joule-Magnetostriktion gibt es eine Form der Magnetostriktion bei der das Volumen veränderlich ist [37], die hier nicht weiter diskutiert wird. Die Joule-Magnetostriktion wird durch die in Richtung der Magnetisierung entstehende Längenänderung dl bezogen auf die ursprüngliche Länge l_0 definiert [12]

$$\lambda_S = \frac{dl}{l_0}. \quad (2.27)$$

λ_S wird als Sättigungsmagnetostriktion bezeichnet und ist dimensionslos. Aufgrund der Volumenerhaltung gilt, dass bei einer Ausdehnung des Materials entlang der Magnetisierungsrichtung das Material in Richtung senkrecht zur Magnetisierungsrichtung gestaucht wird. Folglich gilt für die Magnetostriktion senkrecht zur Magnetisierungsrichtung λ_{\perp} [36]

$$\lambda_{\perp} = -\frac{1}{2}\lambda_S. \quad (2.28)$$

Die Magnetostriktion kann positiv oder negativ sein, je nachdem ob das Material in Richtung des angelegten Magnetfeldes gedehnt oder komprimiert wird. In kubischen Kristallen ist es ausreichend, die Sättigungsmagnetostriktion mit zwei verschiedenen auf die [100]- und [111]-Kristallrichtung bezogene Konstanten zu beschreiben (siehe Abschnitt 2.3.2). Für ein polykristallines, kubisches Material kann die Magnetostriktion makroskopisch betrachtet als isotrop angesehen werden und man verwendet einen gewichteten Mittelwert für die Sättigungsmagnetostriktion [36]

$$\lambda_S = \frac{2}{5}\lambda_{100} + \frac{3}{5}\lambda_{111}. \quad (2.29)$$

Der zur Magnetostriktion umgekehrte Effekt, bei dem durch mechanische Spannungen eine Veränderung der Vorzugsrichtung der Magnetisierung und dadurch eine Änderung der magnetischen Suszeptibilität entsteht, wird Villari-Effekt genannt [36].

2.6. Dynamik im oszillierenden Magnetfeld

In diesem Abschnitt werden die theoretischen Grundlagen der dynamischen magnetischen Eigenschaften einer dünnen ferromagnetischen Schicht mit einer in der Schichtebene eingepprägten uniaxialen Anisotropie beschrieben, die mit einem oszillierenden schwachen Magnetfeld angeregt wird. Die Dynamik der magnetischen Momente beziehungsweise die Domänenbewegung für starke und näherungsweise statische Magnetfelder, die für Umklappprozesse verantwortlich sind, ist im Abschnitt 2.1 beschrieben.

Die Dynamik des Magnetisierungsvektors \vec{M} eines ferromagnetischen Materials in einem magnetischen Wechselfeld wird unter anderem durch die Landau-Lifshitz-Gilbert-Differentialgleichung (LLG) beschrieben [38]

$$\frac{\partial \vec{M}}{\partial t} = \underbrace{-\gamma \mu_0 \vec{M} \times \vec{H}_{\text{eff}}}_{\text{Präzessionsbewegung}} + \underbrace{\frac{\alpha_{\text{eff}}}{M_S} \left(\vec{M} \times \frac{\partial \vec{M}}{\partial t} \right)}_{\text{Dämpfung}}. \quad (2.30)$$

Der erste Term der LLG entspricht der durch Landau und Lifshitz aufgestellten Präzessionsbewegung der magnetischen Momente in einem effektiven Magnetfeld \vec{H}_{eff} , wobei effektiv die Summe aller wirkenden internen und externen Magnetfelder bedeutet. Hierbei bezeichnet γ das gyromagnetische Verhältnis und μ_0 die Vakuumpermeabilität. Der Magnetisierungsvektor präzediert entlang einer Kreisbahn um die Gleichgewichtslage (Präzessionskegel), wie es in Abbildung 2.9 a) schematisch dargestellt ist. Der zweite Term beschreibt eine viskose Dämpfung, die in Richtung der Präzessionsachse zeigt und die Magnetisierung in die Ruhelage treibt, wobei $\alpha_{\text{eff}} = \alpha_{\text{int}} + \alpha_{\text{ext}}$ den materialabhängigen effektiven Dämpfungsparameter und M_S die Sättigungsmagnetisierung bezeichnet. Der Dämpfungsparameter setzt sich aus intrinsischen und extrinsischen Dämpfungsmechanismen zusammen [40–42]. Die intrinsische Dämpfung entsteht zum Beispiel durch die Wechselwirkungen der Spin-Bahn-Kopplung mit dem Gitter oder die Streuung an Leitungselektronen. Die extrinsischen Mechanismen entstehen vor allem durch Zwei-Magnonenstreuungen [42]. Die Dämpfung führt dazu, dass der Magnetisierungsvektor anstatt einer Kreisbahn eine Spiralbahn beschreibt. Da bei der Wechselwirkung von einem zeitabhängigen Magnetfeld mit einem leitfähigen Material nach dem Induktionsgesetz Wirbel-

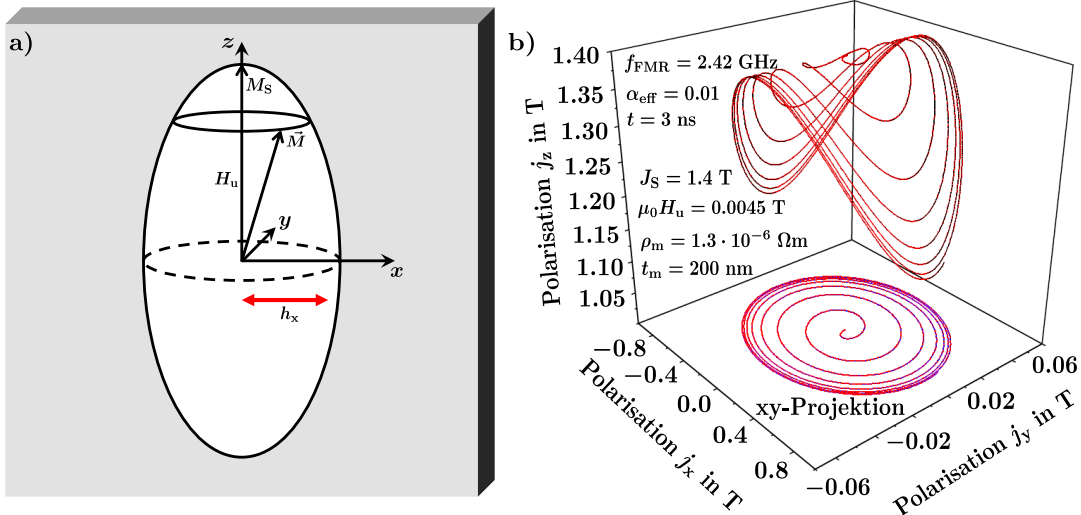


Abbildung 2.9.: a) Schematische Darstellung der Präzessionsbewegung der magnetischen Momente in einer dünnen ferromagnetischen Schicht mit einer in z-Richtung eingepprägten uniaxialen Anisotropie. b) 3D-Trajektorie des Polarisationsvektors für eine 200 nm dicke ferromagnetische Schicht, die mit einem elektromagnetischen Feld angeregt wird, das in Resonanz mit den magnetischen Momenten ist. (nach [39])

ströme entstehen, wird die LLG im Allgemeinen mit den Maxwell-Gleichungen kombiniert [39].

Die LLG kann analytisch nur für vereinfachte Fälle gelöst werden. Im Folgenden wird die analytische Lösung für die später im Experiment untersuchten dünnen ferromagnetischen Schichten mit einer in die Schichtebene eingepprägten uniaxialen Anisotropie \vec{H}_u vorgestellt. Das Anisotropiefeld soll ohne Beschränkung der Allgemeinheit (o. B. d. A.) in die z-Richtung zeigen, sowie es in Abbildung 2.9 dargestellt ist. Zur Vereinfachung werden die entstehenden Wirbelströme vernachlässigt. Dies ist für eine hinreichend dünne magnetische Schicht mit einem hohen spezifischen elektrischen Widerstand erlaubt [39, 43]. Hinreichend dünn bedeutet in diesem Fall eine Schichtdicke kleiner als 600 nm und ein spezifischer elektrischer Widerstand im $\mu\Omega \text{ cm}$ Bereich [39, 43]. Die Abmessungen der Schicht sollen im Allgemeinen viel kleiner als die Wellenlänge des anregenden elektromagnetischen Hochfrequenzfeldes sein, so dass das in die Schicht eindringende Feld und die Magnetisierung als homogen sowie gleichphasig in der gesamten Probe angesehen

werden können. Die dynamische Komponente des Magnetisierungsvektors \vec{M} soll vom Betrag viel kleiner als die Sättigungsmagnetisierung sein, so dass gilt:

$$\vec{M} = \vec{M}_0 + \vec{m} = \begin{pmatrix} m_x \\ m_y \\ M_S \end{pmatrix}. \quad (2.31)$$

Für das Entmagnetisierungsfeld \vec{H}_d einer dünnen Schicht, deren laterale Ausdehnung in x- und z-Richtung groß gegenüber der Schichtdicke in y-Richtung ist, gilt $N_x = N_z = 0$ und $N_y = 1$. Die in die Schicht eindringende Magnetfeldkomponente des anregenden oszillierenden Feldes \vec{h} ist in x-Richtung gerichtet und die Anregung soll schwach sein $|\vec{h}| = h_x \ll H_u \ \& \ H_d$. Das effektive Feld \vec{H}_{eff} ergibt sich unter diesen Annahmen zu

$$\vec{H}_{\text{eff}} = \vec{H}_u + \vec{h} + \vec{H}_d = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ H_u \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} h_x \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} -N_x m_x \\ -N_y m_y \\ -N_z M_S \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ -m_y \\ H_u \end{pmatrix}. \quad (2.32)$$

Setzt man den Magnetisierungsvektor und das effektive Feld in die LLG ein, so erhält man ein homogenes Differentialgleichungssystem 1. Ordnung. Die Lösung dieses Differentialgleichungssystem entspricht einer gedämpften Präzessionsbewegung um die Gleichgewichtslage mit der Resonanzfrequenz [44, 45]

$$f_{\text{FMR}} = \frac{\gamma \mu_0}{2\pi (1 + \alpha_{\text{eff}}^2)} \sqrt{H_u^2 + H_u M_S - \frac{\alpha_{\text{eff}}^2 M_S}{4}} \quad (2.33)$$

und der Relaxationszeit [44, 45]

$$\tau = \frac{2(1 + \alpha_{\text{eff}}^2)}{\gamma \mu_0 \alpha_{\text{eff}} (2H_u + M_S)}. \quad (2.34)$$

Im Grenzfall schwacher Dämpfung $\alpha \rightarrow 0$ geht die Resonanzfrequenz in die Kittel Resonanzformel [46] über

$$f_{\text{FMR}} = \frac{\gamma \mu_0}{2\pi} \sqrt{H_u^2 + H_u M_S}. \quad (2.35)$$

Für die experimentell zugängliche magnetische Suszeptibilität beziehungsweise relative Permeabilität ergibt sich aus der LLG eine komplexwertige Funktion, die

von der Frequenz des anregenden Feldes abhängt

$$\mu^*(f) = \mu'(f) - i\mu''(f). \quad (2.36)$$

Der Imaginärteil μ'' ist hierbei maßgebend für das Absorptionsverhalten der ferromagnetischen Schicht bei der Anregung mit einem elektromagnetischen Hochfrequenzfeld. Die Absorption wird im Allgemeinen durch eine Lorentzkurve beschrieben. Abbildung 2.10 zeigt den theoretischen Verlauf des Real- und Imaginärteils der frequenzabhängigen relativen Permeabilität. Die Anfangspermeabilität, für niedrige Frequenzen ergibt sich aus der Beziehung [47]

$$\mu_{\text{Anf}} = \frac{M_S}{H_u} + 1. \quad (2.37)$$

Wie man aus den Gleichungen (2.33) und (2.37) erkennen kann, sind sowohl die ferromagnetische Resonanzfrequenz wie auch die Anfangspermeabilität von der Sättigungsmagnetisierung und dem uniaxialen Anisotropiefeld abhängig. Für die Hochfrequenzanwendung von ferromagnetischen Dünnschichten ist eine Resonanz-

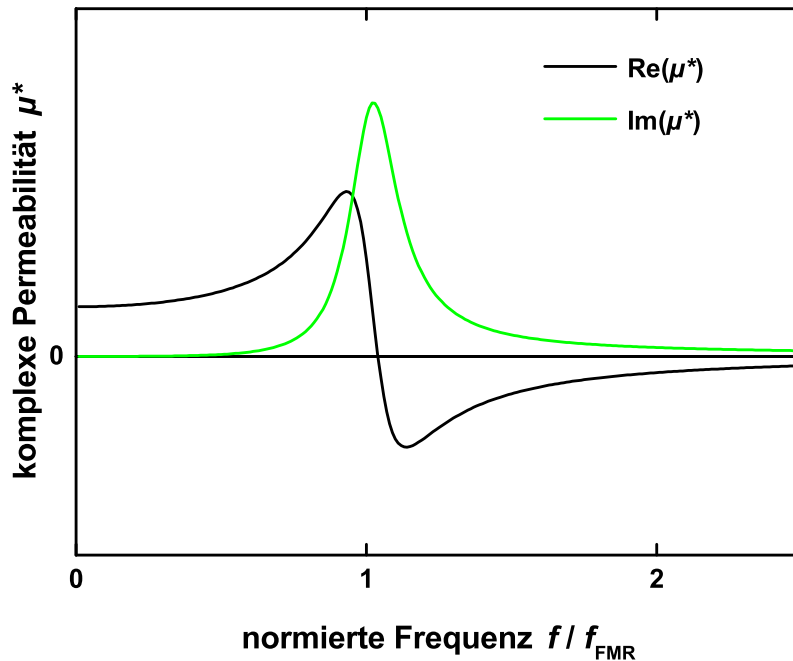


Abbildung 2.10.: Theoretischer Verlauf des frequenzabhängigen Real- und Imaginärteils der komplexen Permeabilität.

frequenz im Gigahertz Bereich und eine hohe Anfangspermeabilität wünschenswert, dementsprechend muss bei der Materialauswahl auf eine möglichst hohe Sättigungsmagnetisierung geachtet werden. Neben den magnetischen Eigenschaften ist speziell bei der Hochfrequenzanwendung darauf zu achten, dass der spezifische elektrische Widerstand des Materials möglichst hoch ist, um Verluste durch Wirbelströme, die bei der Wechselwirkung mit zeitabhängigen Magnetfeldern entstehen, zu vermeiden.

Wichtig ist an dieser Stelle anzumerken, dass die Sättigungsmagnetisierung eine Funktion der Temperatur ist (siehe Abschnitt 2.1), wodurch auch die Resonanzfrequenz temperaturabhängig wird. Des Weiteren wird \vec{H}_{eff} von mechanischen Spannungen beeinflusst, da sich das Anisotropiefeld in Abhängigkeit von mechanischen Spannungen ändert (siehe Abschnitt 2.3.2). Demzufolge ist die Resonanzfrequenz ebenfalls von mechanischen Spannungen abhängig. Die mechanischen Spannungen können in der Schicht durch thermische Ausdehnung oder durch extern angelegte Kräfte induziert werden. Die Eigenschaft, dass die Resonanzfrequenz sowohl von der Temperatur wie auch von mechanischen Spannungen abhängt, lässt sich für die Anwendung als Temperatur- oder mechanischer Spannungssensor ausnutzen. Für eine genaue Herleitung der spannungs- oder temperaturabhängigen Resonanzformeln wird der Leser auf die Literatur verwiesen [9,10,48]. Für die Sensoranwendung ist anzumerken, dass die beiden Effekte prinzipiell voneinander trennbar sind, da beim Temperatureffekt die Verschiebung der Resonanzfrequenz mit zunehmender Temperatur mit einer Verbreiterung der Halbwertsbreite verbunden ist [9,48]. Da die Entropie des Systems durch die Wärmezufuhr ansteigt, wodurch die Präzessionsbewegung der magnetischen Momente aus dem Gleichgewicht gerät.

3. Kathodenzerstäubung - Grundlagen

In den folgenden Kapitelabschnitten werden die wesentlichen Grundlagen zur Herstellung dünner Schicht beschrieben. Im Vordergrund steht die Kathodenzerstäubung, ein auf der Vakuumtechnologie basiertes Beschichtungsverfahren, das zu den Verfahren der physikalischen Gasphasenabscheidung gehört. Das Kathodenzerstäuben wurde im Rahmen dieser Arbeit zur Herstellung der Schichten eingesetzt.

3.1. Herstellung dünner Schichten

In vielen technischen Anwendungen müssen die eingesetzten Werkstoffe bestimmten physikalischen, chemischen und tribologischen Anforderungen genügen. Oftmals lassen sich nicht alle erforderlichen Eigenschaften in einem einzigen Werkstoff vereinigen, so dass eine Modifizierung des Ausgangsmaterials notwendig ist. Eine Möglichkeit hierzu liefert die Anwendung von dünnen Schichten auf dem Trägermaterial. Es kommt hierbei das Prinzip der Funktionstrennung zum Tragen. Durch eine geeignete Beschichtung des Grundkörpers können die mechanischen, chemischen, tribologischen, optischen oder elektrischen wie auch magnetischen Eigenschaften gezielt verbessert werden. [49, 50]

Ein typisches Beispiel für die Anwendung von Dünnschichten findet man bei der Werkzeugherstellung. Hierbei werden gehärtete Werkzeugstähle, Schnellarbeitsstähle, Stellite, Hartlegierungen, Hartmetalle oder keramikbasierte Schneidwerkzeuge mit einer dünnen Hartstoffschicht überzogen, um beispielsweise die Verschleiß- und Korrosionsbeständigkeit zu erhöhen. Darüber hinaus findet man zahlreiche Anwendungen in Bereichen der Optik, Optoelektronik und Mikroelektronik. Ein

Beispiel aus der Optik ist die Veränderung der Reflexions- und Transmissionseigenschaften eines Materials durch eine geeignete Oberflächenbeschichtung. Auch die Herstellung von Dioden, Transistoren, Speicher- und anderen Mikrochips ist nur mithilfe der Dünnschichttechnologie möglich. [49, 50]

Für die Abscheidung von dünnen Schichten kommen in der Industrie wie auch in der Forschung unter anderem verschiedene Methoden der chemische Gasphasenabscheidung (CVD) (engl.: **C**hemical **V**apour **D**eposition - **C**hemical **V**apour **D**eposition (CVD)) oder physikalische Gasphasenabscheidung (PVD) (engl.: **P**hysical **V**apour **D**eposition - **P**hysical **V**apour **D**eposition (PVD)) zum Einsatz. Für die Herstellung der dünnen Schichten in dieser Arbeit wird das Magnetron-Hochleistungskathodenzerstäuben angewendet, ein PVD-Verfahren, bei dem durch Ionenbeschuss Metalle oder keramische Materialien auf einem Substrat abgeschieden werden können. Die physikalische Gasphasenabscheidung hat gegenüber der chemischen Gasphasenabscheidung den großen Vorteil, dass für die Schichtbildung keine extrem hohen Reaktionstemperaturen an der Substratoberfläche von teilweise bis über 1000 °C erforderlich sind. Dadurch gibt es kaum Einschränkungen bei der Wahl des zu beschichteten Substratmaterials, da thermisch induzierte Eigenschaftsänderungen des Trägermaterials nahezu vermieden werden können. Darüber hinaus lassen sich bestimmte Schichteigenschaften wie zum Beispiel die Dichte, das Gefüge und die Härte durch eine geeignete Wahl der Beschichtungsparameter einstellen. Da die Abscheidung im Vakuum stattfindet, können Verunreinigungen durch vorhandene Restgase bei der Beschichtung sehr gering gehalten werden. Die wesentlichen Grundlagen zur plasmagestützten Schichtabscheidung und zum Schichtwachstum werden in den folgenden Abschnitten beschrieben.

3.2. Kathodenzerstäubung - Diodenzerstäubung

Die Kathodenzerstäubung (engl.: sputtering) ist ein PVD-Verfahren bei dem mithilfe von energiereichen Ionen ein Festkörpermaterial (Target) zerstäubt wird, so dass frei werdende Targetatome sich als dünne Schicht auf einem Substrat niederschlagen. Die zum Zerstäuben notwendigen Ionen entstehen in einem Plasma.

Abbildung 3.1 zeigt ein Schema der Gleichstrom (DC)-Diodenzerstäubung / Ka-

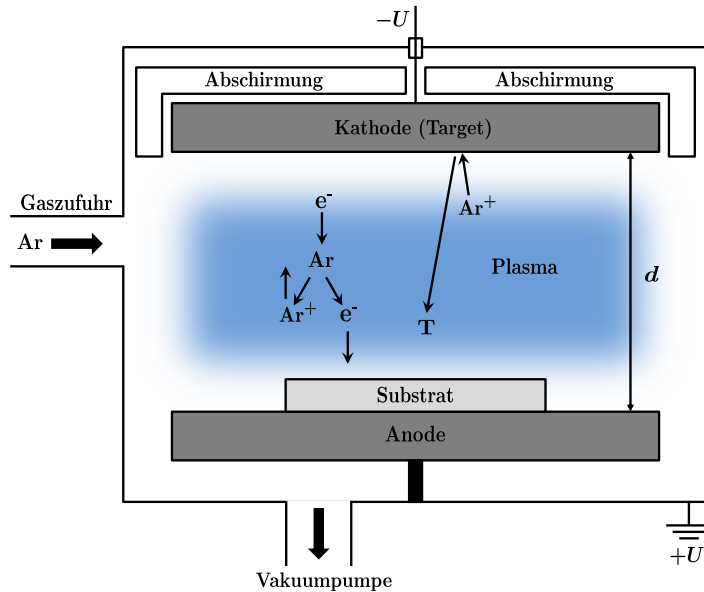


Abbildung 3.1.: Schema der DC-Kathodenzerstäubung. (nach [49, 50])

thodenzerstäubung. Bei diesem Zerstäubungsverfahren befinden sich zwei parallel zueinander angeordnete Elektroden im Abstand d in einem evakuierten Rezipienten gegenüber. Die beiden Elektroden sind mit einer Gleichspannungsquelle verbunden. Eine der beiden Elektroden, das so genannte Target oder Kathode, wird an den negativen Pol der Gleichspannungsversorgung angeschlossen. Die andere Elektrode auf der sich das Substrat befindet, wird als Anode gegenüber der Kathode zum Beispiel auf Erdpotential gehalten. Durch das Anlegen einer Spannung von bis zu einigen kV entsteht ein elektrisches Feld ($|\vec{E}| = U/d$) zwischen der Anode und Kathode. Die Vakuumkammer wird nach dem Evakuieren mit etwa 1 Pa Inertgas, häufig Argon, gefüllt. Im elektrischen Feld zwischen den beiden Elektroden werden freie Elektronen von der Kathode in Richtung der Anode beschleunigt. Erreichen die Elektronen eine kinetische Energie, die über der Ionisationsenergie der neutralen Ar-Atome liegt, so wird beim Stoß mit einem Ar-Atom ein zusätzliches Elektron-Ion-Paar erzeugt. Dieser Prozess führt zu einer fortlaufenden, lawinenartigen Stoßionisation, wodurch ein Plasma in der Kammer gezündet wird. Als Plasma bezeichnet man den Zustand der Materie, bei dem Ionen, Elektronen und Atome als insgesamt elektrisch neutrales Gas vorliegen. Die elektrische Durchbruchspannung, die zum Zünden des Plasmas notwendig ist, hängt von der mittleren freien Weglänge der Elektronen ab, das heißt vom Druck in der Kammer, der

Größe der Gasteilchen und dem Abstand der beiden Elektroden. Diese Größen bestimmen die Zündspannung (Gesetz von Paschen) [51]. Nach dem Zünden des Plasmas wird der Raum zwischen den beiden Elektroden elektrisch leitend und es fließt ein Strom. Das Potentialgefälle erstreckt sich aber nicht linear über die gesamte leitende Wegstrecke, sondern der Großteil des Potentials fällt über einen kleinen Bereich in der Nähe der Kathode und der Anode ab. Diese Bereiche werden Elektroden-Dunkelräume genannt. Gelangen die im Plasma vorhandenen positiv geladenen Ar^+ -Ionen in die Nähe des Targetdunkelraums, so werden sie aufgrund des Potentialgefälles in Richtung der Kathode beschleunigt. Die Ionen treffen mit einer kinetischen Energie von typischerweise einigen 100 eV bis 1000 eV auf der Oberfläche der Kathode auf. Da die kinetische Energie der Ionen deutlich größer ist als die Bindungsenergie von Atomen in einem Festkörperverbund [52], können durch Impuls- und Energieübertagung Atome aus der Kathode herausgeschlagen werden.

Beim Aufprall der Ionen auf der Kathodenoberfläche wird die kinetische Energie auf die Gitteratome durch eine Abfolge von Stößen (Stoßkaskade) übertragen. Außerdem kommt es zur elektronischen Anregung der Targetatome (electronic stopping power). Ein Teil der Atome wird zur Oberfläche zurückgestreut und diese können das Gitter verlassen, sofern ihre Energie größer als die Oberflächenbindungsenergie ist. Das Kathodenmaterial wird dadurch in erster Näherung atomar zerstäubt. Die Zerstäubungsausbeute, die durch die Anzahl der herausgelösten Atome pro auftreffendes Ion definiert ist, hängt vom Masseverhältnis des Ions- zu Targetatom, der Energie und dem Einfallswinkel des Ions, der Bindungsenergie des Targetatoms sowie von der Ordnungszahl des Ions und Targetatoms ab [49]. Die herausgelösten Atome bewegen sich von der Oberfläche der Kathode weg und lagern sich auf dem gegenüberliegenden Substrat (Anode) sowie an den Wänden der Kammer ab. Mit zunehmender Zeit bildet sich eine immer dicker werdende Schicht auf dem Substrat.

Eine sehr häufig genutzte Methode zur Herstellung von Hartstoffen und Hartstoffkompositionen ist das reaktive Zerstäuben. Hierbei wird dem Inertgas ein reaktives Gas zum Beispiel Sauerstoff, Stickstoff oder Methan zugemischt. Das Reaktivgas bildet im Plasma freie Radikale, die mit den auf dem Substrat abgelagerten Targetatomen chemisch reagieren. Das reaktive Zerstäuben ermöglicht es demnach,

mit rein metallischen Targets deren Oxide, Nitride oder Karbide abzuscheiden.

Mit der hier beschriebenen DC-Kathodenzerstäubung können nur elektrisch leitende Materialien zerstäubt werden. Bei einem nicht-leitenden Material lagern sich die positiv geladenen Ar^+ -Ionen auf der Kathode ab, wodurch das angelegte Potential abgebaut wird. Ohne negatives Potential werden aber keine Ionen in Richtung des Targets beschleunigt und folglich findet keine Zerstäubung statt. Für die Abscheidung von nicht-leitenden Materialien wird anstatt der Gleichspannung eine hochfrequente Wechselspannung angelegt. Die Frequenz des erzeugten Wechselfeldes liegt typischerweise bei 13,56 MHz. Durch das Anlegen des Wechselfeldes zwischen den beiden Elektroden werden vermehrt Elektronen, aufgrund ihrer höheren Beweglichkeit gegenüber den Ionen, während der positiven Halbwelle in Richtung der Kathode (Target) bewegt. Das Target wird dadurch negativ aufgeladen und es entsteht eine Potentialdifferenz (Selfbias) zwischen Kathode und Plasma. Analog zum DC-Kathodenzerstäuben werden Ar^+ -Ionen in Richtung des Targets beschleunigt, so dass sich ein Gleichgewicht zwischen Ionen- und Elektronenstrom einstellt. Die Kathode wird durch die auftreffenden Ionen zerstäubt.

Eine weitere Möglichkeit bei der Kathodenzerstäubung besteht darin, dem Substrat eine kleine negative Vorspannung von -50 V bis -500 V gegenüber dem Plasma zu geben. Dieses Verfahren wird als Zerstäuben mit Substratvorspannung (engl.: Bias-Sputtering) bezeichnet. Dadurch wird die auf dem Substrat aufwachsende Schicht während dem Beschichtungsprozess mit Ionen bombardiert. Zum einen erreicht man durch diesen Beschuss einen reinigenden Effekt, das heißt die Ionen können an der Schicht adsorbierte Gaspartikel durch Impulsübertrag ablösen. Zum anderen wird durch den Energieübertrag der Ionen auf die schichtbildenden Teilchen zusätzliche Energie in die abgeschiedene Schicht eingebracht. Des Weiteren verbleibt ein gewisser Anteil an Ionen in der aufwachsenden Schicht, was zu Gitterverspannungen und eine damit verbundene Härtesteigerung führen kann. Neben den positiven Erscheinungen des sogenannten Bias-Sputterns kann der zusätzliche Beschuss mit Ionen auch negative Auswirkungen haben, zum Beispiel wird die Beschichtungsrate verringert, die Substrattemperatur erhöht, oder die Haftfestigkeit der Schicht wird durch zu große Eigenspannungen stark verringert.

Die Herstellung der Dünnschichten in dieser Arbeit erfolgte mit dem DC- und Hochfrequenz (HF)-Magnetron-Hochleistungskathodenzerstäubung (engl.: **D**irect **C**urrent (DC)- and **R**adio **F**requency (RF)). Die Grundlagen zu diesen Verfahren werden im folgenden Abschnitt beschrieben. Beim Magnetronzerstäuben ergeben sich für die geladenen Teilchen aufgrund der Überlagerung von einem elektrischen und magnetischen Feld andere Trajektorien. Die Teilchen bewegen sich auf spiralförmigen Bahnen und es entstehen verschiedene Ionen- und Elektronendriftbewegungen [53].

3.3. Magnetron-Hochleistungskathodenzerstäubung

Bei der Magnetron-Hochleistungskathodenzerstäubung (engl.: magnetron sputtering) werden analog zu der in Abschnitt 3.2 vorgestellten Diodenzerstäubung Ionen in einem Plasma erzeugt, die zur Zerstäubung des Targetmaterials genutzt werden. Die Besonderheit beim Magnetronzerstäuben besteht darin, dass dem elektrischen Feld ein inhomogenes, zeitlich konstantes Magnetfeld überlagert wird. Das Magnetfeld wird durch Permanentmagnete erzeugt, die hinter dem Target angebracht sind. Das Schema ist in Abbildung 3.2 dargestellt. Aufgrund der Überlagerung des elektrischen und magnetischen Feldes werden auf die im Plasma vorhandenen geladenen Teilchen zusätzliche Kräfte ausgeübt. Die Ladungsträger im Plasma bewegen sich dadurch nicht mehr parallel zu den elektrischen Feldlinien, sondern es entsteht ein intensiver Plasmatorus unterhalb des Targets, in dem sich die Ladungsträger auf spiralförmigen Bahnen bewegen. Die Trajektorie der Elektronen und Ionen wird durch die Lorentzkraft und verschiedene Driftbewegungen bestimmt [53]. Im Wesentlichen tragen vier Effekte zur Ausbildung des Plasmatorus bei: (1) Gyration um die Feldlinien der magnetischen Flussdichte, (2) magnetische Spiegel über den Polen, nahe der Targetoberfläche, (3) $\vec{E} \times \vec{B}$ -Drift sowie (4) der $\nabla \vec{B} \times \vec{B}$ -Drift. Hauptsächlich werden die Elektronen dadurch beeinflusst. Aufgrund der geringeren Masse der Elektronen im Vergleich zu den Ionen ist der Gyrationradius der Elektronenbahnen viel kleiner als der der Ionen. Die Elektronen konzentrieren sich deshalb in der Nähe der Targetoberfläche, wodurch die Ionisationswahrscheinlichkeit vor dem Target drastisch ansteigt. Dadurch können mehr Ionen in Richtung des Targets beschleunigt werden, was zu einer höheren Zerstäubungs- und Beschichtungsrate führt.

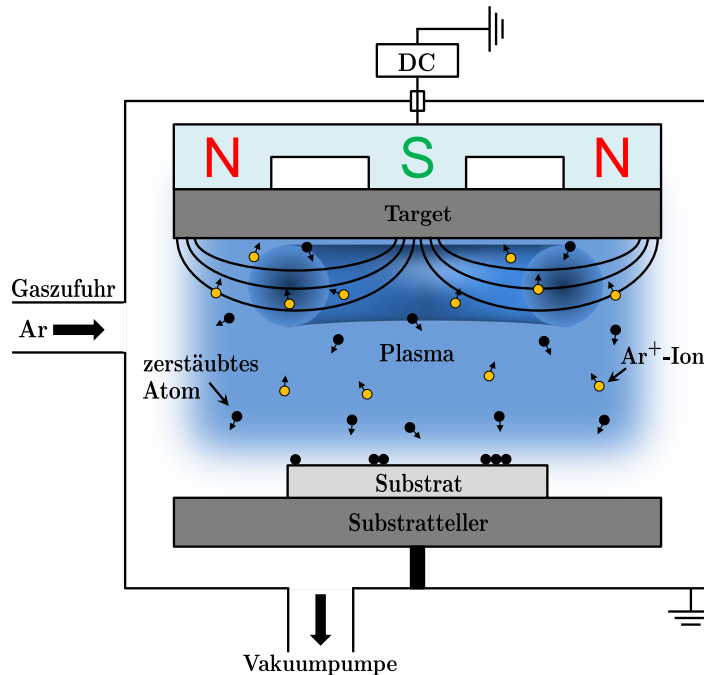


Abbildung 3.2.: Schema der Magnetron-Hochleistungskathodenzerstäubung. Beim Magnetronzerstäuben werden Permanentmagnete hinter dem Target angebracht. Das Magnetfeld dieser Magnete durchdringt das Target und es kommt zu einer Überlagerung mit dem elektrischen Feld, das zwischen der Kathode (Target) und der Anode (Substratteller) vorliegt. Dadurch entstehen zusätzliche Kräfte auf die geladenen Teilchen im Plasma, wodurch ein intensiver Plasmatorus unterhalb des Targets entsteht.

Zur Erzeugung des Plasmas beim Magnetronzerstäuben kann an das Target, wie in Abschnitt 3.2 erläutert, eine Gleichspannung (DC-Modus) oder eine hochfrequente Wechselspannung (HF-Modus) angelegt werden. Darüber hinaus besteht auch hier die Möglichkeit der reaktiven Zerstäubung oder man kann an das Substrat eine negative Vorspannung anlegen (Bias-Zerstäubung).

3.4. Schichtwachstum

Der Wachstumsprozess dünner Schichten bei der Kathodenzerstäubung findet aufgrund hoher Abkühlraten fernab des thermodynamischen Gleichgewichts statt, so dass auch metastabile Phasen abgeschieden werden können. Die Mikrostruktur und das Gefüge dieser Schichten wird bei der Kondensation der zerstäubten Atome durch die Beweglichkeit der Atome auf der Substratoberfläche bestimmt. Die Kondensation der Atome auf der Oberfläche lässt sich im Wesentlichen in drei Schritten beschreiben [49, 50]:

1. Die kinetische Energie des zerstäubten Atoms wird auf die Substratoberfläche übertragen und es wird als loses Adatom gebunden.
2. Die Keimbildung ist ein diffusionsgesteuerter Prozess. Das Adatom gibt bei der Wechselwirkung mit bereits kondensierten Atomen Energie ab, bis es als stabiler Keim beziehungsweise an einem vorhandenen Keim kondensiert, oder es verlässt vorzeitig die Oberfläche durch Desorption oder Zerstäubungseffekte.
3. Die kondensierten Atome diffundieren im Gitter (Volumendiffusion), wobei die Oberflächendiffusion um einige 100 mal höher als der Volumendrift ist.

Die Schichteigenschaften, die Mikrostruktur und das Gefüge können gezielt durch die Prozessparameter beeinflusst werden. Um den Einfluss der Beschichtungsparameter auf das Gefüge von polykristallinen Schichten darzustellen, werden Strukturzonenmodelle verwendet. Ein Strukturzonenmodell ist eine vereinfachte, qualitative Darstellung der zur erwartenden Bruch- und Oberflächenmorphologie der Schicht. Die Achsen stellen eine direkte Verbindung zum Filmwachstumsprozess her. Bei der Darstellung in einem dreidimensionalen Diagramm lassen sich nicht alle Einflussgrößen gleichzeitig darstellen, weshalb man versucht, die vielen Einflussgrößen auf wenige Parameter zu reduzieren. Ein Strukturzonenmodell ist demnach als Leitfaden für charakteristische Schichtmerkmale, die bei der Beschichtung sehr häufig in Erscheinung treten, zu verstehen. Jedoch können individuelle Prozessparameter wie Targetstrom, Spannung, Druck, Substratabstand vom Target, Pulslänge bei gepulsten Prozessen und viele mehr zu Abweichungen in der Schichtstruktur im Vergleich zu einem Strukturzonenmodell führen [54].

Das erste Strukturzonenmodell für aufgedampfte Metallschichten wurde von Movchan und Demchishin [55] 1969 eingeführt. Dieses Modell ist in Abbildung 3.3 links abgebildet. Die beiden Autoren entwickelten ein Drei-Zonenmodell, das die charakteristische Struktur in Abhängigkeit der homologen Temperatur T_h aufzeigt. Die homologe Temperatur ist definiert durch das Verhältnis von Substrattemperatur zu Schmelztemperatur des Schichtmaterials und ist damit ein Maß für den thermischen Einfluss auf den Diffusionsprozess bzw. die Beweglichkeit der Adatome bei der Schichtbildung. Zone 1 stellt den Bereich für die homologe Temperatur $T_h < 0,3$ dar. In dieser Temperaturzone ist die Beweglichkeit der Adatome sehr gering, sodass Abschattungseffekte, die auch durch die Oberflächenrauheit entstehen, nicht ausgeglichen werden können. Es entsteht eine feinkörnige, texturierte und stängelförmige Struktur mit großen Hohlräumen zwischen den Kristalliten. Die stängelförmigen Kristallite mit abgerundeten Enden bilden eine poröse Schicht mit geringerer Dichte im Vergleich zum entsprechenden Festkörpermaterial. Für den etwas höheren Temperaturbereich in Zone 2, $0,3 < T_h < 0,45$, führt die Oberflächendiffusion durch eine erhöhte Beweglichkeit zu einer gleichmäßigen Kolumnarstruktur großer Packungsdichte und geringer Oberflächenrauheit. Der Stängeldurchmesser nimmt mit wachsender Substrattemperatur zu. In der Zone 3 für $T_h > 0,45$ kommt die Volumendiffusion zum Tragen. Dadurch entsteht eine rekristallisierte Struktur mit dichtgepackten, großen Körnern und einer glatten Schichtoberfläche.

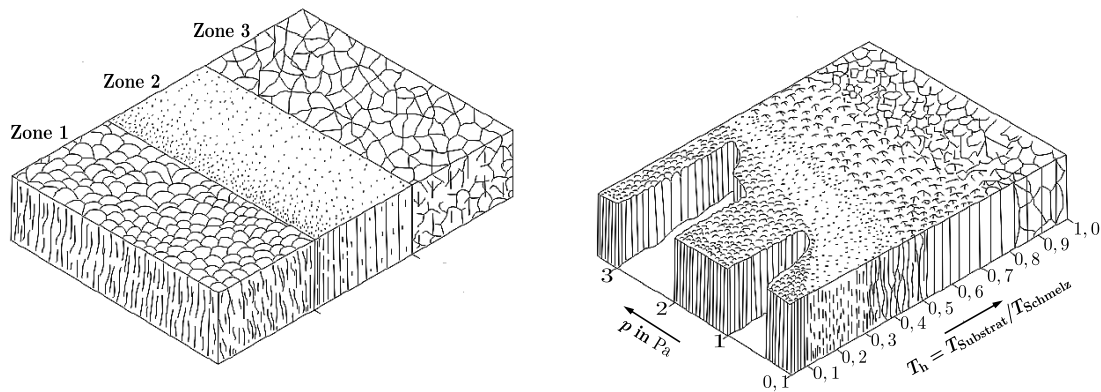


Abbildung 3.3.: Strukturzonenmodell nach Movchan und Demchishin für aufgedampfte Schichten (links) [55] und nach Thornton für zerstäubte Schichten (rechts) [56].

Bei der Kathodenzerstäubung müssen gegenüber dem Aufdampfen weitere Einflussfaktoren auf das Schichtwachstum berücksichtigt werden. Zum einen haben die zerstäubten Atome eine höhere Energie von etwa 4 eV bis 40 eV gegenüber 0,1 eV bis 0,2 eV von verdampften Atomen [49]. Zum anderen ist der Prozessgasdruck ein entscheidender Parameter, der die kinetische Energie und die Richtung beeinflusst, mit der die zerstäubten Atome auf die Substratoberfläche treffen. Durch Stöße mit den Gasteilchen im Plasma verlieren die zerstäubten Atome kinetische Energie, wodurch die Oberflächenbeweglichkeit verringert wird. Des Weiteren können die Beweglichkeit und die Substrattemperatur durch Ionen-Bombardement erhöht werden, was wiederum einen großen Einfluss auf das Schichtwachstum zu Folge hat [57–59].

J. A. Thornton entwickelte 1974 ein von Movchan und Demchishin abgewandeltes Strukturzonenmodell für zerstäubte Schichten [56]. In diesem Modell wird neben der homologen Temperatur T_h auch der Prozessgasdruck p während der Kathodenzerstäubung berücksichtigt. Das Strukturzonenmodell nach Thornton ist in Abbildung 3.3 rechts dargestellt. Neben den oben beschriebenen drei Zonen stellte er fest, dass zwischen der Zone 1 und 2 eine Übergangszone, Zone T, entsteht. Die Beweglichkeit der Adatome ist in der Übergangszone gegenüber der Zone 1 erhöht, wodurch Abschattungseffekte teilweise ausgeglichen werden können. Die Übergangszone zeichnet sich durch ein faserförmiges, dichtgepacktes und glattes Gefüge aus. Die Grenze zwischen der Übergangszone und der Zone 1 verschiebt sich mit zunehmendem Druck zu höheren Temperaturen. Der Einfluss einer Substratvorspannung auf die Schichteigenschaften wurde in einem von Messier et al. [60] weiter modifizierten Strukturzonenmodell berücksichtigt. Hierbei ist der Prozessgasdruck durch die angelegte Substratvorspannung ersetzt. Der Einfluss von Verunreinigungen durch Kontamination, Dotierungs- oder Legierungselemente auf das Gefüge ist in einem realen Strukturzonenmodell von Barna und Adamik [61] erfasst.

Für Beschichtungsmethoden, bei denen ein hoher Ionenfluss charakteristisch ist, wie beispielsweise das Hochleistungsimpulsmagnetronzerstäubungsverfahren (HiPIMS) (engl.: **H**igh **P**ower **I**mpulse **M**agnetron **S**puttering (HiPIMS)) oder die kathodische Lichtbogenverdampfung (engl.: filtered cathodic arc), wurde von

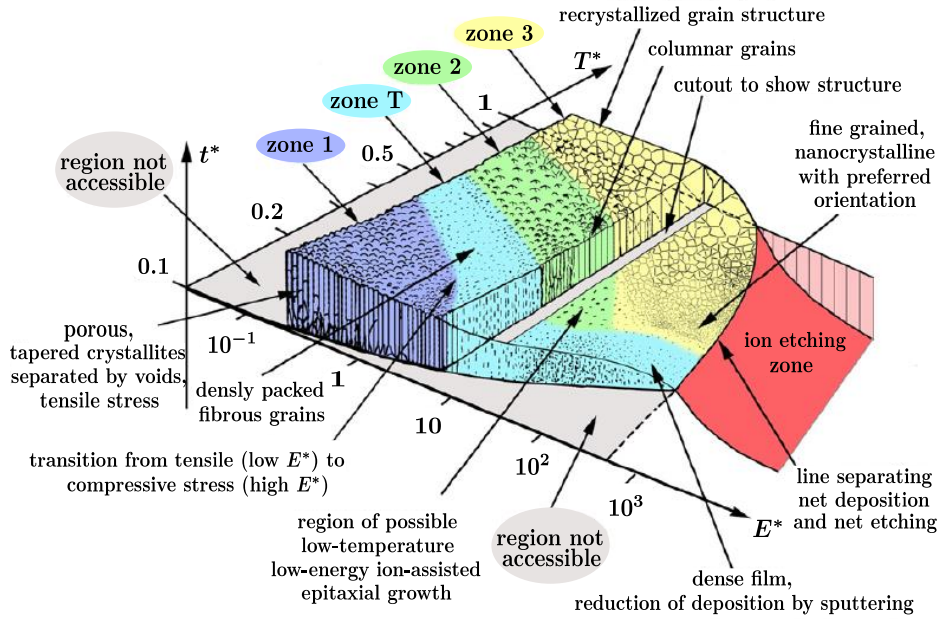


Abbildung 3.4.: Strukturzonenmodell nach Anders [54]. Die verallgemeinerte Temperatur T^* umfasst die homologe Temperatur und die Temperaturerhöhung, die durch die potentielle Energie von auf die Oberfläche auftreffende Teilchen hervorgerufen wird. Die normierte Energie E^* beschreibt den Anteil der kinetischen Energie, die durch Ionenbombardement auf die schichtbildenden Teilchen übertragen wird. Auf der z-Achse ist die Nettoschichtdicke zur Darstellung der Schichtstruktur aufgetragen.

A. Anders 2010 das Strukturzonenmodell von Thornton weiterentwickelt und modifiziert [54]. In Abbildung 3.4 ist das Strukturzonenmodell nach Anders dargestellt. Er ersetzte die homologe Temperatur T_h durch eine verallgemeinerte Temperatur T^* , die sowohl die homologe Temperatur wie auch die Temperaturerhöhung, die durch die potentielle Energie von auf die Oberfläche auftreffenden Ionen und schichtbildenden Atomen entsteht, enthält. Anstatt die Schichtstruktur in Abhängigkeit des Prozessgasdruckes darzustellen, verwendet Anders eine logarithmische normierte Energieachse E^* . Die Energie E^* beschreibt die beim Auftreffen übertragen kinetische Energie pro schichtbildenden Teilchen. Für die bis dahin unbeschriftete z-Achse ist die Nettoschichtdicke t^* aufgetragen, die eine Darstellung der Schichtstruktur in Abhängigkeit der Schichtdickenreduktion durch Verdichtungen und durch Ätzprozesse ermöglicht.

4. Stand der Technik

Kapitel 4 befasst sich mit dem Stand der Technik zu weichmagnetischen Dünnschichten für die Sensoranwendung und zur Temperatur- wie zur Verschleißerfassung bei der zerspanenden Bearbeitung. Anhand der Literatur wird der aktuelle Forschungsstand in den angegebenen Themenbereichen aufgezeigt und diskutiert.

4.1. Weichmagnetische Dünnschichten für die Sensoranwendung

Der große Vorteil weichmagnetischer Werkstoffe ist die vergleichsweise kleine Koerzitivfeldstärke im Gegensatz zu hartmagnetischen Materialien, so dass der Energieverlust bei der Ummagnetisierung gering ist. Diese Werkstoffe werden daher typischerweise als magnetische Kerne für Induktoren, bei Transformatoren, Motoren, Generatoren oder Elektromagneten eingesetzt [16,62,63]. Darüber hinaus findet man zahlreiche Hochfrequenzanwendungen im Frequenzbereich oberhalb 1 GHz. Zum Beispiel werden weichmagnetische Materialien in der Radar- und Kommunikationstechnologie sowie Hochfrequenzsensorik eingesetzt [64–66]. Die technischen Anwendungen erfordern eine Reihe verschiedener physikalischer Eigenschaften, die von diesen Materialien erfüllt werden sollen, wie unter anderem: eine geringe Koerzitivfeldstärke, eine hohe Permeabilität, eine hohe Sättigungs- und Remanenzmagnetisierung, eine hohe Curie-Temperatur, eine geringe oder hohe Magnetostruktionskonstante, eine geringe elektrische Leitfähigkeit, eine geringe magnetokristalline Anisotropiekonstante, eine hohe uniaxiale Anisotropiekonstante [62, 64] oder Verschleiß- und Korrosionsbeständigkeit [7], um nur einige der wichtigsten für die verschiedene Anwendungen relevanten Eigenschaften zu nennen.

Für die Hochfrequenzeigenschaften von magnetischen Dünnschichten sind vor allem die Sättigungsmagnetisierung, das uniaxiale Anisotropiefeld und der spe-

zifische elektrische Widerstand von Bedeutung, um eine hohe Resonanzfrequenz bei möglichst geringen Wirbelstromverlusten zu erhalten, wie es in Abschnitt 2.6 diskutiert wurde. Des Weiteren ist bei der Sensoranwendung eine möglichst geringe Koerzitivfeldstärke wünschenswert, um Energieverluste zu minimieren oder mit kleinen Feldstärken das Material in Sättigung bringen zu können.

Abbildung 4.1 zeigt eine Übersicht zu typischen weichmagnetischen Materialien, die in Abhängigkeit der Sättigungspolarisation und der Koerzitivfeldstärke eingeteilt sind. Die in der Industrie am häufigsten verwendeten weichmagnetischen Materialien sind Fe- und Fe-Si-Legierungen die für die Herstellung von Transformatorkernen zur Spannungsumwandlung in Energieversorgungsanlagen, Netzteilen und Motoren eingesetzt werden [22]. Für die Hochfrequenzanwendung sind diese Materialien jedoch aufgrund ihrer hohen elektrischen Leitfähigkeit und die damit verbundene Entstehung von Wirbelströmen nicht sonderlich gut geeignet. Hierbei werden vor allem weichmagnetische Ferrite auf der Basis von MnZn im Frequenzbereich 1 kHz bis 1000 kHz und von NiZn im Bereich 1 MHz bis 1000 MHz verwendet [22]. Der Frequenzbereich oberhalb 1 GHz kann mit diesen beiden Materialien aufgrund

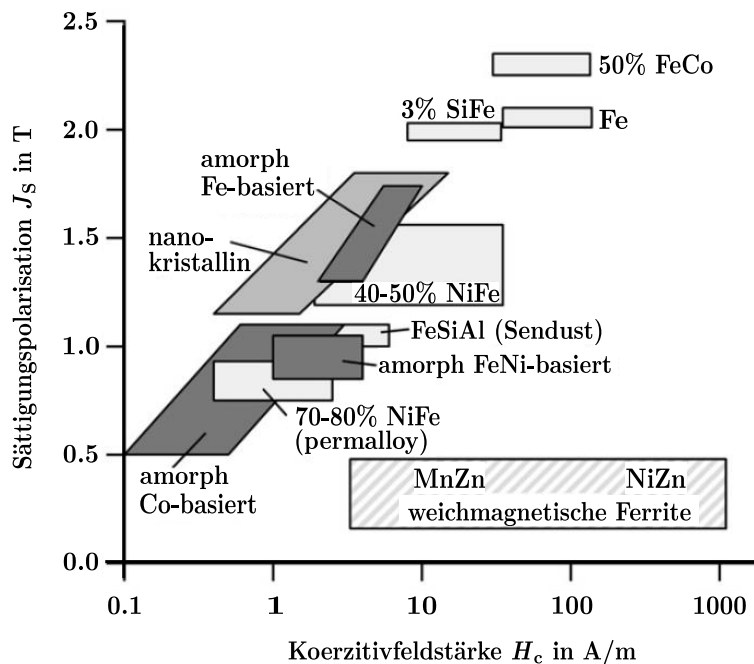


Abbildung 4.1.: Übersicht über weichmagnetische Werkstoffe. (nach [16])

der geringen Sättigungspolarisation nicht abgedeckt werden. Für diesen Frequenzbereich sind weichmagnetische FeCo- und NiFe-Legierungen interessant, wobei FeCo mit 2,35 T [16] die höchste Sättigungspolarisation der weichmagnetischen Materialien aufweist und damit sehr gut für Hochfrequenzanwendungen geeignet ist. Der Nachteil von FeCo gegenüber NiFe ist die höhere Koerzitivfeldstärke, welche für Dünnschichten, die mithilfe der Kathodenzerstäubung hergestellt werden, im Bereich von 8 kA m^{-1} bis 16 kA m^{-1} liegen kann [67] und damit noch höher als die in Abbildung 4.1 angegebene Koerzitivfeldstärke ist. Wie in Abschnitt 2.2 beschrieben, ist die Koerzitivfeldstärke sehr stark von der Korngröße und der magnetokristallinen Anisotropiekonstante abhängig. Um die Koerzitivfeldstärke zu verringern, liegt der Forschungsschwerpunkt in der Materialwissenschaft bei der Entwicklung amorpher und nanokristalliner Dünnschichten [22]. Aufgrund des geringen Korndurchmessers haben diese Materialien sehr kleine Koerzitivfeldstärken. Ein weiterer Vorteil amorpher und nanokristalliner Metalle und Legierungen ist ihr höherer spezifischer elektrischer Widerstand gegenüber polykristallinen Metalle, was für die Anwendung im GHz Bereich erwünscht ist. Bei der Herstellung dieser optimierten Materialien werden verschiedene Ansätze, wie die Kombination mit nicht-magnetischen Elementen, das Einfügen einer nicht-magnetischen Zwischenschicht oder Viellagenschichten und die Optimierung der uniaxialen Anisotropie verfolgt.

Für die Herstellung von amorphen FeCo-Netzwerken werden nicht-magnetische Elemente wie N [68–71], Hf [72, 73] oder Zr [74] hinzugefügt. Durch die Zugabe von N erreichen Dünnschichten des Stoffsystems Fe-Co-N eine Koerzitivfeldstärke im Bereich von 100 A m^{-1} bis 500 A m^{-1} [68–71] und eine Sättigungspolarisation von 1,8 T bis 2 T. Das uniaxiale Anisotropiefeld dieser Schichten liegt bei 3 kA m^{-1} was zu einer ferromagnetischen Resonanzfrequenz im Bereich von 2 GHz bis 3 GHz führt. Der spezifische elektrische Widerstand kann durch die Zugabe von Stickstoff auf $150 \mu\Omega \text{ cm}$ bis $210 \mu\Omega \text{ cm}$ gesteigert werden, im Vergleich zu einer reinen FeCo-Schicht, deren spezifischer Widerstand bei etwa $70 \mu\Omega \text{ cm}$ [68] liegt. Bei steigendem N-Gehalt haben Li et al. [70] festgestellt, dass sich aufgrund von Druckspannungen Streifendomänen ausbilden können, die die weichmagnetischen Eigenschaften verschlechtern. Bei FeCoZr-Schichten kann das Koerzitivfeld auf unter 10 A m^{-1} reduziert werden, und die Schichten zeigen eine ferromagnetische

Resonanz bei etwa 2 GHz [74]. Im Fall von FeCoHf findet man in der Literatur eine Resonanzfrequenz von über 7 GHz aufgrund von einem sehr hohen Anisotropiefeld von $43,5 \text{ kA m}^{-1}$ [73].

Ein weiteres wichtiges Material, das zur Kornverfeinerung von FeCo eingesetzt wird ist HfN [75–78]. Der Vorteil hierbei ist, dass durch die Zugabe von Hf der N gebunden wird und die Bildung einer FeN-Phase verhindert wird. Die HfN-Phase behindert das Wachstum der FeCo-Körner, sodass man Korngrößen unter 10 nm erreicht [75]. Die Sättigungspolarisation für Dünnschichten aus dem Stoffsystem Fe-Co-Hf-N liegt im Bereich 1,4 T bis 1,7 T [75, 76, 78] und die Koerzitivfeldstärke liegt bei 20 A m^{-1} [76] beziehungsweise bei 160 A m^{-1} bis 400 A m^{-1} [75, 78]. Der spezifische Widerstand dieser Schichten beträgt $110 \mu\Omega \text{ cm}$ bis $150 \mu\Omega \text{ cm}$ [75, 76], und sie weisen eine ferromagnetische Grenzfrequenz von etwa 2,4 GHz [75] auf.

Für die Steigerung des spezifischen elektrischen Widerstandes werden Metall-Isolator Schichten untersucht, die aus einer nanokristallinen oder amorphen ferromagnetischen Phase, eingebettet in einem isolierenden Matrixmaterial, besteht. Hierzu werden unter anderem die Stoffsysteme Fe-Co-Ti-O [79], Fe-Co-Si-O [66, 80, 81], Fe-Co-Zn-O [82], Fe-Co-Zr-O [83], Fe-Co-Hf-O [84–87], Fe-Co-Al-O [88] oder Fe-Co-Si-N [89] verwendet, mit denen ein spezifischer Widerstand von $36 \mu\Omega \text{ cm}$ im Fall von Fe-Co-Zr-O [83] bis hin zu $36 \text{ m}\Omega \text{ cm}$ für Fe-Co-Si-O [81] erreicht werden. Ein Nachteil dieser Materialsysteme ist, dass die Erhöhung des Widerstands, durch die Zugabe von in der Regel nicht-magnetischen Elementen, die Sättigungspolarisation reduziert. Bei den genannten Materialsystemen liegt die Sättigungspolarisation bei etwa 1 T. Ausnahmen bilden die Systeme Fe-Co-Ti-O, Fe-Co-Zr-O und Fe-Co-Al-O hier liegt die Sättigungspolarisation im Bereich von 1,6 T bis 2,3 T [83]. Die Koerzitivfeldstärke bewegt sich im Bereich von 120 A m^{-1} bis 500 A m^{-1} . Neben den Metalloxiden findet man auch das System Fe-Co-O [90] als Ansatz. Diese Schichten sind ebenfalls weichmagnetisch mit einer Koerzitivfeldstärke von 220 A m^{-1} , einer Sättigungspolarisation von 2,15 T und haben einen hohen spezifischen elektrischen Widerstand von $2,2 \text{ m}\Omega \text{ cm}$. Die ferromagnetische Resonanzfrequenz solcher Materialsysteme liegt bei 2 GHz und 3 GHz [82, 85].

Weitere Ansätze, die zu einer Verbesserung der weichmagnetischen Eigenschaften

von FeCo führen, bestehen darin, eine zusätzliche Schicht zwischen Substrat und magnetischer Schicht einzubringen oder einen Viellagenaufbau zu verwenden. Im erstgenannten Fall wird die Reduzierung der FeCo-Korngröße dadurch erreicht, dass aufgrund der Zwischenschicht ein säulenförmiges Wachstum mit einer bevorzugten Orientierung der FeCo-Körner erreicht wird [67, 91]. Im Fall der Viellagen wird das Kornwachstum durch die Einzellagendicke begrenzt. Als Ansatz wird das ferromagnetische Material mit nicht-magnetischen metallischen oder isolierenden Lagen separiert [92–99]. Eine weitere Möglichkeit besteht darin, so genannte Sandwich Dünnschichten aus Ni-Fe/Fe-Co/Ni-Fe herzustellen [100]. Die magnetischen Eigenschaften solcher Viellagenschichten und Sandwich Dünnschichten sind vergleichbar mit den Ergebnissen, die man bei der Kornverfeinerung durch Hinzugabe nicht-magnetischer Phasen erreicht.

Viele der aufgezeigten nanokristallinen FeCo basierten Legierungen und Viellagenschichten zeigen eine ferromagnetische Resonanzfrequenz unterhalb von 3 GHz. Um in den Hochfrequenzbereich oberhalb 3 GHz zu gelangen, werden in der Literatur verschiedene Möglichkeiten zu Steigerung der Anisotropie diskutiert. Eine Möglichkeit besteht darin, die Schichten unter einem Vorhaltewinkel abzuscheiden [72], um die magnetokristalline Anisotropie zu steigern. Andere Verfahren benutzen Gradientenschichten, um durch eine spannungsinduzierte uniaxiale Anisotropie die Resonanzfrequenz anzuheben. Dadurch erreicht man für Schichten bestehend aus Fe, Co und Hf, die im Magnetfeld wärmenachbehandelt wurden, eine Resonanzfrequenz von bis zu 7,2 GHz [73]. Auch mit dem Stoffsystem Fe-Co-Hf-N lassen sich mit diesen Methoden Schichten herstellen, die Resonanzfrequenzen von 3 GHz [78] bis hin zu 6,4 GHz [77] zeigen. Des Weiteren kann durch Laserstrukturierung eine sehr hohe uniaxiale Anisotropie erzeugt werden, so dass eine Resonanzfrequenz von 8,2 GHz [101] erreicht wird. Darüber hinaus kann durch unterschiedliches Kornwachstum auf verschiedenen Substratmaterialien die Anisotropie gesteigert werden, was zu einer Resonanzfrequenz von 7 GHz [102] führt. Bei Ansätzen, die Viellagenschichten mit sehr dünnen Einzellagen benutzen, lässt sich die Resonanzfrequenz auf über 4 GHz [103] steigern.

Wie die Literaturübersicht zum Stand der Technik von weichmagnetischen Dünnschichten zeigt, lassen sich die magnetischen Eigenschaften hinsichtlich der Hoch-

frequenzanwendung auf unterschiedliche Art und Weise verbessern. Jedoch ist die Verbesserung von bestimmten Materialeigenschaften oft nur zu Lasten anderer Parameter möglich. Für die verschiedenen technischen Anwendungsmöglichkeiten im Hochfrequenzbereich müssen daher Kompromisslösungen aus verschiedenen Ansätzen gefunden werden. Der Fokus in dieser Arbeit liegt bei dem weichmagnetischen Stoffsystem Fe-Co-Hf-N, da es hinsichtlich einer relativ hohen Sättigungspolarisation von etwa 1,4 T bis 1,7 T, einer geringen Koerzitivfeldstärke von 160 A m^{-1} , einem starken Anisotropiefeld von $3,5 \text{ kA m}^{-1}$ und einem spezifischen elektrischen Widerstand von $160 \mu\Omega \text{ cm}$ ein für die Hochfrequenzanwendung im Bereich oberhalb 2 GHz vielversprechendes Material ist. Darüber hinaus besteht in der Abteilung Stoffverbunde und Dünnschichten am Institut für Angewandte Materialien - Angewandte Werkstoffphysik (IAM-AWP) des Karlsruher Instituts für Technologie ein großer Erfahrungsschatz zu diesem Material [48].

4.2. Magnetostruktive Dünnschichten für die Sensorik

Neben den im vorherigen Abschnitt diskutierten Eigenschaften wie Sättigungsmagnetisierung, Anisotropiefeld, Koerzitivfeldstärke und spezifischer elektrischer Widerstand von weichmagnetischen Dünnschichten, ist die Magnetostruktion solcher Materialien bei der Anwendung als Sensoren im Hochfrequenzbereich von entscheidender Bedeutung. Es ist die Längenänderung magnetostruktiver Materialien im äußeren Magnetfeld, die für Aktuatoren genutzt wird, oder die Änderung der Magnetisierung und der magnetischen Suszeptibilität in Abhängigkeit mechanischer Spannungen von magnetostruktiven Materialien, die für zahlreiche Sensoranwendungen genutzt werden [104]. Magnetostruktive Materialien können als Dehnungs-, Kraft-, Drehmoment-, Abstands-, Temperatur- und Magnetfeldsensoren eingesetzt werden [7–10, 104–108]. Dehnungs- und Spannungssensoren, die aus magnetostruktiven Materialien hergestellt sind, zeigen eine verbesserte Sensitivität gegenüber konventionellen Spannungssensoren, wie zum Beispiel Dehnungsmesstreifen [109].

Materialien mit besonders hoher Magnetostruktion sind Legierungen, die auf Seltenerd- und Übergangsmetallen basieren, wie zum Beispiel TbFe_2 , $\text{Tb}_{0,3}\text{Dy}_{0,7}\text{Fe}_2$

(Terfenol-D) und SmFe_2 [104]. Ein hohes Potential für die Anwendung in der Sensorik bieten $(\text{Tb, Dy})_x(\text{Fe, Co})_{1-x}$ -Dünnschichten und amorphe TbFe/FeCo -Viellagenschichten, da diese Schichtverbunde die weichmagnetischen und magnetostriktiven Eigenschaften miteinander kombinieren [110, 111]. Man findet aber auch eine Reihe anderer magnetostriktiver Materialien wie FeCo/CoB -Viellagen oder amorphe Drähte und Einlagendünnschichten aus den Systemen Fe-Co , Fe-B-Si , Fe-Co-Hf-N , Co-Si-B und Fe-Co-Si-B , die als Sensormaterialien eingesetzt werden [8, 10, 105–107, 112–117]. Die magnetostriktiven Materialien auf Basis der Seltenerd- und Übergangsmetalle zeigen die höchste Magnetostriktion von bis zu +2000 ppm bei Raumtemperatur [16]. Hingegen hat $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ eine Sättigungsmagnetostriktion von etwa +70 ppm [16].

Die inverse Magnetostriktion, die auf der Rotation der magnetischen Momente in Abhängigkeit von mechanischen Spannungen beruht, wird bei der Sensoranwendung oftmals mit anderen physikalischen Effekten wie magneto-resistive, induktive oder magneto-elektrische Effekten, die ihrerseits auf die Orientierung der Domänen reagieren, kombiniert [106, 113–120]. Der Riesenmagnetowiderstand (GMR) (engl.: **G**iant **M**agneto**R**esistance (GMR)) oder der Tunnelmagnetowiderstand (TMR) (engl.: **T**unnel **M**agneto**R**esistance (TMR)) werden als Magnetfeldsensoren eingesetzt [118, 119]. Diese Sensoren bestehen aus einer magnetischen Referenz- und einer magnetischen Sensorschicht, die durch eine metallische nicht-magnetische dünne Schicht im Fall von GMR-Sensoren beziehungsweise durch eine isolierende dünne Schicht bei TMR-Sensoren getrennt sind [106]. Für die Kombination von magnetostriktiven und magneto-resistiven Effekten wird das magnetostriktive Material NiFe in GMR-Strukturen verwendet [106]. Eine signifikante Verbesserung der Sensoreigenschaften von GMR- und TMR-Sensoren konnte durch magnetostriktives kristallines FeCo [113, 120] und magnetostriktive amorphe Materialien im Stoffsystem Fe-Co-Si-B [114] erzielt werden.

Für hochsensitive Spannungs- und Dehnungssensoren werden Magnetoimpedanz-Sensoren verwendet [115–117, 121]. Hierbei wird die Änderung der Magnetoimpedanz aufgrund der Änderung der Permeabilität durch äußere mechanischen Spannungen bei magnetostriktiven Materialien genutzt. Die Skin-Eindringtiefe hängt von der Permeabilität des Materials ab. Für Schichten, die sehr dünn sind, hängt

die Impedanz von der Skin-Eindringtiefe ab. Eine Änderung der Permeabilität verursacht implizit eine Änderung der Impedanz [121]. Als Sensormaterial werden Schichten aus den Stoffsystemen Fe-Co-Si-B und Co-Si-B eingesetzt [115–117].

Die Kombination von induktiven Sensorbauteilen mit magnetostruktiven Kernen werden für Kraft-, Drehmoment- und Spannungssensoren verwendet [106, 112, 122]. Eine Änderung der Permeabilität des magnetostruktiven Kerns, welche aufgrund von mechanischen Spannungen die durch Dehnung, Stauchung oder Torsion verursacht werden, hat eine Änderung der Induktivität der Messspule oder der Resonanzfrequenz des LC-Schwingkreises zur Folge [122]. Als magnetostruktives Material für solche Sensoren werden Dünnschichten im Stoffsystem Fe-Co-Si-B- und FeCo/CoB-Viellagenschichten verwendet. Man erreicht damit eine Arbeitsfrequenz von LC-Schwingkreisen bis in den GHz Bereich [112, 122, 123].

Sensoren, die auf der Kombination von magnetostruktiven mit piezoelektrischen Materialien beruhen, bieten die Möglichkeit der hochsensitiven Detektion von Magnetfeldern [124–127]. Durch die Kopplung der beiden Materialien wird die mechanische Dehnung des magnetostruktiven Materials im äußeren Magnetfeld auf das piezoelektrische Element übertragen, wodurch eine Spannung erzeugt wird [126]. Für hochsensitive Magnetfeldsensoren werden zum Beispiel eine magnetostruktive Dünnschicht im System Fe-Co-Si-B- mit einer piezoelektrischen AlN-Schicht verbunden, die im Frequenzbereich 0,1 Hz bis 1000 Hz eingesetzt werden können [124].

Ein wichtiger Punkt bei der Anwendung magnetostruktiver Materialien als Sensoren stellt die Detektion der Zustandsänderung des Materials in Abhängigkeit äußerer Einflussgrößen dar. Hierbei ist es vor allem interessant, kontaktlose Detektionsmöglichkeiten zu entwickeln. Eine Möglichkeit der kontaktlosen Detektion von mechanischen Spannungs- und Temperaturänderungen in magnetostruktiven Materialien bietet ein Verfahren auf Basis der Frequenzmischung [8, 128, 129]. Darüber hinaus gibt es Möglichkeiten durch Radarreflektivität [130], induktiver Kopplung [106] oder mittels Hochfrequenzsignalantwort [112, 123] berührungslos zu detektieren.

4.3. Hartstoffschichten aus Titanitrid und Titanaluminiumnitrid

Die Übergangsmetallnitride sind metallische Hartstoffe mit überwiegend metallischen Bindungen, aber auch mit kovalenten und ionischen Bindungsanteilen, wodurch diese Verbindungen eine hohe Härte zwischen 10 GPa und 30 GPa, eine ausgezeichnete Verschleißfestigkeit, eine hohe Schmelztemperatur von bis zu über 3000 °C und eine hohe thermochemische Stabilität aufweisen [131–133]. Aufgrund der herausragenden mechanischen und chemischen Eigenschaften werden diese Materialien hauptsächlich als Hartstoffschichten für den Verschleißschutz von Bohr- und Schneidwerkzeugen verwendet, aber auch für Systeme bei dem der durch Reibung auftretende Verschleiß, wie zum Beispiel bei Lager, Walzen, Pressstempel und viele mehr, reduziert werden soll. Zu den bekanntesten und weitverbreitetsten Vertretern der Übergangsmetallnitride im Bereich der Werkzeugveredelung zählen TiN und (Ti, Al)N [133–135].

Hartstoffschichten aus TiN besitzen eine hohe Härte von etwa 17 GPa bis 21 GPa [135], eine hohe Verschleißfestigkeit [136–140], eine hohe Schmelztemperatur von 3290 °C [135] und eine gute chemische und thermische Stabilität sowie gute Biokompatibilität, wie auch eine gute Korrosionsbeständigkeit bis etwa 500 °C [141–145]. Aufgrund der genannten Eigenschaften werden TiN-Schichten als Hartstoff- und Verschleißschutzschichten für Werkzeuge [137, 138, 146], im biomedizinischen Bereich als Verschleißschutz von Implantaten [147–149] und als Verschleißschutz in der Luft- und Raumfahrt [150, 151] eingesetzt. Neben den mechanischen und chemischen Eigenschaften eignet sich TiN aufgrund seines goldglänzenden Farbtons für optische und dekorative Beschichtungen [152–154].

TiN-Verschleißschutzschichten werden typischerweise mit CVD- und PVD-Verfahren hergestellt. Bei den PVD-Verfahren werden die Laserstrahlverdampfen (PLD) (engl.: **P**ulsed **L**aser **D**eposition (PLD)), die Lichtbogenverdampfung, die Ionenplattierung, die Elektronenstrahlverdampfung und die Hochleistungskathodenzerstäubung eingesetzt. Die CVD-Beschichtungsprozesse für TiN sind in der Industrie weit verbreitet, benötigen aber hohe Reaktionstemperaturen von typischerweise 800 °C bis 1000 °C [140, 155]. Die gepulste Laserstrahldeposition

ermöglicht eine Schichtabscheidung bei geringeren Temperaturen, jedoch können Probleme bei der Stabilisierung der Depositionsraten und geringere Abscheideraten von Nachteil sein [156–158]. Das Lichtbogenverdampfen hingegen bietet eine hohe Abscheiderate und einen hohen Ionisationsgrad des verdampften Targetmaterials [159–161]. Ein Nachteil ist jedoch die Entstehung von Makropartikeln auf der Schicht [159, 160]. Bei der Herstellung von TiN mithilfe des Ionenplattierens muss das richtige Verhältnis der Komponenten zueinander gewählt werden, um die Stöchiometrie in der Schicht zu erreichen [162–164]. Der große Vorteil der Hochleistungskathodenzerstäubung ist, dass durch die Wahl der Prozessparameter gezielt die Mikrostruktur und Schichteigenschaften beeinflusst werden können. Es lassen sich damit Schichten mit einem dichten Gefüge, mit großen Korndurchmesser und mit geringen Eigenspannungen herstellen [165]. Beim HiPIMS-Verfahren werden sehr hohe Targetleistungsdichten im Bereich von 1 kW cm^{-2} bei einer kurzen Pulsdauer von weniger als $200 \text{ }\mu\text{s}$ verwendet, wodurch man einen hohen Ionisationsgrad des zerstäubten Materials und eine hohe Plasmadichte erreicht [166]. Man erreicht einen Metallionenanteil von bis zu 90 % im Plasma [166]. Aufgrund des hohen Ionisationsgrades können sehr dichte Gefüge mit einer hohen Adhäsion und sehr guten mechanischen Eigenschaften hergestellt werden [167, 168].

Die Anwendung von TiN als Verschleißschutzschicht für zerspanende Werkzeuge ist auf $500 \text{ }^\circ\text{C}$ beschränkt. Ab einer Temperatur von $500 \text{ }^\circ\text{C}$ bis $600 \text{ }^\circ\text{C}$ beginnt TiN an Luft zu oxidieren [133], wodurch die Verschleißigenschaften drastisch verschlechtert werden. Eine deutlich höhere Oxidationsbeständigkeit bietet Titanaluminiumnitrid, das erst bei $800 \text{ }^\circ\text{C}$ oxidiert [133]. Bei (Ti, Al)N-Schichten entsteht eine dichte, wenige nm dünne Al_2O_3 -Lage an der Schichtoberfläche, die eine Diffusion von Sauerstoff in und aus dem Material verhindert, wodurch die Oxidationsbeständigkeit gesteigert wird. Ein weiterer Vorteil von (Ti, Al)N ist eine höhere Härte von bis zu $31,4 \text{ GPa}$ [133, 169, 170] gegenüber TiN, das eine Härte von typischerweise 20 GPa [135] hat, je nach Eigenspannungszustand. Darüber hinaus hat (Ti, Al)N eine geringere Wärmeleitfähigkeit bei Raumtemperatur von $3,8 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ [171] im Vergleich zu $29 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ [172] von TiN. Durch die geringere Wärmeleitfähigkeit wird bei der spanenden Bearbeitung die Wärme verstärkt über den Span abgeführt, was wünschenswert ist. Durch die Vorteile von (Ti, Al)N gegenüber TiN können bei der spanenden Bearbeitung höhere Schnitt-

geschwindigkeiten gewählt werden, wodurch eine höhere Produktivität erreicht wird [133]. Für Anwendungen bei denen niedrigere Temperaturen auftreten sind TiN-Schutzschichten aufgrund einer höheren Leistungsfähigkeit besser geeignet als (Ti, Al)N-Beschichtungen [173].

Sehr gute mechanische Eigenschaften von metastabilen nanokristallinen, einphasigen, kubisch-flächenzentriert (kfz) (Ti, Al)N-Schichten erreicht man bei der Schichtherstellung mit dem HiPIMS-Verfahren. Greczynski et al. [174] haben metastabile $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ Schichten mit $0,55 \leq x \leq 0,6$ in der NaCl-Struktur hergestellt, die eine hohe Härte von bis zu 30 GPa, einen hohen Elastizitätsmodul von bis zu 408 GPa bei geringen Eigenspannungen von 0,2 GPa bis 0,7 GPa aufweisen. Für die Schichtabscheidung wurde ein Hybrid-Depositionsprozess eingesetzt, bestehend aus reaktiven Hochleistungsimpuls- und Gleichstrom-Hochleistungskathodenzerstäubung bei einer Substratvorspannung von -60 V und einer Substrattemperatur von 500°C . Durch die Variation der Substratvorspannung ist es den Autoren gelungen, die Härte der $\text{Ti}_{0,38}\text{Al}_{0,62}\text{N}$ Schichten von 13,7 GPa auf 31,5 GPa und den E-Modul von 322 GPa auf 420 GPa bei steigenden negativen Substratvorspannungen von -20 V bis -160 V zu erhöhen [175]. Die Schichten zeigen kompressive Eigenspannungen, die mit zunehmender Substratvorspannung von 1,2 GPa auf 0,3 GPa abnehmen [175].

Für die Verbesserung der mechanischen Eigenschaften und Schutzeigenschaften von TiN- und (Ti, Al)N-Schichten, findet man in der Literatur die Entwicklung mehrphasiger Schichtkomposite und Viellagenschichtverbunde, sowie die Herstellung einphasiger ternärer Ti-X-N- und einphasiger quaternärer Ti-Al-X-N-Stoffsysteme. Die Herstellung mehrphasiger Beschichtungen zeigt ein dichteres und feinkörnigeres Schichtwachstum, da durch die Nukleation einer zusätzlichen Phase das stängelartige Kornwachstum unterbunden wird [133, 176–178]. Bei Viellagenschichtverbunde kann die Härte und der Verschleiß durch die Entstehung einer hohen Anzahl von Grenzflächen gesteigert werden. Ternäre, quaternäre und mehrkomponentige Beschichtungen mit verschiedenen metallischen und nichtmetallischen Legierungselementen kombinieren den Vorteil individueller Materialeigenschaften zur Verbesserungen der Eigenschaften des gesamten Schichtverbundes [133, 176–178].

Zur Verbesserung von konventionellen (Ti, Al)N-Schichten werden beispielsweise die Legierungselemente Cr und Y hinzugefügt [179, 180]. Durch die Hinzugabe von Y erreicht man eine Kornverfeinerung und eine gerichtete Struktur, wodurch man eine höhere Oxidationsbeständigkeit bis zu 950 °C erreicht. Das Y bildet hierbei an den Korngrenzen YO_x , was die Sauerstoffdiffusion in und aus dem Material behindert [179, 180].

Ähnlich wie bei (Ti, Al)N erreicht man durch die Hinzugabe von Zr oder V zu TiN eine Mischkristallverfestigung [133]. Die unterschiedlichen Radien und Elektronenkonfigurationen der Metalle führen zu einer Erhöhung der Härte. Das System Ti-Zr-N zeigt eine Härte von bis zu 33 GPa [133, 181] und ist damit härter als die beiden binären Materialsysteme TiN und ZrN. Durch die Stabilisierung der kfz (engl.: **f**ace-**c**entered **c**ubic (fcc)) Einheitszelle von TiN durch die Hinzugabe von Zr erreicht man neben der Härtesteigerung eine Verbesserung des Verschleißschutzes. Zr bildet analog zu Al an der Oberfläche der Schicht eine ZrO_2 Schicht, welche die Oxidationsbeständigkeit verbessert [133]. Das ternäre System Ti-V-N weist ebenfalls eine sehr hohe Härte von bis zu 35 GPa bei einer sehr guten Haftung von bis zu 100 N und einer Oxidationsbeständigkeit bis 1000 °C auf [181]. Bei den quaternären Stoffsystemen Ti-Al-Zr-N und Ti-Al-V-N erreicht man eine Härte von bis zu 34,3 GPa und 26,5 GPa sowie verbesserte Verschleißigenschaften [133, 182].

Neben den hier vorgestellten Legierungselementen werden in der Literatur die ternären Ti-X-N- und quaternären Ti-Al-X-N-Systeme mit den Übergangsmetallen $X = \text{Hf, Ta, Nb}$ [133, 183–187] und die Hinzugabe von Si [188–190] untersucht. Es sind vor allem die Mischkristallverfestigung und die Bildung von Oxiden, welche die Materialeigenschaften positiv beeinflussen.

Die Untersuchung von Viellagenverbunden bestehend aus zwei oder drei Materialsystemen, die abwechselnd als dünne Schichten von wenigen nm bis hin zu einigen 100 nm alternierend zu einem Gesamtverbund abgeschieden werden, zeigen aufgrund der Erhöhung der Anzahl an Grenzflächen und der Kombination von verschiedenen Materialsystemen eine positive Steigerung der Materialeigenschaften. Zum Beispiel haben TiN/(Ti, Al)N-Viellagenverbunde eine sehr hohe Härte von bis zu 38 GPa [173]. Durch die Abscheidung sehr dünner Einzellagen zu einem

Viellagenverbund kann man so genannte Supergitter herstellen, die eine Härte von über 40 GPa aufweisen. Ein Beispiel dafür ist ein (Ti, Al)N/CrN-Viellagenverbund, der eine Doppellagendicke von etwa 6 nm aufweist, wodurch man eine Härte von 55 GPa bis 60 GPa [191] erreicht. Eine gute Übersicht zu Viellagenverbunde zu dem Stoffsystem Ti-Al-N findet man in [133]. Die Materialkombinationen mit TiN im Viellagenverbund sind in [192] zusammengefasst. Die Viellagenverbunde auf Basis des TiN-Hartstoffs lassen sich in sechs Kategorien einteilen: Metall/TiN, TiN/hcp (engl.: **h**exagonal **c**losest **p**acked (hcp)) metallischer Hartstoff, TiN/kfz metallischer Hartstoff, TiN/kovalenter Hartstoff, zwei metallische Hartstoffe/kovalenter Hartstoff und TiN/ionischer Hartstoff. Durch die Kombination im Viellagenverbund können die Zähigkeit verbessert, epitaktisch stabilisierte Nichtgleichgewichtsphasen hergestellt, die Härte und Adhäsion gesteigert, sowie die Oxidationsbeständigkeit erhöht werden [192].

4.4. Temperaturerfassung bei der zerspanenden Bearbeitung

In diesem Abschnitt wird der Stand der Technik zu den Methoden der Temperaturbestimmung des Werkzeugs und Werkstücks bei der zerspanenden Bearbeitung vorgestellt. Die Temperaturmessverfahren lassen sich in zwei Gruppen einteilen, Verfahren die auf der Wärmeleitung basieren und Verfahren die die Wärmestrahlung ausnutzen. Abbildung 4.2 zeigt eine Übersicht zu den verschiedenen Methoden, die im Folgenden ausführlicher diskutiert werden.

4.4.1. Kalorimetrie

Die Temperaturbestimmung bei Schneid- oder Bohrprozessen kann mit kalorimetrischen Methoden [194] erfasst werden. Ein erstes in der Literatur bekanntes Experiment zur Bestimmung der Temperatur bei einem Bohrprozess mithilfe eines Kalorimeters wurde 1798 von B. Count of Rumford (Benjamin Thompson) durchgeführt [195]. Thompson stellte fest, dass die beim Bohren entstehende Temperatur in den Spänen über der von siedendem Wasser liegt. Ihm gelang damit ein erster Zusammenhang zwischen der mechanisch verrichteten Arbeit und der daraus resultierenden freigesetzten Wärmemenge, was circa 50 Jahre spä-

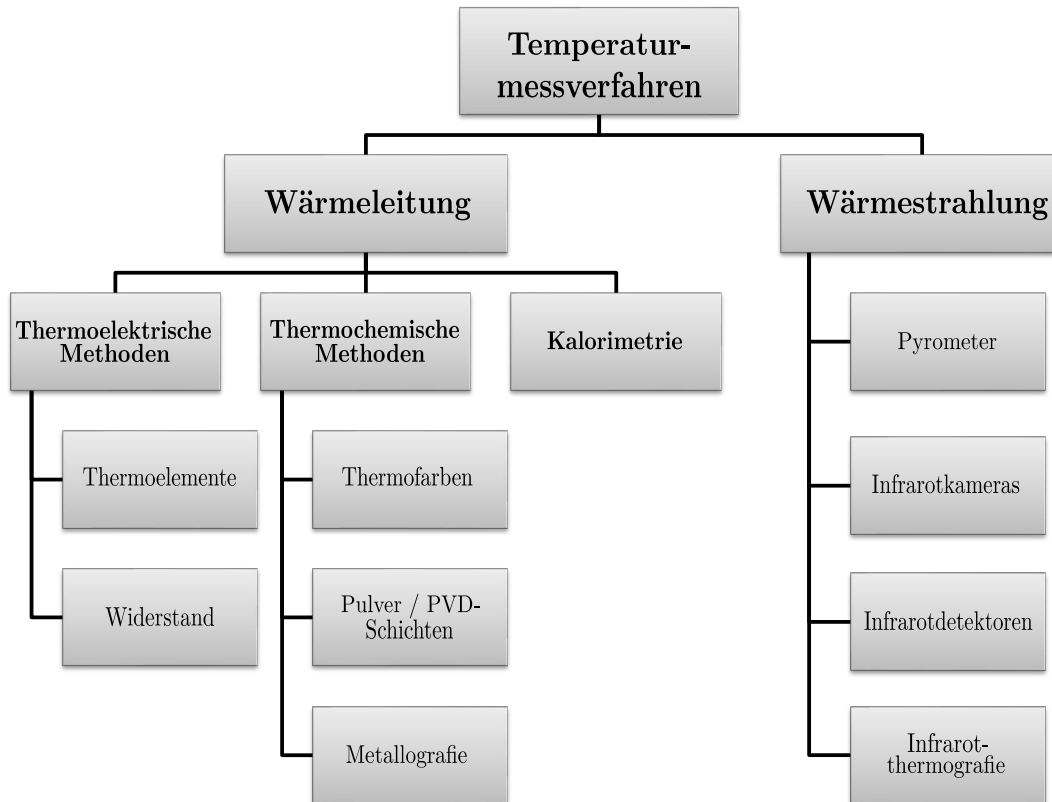


Abbildung 4.2.: Übersicht zu den Methoden der Werkzeug- und Werkstück-Temperaturerfassung bei der zerspanenden Bearbeitung. (verändert, nach [193])

ter von Joule als mechanisches Wärmeäquivalent entdeckt und veröffentlicht wurde.

Mit dem fortschreiten der Industrialisierung und dem zunehmenden Einsatz von Schneid- und Bohrwerkzeugen bei der Metallbearbeitung rückte das Themengebiet zur Bestimmung der Temperaturverteilung bei zerspanenden Prozessen im Laufe des 20. Jahrhundert immer mehr in den Fokus der Wissenschaft. Schmidt und Roubik verwendeten ebenfalls ein Kalorimeter zur Bestimmung der beim Bohren entstehenden Wärmemenge im Werkzeug, Span und Werkstück [196]. Für die Bestimmung der gesamten Wärmemenge wurde das Werkstück im Wasserbad des Kalorimeters gebohrt, so konnte die gesamte Wärmemenge vom Bohrer, vom Werkstück und von den Spänen ermittelt werden. Die vom Bohrwerkzeug aufgenommene Wärmemenge wurde dadurch bestimmt, indem das Experiment außerhalb des Kalorimeters wiederholt wurde und nach Beendigung des Bohrpro-

zesses nur der Bohrer in das Kalorimeter überführt wurde. Die Wärmemenge die vom Span abgeführt wird, konnte dadurch bestimmt werden, dass die beim Bohren entstehenden Späne direkt in das Wasserbad des Kalorimeters fallen, ohne dass dabei das Werkzeug und das Werkstück in Kontakt zum Wasserbad stehen. Die Beiden konnten mit diesem Experiment erstmalig zeigen, dass der Span etwa 70 % bis 80 % der entstehenden Wärme aufnimmt und nur 10 % der Wärmemenge vom Werkstück und 10 % vom Werkzeug aufgenommen werden. Aufgrund des großen Volumens des Werkstücks gegenüber dem Werkzeug fällt der Temperaturanstieg im Werkstück sehr gering aus. Im Werkzeug entsteht jedoch eine sehr hohe Temperatur, die in der Nähe der Schneidkante konzentriert ist. [193, 196–200]

4.4.2. Thermoelemente

Für die Bestimmung einer orts aufgelösten Temperaturverteilung in einem Werkzeug bei der zerspanenden Metallbearbeitung ist ein Kalorimeter ungeeignet. Hierzu findet man in der Literatur verschiedene Ansätze, die die Verwendung von Thermoelementen vorschlagen. Bei einem Thermoelement wird der Seebeck-Effekt zur Temperaturbestimmung genutzt. Dazu werden zwei verschiedene Metalle an zwei Kontaktstellen miteinander verbunden. Entsteht zwischen den beiden Kontaktstellen eine Temperaturdifferenz, so kann man eine zur Temperaturdifferenz proportionale Thermospannung zwischen den Kontakten abgreifen. Mit Thermoelementen kann ein Temperaturbereich von -270 °C bis 1767 °C [201] erfasst werden. In der Literatur werden zwei verschiedene Typen von Thermoelemente zur Temperaurerfassung genannt. Zum einen Thermoelemente, die in das Werkzeug eingebettet sind und zum anderen dynamische Thermoelemente. Die Vorteile von Thermoelementen bestehen darin, dass sie einfach herzustellen, robust und kostengünstig sind. Des Weiteren lassen sich die gemessene Temperaturen anhand von Fernmessung durch eine einfache Signalführung schnell abfragen [197]. Im Folgenden werden diese beiden Thermoelementtypen näher spezifiziert.

Im Werkzeug integriertes Thermoelement

Eine Möglichkeit die Temperatur von Werkzeugen zu bestimmen, ist die Möglichkeit ein im Werkzeug integriertes Thermoelement zu nutzen. Dazu werden kleine Löcher in das Werkzeug gebohrt, in denen das Thermoelement positioniert wird.

Benutzt man entsprechend viele Löcher an verschiedenen Positionen, kann man die Temperaturverteilung bestimmen. Die Oberflächentemperatur muss bei diesem Verfahren jedoch durch Extrapolation und / oder Simulationen [202–206] ermittelt werden. Ein wesentlicher Nachteil dieser Messmethode besteht darin, dass die zusätzlichen Löcher den Wärmetransport im Werkzeug beeinflussen und damit die Ergebnisse nicht der tatsächlichen Temperaturverteilung entspricht. Darüber hinaus reduzieren die Löcher die Festigkeit des Werkzeuges, wodurch der Bruch des Schneidwerkzeuges begünstigt wird. Dies erschwert es vor allem, Thermo-elemente in der Nähe der Schneidkante einzubringen. Bei der Verwendung von Hartmetallen als Schneidwerkzeuge können die Löcher nicht durch konventionelles Bohren in das Werkzeug gemacht werden. Hierzu müssen kostenaufwendige Laser- oder Erodierverfahren angewendet werden. Für die Ermittlung von Isothermen stellt die Anwendung von integrierten Thermoelementen ein sehr aufwendiges Verfahren dar, da eine Vielzahl an Löcher benötigt werden. Eine weitere Schwierigkeit besteht darin, dass große Temperaturgradienten nur schwer erfasst werden können, da zwei Thermo-elemente nicht eng genug zusammengebracht werden können. [193, 197–200, 207]

Eine weiterentwickelte Möglichkeit eines integrierten Thermoelements wurde von Rowe et al. 1995 [208] entwickelt und von Dewes et al. 1999 auf ähnliche Weise übernommen [209]. Diese beiden Arbeiten verwenden einen elektrisch isolierten leitenden Draht, der durch Auftrennen und wieder Zusammenfügen des Werkstücks in dieses integriert wird. Bei der Metallbearbeitung wird der elektrisch leitende Draht durch das Schneidwerkzeug freigelegt und berührt dieses, so dass ein Thermo-elektrischer Kontakt entsteht. Es lässt sich dadurch die Temperatur direkt an der Schneidkante bestimmen. Die Nachteile dieser Methode liegen darin, dass nur während des kurzen Zeitfensters, genau dann, wenn das Schneidwerkzeug den Draht berührt, gemessen werden kann und dass das zu bearbeitende Werkstück aufgetrennt werden muss. [193]

Darüber hinaus findet man zahlreiche Arbeiten, die versuchen die Temperatur auf der Oberfläche des Werkzeuges, des Spans oder des Werkstückes mit integrierten Thermoelementen [210–212] punktuell zu erfassen und in Kombination mit Finite-Elemente-Methode (FEM)-Simulationen das dazugehörige Temperaturfeld

oder den Temperaturgradienten zu ermitteln [202, 204–206, 212]. Problematisch ist jedoch, dass für die Simulation ein möglichst exaktes Wärmetransportmodell, die thermophysikalischen sowie die tribologischen Eigenschaften und die Randbedingungen für das Wärmetransportmodell bekannt sein müssen [206]. Das heißt zur numerischen Berechnung werden experimentell bestimmte Daten benötigt [202, 204, 206]. Die Simulation kann umso genauer beziehungsweise realitätsgetreuer abbilden je mehr Echtzeitdaten vorliegen [202, 204, 206]. Schwierigkeiten bei der exakten Erfassung von Temperaturgradienten im Werkzeug entstehen durch die Oberflächenbeschichtung in Form von Verschleißschutzschichten. Aufgrund der verschiedenen Materialien von Verschleißschutzschicht und Grundkörper wird der Temperaturgradient sowie die thermischen Eigenspannungen beeinflusst. Dieser Einfluss lässt sich experimentell nur sehr schwer erfassen, da dieser Effekt auf nur wenigen μm im oberflächennahen Bereich stattfindet [206].

Dynamische Thermolemente

Die dynamischen Thermolemente werden zur Untersuchung der Temperatur an der Werkzeug-Span-Grenzfläche eingesetzt. Die Entwicklung dieser Methode geht auf Shore [213], Gottwein [214] und Herbert [215] zurück. Hierbei wird das Werkzeug als ein Element und das Werkstück als anderes Element des thermoelektrischen Kontaktes benutzt. Der große Vorteil dieser Messmethode ist, dass die Temperatur in der Nähe der Schneidkante bestimmt werden kann. Damit kann die Temperatur in einem Bereich, der für integrierte Thermolemente aufgrund von Bruch der Schneidkante und für optische Messmethoden aufgrund von Spanbildung unzugänglich ist, gemessen werden. Ein wesentlicher Nachteil besteht darin, dass damit nur die mittlere Temperatur zwischen Span und Werkzeug gemessen werden und somit keine Temperaturverteilung im Werkzeug aufgenommen werden kann. Des Weiteren muss für jede Materialkombination des Werkzeuges und Werkstücks eine Kalibrierung der Temperatur vorgenommen werden. Irreführende Ergebnisse liefert dieses Messverfahren, wenn während des Zerspanprozesses eine Aufbauschneide entsteht. Durch Verschweißungen an der Schneidkante liegen dann keine zwei verschiedenen Materialien an der Kontaktfläche vor. Dadurch entsteht der thermoelektrische Kontakt hinter der Schneidkante. Ein weiterer Nachteil ergibt sich durch die Oxidation des Materials des Schneidwerkzeuges während der formgebenden Materialbearbeitung. Eine Oxidation verändert die Materialeigenschaften und dadurch die vorgenommene Kalibrierung. Darüber hinaus kann diese Methode

nur für elektrisch leitende Werkzeuge und Werkstücke benutzt werden. Der Werkzeughalter und die Spannvorrichtung für das Werkstück müssen gegenüber dem Schneidwerkzeug und dem Werkstück elektrisch isoliert werden. [193,197–200]

Eine Modifizierung der Werkzeug-Span-Thermoelemente sind sogenannte „Traverse“ Thermoelemente (engl.: *traverse thermocouple*), die von Arndt und Brown [216] entwickelt wurden. Hierbei bildet eine bewegliche Messsonde im Kontakt mit dem Werkzeug das Thermoelement. Der große Vorteil dieser Thermoelemente ist, dass die Messsonde über die Oberfläche des Werkzeuges zur Bestimmung der Temperaturverteilung bewegt werden kann. Dadurch kann die Temperatur auf der Spanfläche wie auch auf der Freifläche gemessen werden, so dass man eine dreidimensionale Temperaturverteilung erhält. Probleme bei der Temperaturmessung mit der Messsonde entstehen in der Nähe der Kontaktfläche zwischen Span und Werkzeug. In diesem Bereich ist ein zusätzliches Werkzeug erforderlich, das den Span aufspaltet, so dass die Sonde in diesen Messbereich eindringen kann. [193,197–200]

Dünnschichtthermoelemente

Eine weitere Möglichkeit zur Temperaturbestimmung der Werkzeugoberfläche bieten Dünnschichtthermoelemente (TFTC) (engl.: **T**hin **F**ilm **T**hermo**C**ouple (TFTC)) [217]. Mithilfe von der Dünnschichttechnologie wird ein Kupfer und Nickel Film auf der Werkzeugoberfläche abgeschieden, so dass ein Thermoelement entsteht [217,218]. Zur elektrischen Isolierung und als Verschleißschutz wird das Dünnschichtthermoelement in eine Al_2O_3 -Schicht eingebettet [217]. Ein großer Nachteil von Dünnschichtthermoelementen ist eine aufwändige Präparation bedingt durch eine aufwändige Maskenpräparation durch lithographische Strukturierung oder Laserstrukturierung. [197,217,218]

4.4.3. Widerstandsthermometer

Anstatt Thermoelemente zur Temperaturbestimmung des Schneidwerkzeuges zu verwenden, können Widerstandsthermometer benutzt werden. Der elektrische Widerstand von Metallen wie Cu, Ni und Pt ändert sich in einem großen Bereich linear zur Temperatur, so dass daraus ein temperatur-empfindlicher Sensor hergestellt werden kann. Die wesentlichen Nachteile von Widerstandsthermometer sind, die Alterung durch Oxidation, Eigenerwärmung, Hystereseerscheinungen nach großen

Temperaturänderungen, parasitäre Thermospannungen und Messfehler, wenn das Thermometer nicht weit genug in das zu messende Objekt eintaucht. [199]

4.4.4. Metallographische Methoden

Zur Bestimmung der Temperaturverteilung in Werkzeugen können temperaturinduzierte Struktur- oder Härteänderungen im Werkzeugmaterial genutzt werden [219]. Wright und Trent konnten damit für Schnellarbeitsstahlwerkzeuge eine Temperaturbestimmung im Bereich 650 °C bis 900 °C durchführen [219]. Für die Temperaturbestimmung mit dieser metallographischen Methode wird eine Kalibrierung anhand der Mikrostruktur und des Gefüges nach verschiedenen Temperatureinflüssen vorgenommen. Der Vergleich der Struktur des Schnellarbeitsstahls (HSS) (engl.: **H**igh **S**peed **S**teel (HSS)) nach dem Zerspanprozess mit den Kalibrierstandards ergibt folglich die Temperaturverteilung im Werkzeug. Der Nachteil hierbei ist, dass die metallographische Methode nur für Werkzeugmaterialien anwendbar ist, die eine irreversible Änderung in der Mikrostruktur nach dem Temperatureinfluss aufweisen. Der von Wright und Trent verwendete HSS zeigt eine Strukturänderung. Hingegen zeigen Werkzeuge auf der Basis von Hartmetallen oder Keramiken keine Änderungen in der Mikrostruktur. [197]

Eine weitere Möglichkeit zur Temperaturbestimmung in einem Werkzeug bieten Pulver mit einem konstanten Schmelzpunkt [220]. Dazu wird das Schneidwerkzeug zunächst in zwei Hälften aufgetrennt. Die Pulver werden in einer wässrigen Lösung gelöst und auf die Innenseiten dieser Hälften aufgetragen. Danach werden die beiden Werkzeughälften wie ein Sandwich zusammengefügt. Die bei der spanenden Bearbeitung von Metall entstehenden Temperaturen im Werkzeug führen dazu, dass in gewissen Zonen bestimmte Pulver aufschmelzen. Nach dem Zerspanexperiment wird das Werkzeug wieder an der zusammengefügten Stelle aufgetrennt und unter dem Mikroskop untersucht. Die Temperaturverteilung kann anhand der aufgeschmolzenen Bereiche identifiziert werden. Die Isotherme ergibt sich hierbei aus der Grenzlinie zwischen aufgeschmolzenem und nichtgeschmolzenem Pulver und die Temperatur entspricht dem Schmelzpunkt des Pulvers. Zur Bestimmung von mehreren isothermen Linien muss dieses Vorgehen mit verschiedenen Pulvern, die einen unterschiedlichen Schmelzpunkt aufweisen, wiederholt werden. Mit der Pulvermethode kann ein Temperaturbereich von etwa 200 °C bis 1000 °C abgedeckt

werden [197, 220]. Mit sehr reinen Pulvern erreicht man eine hohe Genauigkeit bei der Temperaturbestimmung.

Eine Verbesserung gegenüber Pulver, die oft eine poröse Schicht und eine schlechte Verbindung zwischen den beiden aufgetrennten Werkzeughälften herstellen, bieten PVD Beschichtungen mit einem definierten Schmelzpunkt [221]. Analog zur Pulvermethode wird die Beschichtung zwischen den beiden Werkzeughälften aufgebracht und diese wieder zusammengefügt. Nach dem Zerspanprozess wird das Werkzeug aufgetrennt und anhand der aufgeschmolzenen Bereiche kann man eine Isotherme identifizieren. Die Verwendung von verschiedenen Schichtmaterialien mit hoher Reinheit in wiederholenden Experimenten ermöglicht die Bestimmung mehrerer isothermer Temperaturlinien.

Die wesentlichen Nachteile der metallographischen Methoden bestehen darin, dass kein zeitlicher Verlauf des Temperaturanstiegs im Werkzeug nachvollzogen werden kann, die Auswertung der Ergebnisse nur durch Zerstörung des Werkzeuges möglich ist und dass nur eine geringe Anzahl an Materialien, die im entsprechenden Temperaturbereich ihren Schmelzpunkt haben, zur Verfügung stehen. Darüber hinaus werden die thermophysikalischen und thermomechanischen Materialeigenschaften des Grundwerkstoffes verändert.

4.4.5. Thermofarben

Eine sehr einfache und kostengünstige Methode zur Bestimmung der Oberflächentemperatur von Werkzeugen bieten Thermofarben/ -lacke [222]. In Abhängigkeit der Temperatur ändert sich der Farbton des Lackes aufgrund der Änderung der Molekülstruktur. Dieser Effekt ist als Thermochromie bekannt und ist reversibel. Die Thermofarbe wird auf der Oberfläche des Werkstückes oder Werkzeuges aufgebracht und ermöglicht eine grobe Temperatureinteilung. Da der Farbumschlag des Lackes reversibel ist, kann die Temperatur nur in Bereichen bestimmt werden, die während dem Bearbeitungsprozess einsehbar sind. [197] Neben den Thermofarben existieren auch Materialien die einen irreversiblen Farbumschlag bei einer definierten Temperatur aufweisen. Solche Materialien werden häufig für Temperaturmessstreifen oder ähnliches verwendet. In der Literatur findet man hierzu jedoch keine Anwendung für die Temperaturbestimmung von Schneidwerkzeugen.

4.4.6. Kontaktlose Temperaturfassung

Eine kontaktlose Temperaturbestimmung des Schneidwerkzeuges während des Bearbeitungsprozesses ist durch die Erfassung der Wärmestrahlung möglich. Die physikalische Grundlage hierzu basiert auf der Schwarzkörperstrahlung, deren Strahlungsleistung nach dem Stefan-Boltzmann-Gesetz proportional zur vierten Potenz der Temperatur ist. Nach dem Wien'schen Verschiebungsgesetz hängt das Intensitätsmaximum der emittierten Strahlung von der Temperatur ab. Die Temperaturmessung erfolgt mit thermometrischen, thermografischen oder optischen Verfahren. Dazu werden optische oder Infrarotstrahlungs-pyrometer, Infrarotdetektoren, Infrarotkameras und infrarot-sensitive Fotofilme oder Fotoplatten verwendet. [193, 197–200, 223] Es besteht auch die Möglichkeit die Wärmestrahlung mit einem Glasfaserkabel an ein Zweifarbenpyrometer zu übermitteln. Das Glasfaserkabel kann dabei mithilfe von Mikrometern genauem Funkenerodieren bis auf 0,3 mm unter die Oberfläche des Schneidwerkzeuges gebracht werden [202, 204].

Die Verwendung von Pyrometern oder Wärmebildkameras hat den großen Vorteil, dass zeitliche und orts aufgelöste Temperaturmessungen berührungslos von den Oberflächen des Werkzeuges oder des Werkstückes durchgeführt werden können. Dabei können schnelle Temperaturänderungen und große Temperaturgradienten erfasst werden, ohne dabei den Wärmefluss im Werkzeug oder im Werkstück zu beeinträchtigen oder zu verändern. Darüber hinaus kann ein großer Temperaturbereich von etwa 200 °C bis 1800 °C erfasst werden [199]. Ein wesentlicher Nachteil besteht darin, dass die Entstehung von Spänen und die Verwendung von Kühlmitteln beim Zerspanen die direkte Sichtverbindung zwischen den Messsensoren und der Werkzeugschneide beeinträchtigen, wodurch die Temperaturmessung in der Nähe der Schneidkante nicht möglich ist. Darüber hinaus ist die Kalibrierung, der auf Schwarzkörperstrahlung basierten Messsensoren, eine häufige Fehlerquelle, da in der Praxis keine idealen schwarzen Körper existieren. Für eine korrekte Temperaturbestimmung muss der Emissionsgrad der grauen Körper bestimmt werden. Ein weiterer Nachteil ist, dass sich der Emissionsgrad ändert, wenn sich die Oberfläche ändert. [193, 197–200, 223]

Bei der Thermografie werden mit infrarotsensitiven Fotoplatten [224, 225] oder Fotofilmen [226] Abbildungen im Bereich der Scherzone, das heißt an der Grenz-

fläche zwischen Span und Werkzeug gemacht. Als Referenz wird gleichzeitig ein geheizter Metallstreifen abfotografiert, der mit Thermoelementen ausgestattet ist. Wichtig ist hierbei, dass alle fotografisch aufgenommene Bereiche denselben Emissionsgrad aufweisen. Dies wird dadurch erreicht, indem man die Bereiche vor dem Experiment zum Beispiel mit Ruß beschichtet. Die Temperaturbestimmung erfolgt schließlich anhand der optischen Dichte der Abbildungen im Vergleich mit der Referenz. Ein Nachteil dieser Methode ist, dass eine Belichtungszeit von 10 s bis 15 s benötigt wird, wodurch man nur eine mittlere Temperaturverteilung bestimmen kann. Des Weiteren funktionieren die Fotoplatten nur in einem engen Temperaturbereich, sodass das Werkstück auf 350 °C bis 500 °C vorgeheizt werden muss [224, 225]. Auch bei der Verwendung von infrarot-sensitiven Fotofilmen können nur Temperaturen oberhalb 400 °C bestimmt werden [226].

Eine weitere Möglichkeit der kontaktlosen Temperaturmessung basiert auf der thermografischen Phosphorthermometrie [227]. Dazu wird ein phosphorhaltiges Pulver mit einem hochtemperaturbeständigen Binder auf die Oberfläche des zu untersuchenden Objektes aufgebracht. Das Emissionsspektrum des durch Lumineszenz des Phosphors ausgesendeten Lichts ist temperaturabhängig. Bisher wurde dieses Verfahren aber nur in Gasturbinen eingesetzt, um die Temperatur der Turbinenschaufeln zu messen. [193]

4.5. Verschleißüberwachung bei der spanenden Bearbeitung

Im Bereich der Fertigungstechnik kommen unter anderem Bohr-, Fräs- und Drehprozesse zum Einsatz, um die festen Rohmaterialien nach definierten geometrischen Maßen zu bearbeiten. Die dabei verwendeten Bohr- und Schneidwerkzeuge dringen in die Oberfläche des Materials ein und tragen Material in Form von Spänen ab. Die Werkzeuge sind dadurch hohen mechanischen und aufgrund von Reibung entstehender Wärme thermischen Belastungen ausgesetzt. Die Folge davon ist Werkzeugverschleiß. Die vier typischen Mechanismen die dazu führen sind: abrasiver Verschleiß, adhäsiver Verschleiß, Oberflächenzerrüttung und Tribooxidation [4]. Fortschreitender Verschleiß während der Produktion führt zu Qualitätsmängeln, Maß- und Formabweichungen sowie zu einer unzureichenden Oberflächenqualität

des Endprodukts, so dass ein Werkzeugwechsel erforderlich ist. Im Hinblick auf die Kosten ist nicht der Preis des Werkzeugs entscheidend, der die Gesamtkosten in die Höhe treibt, vielmehr sind es die Rüstkosten, die mit dem zeitaufwändigen Werkzeugwechsel verbunden sind. Der Werkzeugverschleiß kann zwar durch optimierte Prozessparameter, wie Vorschub, Schnittgeschwindigkeit und Kühl- beziehungsweise Schmiermittel reduziert werden, jedoch ist das mit einer geringeren Produktivität verbunden.

Die Verringerung der Produktionskosten und Steigerung der Produktivität ist stets ein zentrales Thema in der fertigen Industrie. Bei der zerspanenden Bearbeitung von Bauteilen zielt dies auf eine maximale Ausreizung der Schnittparameter bei möglichst hohen Standzeiten des Werkzeugs ab. Trotz Steigerung der Produktivität müssen dabei die Prozesssicherheit und die Produktqualität gewährleistet werden. Für die Optimierung dieser Aspekte ist es wünschenswert, Verschleißerkennungssysteme zu entwickeln, die eine Überwachung des Werkzeugverschleißes ermöglichen. Die Verschleißüberwachung bietet einerseits die Möglichkeit, die Standzeit des Werkzeugs maximal auszunutzen. Andererseits können Bearbeitungsprozesse vollständig automatisiert werden, was bei der Massenproduktion enorme Kosten einspart. Des Weiteren kann durch das rechtzeitige Erkennen von Verschleiß der Bruch des Werkzeugs verhindert werden, so dass Beschädigungen am Werkstück und damit verbundene hohe Kosten vermieden werden können. In der Literatur findet man verschiedene Messmethoden, die eine direkte oder indirekte Verschleißerkennung ermöglichen. Dazu gehören unter anderem die Licht- und Rasterelektronenmikroskopie sowie akustische Emissions-, Vibrations-, Kraft- und Beschleunigungssensoren oder elektrische und magnetische Sensoren sowie Verfahren, die auf radioaktiven Materialien basieren [2–6, 228]. Diese Verfahren lassen sich in zwei Gruppen einteilen. Methoden, die eine Überwachung während des Bearbeitungsprozesses ermöglichen, werden als online-Verfahren bezeichnet. Verschleißerkennungsverfahren, die eine Unterbrechung des Bearbeitungsvorgangs erfordern, gehören zu den offline-Verfahren. Eine Übersicht zu den Verschleißerkennungsmethoden ist in Abbildung 4.3 dargestellt.

Die folgenden Abschnitte fassen die Möglichkeiten zur Verschleißerkennung zusammen. Sie sollen einen ersten Überblick zu den in der Literatur vorhandenen

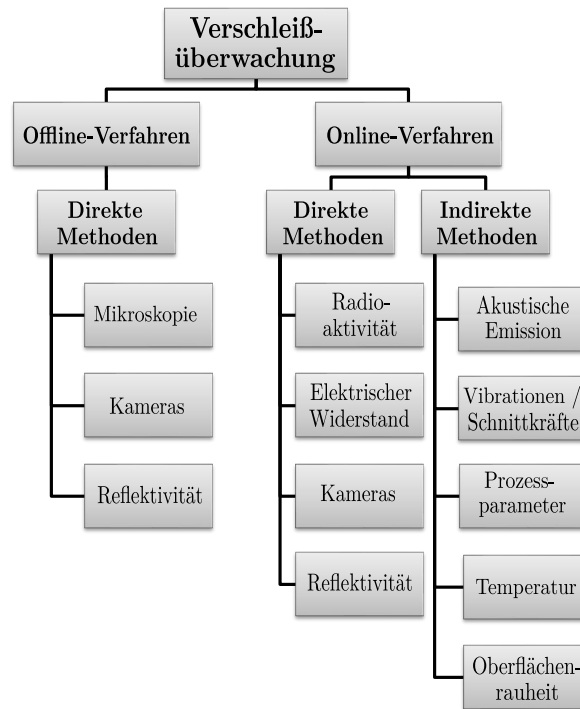


Abbildung 4.3.: Übersicht zu den Methoden der Verschleißerkennung bei der zerspanenden Bearbeitung. (verändert, nach [2, 3])

Messmethoden geben, die für eine Überwachung des Werkzeugverschleißes eingesetzt werden können. Für ein tiefgehendes Verständnis der Funktionsweise der einzelnen Methoden wird der Leser auf die angegebenen Literaturstellen verwiesen. Einen Überblick über die Vielzahl an auffindbarer Literatur zu diesem Thema findet man in [2–6, 228].

4.5.1. Direkte Methoden zur Verschleißerkennung

Die Verwendung mikroskopischer Methoden, wie die Licht- und Rasterelektronenmikroskopie, ermöglichen eine direkte Erkennung der verschiedenen Verschleißformen, wie Freiflächen- und Kolkverschleiß, plastische Deformationen, Bildung einer Aufbauschneide sowie Rissbildung und Bruch [229, 230]. Zur direkten Verschleißerkennung können neben der Mikroskopie andere optische Methoden eingesetzt werden. Unter anderem kann der Verschleiß direkt anhand der Änderung der Reflektivität mit laser- und kameragestützten Verfahren erfasst werden [2, 3, 231]. Darüber hinaus kann eine direkte Verschleißüberwachung anhand der Radioaktivi-

tät des Werkzeugs und der Späne erfasst werden. Dazu wird radioaktives Material im Schneidwerkzeug implementiert [232–235]. Des Weiteren kann der Verschleiß direkt anhand des elektrischen Widerstands zwischen der Kontaktfläche vom Werkzeug und Werkstück gemessen werden [236]. Mit zunehmendem Verschleiß wird die Kontaktfläche größer, wodurch der Widerstand sinkt.

Ein wesentlicher Nachteil der hier vorgestellten direkten Methoden ist, dass sie zum Teil zu den offline-Verfahren gehören. Eine automatisierte Verschleißerkennung lässt sich mit den offline-Verfahren nur sehr schlecht oder gar nicht realisieren. Das auf Radioaktivität basierende online-Verfahren lässt sich in der Praxis erst gar nicht anwenden. Die Bestimmung der Änderung des elektrischen Widerstandes wird durch die Schnittkräfte beeinflusst [3]. Die noch am ehesten denkbaren direkten Methoden, die für eine online-Überwachung verwendet werden können, basieren auf kameragestützten und optischen Methoden. Der wesentliche Nachteil hierbei besteht darin, dass aufgrund der Spanbildung und Verwendung von Kühlflüssigkeiten, die direkte Sicht auf das Werkzeug beeinträchtigt ist. Oftmals werden die Oberflächen des Werkzeugs bei der Bearbeitung durch das Werkstück verdeckt, so dass eine optische Erfassung unmöglich ist [3, 228]. Eine prozesssichere Verschleißerkennung ist demzufolge nur durch eine Unterbrechung des Bearbeitungsvorgangs gegeben, weshalb man die kameragestützten und optischen Überwachungssysteme auch als offline-Verfahren widerfindet.

4.5.2. Indirekte Messmethoden zur Verschleißerkennung

Die indirekten Verfahren nutzen Prozessparameter, wie Schneidkräfte, Vibrationen, akustische Emissionen, Temperaturen und die Oberflächenrauheit, die in Korrelation zum Werkzeugverschleiß stehen. Durch Kalibrierung kann so der Verschleißzustand indirekt über diese Parameter definiert werden [3]. Die davon am häufigsten eingesetzten Verfahren sind, Kraft, Vibrations- und akustische Emissionsmessungen [3, 228].

Bei der Erfassung von Schnittkräften wird ausgenutzt, dass mit zunehmendem Werkzeugverschleiß die Kraft, die für den Materialabtrag aufgebracht werden muss, bei einer konstanten Schnitttiefe ansteigt [2–6, 228]. Die Erfassung der Schnittkräfte wird mit Kraftsensoren, so genannten Dynamometer umgesetzt [207, 211, 212].

Vibrationen entstehen bei der zerspanenden Bearbeitung durch Reibung des Werkstücks und des Spans gegen das Werkzeug, was zu dynamischen Schwankungen der Schnittkräfte führt. Die Vibrationen zeigen typische Facetten im zeitlichen Verlauf der Schnittkräfte, die sich in Abhängigkeit des Werkzeugverschleißes ändern [3, 4]. Vibrationen können mit Beschleunigungssensoren, das heißt mit Accelerometern erfasst werden. Die Erfassung von Schnittkräften und Vibrationen ist im Allgemeinen recht einfach. Die Schwierigkeiten entstehen bei der Korrelation zwischen den Messgrößen und dem Verschleiß. Der Zusammenhang ist oftmals sehr komplex und absolut nicht linear. Im Extremfall können sogar chaotische Zustände aufgrund von Inhomogenitäten im Werkstück auftreten [4].

Während der spanenden Bearbeitung von Metall wird das Werkstück durch das Werkzeug plastisch verformt. Bei der Verformung werden teilweise Atombindungen aufgetrennt und Phasen umgewandelt, wodurch elastische Energie freigesetzt wird, die sich in Form von Schallwellen ausbreitet. Diese akustische Emission und die durch Reibungsmechanismen, Rissbildung und Bruch entstehenden Geräusche können mit Schallsensoren erfasst und mit dem Verschleiß korreliert werden [3, 4]. Die Anwendung der Schallmesstechnik in einer industriellen Umgebung hat aber den großen Nachteil, dass viele störende Geräusche vorhanden sind, die die Messung nachteilig beeinflussen.

Bei der spanenden Bearbeitung von Metall wird eine erhebliche Menge an Wärme erzeugt, die durch Reibung im Kontaktbereich von Werkzeug und Werkstück, durch plastische Verformung des Werkstückmaterials und durch Reibung zwischen Span und Werkzeug entlang der Spanfläche entsteht [224]. Diese Wärmemenge wird von den Spänen, dem Werkzeug und dem Werkstück aufgenommen. Hierbei werden zwischen 80 % bis 90 % der Wärme vom Span abgeführt und der Rest der Wärmemenge verteilt sich gleichmäßig auf das Werkstück und Werkzeug [237]. Aufgrund des sehr kleinen Volumens von Span und Werkzeug gegenüber dem Werkstück, entstehen in der Werkzeugschneide und im Span sehr hohe Temperaturen. Im Fall der Werkzeugschneide können die Temperaturen 800 °C bis 1000 °C betragen. Die hohe Temperatur im Bereich der Werkzeugschneide hat einen direkten Einfluss auf den Verschleiß [4]. Dieser Zusammenhang zwischen Temperatur und Verschleiß kann zur Überwachung des Werkzeugverschleißes genutzt werden. Zur Bestimmung

der Werkzeug-, Span- und Werkstücktemperatur sind in Abschnitt 4.4 die Verfahren übersichtlich zusammengefasst. Hierbei sind es vor allem die berührungslosen Messmethoden, die einen vielversprechenden Ansatz zur Verschleißüberwachung bieten. Jedoch beeinflussen Sichtbehinderungen durch Spanbildung und Kühlflüssigkeiten die Messmethoden nachteilig. Darüber hinaus ist der Zusammenhang zwischen Temperatur und Verschleiß sehr komplex und teilweise noch nicht ganz verstanden [4]. Zum einen ist es ein kompliziertes Reibungsverhalten, das die Entstehung der Wärmemenge beeinflusst, zum anderen ist die Wärmeausbreitung nur numerisch anhand der Wärmeleitungsgleichung möglich. Es ist vor allem aber der Tatsache geschuldet, dass im Bereich der Werkzeugschneide ein sehr starker Temperaturgradient entsteht, so dass die hohen Temperaturen im Bereich weniger Millimeter um mehrere 100 °C abfallen. Genau dieser interessante Bereich, direkt in der Nähe der Schneidkante, ist bei der Temperaturbestimmung nur durch sehr aufwendige Verfahren oder gar nicht zugänglich. Dies erfordert eine Temperaturerfassung auf Werkzeugflächen abseits der Werkzeugschneide und einen hohen Rechenaufwand, um auf die Temperatur an der Werkzeugschneide rückschließen zu können.

Eine andere Möglichkeit zur Verschleißerkennung bietet die Überwachung elektrischer Prozessparameter wie Strom- und Leistungsaufnahme, sowie Drehzahlen von Motoren der Bohr-, Dreh- oder Fräsmaschine [238–240]. Der Anstieg der Schnittkraft mit zunehmendem Verschleiß wirkt sich auf die genannten Prozessparameter aus. Der Vorteil hierbei ist, dass diese Parameter bereits für die Maschinensteuerung sensorisch erfasst werden, so dass keine zusätzlichen Messsensoren zur Verschleißüberwachung installiert werden müssen. Probleme, die hierbei eine Rolle spielen, sind starkes Rauschen oder Vibrationen und Prozessparameter, die die Messwerte beeinflussen [3].

Die Oberflächenrauheit oder die Maßhaltigkeit des Werkstücks sind wesentliche Merkmale, die vom Werkzeugverschleiß beeinflusst werden. Die Bestimmung dieser Parameter mit Profilometer [241], laserholographischen Interferometer [242], CMOS Kameras [243] und elektromagnetischen Messsonden [244], können zur Bestimmung des Verschleißes herangezogen werden. Eine weitere Möglichkeit besteht darin, die Änderung des Abstands zwischen Werkstück und Schneidkante mittels

elektrooptischer oder pneumatischer Abstandssensoren zu erfassen [2, 3, 245, 246]. Fehler, die hierbei auftreten, entstehen durch Vibrationen, Durchbiegungen oder Fehlausrichtungen bei der Installation der Sensoren [4].

Ein weiterer Ansatz besteht darin, die Magnetisierung ferromagnetischer Werkzeuge zu überwachen. Die Verringerung des magnetischen Flusses aufgrund von Abrasion am Werkzeug kann mit dem Verschleiß korreliert werden [247]. Des Weiteren gibt es Ansätze, magnetische Dünnschichten als Kraft- und Drehmomentensensoren zu verwenden, die im Abschnitt Magnetostriktive Dünnschichten für die Sensorik 4.2 ausführlicher beschrieben sind.

Der große Vorteil der hier vorgestellten indirekten Methoden besteht darin, dass die Großzahl der genannten Verfahren zur online Überwachung eingesetzt werden können. Diese Verfahren ermöglichen eine Prozessautomatisierung, bei maximaler Ausnutzung der Werkzeugstandzeit und Ausreizung der Prozessparameter bei gleichzeitig gewährleisteter Prozesssicherheit. Ein Nachteil gegenüber den direkten Verschleißerkennungsmethoden besteht darin, dass die Korrelation zwischen Verschleiß und dem Messparameter oft eine Herausforderung darstellt, sei es durch Störeinflüsse, unzureichende Sensorinformationen oder einfache Modelle, die die Komplexität des Zerspanprozesses unzufrieden widerspiegeln [4]. Oftmals ergeben sich die Zusammenhänge aber nur empirisch.

5. Eigenschaften der verwendeten Werkstoffe

In diesem Kapitel werden der Aufbau und die Eigenschaften der Werkstoffe vorgestellt, die zur Untersuchung der ferromagnetischen Eigenschaften von Dünnschichten in dem System Fe-Co-Hf-N auf Hartmetall (HM)-Substraten ausgewählt wurden. Der Stand der Technik hat gezeigt, dass das System Fe-Co-Hf-N für die Sensoranwendung sehr gut geeignet ist, weshalb dieses Stoffsystem für die Realisierung eines messbaren Sensorsignals auf dem Hartmetallsubstrat ausgewählt wurde. Für die Anwendung als Temperatursensor auf einem Werkzeug für die spanabhebende Bearbeitung, wurden als Substratmaterial WC-Co basierte Hartmetallwendeschneidplatten benutzt. Abgesehen von Schneidkeramiken enthalten die meisten Werkzeugmaterialien ferromagnetische Bestandteile. Um die Anwendbarkeit von ferromagnetischen Dünnschichten auf einem magnetischen Substratmaterial zu untersuchen, wurde ein WC-Co basiertes Hartmetall ausgewählt, was bei der Werkzeugherstellung weitverbreitet ist. Als Verschleißschutzschichten für das Werkzeug wurden die Stoffsysteme Ti-N und Ti-Al-N in Verbindung mit dem ferromagnetischen System Fe-Co-Hf-N auf dem HM-Substrat untersucht. Zur Analyse des grundlegenden Verständnisses der Wechselwirkung von magnetischer Schicht und magnetischem Substratmaterial wurden im Gegensatz zu den Hartstoffmaterialien elektrisch isolierende SiO₂-Schichten in Kombination mit einer ferromagnetischen Dünnschicht in dem Stoffsystem Fe-Co-Hf-N benutzt. In den folgenden Abschnitten werden die Eigenschaften der hier genannten Werkstoffe beschrieben.

5.1. Substratmaterial - Wolframcarbid-Kobalt

Die spanenden Fertigungsverfahren haben im Rahmen der Industrialisierung und im Laufe des 20. Jahrhunderts immer mehr an Bedeutung gewonnen. Heutzutage findet man in fast allen Produkten und Komponenten Bauteile, die durch spanende Bearbeitung hergestellt werden. Für die Fertigung werden hierzu verschleißfeste Schneid- und Bohrwerkzeuge benötigt, die die Bearbeitung von Stahl, Gußeisen und viele anderen Materialien ermöglichen. In Abhängigkeit der zu bearbeitenden Materialien werden verschiedene verschleißfeste Werkstoffe verwendet.

Die verschleißfesten Werkstoffe lassen sich anhand ihres Hartstoffgehalts, wie in Abbildung 5.1 dargestellt, einteilen. Mit zunehmendem Hartstoffgehalt steigt der Abrasionswiderstand der Materialien aufgrund einer höheren Härte an. Die Zähigkeit und der damit verbundene Bruchwiderstand nehmen hingegen mit zu-

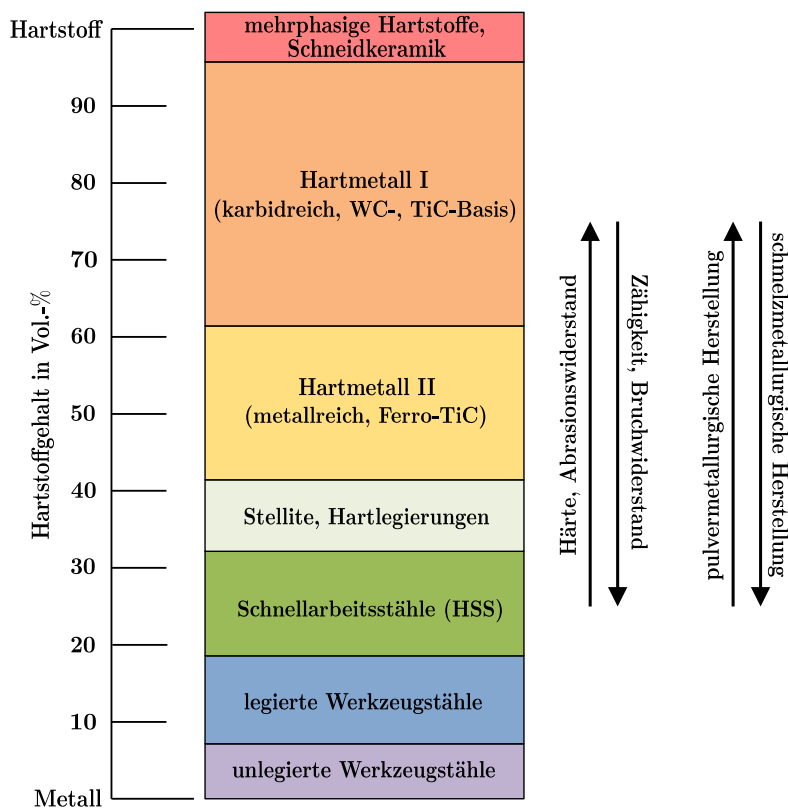


Abbildung 5.1.: Darstellung der verschleißbeständigen Werkstoffe in Abhängigkeit vom Hartstoffgehalt. (nach [248])

nehmendem Hartstoffgehalt ab. Für optimale Standzeiten in der zerspanenden Bearbeitung werden sehr häufig karbidreiche Hartmetalle benutzt, die auf den Hartstoffen WC- und TiC basieren. Die karbidreichen Hartmetalle bieten hohe Härten im Bereich von 800 HV bis 2400 HV [249] bei einer für die zerspanende Bearbeitung ausreichenden Zähigkeit, so dass aufgrund des großen Abrasionswiderstandes hohe Werkzeugstandzeiten und eine hohe Produktivität unter Einhaltung vorgegebener Qualitätsmerkmale erreicht werden. Für die Untersuchung der Hochfrequenzsensoreigenschaften von weichmagnetischen Schichten aus dem System Fe-Co-Hf-N auf einem anwendungsorientierten Substrat wurde Wolframcarbid-Kobalt (WC-Co) in folgender Qualität, 88 Gew.-% WC, 10,5 Gew.-% Co und 1,5 Gew.-% TaC und NbC, ausgewählt, das als Material für Werkzeuge der spanenden Fertigungsverfahren eingesetzt wird. Im Folgenden wird der Werkstoff WC-Co ausführlicher beschrieben.

Wolframcarbid-Kobalt ist ein pulvermetallurgisch hergestelltes Material, das aus WC-Hartstoffpartikel und dem metallischen Bindermaterial Co besteht. Abbildung 5.2 a) zeigt eine schematische Darstellung eines isothermen Schnitts des ternären Phasendiagramms von W-C-Co. Die für die Anwendung als verschleißfesten Werkstoff geeignete Zusammensetzung WC-Co ist durch den eingezeichneten Bereich dargestellt. Aus dem Phasendiagramm wird ersichtlich, dass die Herstellung von

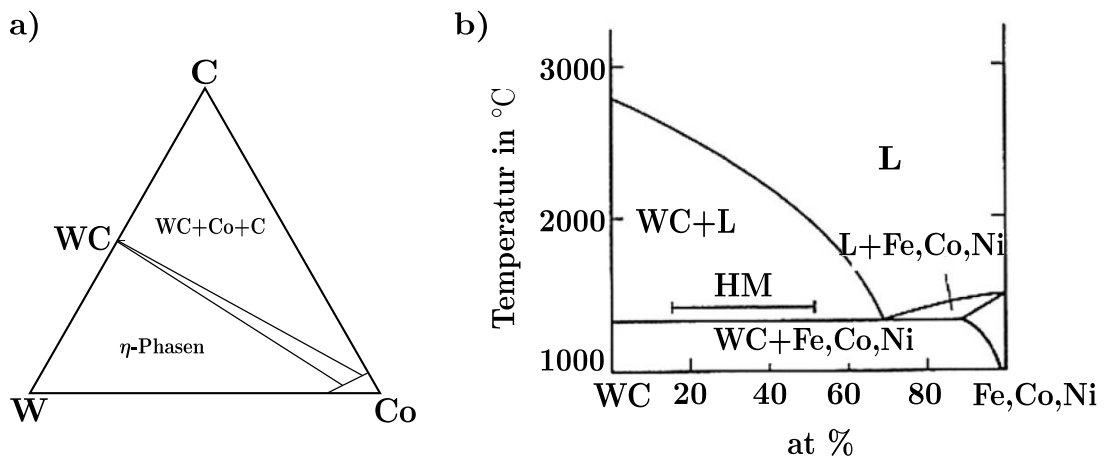


Abbildung 5.2.: a) Schema des isothermen Schnitts im ternären System W-C-Co. (nach [250]) b) Schematisches pseudobinäres Phasendiagramm für die Systeme WC-Fe, Co, Ni. (entnommen aus [250])

WC-Co nur in einem sehr engen Bereich möglich ist. Schon geringe Kohlenstoffabweichungen, die eine Erhöhung oder Verringerung des Kohlenstoffanteils zur Folge haben, führen zu einer Verschlechterung der Härteeigenschaften. Im Gegensatz zu den kubischen Metallkarbiden existiert die kubische Phase δ -WC nur als stöchiometrische Verbindung [250]. Bei einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt werden η -Phasen gebildet und bei einem überstöchiometrischen Gehalt wird Graphit ausgeschieden. Die Bildung von η -Phasen oder Graphit verringern die Härte. Abbildung 5.2 b) zeigt schematisch das pseudobinäre Phasendiagramm für die Systeme WC mit Fe, Co oder Ni. Anhand des Phasendiagramms erkennt man, dass die Löslichkeit der Bindermetalle in der WC-Phase unterhalb 1250 °C vernachlässigbar klein ist [250]. Es liegen demnach zwei Phasen vor. Das Eutektikum liegt bei etwa 1300 °C [250]. Die besten Eigenschaften des eutektischen Systems WC-Co erreicht man im Zweiphasengebiet [250]. Die besonderen Charaktereigenschaften von WC basierten Materialien ist auf deren Aufbau zurückzuführen. Im Vergleich zu den auf TiC basierten Systemen sind die Systeme von WC mit Fe, Co oder Ni karbidreicher [250].

Die Herstellung von Hartmetallen erfolgt in einem mehrstufigen Prozess. Zunächst müssen die Karbide gemahlen und mit Kobalt gemischt werden. Durch eine Nassmahlung werden die Gemische in feinstdisperse Gemenge überführt. Nach dem Trocknen werden die Pulver in einem Doppelsinterverfahren verarbeitet. Zunächst wird das Trockenpulver zu Blöcken oder Platten, den so genannten Grünlingen, gepresst. Die Grünlinge werden bei Temperaturen zwischen 900 °C bis 1150 °C vorgesintert. Beim Sintern ist die Temperatur so gewählt, dass das Bindermaterial bereits aufgeschmolzen wird, während das Hartstoffmaterial noch fest ist. Durch den von außen aufbrachten Druck während des Sinterns, wird das Gemenge aus Hartstoffpartikeln und flüssigem Bindermaterial verdichtet. Nach dem Abkühlen und Erstarren der Binderphase werden die Grünlinge zugeschnitten und in Form gebracht. Nach der Formgebung werden die Hartmetalle nochmals in speziellen Öfen gesintert. Zur Vermeidung von Oxidation werden TiC- oder TaC-haltige Hartmetalle in Vakuumöfen gesintert. Hingegen WC-Co-Hartmetalle werden in Kohlerohrkurzschluss- oder Molybdänöfen gesintert. [251]

Typische Schneidwerkzeuge bestehen aus über 80 % der Hartstoffphase WC [251].

Einen sehr großen Einfluss auf die Härte hat hierbei die Korngröße. Eine geringe Korngröße hat eine hohe Härte und gleichzeitig eine höhere Zähigkeit zur Folge [251–253]. Für die Herstellung werden feinkörnige bis ultrafeinkörnige Pulver verwendet, um hohe Härten von bis zu 2300 HV bei Korngrößen von 0,2 μm bis 1 μm für Ultrafeinstkornhartmetalle zu erreichen [253]. Die Menge des metallischen Co-Bindermaterials bestimmt hierbei die Zähigkeit des Materials. Mit zunehmendem Binderanteil wird die Zähigkeit erhöht, wodurch eine höhere Biegefestigkeit erreicht wird, jedoch nimmt dabei die Härte ab. Bei zu geringen Co-Anteilen wird das Material sehr spröde. Ein weiterer wichtiger Parameter für Hartmetalle ist die Restporosität, die man nach dem Sintern erreicht. Ändert sich die Restporosität zum Beispiel von 1 % auf 0,1 % beziehungsweise von 0,1 % auf 0,01 %, erhöht sich die Standzeit des Schneidwerkzeuges typischerweise um den Faktor 100 [252].

Zur Steigerung der Härte und Warmfestigkeit des WC-Co-Hartmetalls werden

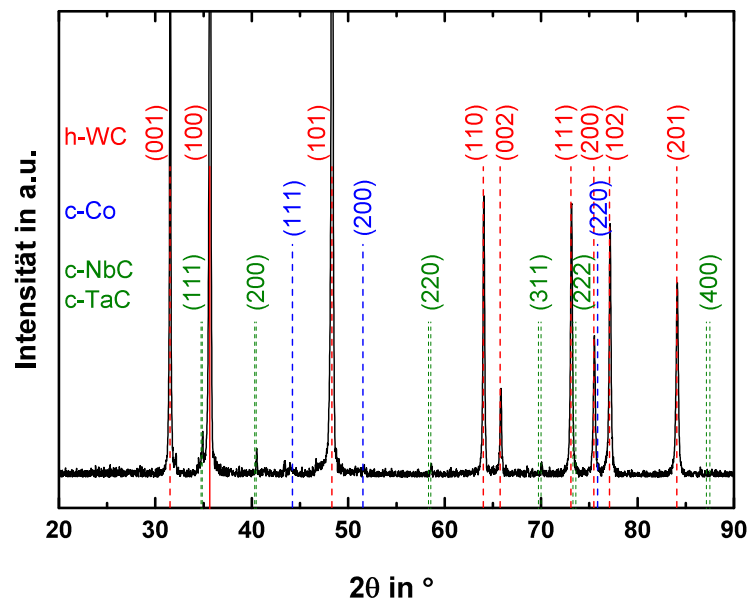


Abbildung 5.3.: Röntgendiffraktogramm eines unbeschichteten Hartmetallsubstrats. Die theoretischen Positionen der Reflexe von hexagonalem WC (#00-051-0939), kubischen Co (#15-806) und kubischen NbC (#38-1364) sowie TaC (#35-801) sind gestrichelt dargestellt. ($\lambda_{Cu-K\alpha 1} = 0,15406 \text{ nm}$)

kubische Metallcarbide wie TiC, TaC und NbC eingebaut [251]. Darüber hinaus wird die Co reiche Flüssigkeit beim Sintern durch die Zugabe der Carbide bei niedrigeren Temperaturen stabilisiert [254]. Zur weiteren Optimierung werden Hartmetalle mit Gradienten hergestellt. Dabei werden die Metallcarbide im Bereich der Schneidkante konzentriert, um eine hohe Warmfestigkeit zu erreichen. Hinter der Schneidkante ist Co reiches Hartmetall von Vorteil, um eine hohe Zähigkeit zu erreichen, die der Rissbildung entgegenwirkt.

Die in dieser Arbeit verwendeten Hartmetallsubstrate der Firma WALTER AG bestehen aus 88 Gew.-% WC, 10,5 Gew.-% Co und 1,5 Gew.-% TaC und NbC. Der Binderanteil von 10,5 Gew.-% entspricht ungefähr dem mittleren Bereich der für die Werkzeugherstellung typischerweise verwendeten 5 bis 30 Gew.-% [250, 251, 255]. Zur Identifizierung der verschiedenen Phasen ist in Abbildung 5.3 ein Röntgendiffraktogramm des Hartmetallsubstrates dargestellt. Den Reflexen kann man die WC-Phase, die Co-Phase und die Phasenanteile von NbC sowie TaC zuordnen. Dazu wurden aus der Datenbank des International Centre for Diffraction Data die Referenzen mit den PDF-Nummern #00-051-0939 für hexagonales WC, #15-806 für kubisches Co, #38-1364 für kubisches NbC und #35-801 für kubisches TaC verwendet. In Tabelle 5.1 sind weitere Eigenschaften von WC-Co mit 10,5 Gew.-% Co zusammengefasst.

Tabelle 5.1.: *Eigenschaften des WC-Co-Hartmetalls mit etwa 10,5 Gew.-% Co.*

		Referenz
Dichte	14,45 g cm ⁻³	[256]
Schmelzpunkt WC	2785 °C	[250]
Schmelzpunkt Co	1495 °C	[250]
Thermischer Ausdehnungs- koeffizient bei 25 °C	5 - 5,5 ppm K ⁻¹	[257, 258]
Härte nach Vickers	~1600 HV	[249]
Spezifischer elektrischer Widerstand	~20 μΩ cm	[259]

5.2. Eisenkobalt-Hafniumnitrid

Aus Abschnitt 4.1 zum Stand der Technik von weichmagnetischen Materialien für Sensoranwendungen geht hervor, dass Eisenkobalt-Hafniumnitrid (Fe-Co-Hf-N) aufgrund seiner Eigenschaften besonders gut als Material für die Sensoranwendung im Hochfrequenzbereich geeignet ist. Es hat eine hohe Sättigungsmagnetisierung von 1,4 T bis 1,7 T [75, 76, 78] und die Koerzitivfeldstärke liegt bei 160 A m^{-1} [75]. Der spezifische Widerstand von Schichten des Systems Fe-Co-Hf-N beträgt $110 \mu\Omega \text{ cm}$ bis $150 \mu\Omega \text{ cm}$ [75, 76] und sie zeigen eine Grenzfrequenz von 2,4 GHz bei einer Anfangspermeabilität von 300 [75]. Durch die Hinzugabe des refraktären Metallnitrids HfN können die Eigenschaften in Bezug auf die Hochfrequenzanwendung gegenüber FeCo-Dünschichten verbessert werden. Die HfN-Phase unterbindet das Kornwachstum von FeCo, so dass eine kleinere Koerzitivfeldstärke, eine kleinere magnetokristalline Anisotropie und eine höhere thermisch induzierte uniaxiale Anisotropie ($K_u \approx 1800 \text{ J m}^{-3}$) [75]) im Vergleich zu polykristallinem FeCo erreicht werden. Die Herstellung von Nanokompositschichten im System Fe-Co-Hf-N zeigt, dass ein zweiphasiges Material aus FeCo-Körnern entsteht, die von der HfN-Phase umgeben sind [75]. Das behindert das Kornwachstum beim thermischen Einprägen einer uniaxialen Anisotropie durch eine Wärmenachbehandlung im Magnetfeld [75].

Für das Stoffsystem Fe-Co-Hf-N beziehungsweise Fe-Co-Hf findet man in der Literatur kein quarternäres oder ternäres Phasendiagramm, um eine generelle Aussage zu der Phasenbildung bei verschiedenen Zusammensetzungen bei einer gegebenen Temperatur zu erhalten. Für das Materialsystem Fe-Co-N existiert hingegen ein isothermer Schnitt bei $600 \text{ }^\circ\text{C}$. Aus dem lässt sich entnehmen [5], dass zum Beispiel für das in [75] hergestellte $\text{Fe}_{36}\text{Co}_{44}\text{Hf}_9\text{N}_{11}$ ein $(\text{Fe}_4\text{N}, \text{Co}_4\text{N})$ Substitutionsmischkristall entstehen könnte. Jedoch wird aufgrund der höheren Bildungsenthalpie von HfN (-369 kJ mol^{-1} bei $25 \text{ }^\circ\text{C}$ [6]) im Vergleich zu F_4N (-11 kJ mol^{-1} bei $25 \text{ }^\circ\text{C}$ [7]) das zweiphasige Materialsystem, bestehend aus einer FeCo-Phase und HfN-Phase bevorzugt gebildet. Im Folgenden werden die physikalischen Eigenschaften von FeCo und HfN vorgestellt.

5.2.1. Eisenkobalt

Eisenkobalt-Legierungen haben von den bekannten ferromagnetischen Werkstoffen die höchste Sättigungspolarisation von bis zu 2,4 T und übertreffen damit sogar reines Eisen, das eine Sättigungspolarisation von etwa 2,15 T aufweist [16]. Die Koerzitivfeldstärke liegt bei 100 A m^{-1} [16], für Dünnschichten im Bereich von 8 kA m^{-1} bis 16 kA m^{-1} [67] und die magnetokristalline Anisotropiekonstante beträgt $K_1 = -15 \text{ J m}^{-3}$ [260]. Aufgrund der relativ hohen magnetokristallinen Anisotropie wird die thermische Einprägung einer uniaxialen Anisotropie erschwert. Man erreicht durch die Wärmebehandlung im Magnetfeld für einen FeCo-Einkristall eine uniaxiale Anisotropiekonstante von etwa 100 J m^{-3} [261]. Eine weitere wichtige Eigenschaft für die Sensoranwendung ist die Magnetostraktion. Polykristalline FeCo-Legierungen mit 47 bis 50 At.-% Co weisen eine Sättigungsmagnetostraktionskonstante von 70 ppm bis 82 ppm [16, 262] auf. Die Sättigungsmagnetostraktionskonstante für Dünnschichten hängt stark vom Co-Gehalt ab. Für einen Co-Gehalt von 50 At.-% erreicht man ein Maximum der Magnetostraktionskonstante von etwa 76 ppm [262]. Allgemein lässt sich hier anmerken, dass die magnetischen Eigenschaften stark von der Zusammensetzung und der Wärmebehandlung abhängen [262–264].

Abbildung 5.4 zeigt das Gleichgewichtsphasendiagramm des binären Systems Fe-Co. Eine Legierung die sich aus 50 At.-% Fe und 50 At.-% Co zusammensetzt, liegt für Temperaturen unterhalb von 730 °C in der Cäsiumchloridstruktur (α_2 -Phase) vor. Für den Temperaturbereich zwischen 730 °C und 983 °C entsteht eine ungeordnete Phase, die ein krz (engl.: body-centered cubic (bcc)) Gitter

Tabelle 5.2.: Phasen und Gitterparameter für das System Fe-Co.

Phase	Struktur	Typ/Raumgruppe	a in nm	Temp.-bereich	Referenz
α_2	kubisch	CsCl/Pm-3m	0,2856	< 730 °C	[265, 266]
α	kubisch	ungeordnet kubisch- raumzentriert (krz)	0,2857	730 °C – 983 °C	[265, 266]
γ	kubisch	NaCl/Fm-3m	0,3595	> 983 °C	[265, 266]

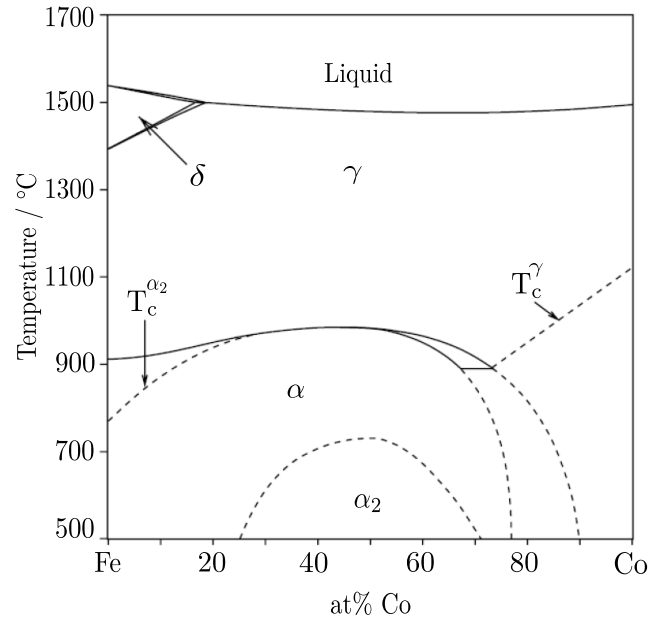


Abbildung 5.4.: Phasendiagramm für das binäre System Fe-Co. (entnommen aus [267])

(α -Phase) aufweist. Für hohe Temperaturen oberhalb von 983 °C entsteht aus der ungeordneten krz Phase eine Phase mit kfz Gitter (γ -Phase). Die strukturelle Phasenumwandlung bei 983 °C hat eine magnetische Phasenumwandlung zur Folge. Bei dieser Temperatur ändert sich das ferromagnetische Verhalten der α -Phase in ein paramagnetisches Verhalten der γ -Phase, demzufolge liegt bei 983 °C die Curie-Temperatur. Die Schmelztemperatur für $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ liegt bei 1480 °C [269]. Die Gitterparameter der verschiedenen Phasen sind in Tabelle 5.2 zusammengefasst. In Tabelle 5.3 sind die wichtigsten Eigenschaften von der bei Raumtemperatur vorliegenden α_2 -Phase für $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ aufgeführt. [83, 267]

Tabelle 5.3.: Eigenschaften von $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$.

		Referenz
Dichte	$9,45\text{ g cm}^{-3}$	[268]
Schmelzpunkt	1480 °C	[269]
Bindungsenthalpie	$-7,45\text{ kJ mol}^{-1}$	[270]
Thermischer Ausdehnungs- koeffizient bei 25 °C	$12,3\text{ ppm K}^{-1}$	[271]
Spezifischer elektrischer Widerstand	$1,95\text{ }\mu\Omega\text{ cm}$	[272]

5.2.2. Hafniumnitrid

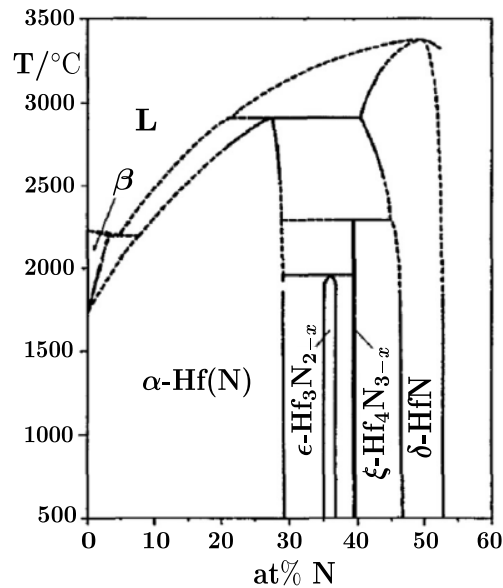


Abbildung 5.5.: Phasendiagramm des binären Systems Hf-N. (entnommen aus [267])

Das Phasendiagramm der refraktären Metall-Nitrid-Verbindung HfN ist in Abbildung 5.5 dargestellt. Für die Zusammensetzung $\text{Hf}_{1-x}\text{N}_x$ mit $0,48 \leq x \leq 0,65$ entsteht eine HfN-Phase, die in der Natriumchlorid-Struktur kristallisiert und ein kfz Gitter aufweist. Die Schmelztemperatur für $\text{Hf}_{50}\text{N}_{50}$ liegt bei 3387°C [135]. Für Stickstoffgehalte oberhalb 65 At.-% kann der zusätzliche Stickstoff nicht mehr im Gitter gelöst werden und es entsteht ein zweiphasiges Gebiet aus HfN und N_2 . Für geringere Stickstoffgehalte unterhalb 48 At.-% bilden sich die hexagonalen Phasen Hf_3N_2 und Hf_4N_3 . Unterhalb von 30 At.-% Stickstoff entsteht die hexagonale α -

Tabelle 5.4.: Übersicht zu den Phasen und Gitterparameter des Systems Hf-N.

Phase	Struktur	Typ/Raumgruppe	a in nm	c in nm	Referenz
α -Hf(N)	hexagonal	Mg/P6 ₃ /mmc	0,3196	0,5058	[273]
Hf_3N_2	hexagonal	AgCrSe ₂ /R-3m	0,3206	2,326	[274, 275]
Hf_4N_3	hexagonal	C ₃ V ₄ /R-3m	0,3214	3,112	[274]
HfN	kubisch	NaCl/Fm-3m	0,452		[276]

Tabelle 5.5.: Eigenschaften von $\text{Hf}_{50}\text{N}_{50}$.

		Referenz
Dichte	$13,8 \text{ g cm}^{-3}$	[135]
Schmelzpunkt	$3387 \text{ }^\circ\text{C}$	[135]
Bindungsenthalpie	$-369,4 \text{ kJ mol}^{-1}$	[135]
Thermischer Ausdehnungs- koeffizient bei $25 \text{ }^\circ\text{C}$	$6,9 \text{ ppm K}^{-1}$	[135]
Härte	$16,3 \text{ GPa}$	[135]
Spezifischer elektrischer Widerstand	$33 \text{ } \mu\Omega \text{ cm}$	[135]

Hf(N)-Phase. Die Gitterparameter der verschiedenen Phasen und die wichtigsten Eigenschaften für $\text{Hf}_{50}\text{N}_{50}$ sind in Tabelle 5.4 und 5.5 zusammengefasst. [277, 278]

5.3. Titanitrid

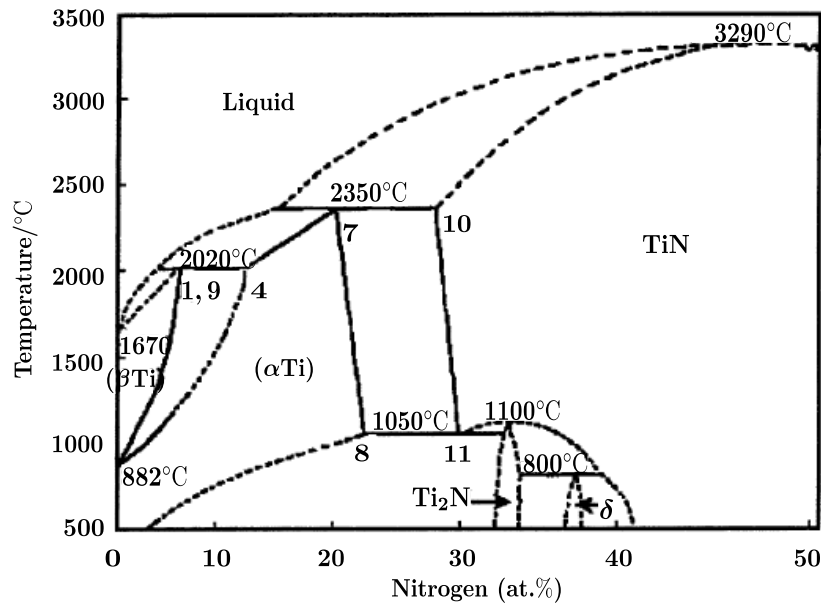


Abbildung 5.6.: Titanitrid-Phasendiagramm. (entnommen aus [279])

In Abbildung 5.6 ist das Phasendiagramm des binären Systems Ti-N für einen Stickstoffanteil von 0 bis 60 At.-% abgebildet. Die Zusammensetzung $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ existiert bei Temperaturen unterhalb der Schmelztemperatur von 3290°C [135] in der Natriumchloridstruktur. Der Gittertyp entspricht einem kfz Gitter. Diese Phase wird im Stickstoffbereich von etwa 37 bis 50 At.-% gebildet. Für eine Stickstoffkonzentration oberhalb von 50 At.-% kann der Stickstoff nicht mehr im Gitter gelöst werden und es existiert ein zweiphasiges Gebiet bestehend aus TiN und N_2 [283]. Für geringere Stickstoff-Gehalte entstehen anstatt der TiN-Phase eine Ti_2N - und α -Ti-Phase, die eine tetragonale beziehungsweise hexagonale Kristallstruktur aufweisen. Die Gitterparameter der verschiedenen Phasen und die

Tabelle 5.6.: Übersicht zu den Phasen und Gitterparameter für Ti-N.

Phase	Struktur	Typ/Raumgruppe	a in nm	c in nm	Referenz
α -Ti	hexagonal	Mg/ $\text{P}6_3/\text{mmc}$	0,2972	0,9783	[280]
Ti_2N	tetragonal	$\text{Ti}_2\text{N}/141/\text{amd}$	0,4140	0,8805	[281]
TiN	kubisch	$\text{NaCl}/\text{Fm-}3\text{m}$	0,4235		[282]

Tabelle 5.7.: Eigenschaften von $Ti_{50}N_{50}$.

		Referenz
Dichte	$5,4 \text{ g cm}^{-3}$	[135]
Schmelzpunkt	$3290 \text{ }^\circ\text{C}$	[135]
Bindungsenthalpie	-338 kJ mol^{-1}	[135]
Thermischer Ausdehnungskoeffizient bei $25 \text{ }^\circ\text{C}$	$9,35 \text{ ppm K}^{-1}$	[135]
Härte	18 GPa bis 21 GPa	[135]
Spezifischer elektrischer Widerstand	$20 \text{ } \mu\Omega \text{ cm}$	[135]

wichtigsten Eigenschaften von $Ti_{50}N_{50}$ sind in Tabelle 5.6 und 5.7 aufgeführt.

5.4. Titanaluminiumnitrid

Im Gleichgewichtsphasendiagramm des ternären Materialsystems Ti-Al-N existieren neben den binären Phasen TiN, AlN, TiAl eine Vielzahl an intermetallischen Verbindungen und die ternären Phasen Ti_3AlN , Ti_2AlN , sowie Ti_4AlN_3 [284, 285], wobei die letztgenannte Phase nur im Temperaturbereich von $1250 \text{ }^\circ\text{C}$ bis $1400 \text{ }^\circ\text{C}$ bei Normaldruck an Luft stabil ist [286]. Abbildung 5.7 zeigt einen isothermen Schnitt durch das Phasendiagramm Ti-Al-N bei $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ [287]. Eine $Ti_{1-x}Al_xN$ ($0 < x < 1$)-Phase ist im Gleichgewichtsphasendiagramm nicht enthalten. Diese Phase ist metastabil, da kein Gleichgewichtszustand erreicht wird.

Ein pseudobinäres Phasendiagramm von TiN-AlN ist in Abbildung 5.8 dargestellt [288–290]. Das metastabile $Ti_{1-x}Al_xN$ bildet auf der Basis der TiN_{1-x} -Phase für einen Aluminiumanteil von $0 < x < 0,7$ eine NaCl-Struktur und kristallisiert in einer kfz Gitterstruktur [291, 292]. Mit zunehmenden Al-Gehalt nimmt der Gitterparameter nahezu linear ab [290]. Für einen Aluminiumanteil von $0,7 < x < 1$ kristallisiert das metastabile $Ti_{1-x}Al_xN$ in der Wurtzitstruktur [293–296]. Die Gitterparameter der verschiedenen Phasen des ternären Systems Ti-Al-N sind in Tabelle 5.8 zusammengefasst aufgeführt.

Die Vorteile von metastabilen kfz $Ti_{1-x}Al_xN$ gegenüber TiN-Hartstoffschichten sind die leicht erhöhte Härte, aber vor allem die höhere Oxidationsbeständigkeit

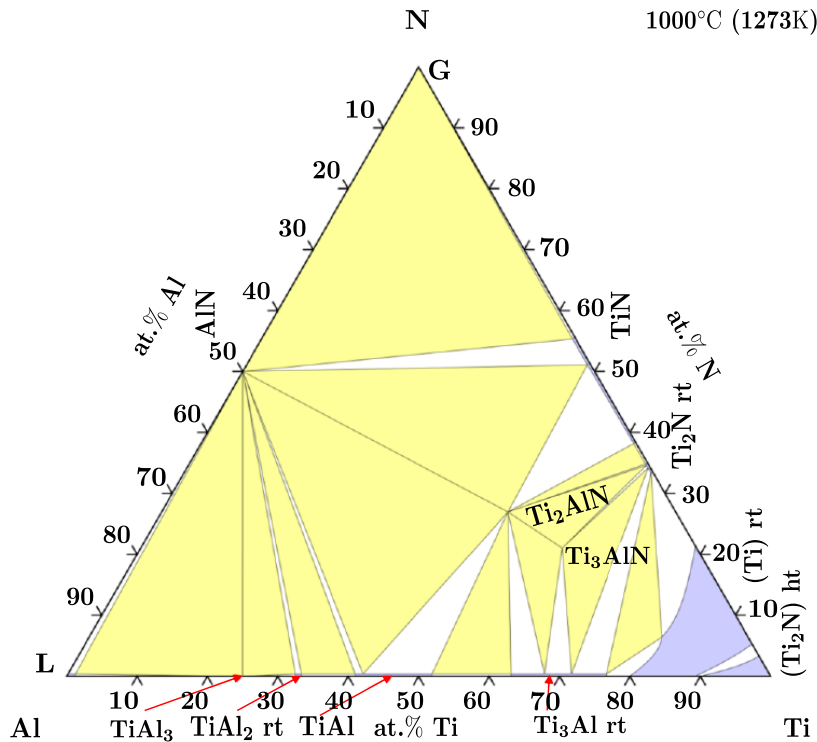


Abbildung 5.7.: Isothermer Schnitt des ternären Phasendiagramms Ti-Al-N bei 1000 °C. (entnommen aus [287])

und die höhere Warmfestigkeit [133, 134, 178, 297]. Bei $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ erreicht man eine maximale Härte von bis zu 31,4 GPa bei einer Zusammensetzung von $\text{Ti}_{40}\text{Al}_{60}\text{N}$, was im Vergleich zu TiN mit einer Härte von 20 GPa um etwa die Hälfte höher ist [133, 169, 170]. Die Oxidationsbeständigkeit für kubisches $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ liegt bei bis zu 800 °C im Gegensatz zu TiN, das schon bei 500 °C bis 600 °C oxidiert [133, 298]. Die höhere Oxidationsbeständigkeit ist auf die Bildung einer dichten wenige nm dicken Al_2O_3 Schicht an der Oberfläche zurückzuführen, die eine Diffusion in und aus dem Material verhindert [133]. Die Oxidationsbeständigkeit lässt sich durch den Al-Gehalt steigern. Bei einem Al-Gehalt von bis zu 70 At.-% kann die Oxidationsbeständigkeit auf bis zu 950 °C verbessert werden. Dies ist auf die Bildung von AlN in den Schichten zurückzuführen [133]. Die Warmfestigkeit bei einer Temperatur von 1000 °C ist für $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ fast doppelt so hoch wie für TiN [133]. Bei sehr hohen Temperaturen oberhalb 800 °C kommt es zu einer spinodalen Entmischung des metastabilen kfz $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$, wodurch Ti- und Al-reiche Domänen in der Matrix entstehen. Diese Domänen bilden eine kfz TiN- und eine kfz AlN-Phase in der

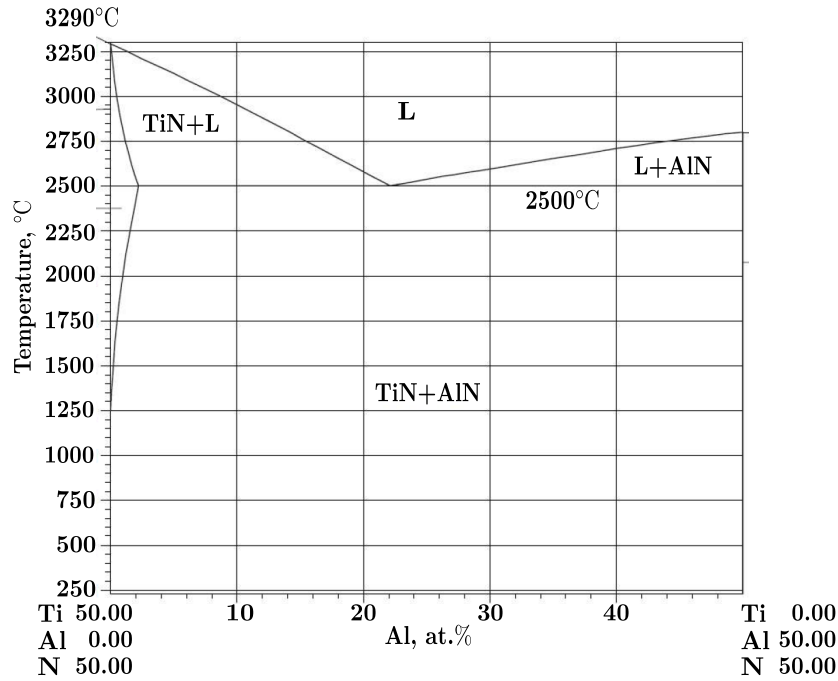


Abbildung 5.8.: Mit den Modellen der regulären Löslichkeit für Festphasen und der idealen Löslichkeit der Schmelze berechnetes pseudobinäres Phasendiagramm TiN-AlN, nach Holleck [288,289]. Das Diagramm wurde aufgrund eines zu niedrigen angenommenen Schmelzpunktes für TiN (2930 °C anstatt 3290 °C) entsprechend modifiziert [290].

kfz $Ti_{1-x}Al_xN$ -Matrix [298, 299]. Die kohärenten Ausscheidungen und Zunahme der Korngrenzen führen zu einem Härteanstieg. Bei noch höheren Temperaturen wandelt sich die kfz AlN-Phase in die stabile hexagonaldichtgepackte AlN-Phase um. Diese Umwandlung ist mit einer Härteabnahme und einer Verschlechterung der Verschleißigenschaften verbunden [298]. Die spinodale Entmischung findet in einem weiten Zusammensetzungs- und Temperaturbereich statt, wie ab initio Berechnungen von Mayerhofer et al. zeigen [300]. $Ti_{34}Al_{66}N$ zeigt beispielsweise eine spinodale Entmischung bei 900 °C [299]. Ein weiterer Vorteil von metastabilen kfz $Ti_{1-x}Al_xN$ gegenüber TiN ist der höhere spezifische elektrische Widerstand und eine geringere Wärmeleitfähigkeit [301, 302]. Eine schlechtere Wärmeleitfähigkeit für Hartstoffschichten, die für Zerspanwerkzeuge verwendet werden, ist wünschenswert, damit die entstehende Wärme hauptsächlich über den Span abgeführt wird [302]. Tabelle 5.9 zeigt zusammenfassend einige Eigenschaften von $Ti_{1-x}Al_xN$.

Tabelle 5.8.: Gitterparameter und Phasen für das Stoffsystem Ti-Al-N.

Phase	Struktur	Typ/Raumgruppe	a in nm	c in nm	Referenz
AlN	hexagonal	ZnO/P6 ₃ mc	0,311	0,498	[277]
TiN	kubisch	NaCl/Fm-3m	0,4235		[282]
TiAl	tetragonal	CuAu/P4/mmm	0,2829	0,4071	[303]
Ti ₂ AlN	hexagonal	Cr ₂ AlC/P6 ₃ mmc	0,2994	1,361	[304]
Ti ₃ AlN	kubisch	CaTiO ₃ /Pm-3m	0,4112		[287]
Ti ₄ AlN ₃	hexagonal	Ti ₄ AlN ₃ /P6 ₃ mmc	0,2988	2,3372	[286]
Ti _{1-x} Al _x N	kubisch	NaCl/Fm-3m	0,4240 x = 0,1		[305]
			0,4226 x = 0,2		[305]
			0,4206 x = 0,3		[295]
			0,4199 x = 0,4		[295]
			0,4169 x = 0,5		[295]
			0,4160 x = 0,7		[170]

Tabelle 5.9.: Eigenschaften von Ti_{1-x}Al_xN.

		Referenz
Schmelzpunkt TiN	3290 °C	[290]
Schmelzpunkt AlN	3387 °C	[290]
Entmischungstemperatur	~850 °C	[298, 299]
Thermischer Ausdehnungskoeffizient bei 25 °C	7,5 ppm K ⁻¹	[306]
Härte	~30 GPa	[133, 170]
Spezifischer elektrischer Widerstand	2800 μΩ cm	[301]

5.5. Siliziumdioxid

Siliziumdioxid ist ein Material das häufig als Isolations- oder Passivierungsmaterial in der Halbleiter- und Mikrosystemtechnik verwendet wird. Der spezifische elektrische Widerstand liegt bei $1 \cdot 10^{24} \mu\Omega \text{ cm}$ [307]. Ein Phasendiagramm des binären Systems Si-O ist in Abbildung 5.9 dargestellt. SiO₂ existiert in der Natur kristallin (α -Quarz) oder amorph (Glas). Das bei Raumtemperatur stabile kristalline α -Quarz bildet geordnete Si-O₄-Tetraeder, die beim amorphen SiO₂ keine Fernordnung mehr aufweisen. Die Schmelztemperatur liegt bei 1725 °C [308] und die Glasübergangstemperatur beträgt 1660 °C [309]. Neben der SiO₂-Verbindung

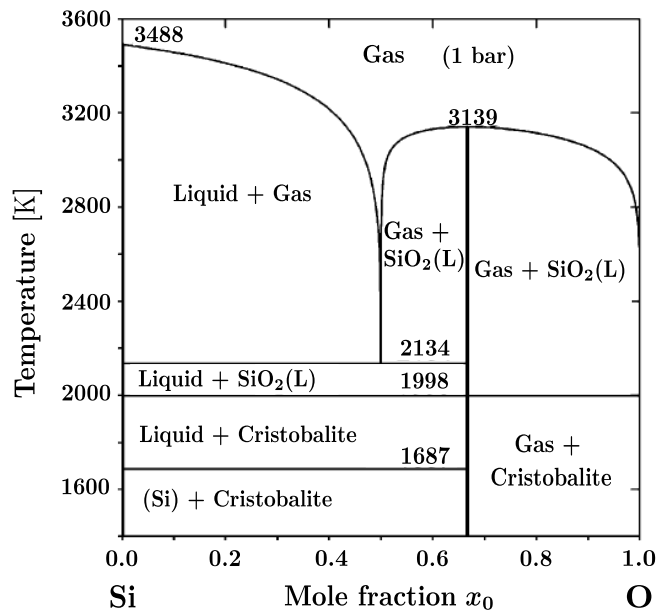


Abbildung 5.9.: Phasendiagramm für das binäre Stoffsystem Si-O. (entnommen aus [308])

existieren noch eine Reihe anderer Siliziumoxide mit einer Stöchiometrie SiO_x ($1 < x < 2$). Der bekannteste Vertreter hiervon ist das Siliziummonoxid SiO [308]. Das SiO ist nur in der Gasphase thermodynamisch stabil und disproportioniert beim Abkühlen in Si und SiO₂ [308]. Einige Materialeigenschaften von SiO₂ sind in Tabelle 5.10 zusammengefasst.

Tabelle 5.10.: Eigenschaften von SiO₂.

		Referenz
Dichte	2,2 g cm ⁻³	[307]
Schmelzpunkt	1725 °C	[308]
Glasübergangstemperatur	1660 °C	[309]
Thermischer Ausdehnungskoeffizient bei 25 °C	0,52 ppm K ⁻¹	[310–312]
Spezifischer elektrischer Widerstand	1 · 10 ²⁴ μΩ cm	[307]

6. Experimentelle Grundlagen

In diesem Kapitel werden zunächst das Konzept und die Systematik zur Untersuchung der Hochfrequenz-Sensoreigenschaften von ferromagnetischen Dünnschichten auf Silizium- und anwendungsorientierten Hartmetallsubstraten vorgestellt. Im weiteren Verlauf werden die verwendeten experimentellen Methoden vorgestellt und zusammenfassend beschrieben.

6.1. Systematik der Experimente

Ausgehend vom Stand der Technik zu magnetostriktiven Dünnschichten für die Sensorik, soll in dieser Arbeit das Sensorkonzept von ferromagnetischen Dünnschichten für die Überwachung von Temperatur und/oder mechanischen Kräften auf ein Hartmetallsubstrat übertragen werden. In Abschnitt 4.1 wurde anhand der Literaturzusammenfassung aufgezeigt, dass sich magnetostriktive Dünnschichten des Stoffsystems Fe-Co-Hf-N besonders gut als Hochfrequenz-Sensormaterial eignen. Des Weiteren konnte in Vorarbeiten [7, 9, 10, 48, 65] die potentielle Anwendbarkeit als Temperatur- und mechanischer Spannungssensor erfolgreich auf Si-Substraten nachgewiesen werden. Das Sensorkonzept basiert hierbei auf einer Änderung der frequenzabhängigen Permeabilität $\mu^*(f)$.

In Abschnitt 2.6 wurde gezeigt, dass ein senkrecht zur Magnetisierung orientiertes oszillierendes Magnetfeld in der Schichtebene die magnetischen Momente zur Präzession anregt. Dies führt zu einer teilweisen Absorption der einfallenden elektromagnetischen Welle. Der reflektierte Anteil kann mit einem Netzwerkanalysator gemessen werden, wie es in Abschnitt 6.4.3 beschrieben wird. Daraus kann die frequenzabhängige Permeabilität der ferromagnetischen Schicht abgeleitet werden. Die Resonanzfrequenz ist im Allgemeinen eine Funktion, die von der Temperatur und/oder von mechanischen Spannungen abhängt, wie es in Abschnitt 2.6 beschrie-

ben wurde. Dadurch ist auch $\mu^*(f)$ von diesen externen Parametern abhängig. Die Änderung der Resonanzfrequenz in Abhängigkeit der Einflussgrößen lässt sich anhand des Imaginärteils von $\mu^*(f)$ bestimmen.

Ausgehend von diesem Sensorkonzept wird im Folgenden die Systematik der durchgeführten Versuchsreihen zur Untersuchung der Hochfrequenz-Sensoreigenschaften von Dünnschichten im System Fe-Co-Hf-N auf anwendungsorientierten Silizium- und Hartmetallsubstraten aufgezeigt.

Im ersten Schritt werden dünne ferromagnetische Schichten aus dem Stoffsystem Fe-Co-Hf-N direkt auf die Oberfläche der WC-Co- und Si-Substrate abgeschieden und die magnetischen Eigenschaften der Schichten untersucht. Die daraus gewonnenen Erkenntnisse dienen als Grundlage für die weitere Optimierung und Realisierung des Hochfrequenz-Sensorsignals auf dem WC-Co-Substrat. Für eine Entkopplung der ferromagnetischen Schicht vom Substrat werden verschiedene Materialien als Zwischenschicht für eine räumliche Trennung von Schicht und Substrat werkstoffwissenschaftlich untersucht. Im Fokus stehen dabei die magnetischen Eigenschaften der ferromagnetischen Schicht in Abhängigkeit des Materials, der Mikrostruktur und des Gefüges der Zwischenschicht. Für die Optimierung der ferromagnetischen Schichteigenschaften wird die Dicke der Zwischenschicht variiert. Aus den Ergebnissen werden Modelle zur Erklärung der statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften von ferromagnetischen Dünnschichten auf WC-Co-Substraten entwickelt. Im letzten Schritt wird modellhaft an ausgewählten Schichtsystemen die Funktionalität als Temperatur- und Torsionsmomentsensor demonstriert. Eine zusammenfassende Übersicht zu der Systematik der durchgeführten Versuchsreihen ist in Abbildung 6.1 dargestellt.

Für die werkstoffwissenschaftliche Charakterisierung der hergestellten Schichten werden die elementare Zusammensetzung, die Oberflächenbeschaffenheit, die Kristallstruktur und die Phasen untersucht. Die Sensorfunktionalität der ferromagnetischen Schichten wird anhand der statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften überprüft. Die für die Charakterisierung und Herstellung sowie Konditionierung der Schichten verwendeten Methoden werden in den folgenden Abschnitten ausführlicher erläutert.

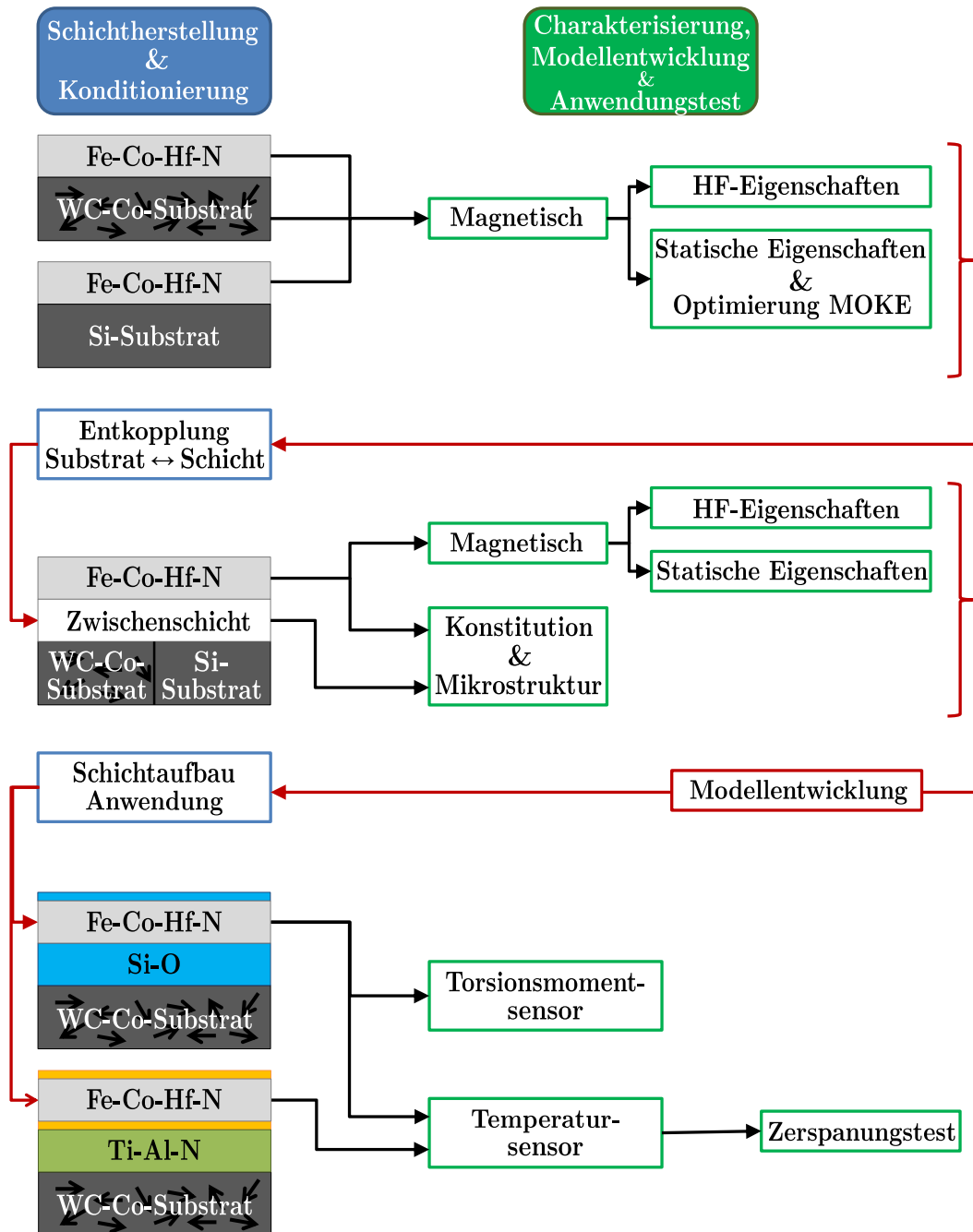


Abbildung 6.1.: Übersicht zur Systematik der durchgeführten Versuchsreihen zur Untersuchung der Hochfrequenz-Sensoreigenschaften von ferromagnetischen Dünnschichten aus dem System Fe-Co-Hf-N auf Si- und WC-Co-Substrate.

6.2. Schichtpräparation

In dieser Arbeit wurden Schichten auf Hartmetallsubstraten (WC-Co-Substrate) und thermisch oxidierten Siliziumsubstraten (Si-Substrate) mittels Magnetron-Hochleistungskathodenzerstäubung (siehe 3.3) hergestellt. Dazu wurde eine Beschichtungsanlage der Firma LEYBOLD HERAEUS vom Typ Z550 benutzt. In dieser Anlage können bis zu vier Targets gleichzeitig betrieben werden, jeweils zwei im DC-Modus und die anderen beiden im HF-Modus. Im Rezipient ist ein drehbarer Teller eingebaut, mit dem die Substrate unter die entsprechende Targetposition bewegt werden können. Der Abstand zwischen Target und Substratteller entspricht 50 mm. Für die Regelung des Prozessgasflusses ist die Anlage mit einem Gasflussregler vom Typ 647B der Firma MKS INSTRUMENTS ausgestattet. Damit kann der Prozessgasdruck und der Fluss des Prozessgases beziehungsweise der Fluss des Reaktivgases geregelt werden.

Vor der Beschichtung wurden aus Hartmetallwendeschneidplatten der Firma WALTER AG vom Typ SNUN120408 601 aus H91 mithilfe von Drahterodieren Substrate mit der Geometrie $4,9\text{ mm} \times 4,9\text{ mm} \times 0,4\text{ mm}$ und $12,7\text{ mm} \times 12,7\text{ mm} \times 0,4\text{ mm}$ hergestellt und im Anschluss einseitig poliert. Die Proben sind beim Polierprozess auf einen Substrathalter mit einem doppelseitigem Klebeband aufgeklebt. Die Oberfläche wurde in mehreren Durchgängen mit verschiedenen Diamantsuspensionen auf Wasserbasis, die eine unterschiedliche Körnung von $15\text{ }\mu\text{m}$, $6\text{ }\mu\text{m}$ und $3\text{ }\mu\text{m}$ aufweisen, mit einer Poliermaschine SAPHIR 350 mit RUBIN 520 von der Firma ATM GMBH mechanisch poliert. Im ersten Polierschritt verwendet man die Diamantsuspension mit einer Körnung von $15\text{ }\mu\text{m}$. An der Poliermaschine werden 150 U min^{-1} bei Gleichlauf und ein Anpressdruck von 2 bar auf eine Fläche von etwa 864 mm^2 eingestellt. Die Proben wurden bei diesen Parametern für eine Dauer von 15 min poliert und danach mit Isopraonol und Spülmittel mit Wasser gereinigt. Dieser Vorgang wiederholt man etwa 6-mal, bis der Höhenunterschied der aufgeklebten Substrate vollständig ausgeglichen ist. Anschließend werden mit der etwas feineren Körnung von $6\text{ }\mu\text{m}$ die Oberflächen der Proben zweimal 15 min bei den gleichen Parametern poliert. Zum Abschluss spiegelpoliert man die Proben mit der Diamantsuspension mit einer Körnung von $3\text{ }\mu\text{m}$ für eine Dauer von dreimal 15 min. Nach dem Polierschritt werden die Proben vom Substrathalter abgelöst und für 30 min mit Aceton sowie 15 min mit Isopropanol im Ultraschallbad ge-

reinholt. Bevor die Anlage für die Schichtherstellung beladen wird, werden die WC-Co-Substrate nochmals 15 min mit Aceton im Ultraschallbad gereinigt.

Die Si-Substrate mit einer 1 μm dicken thermischen Oxidschicht wurden aus einseitig polierten, einkristallinen Si(100)-Wafeln (p-Typ mit Bor dotiert, spezifischer elektrischer Widerstand $> 10 \Omega \text{ cm}$) von der Firma CRYSTEC KRISTALLTECHNOLOGIE in Stücke mit einer Geometrie von $4,9 \text{ mm} \times 4,9 \text{ mm} \times 0,38 \text{ mm}$ und $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times 0,38 \text{ mm}$ gebrochen. Die Wafer wurden vor dem Brechen laserstrukturiert, so dass die Sollbruchstellen vorgegeben sind. Vor dem Beschichten werden die Si-Substrate analog zu den WC-Co-Substraten für 15 min mit Aceton im Ultraschallbad gereinigt.

Die gereinigten WC-Co- und Si-Substrate werden für die Schichtabscheidung auf dem drehbaren Substratteller im Rezipient der Beschichtungsanlage positioniert. Der Rezipient wird auf einen Restgasdruck $< 10^{-4} \text{ Pa}$ evakuiert. Anschließend werden organische Verunreinigungen, die sich noch auf der Oberfläche der Proben befinden, durch Ionenätzen in einer reinen Ar-Atmosphäre bei einer HF-Substratleistung von 500 W, einem Arbeitsgasdruck von 0,5 Pa und einer Spannung von -560 V bis -580 V am Substratteller entfernt. Die Proben werden etwa 270 s geätzt, was bei den WC-Co-Substraten einem Materialabtrag von 20 nm und bei den Si-Substraten von etwa 31 nm entspricht. Die genauen Ätzraten für WC-Co von $\sim 4,5 \text{ nm min}^{-1}$ und für Si von $\sim 6,9 \text{ nm min}^{-1}$ wurden in einem separaten Experiment vor der Schichtherstellung bestimmt.

Nach dem Ionenätzen wurde das Ar-Plasma für die Schichtabscheidung gezündet und die Plasmaparameter eingestellt. Die Substrate befinden sich während dem Einstellen abseits des Targets unterhalb einer Blende. Für die Herstellung von ferromagnetischen Schichten im System Fe-Co-Hf-N wurde ein Target mit der chemischen Zusammensetzung $\text{Fe}_{37}\text{Co}_{46}\text{Hf}_{17}$ und einem Durchmesser von 15,24 cm (6") verwendet. Dieses Target wird aufgrund seiner magnetischen Eigenschaften im HF-Modus betrieben. An das Target wurde eine Leistung von 253 W bei einer Rückwärtsleistung von 58 W angelegt. Daraus resultiert eine Selfbias von -76 V . Die Schichtherstellung erfolgte reaktiv mit Stickstoff N_2 . Der Argonfluss und der Stickstofffluss wurden im Verhältnis 100 sccm zu 3 sccm bei einem konstanten

Druck von 0,2 Pa eingestellt. Die Schichtrate bei diesen Parametern beträgt etwa 25 nm min^{-1} . Nachdem das Plasma stabil brennt, werden die Substrate unter das Target gefahren und die Lochblende mit der Öffnung über den Substraten positioniert. Für eine Schichtdicke von 200 nm wurden die Proben für etwa 8 min unter dem Target gehalten und danach wird die Blendenöffnung auf eine andere Position gefahren, um die Schichtabscheidung zu beenden.

Zur Untersuchung von dünnen ferromagnetischen Schichten des Stoffsystems Fe-Co-Hf-N auf WC-Co- und Si-Substraten wurden verschiedene Schichtverbunde hergestellt. Für die Entkopplung der magnetischen Schicht vom Substrat wurde eine Zwischenschicht zur räumlichen Trennung der Schicht und des Substrats gemäß Abbildung 6.2 deponiert. Für die Zwischenschicht standen verschiedene

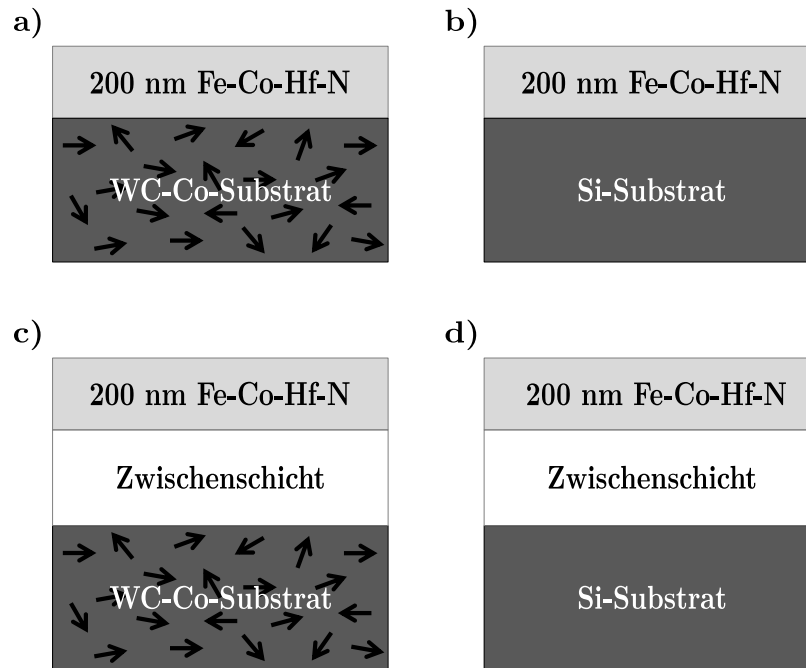


Abbildung 6.2.: Darstellung des Schichtaufbaus. a) Ferromagnetische Schicht aus dem Stoffsystem Fe-Co-Hf-N direkt auf einem WC-Co-Substrat. b) Ferromagnetische Schicht im System Fe-Co-Hf-N direkt auf einem Si-Substrat. c) Ferromagnetische Schicht aus dem System Fe-Co-Hf-N im Verbund mit einer Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat. d) Ferromagnetische Schicht im Stoffsystem Fe-Co-Hf-N im Verbund mit einer Zwischenschicht auf einem Si-Substrat.

Materialien zur Auswahl. Für die Anwendung als Sensorschicht für Werkzeuge, die für die spanende Bearbeitung eingesetzt werden, wurden aus den Stoffsystemen Ti-N und Ti-Al-N Zwischenschichten als typische Vertreter der Verschleißschutzschichten ausgewählt. Als weiteres Material für die Zwischenschicht wurde SiO₂ für grundlegende Untersuchungen zum Verständnis der Eigenschaften von ferromagnetischen Schichten des Stoffsystems Fe-Co-Hf-N auf WC-Co-Substraten gewählt. Die Dicke der Zwischenschicht unter der 200 nm dicken ferromagnetischen Schicht wurde für alle drei Materialien zwischen 0,5 und 5 µm (Ausnahme SiO₂ bis 10 µm) systematisch variiert.

Für die Herstellung von Zwischenschichten im System Ti-N wurde ein Target mit der chemischen Zusammensetzung Ti₅₀N₅₀ und einem Durchmesser von 15,24 cm (6") benutzt. Dieses elektrisch leitfähige Target wurde im DC-Modus betrieben. Über das Target wurde eine Leistung von 700 W in das Plasma eingekoppelt, was einer DC-Spannung von -462 V und einer Stromstärke von 1,51 A entspricht. Die Schichtherstellung erfolgte reaktiv mit Stickstoff, um die Stöchiometrie beim Zerstäubungsprozess aufrechtzuerhalten. Der Argonfluss und der Stickstofffluss wurden im Verhältnis 100 sccm zu 3 sccm bei einem konstanten Druck von 0,2 Pa geregelt. Die Schichtrate bei diesen Parametern beträgt etwa 55 nm min⁻¹.

Die verschleißbeständigen Zwischenschichten aus dem System Ti-Al-N wurden mit einem Target mit der chemischen Zusammensetzung (Ti₄₀Al₆₀)₅₀N₅₀ und einem Durchmesser von 15,24 cm (6") hergestellt. Dieses elektrisch leitfähige Target wurde ebenfalls im DC-Modus betrieben. Über das Target wurde eine Leistung von 300 W ins Plasma eingekoppelt, was einer DC-Spannung von -392 V und einer Stromstärke von 0,78 A entspricht. Die Schichtherstellung erfolgte ebenfalls reaktiv mit Stickstoff, um ausreichend Stickstoff für die Stöchiometrie bereitzustellen. Der Argon- und der Stickstofffluss wurden im Verhältnis 100 sccm zu 3 sccm bei einem konstanten Druck von 0,2 Pa geregelt. Die Schichtrate bei diesen Parametern beträgt etwa 63 nm min⁻¹. Für die Optimierung der Schichteigenschaften wurden Zwischenschichten mit einer Leistung von 200 W bei einer DC-Spannung von 318 V und einer Stromstärke von 0,65 A hergestellt. Das Substrat wurde hierbei mit einer Vorspannung von -100 V gegenüber dem geerdeten Rezipienten beaufschlagt und der Argon- zu Stickstofffluss wurde im Verhältnis 60 sccm zu 10 sccm bei

einem Arbeitsgasdruck von 0,8 Pa gewählt. Mit diesen Parametern erhält man eine Schichtrate von etwa 15 nm min^{-1} .

Für die amorphen SiO_2 -Zwischenschichten wurde ein Target mit der chemischen Zusammensetzung SiO_2 und einem Durchmesser von 15,24 cm (6") verwendet. Da dieses Material elektrisch isolierend ist, wird das Target im HF-Modus betrieben. Für die Schichtabscheidung wurde ein reines Ar-Plasma benutzt. Die Leistung betrug 300 W bei einer Rückwärtsleistung von 0 W. Der Arbeitsgasdruck wurde auf 0,2 Pa eingestellt. Die Schichtrate liegt bei circa 30 nm min^{-1} .

Die hier angegebenen Schichtraten entsprechen Durchschnittswerten. Die genauen Raten wurden explizit vor jeder Versuchsreihe in Referenzbeschichtungen anhand der Schichtdicke ermittelt, die nach dem in Abschnitt 6.3.1 beschriebenen Prinzip bestimmt wurden. Die Parameter zur Schichtherstellung sind in Tabelle 6.1 zusammenfassend dargestellt. Für die Charakterisierung der Schichten hinsichtlich ihrer chemischen Zusammensetzung wurden $1 \mu\text{m}$ dicke Schichten des jeweiligen Materials mit denselben Prozessparametern auf Si-Substraten abgeschieden.

Tabelle 6.1.: Übersicht zu den Prozessparametern bei der Schichtherstellung.

Target:	$\text{Fe}_{37}\text{Co}_{46}\text{Hf}_{17}$	$\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$	$(\text{Ti}_{40}\text{Al}_{60})_{50}\text{N}_{50}$	SiO_2
\varnothing in cm	15,24 (6")	15,24 (6")	15,24 (6")	15,24 (6")
P in W	253 (HF)	700 (DC)	300 (DC) 200 (DC)	300 (HF)
U in V	-76 (Selfbias)	-462	-392 -318	
I in A		1,51	0,78 0,65	
U_{Bias} in V			0 -100	
Ar/ N_2 in sccm	100:3	100:3	100:3 60:10	100:0
p in Pa	0,2	0,2	0,2 0,8	0,2
Rate in $\frac{\text{nm}}{\text{min}}$	25	55	63 15	30

6.2.1. Wärmenachbehandlung

Nach der Schichtdeposition wurden die Proben bei einer Temperatur von 400 °C in einem statischen homogenen Magnetfeld mit einer magnetischen Flussdichte von 50 mT im Vakuum für eine Stunde wärmebehandelt. Die Wärmenachbehandlung, wie sie in Abbildung 6.3 schematisch dargestellt ist, wird zur Einprägung einer uniaxialen Anisotropie in der Schichtebene des magnetischen Materials angewendet. Dazu wurde ein speziell dafür konzipierter Magnetfeldofen der Firma CREATEC verwendet. Der Ofen besteht aus zwei voneinander unabhängigen Vakuumkammern, die über eine Schleuse miteinander verbunden sind. Eine der Kammern wird zum Be- und Entladen verwendet. Die andere ist die Heizkammer. Die Heizkammer befindet sich zwischen den beiden Polen eines Elektromagneten, so dass im Inneren der Kammer ein statisches, nahezu homogenes Magnetfeld erzeugt werden kann. Der Elektromagnet ist von der Firma STS und besteht aus einer Spule mit einem hufeisenförmigen magnetischen Kern. Im Inneren der Heizkammer sind zwölf Halogenlampen angebracht, die die Proben über ihre Wärmestrahlung aufheizen. Die Temperatur wird über die Leistung der Lampen mit einem Heizregler vom Typ EURO THERM und einem Pyrometer der Firma MAURER geregelt.

Für die Wärmenachbehandlung können bis zu sechs Proben (4,9 mm × 4,9 mm

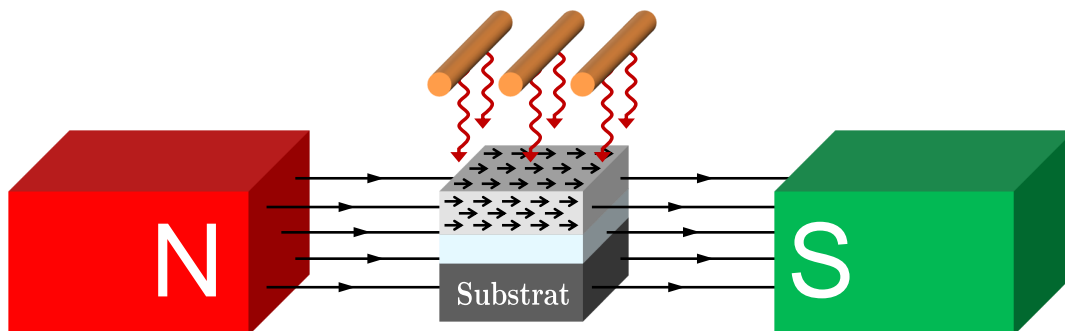


Abbildung 6.3.: Schema der Wärmenachbehandlung in einem statischen homogenen Magnetfeld. Die Probe wird in der Mitte zwischen den beiden Polen eines Elektromagneten positioniert und durch die Wärmestrahlung von zwölf Halogenlampen geheizt. Die Probe sowie die Heizelemente befinden sich im Inneren einer Vakuumkammer.

$\times 0,4 \text{ mm}$) auf einem Titan-Wafer positioniert und in die Ladekammer eingebaut werden. Nach der Beladung evakuiert man die Kammer mit einer Vor- und Turbopumpe, bis man einen Druck $< 10^{-4} \text{ Pa}$ erreicht hat. Die Proben werden daraufhin mittig zwischen den beiden Polen des Elektromagneten positioniert und die Heizkammer wird auf einen Restgasdruck $< 10^{-5} \text{ Pa}$ evakuiert. An der Spule stellt man den Strom auf 15 A ein, so dass die magnetische Flussdichte 50 mT im Bereich der Proben beträgt, was ausreichend hoch ist, um die magnetische Schicht in Sättigung zu bringen. Dadurch kann eine definierte uniaxiale Anisotropie eingeprägt werden. Nach dem Einschalten des Magnetfelds werden die Halogenlampen zum Aufheizen der Proben eingeschaltet. Nach einer Aufwärmphase von etwa $3 \text{ min } 45 \text{ s}$ erreicht man eine Probentemperatur von $400 \text{ }^\circ\text{C}$. Die Proben wurden dann für eine Stunde im Magnetfeld wärmebehandelt. Zur Stabilisierung des metastabilen Zustands lässt man die Proben im Anschluss an die Wärmebehandlung solange in der Vakuumkammer im Magnetfeld, bis diese auf Raumtemperatur abgekühlt sind. Nach dem Abkühlen wird das Magnetfeld abgeschaltet und die Proben werden mit dem Transferstab über die Schleuse in die Ladekammer zum Ausbau transportiert.

6.3. Charakterisierung des Schichtaufbaus

6.3.1. Bestimmung der Schichtdicke

Abbildung 6.4 zeigt ein Schema zur Bestimmung der Schichtdicke mittels taktiler Oberflächenprofilometrie. Zur Bestimmung des Höhenprofils wurde ein Profilometer vom Typ TENCOR-P10 der Firma KLA TENCOR verwendet. Um die Dicke der abgeschiedenen Schicht ermitteln zu können, muss ein Teil der zu beschichtenden Oberfläche vor der Schichtabscheidung abgedeckt werden. Dazu wurde ein Streifen Polyimid-Klebeband auf die Substratoberfläche aufgeklebt. Nach der Beschichtung wurde der Klebestreifen entfernt, so dass der Höhenunterschied zwischen der Schicht- und Substratoberfläche mit dem Profilometer gemessen werden konnte. Dazu wird eine kleine Diamantnadel, die im mechanischen Kontakt mit der Oberfläche steht, mit einer geringen Last über die Schicht und den nicht beschichteten Teil des Substrates gefahren, ohne die Oberfläche zu zerstören. Aus dem dabei aufgenommenen Höhenprofil ergibt sich der Abstand h zwischen der Schichtoberfläche und der Substratoberfläche. Für die tatsächliche Schichtdicke muss beachtet werden, dass durch den Plasmaätzprozess, der zur Reinigung der

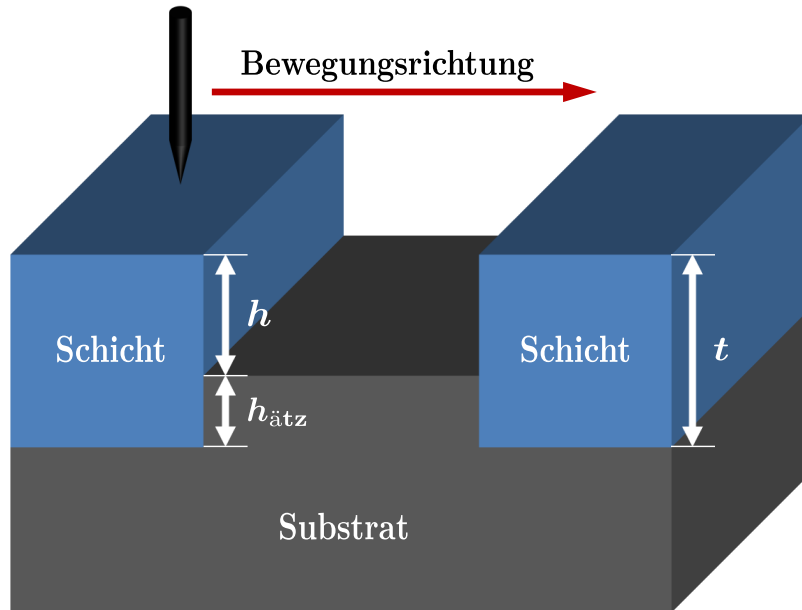


Abbildung 6.4.: Schema zur Bestimmung der Schichtdicke mit taktiler Oberflächenprofilometrie. Die kleine Diamantnadel wird im mechanischen Kontakt mit der Oberfläche über die Probe gefahren. Die vertikale Auslenkung der Messspitze ergibt das Höhenprofil.

Oberfläche vor der Beschichtung durchgeführt wurde, Substratmaterial an den nichtabgedeckten Stellen abgetragen wurde. Der dadurch entstehende Höhenunterschied $h_{\text{ätz}}$ zwischen der Substratoberfläche und dem Ätzgraben muss für die Gesamtschichtdicke berücksichtigt werden. Die Schichtdicke t bestimmt sich aus der Summe von h und $h_{\text{ätz}}$

$$t = h + h_{\text{ätz}}. \quad (6.1)$$

Die Tiefe des Ätzgrabens $h_{\text{ätz}}$ ergibt sich aus der Ätzdauer und der entsprechenden Ätzrate, die in einem Vorversuch mit dem analogen Prinzip für das Substratmaterial ermittelt wurde. Für ein Si-Substrat mit einer $1 \mu\text{m}$ dicken thermischen Oxidschicht ergibt sich eine Ätzrate von etwa $6,89 \text{ nm min}^{-1}$ (siehe 6.2). Für die Bestimmung der Schichtdicke wurde ein Mittelwert für h aus fünf verschiedenen Messpositionen an der jeweils linken und rechten Stufe gebildet.

6.3.2. Auger-Elektronenspektroskopie

Die Auger-Elektronenspektroskopie (AES) (engl.: **A**uger **E**lectron **S**pectroscopy (AES)) ist eine Methode, die zur Untersuchung der chemischen Zusammensetzung einer Materialoberfläche eingesetzt wird. Die Analysemethode basiert auf dem Auger-Effekt, der in Abbildung 6.5 schematisch dargestellt ist. Die Probenoberfläche wird hierzu mit einem Elektronenstrahl beschossen. Durch die externe Anregung wird ein kernnahes Elektron im Atom zum Beispiel in einer inneren Schale, wie der K-Schale, des Atoms herausgeschlagen, wodurch das Atom ionisiert wird. Ein Elektron aus der energetisch höher liegenden L-Schale möchte den energetisch

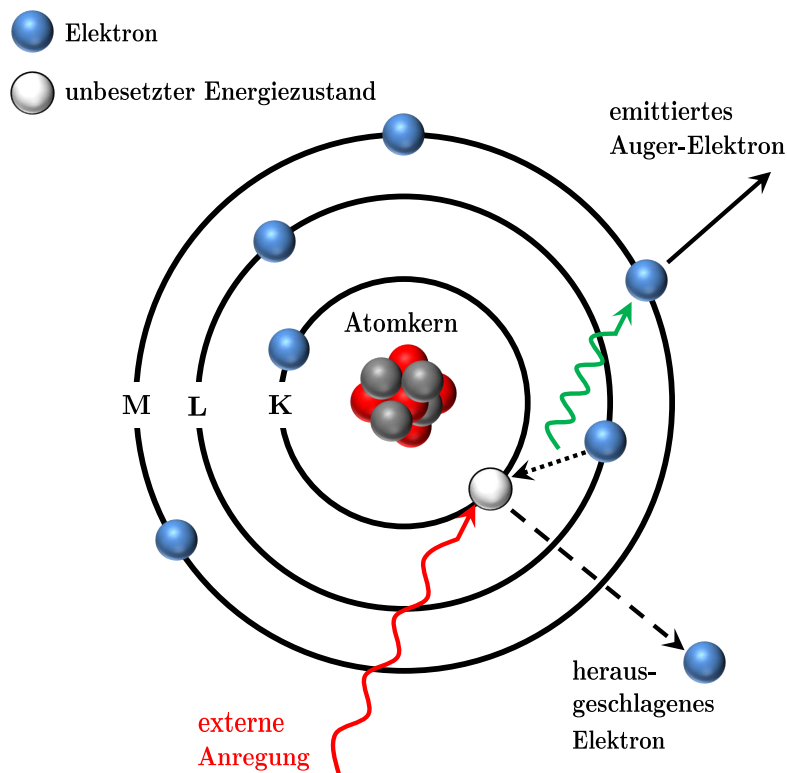


Abbildung 6.5.: Schalenmodell zur Auger-Elektronenemission. Durch die externe Anregung wird ein Elektron aus der K-Schale herausgelöst. Der entstehende freie Energiezustand wird von einem Elektron aus der energetisch höher liegenden L-Schale besetzt. Die dabei frei werdende Energie wird auf ein Elektron in der äußeren Schale übertragen, das mit einer definierten kinetischen Energie als Augerelektron emittiert wird. (nach [313])

günstigeren Energiezustand besetzen. Die beim Übergang des Elektrons von der L- zu K-Schale frei werdende Energie kann auf ein Elektron in der äußeren M-Schale desselben Atoms übertragen werden, wodurch dieses als Auger-Elektron mit einer bestimmten, genau definierten kinetischen Energie emittiert wird. Die kinetische Energie der bei diesem Prozess frei werdenden Elektronen ist charakteristisch für das jeweilige chemische Element, da die Bindungsenergien der Elektronen in den verschiedenen Schalen von der Ordnungszahl abhängig sind. Die chemische Zusammensetzung lässt sich demnach durch die Detektion des Energiespektrums der emittierten Elektronen bestimmen. Die Austrittstiefe der Auger-Elektronen beschränkt sich aufgrund ihrer geringen kinetischen Energie auf wenige Atomlagen, weshalb die Auger-Elektronenspektroskopie ein sehr oberflächenspezifisches Analyseverfahren ist. Man erreicht eine Tiefenauflösung von etwa 1 nm bis 2 nm. Um Informationen über die chemische Zusammensetzung einer dünnen Schicht zu erhalten, kann zusätzlich während des Messprozesses mithilfe eines Ar-Ionenstrahls Material von der Oberfläche abgetragen werden. Man erhält dadurch in Abhängigkeit der Abtragszeit ein Tiefenprofil der Elementkonzentrationen.

Für die Augerelektronenspektroskopie wurde ein Gerät vom Typ PHI 680 AUGER NANOPROBE der Firma PHYSICAL ELECTRONICS verwendet. Der Ausgangsdruck in der Messkammer beträgt etwa $4 \cdot 10^{-8}$ Pa. Zur Erzeugung des Elektronenstrahls wird eine Beschleunigungsspannung von 10 keV angelegt. Der Strom beträgt 20 nA. Für die Erstellung des Tiefenprofils wurde der Ar-Ionenstrahl im Winkel von 45° auf die Probenoberfläche gerichtet. Der Kammerdruck steigt dabei um eine Zehnerpotenz auf $4 \cdot 10^{-7}$ Pa an. Die Beschleunigungsspannung der Ar-Ionen beträgt 2 keV und der Ar-Ionenstrom beträgt 500 nA. Zur Erstellung des Tiefenprofils wurde eine Fläche von $1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ abgetragen. Die Abtragsrate ist im Allgemeinen materialspezifisch und wurde nur für das Material SiO_2 bestimmt. Die Abtragsrate beträgt in etwa 7 nm min^{-1} . Die Tiefenprofile der Elementkonzentrationen wurden deshalb in Abhängigkeit der Abtragszeit dargestellt.

6.3.3. Elektronenstrahlmikroanalyse

Die Elektronenstrahlmikroanalyse (ESMA) (engl.: **E**lectron **P**robe **M**icro **A**nalysis (EPMA)) ist eine Messmethode, die zur quantitativen Bestimmung der elementaren Zusammensetzung eines Festkörperoberflächenvolumens genutzt werden kann.

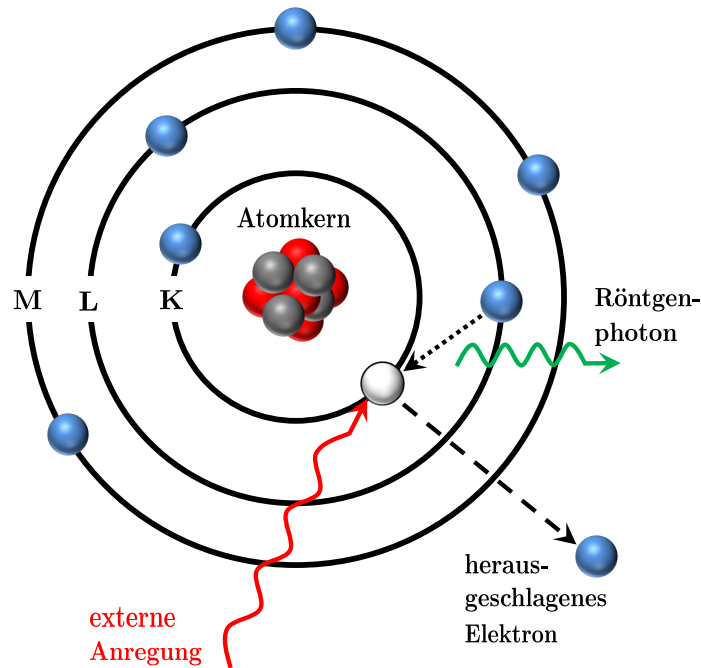


Abbildung 6.6.: Schematische Darstellung zur Erzeugung von charakteristischer Röntgenstrahlung. Durch die externe Anregung wird ein Elektron aus der K-Schale herausgelöst. Der dadurch entstehende freie Energiezustand wird von einem Elektron aus der energetisch höher liegenden L-Schale besetzt. Die dabei frei werdende Energie wird in Form von einem Röntgenphoton abgegeben. (nach [313])

Im Gegensatz zur AES werden bei diesem Verfahren jedoch keine Elektronen detektiert, sondern es wird die durch die Anregung der Atome mit einem Elektronenstrahl entstehende charakteristische Röntgenstrahlung wellenlängendispersiv analysiert. Analog zur AES wird die zu untersuchende Probenoberfläche mit einem Elektronenstrahl angeregt, wodurch die Atome im Festkörperverbund teilweise ionisiert werden. Die dadurch entstehenden Leerstellen können von Elektronen in höher liegenden Energieniveaus besetzt werden. Die dabei frei werdende Energie wird in Form von charakteristischer Röntgenstrahlung emittiert. Zum Beispiel zeigt Abbildung 6.6 den Übergang eines Elektrons von der L- auf die K-Schale unter Aussendung eines Röntgenphotons. Es entsteht dadurch ein elementspezifisches

Linienpektrum, das durch Beugung an einem Einkristall wellenlängenselektiv detektiert werden kann. Zur quantitativen Bestimmung der Elementkonzentration wird die gemessene Intensität der charakteristischen Röntgenstrahlung mit der einer Standardprobe bekannter Zusammensetzung verglichen. Die Informationstiefe liegt bei etwa $1\ \mu\text{m}$ und ist deutlich größer als bei der Augerelektronenspektroskopie. Zur Ermittlung der elementaren Zusammensetzung der in dieser Arbeit hergestellten Schichten wurde eine Elektronenstrahlmikrosonde vom Typ CAMEBAX MICROBEAM der Firma CAMECA verwendet. Die kinetische Energie der Elektronen beträgt $10\ \text{keV}$.

6.3.4. Röntgendiffraktometrie

Die Röntgendiffraktometrie (XRD) (engl.: **X-Ray Diffraction** (XRD)) ist eine Methode, die zur Untersuchung des Kristalls und der Phasenanalyse von Materialien benutzt wird. Diese Messmethode basiert auf der Beugung von charakteristischer Röntgenstrahlung an den periodisch angeordneten Atomen in Kristallen. Als einfaches Modell zur Erklärung der Röntgenbeugung in einem Kristall dient die von W. L. Bragg aufgestellte Bragg-Bedingung. Hierbei wird angenommen, dass die auf einen Kristall einfallende Röntgenstrahlung an den parallelen Netzebenen teilweise gebeugt wird. Analog zu einem Beugungsgitter interferieren, die an den parallelen Netzebenen gebeugten Strahlen konstruktiv genau dann, wenn der Wegunterschied zweier benachbarter Teilstrahlen ein ganzzahliges Vielfaches n der Wellenlänge λ der Röntgenstrahlung entspricht. Der Wegunterschied lässt sich unter der Bedingung Einfallswinkel gleich Reflexionswinkel zu $2 \cdot d_{\text{hkl}} \cdot \sin \theta$ bestimmen, wie es aus Abbildung 6.7 abgeleitet werden kann. Daraus ergibt sich die Bragg-Bedingung zu

$$2 \cdot d_{\text{hkl}} \sin \theta = n\lambda, \quad (6.2)$$

wobei d_{hkl} für den Abstand zwischen zwei benachbarten, parallelen Netzebenen steht und θ der Winkel zwischen Einfallrichtung und Netzebene ist. Aus dieser Bedingung ergibt sich ein Zusammenhang aus dem im Experiment bestimmten Beugungswinkel und dem Netzebenenabstand. Die Lage der Netzebenen ist durch die Millerschen Indizes (hkl) definiert. Für die kubischen Kristallsysteme kann die Gitterkonstante a der Elementarzelle aus dem Netzebenenabstand d_{hkl} wie folgt

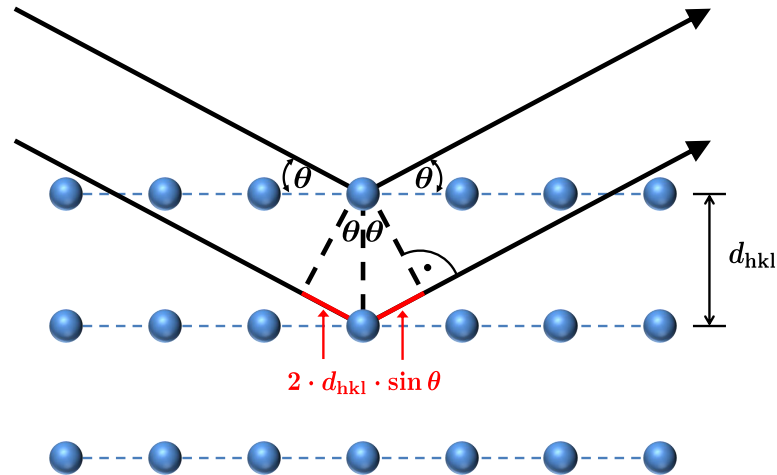


Abbildung 6.7.: Schema zur Herleitung der Bragg-Gleichung. Die Röntgenstrahlung wird an den parallelen Netzebenen teilweise reflektiert. Der Wegunterschied zwischen zwei Teilstrahlen, die an aufeinander folgenden, parallelen Netzebenen reflektiert werden, beträgt $2 \cdot d_{\text{hkl}} \cdot \sin \theta$. Entspricht dieser Wegunterschied ein ganzzahliges Vielfaches der Wellenlänge der Röntgenstrahlung, kommt es zu konstruktiver Interferenz (Bragg-Bedingung). (nach [14])

berechnet werden

$$d_{\text{hkl}} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}. \quad (6.3)$$

Die Röntgendiffraktogramme wurden mit einem Röntgendiffraktometer vom TYP PADII der Firma SEIFERT in Bragg-Brentano-Geometrie bestimmt. Zur Erzeugung der Röntgenstrahlung wird eine Röntgenröhre mit einer Kupferanode verwendet. Die Beschleunigungsspannung der Elektronen beträgt 40 kV und der Anodenstrom entspricht 30 mA. Die charakteristische Cu-K $_{\alpha 1}$ -Strahlung hat eine Wellenlänge von 0,154 06 nm. Als Detektor ist das Diffraktometer mit einem Vielkanal-Halbleiterdetektor (METEOR 1D) ausgestattet. Die Diffraktogramme wurden in einem Winkelbereich von 20° bis 90° aufgenommen. Zu beachten ist, dass die Intensität in Abhängigkeit des doppelten Beugungswinkel gemessen wird ($\theta - 2\theta$ Konfiguration). Die Identifikation der verschiedenen Röntgenreflexe wurde mithilfe der Referenzdatenbank Röntgenpulverdiffraktometrie Dateien (PDF) (engl.: Powder-Diffraction-Files (PDF) des INTERNATIONAL CENTRE FOR DIFFRACTION DATA durchgeführt.

6.3.5. Rasterelektronenmikroskopie

Zur Charakterisierung der Oberflächen- und Bruchflächenmorphologie der hergestellten Schichten wurde die Rasterelektronenmikroskopie (REM) (engl: **Scanning Electron Microscopy (SEM)**) eingesetzt. Bei der Rasterelektronenmikroskopie wird ein fokussierter Elektronenstrahl zeilenweise über die Oberfläche der Probe geführt (gerastert). Bei der Wechselwirkung der Elektronen mit den oberflächennahen Atomen der Probe werden Sekundärelektronen (SE) (engl.: **Secondary Electrons (SE)**) emittiert, die mit einem Sekundärelektronendetektor erfasst und in Grauwerte zur Bilderzeugung umgerechnet werden. Neben den Sekundärelektronen können bei der Rasterelektronenmikroskopie die Rückstreuelektronen (BSE) (engl.: **Back Scattered Electrons (BSE)**) oder die charakteristische Röntgenstrahlung detektiert werden. Die Rückstreuelektronen können zur Bilderzeugung genutzt werden. Die charakteristische Röntgenstrahlung wird für die energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX) (engl.: **Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDX)**) eingesetzt. Die REM-Bilder in dieser Arbeit wurden mit Sekundärelektronen erzeugt. Der Vorteil der Sekundärelektronen gegenüber den Rückstreuelektronen ist, dass die Sekundärelektronen aufgrund ihrer geringen Energie nur in einem sehr kleinen Volumen nahe der Oberfläche aus dem Material austreten können, wodurch eine sehr hohe Ortsauflösung erreicht wird. Die Abbildung mit den zurückgestreuten Elektronen hat den Vorteil, dass man eine Verteilung der Elemente anhand des Kontrastbildes erhält. Der Materialkontrast entsteht dadurch, dass Elemente mit einer hohen Ordnungszahl eine starke Rückstreuung erzeugen, was zu einer hohen Intensität und folglich zu hellen Bildbereichen führt. Leichte Elemente erscheinen demnach dunkler. Bei beiden Abbildungsmethoden ist jedoch zu beachten, dass die Oberflächentopographie einen wesentlichen Einfluss auf den Bildkontrast hat. So erscheinen Flächen, die zum Detektor geneigt sind, heller. Des Weiteren beeinflussen Kanten- und Abschattungseffekte den Kontrast. Bei der Abbildung von isolierenden Materialien entstehen Aufladungseffekte, die dazu führen, dass nur sehr wenige Sekundärelektronen emittiert werden. Isolatoren lassen sich nur sehr bedingt mit dem Rasterelektronenmikroskop abbilden. Als Abhilfe kann man die Oberfläche mit einer dünnen Edelmetallschicht zum Beispiel mit Gold oder mit einer elektrisch leitfähigen amorphen Kohlenstoffschicht überziehen.

Für die Erstellung der REM-Bilder wurde ein Rasterelektronenmikroskop des Typs

XL 30 SEM der Firma PHILIPS und des Typs JSM-840 der Firma JOEL verwendet. Zur Untersuchung der Schichtoberfläche und dem Schichtquerschnitt wurde die Bruchfläche der Proben unter einem Neigungswinkel von 60° abgebildet. Die Bilder wurden bei 15 000-facher Vergrößerung mit einer Beschleunigungsspannung von 15 kV aufgenommen.

6.3.6. Transmissionselektronenmikroskopie

Für eine hochauflösende Abbildung der abgeschiedenen Schichten wurde die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) (engl.: **T**ransmission **E**lectron **M**icroscopy (TEM)) verwendet. Im Gegensatz zu dem Rasterelektronenmikroskop werden bei dem Transmissionselektronenmikroskop nicht die Rückstreuelektronen oder Sekundärelektronen zur Bilderzeugung benutzt, sondern die Proben werden mit hochenergetischen Elektronen durchstrahlt. Die Abbildung mit einem TEM lässt sich im Wesentlichen in die Bereiche Strahlerzeugung, Strahlformung, Bilderzeugung, Nachvergrößerung und Detektion einteilen. Die Elektronen werden durch eine thermische Kathode oder einer Feldemissionskathode erzeugt und mit einem Anodensystem auf Energien von etwa 200 keV bis 400 keV beschleunigt. Die Strahlformung und Fokussierung erfolgt mit elektromagnetischen Linsen. Der gesamte elektrooptische Aufbau befindet sich im Hochvakuum, um Streuprozesse der Elektronen mit Gasmolekülen zu vermeiden. Das theoretische Auflösungsvermögen aufgrund der hohen Energie der Elektronen liegt im pm Bereich. Tatsächlich erreicht man aber aufgrund von Linsenfehler eine Auflösung im Subnanometerbereich. Der Elektronenstrahl wird so geformt und fokussiert, dass die Elektronen des Strahls parallel auf das zu untersuchende Objekt auftreffen. Die auftreffenden Elektronen wechselwirken mit der Probe und werden gestreut, gebeugt oder absorbiert. Aus dem entstehenden Beugungsbild, können mit einer Blende bestimmte Beugungsintensitäten selektiert werden, die zur Bildgebung beitragen oder ausgeschlossen werden. Bei der Hellfeldabbildung wird der transmittierte Zentralstrahl zur Bildgebung verwendet. Bei der Dunkelfeldabbildung gelangt der Zentralstrahl hingegen nicht durch die Blende. Nach dem Probendurchgang werden die Strahlen für die Bildgebung elektrooptisch aufbereitet. Die dadurch entstehende Abbildung wird im Strahlverlauf weiter vergrößert, bis die Elektronen schließlich auf den Detektor treffen. Um die Abbildung sichtbar zu machen, werden entweder ein fluoreszierender Schirm eingesetzt oder die Elektronen werden mit einem Szintillator

in Licht umgewandelt, das man mit einer CCD-Kamera aufnehmen kann oder man verwendet Halbleiterdetektoren, die eine direkte Abbildung ermöglichen. Das Transmissionselektronenmikroskop kann neben der Bilderzeugung auch im Beugungsmodus betrieben werden. Im Beugungsmodus können Beugungsbilder von ausgewählten Bereichen der Probe erstellt werden. Anhand des Beugungsmusters kann der Netzebenenabstand d_{hkl} berechnet werden

$$d_{\text{hkl}} = \frac{\lambda L_K}{r_b}, \quad (6.4)$$

wobei λ die Wellenlänge der Elektronen, L_K die Kameralänge und r_b der Radius des Beugungsrings bezeichnen.

Damit die Elektronen bei der Transmissionselektronenmikroskopie durch das zu untersuchende Objekt transmittieren können, muss das Objekt hinreichend dünn sein. Dies erfordert eine aufwendige und hochpräzise Probenpräparation. Idealerweise sollten die Schichten eine Dicke von 20 nm bis 100 nm aufweisen. Die Schichten wurden auf Hartmetallsubstrate (WC-Co) der Geometrie 5 mm × 5 mm × 0,38 mm abgeschieden. Bei der TEM-Präparation wird das beschichtete Substrat zunächst in zwei Teile getrennt. Die beiden Bruchstücke werden mit der Schichtoberfläche zueinander zusammengeklebt und im Querschnitt zu einer dünnen Scheibe gesägt. Diese Probe wird durch Schleifen auf circa 100 µm ausgedünnt und in der Probenmitte beidseitig Mulden erzeugt, so dass die Probe in der Mitte nur noch etwa 10 µm dick ist. In der Probenmitte wird anschließend ein Loch mithilfe eines Ionenstrahls erzeugt. Am Ende wird die Probe plasmageätzt. Am Rand des Lochs ist die Probe dann sehr dünn und kann mit den Elektronen durchstrahlt werden.

Die Bildaufnahmen wurden mit einem Transmissionselektronenmikroskop vom Typ FEI TECNAI 20 FEG bei einer Beschleunigungsspannung von 200 kV durchgeführt.

6.3.7. Rasterkraftmikroskopie

Zur Abbildung der Oberflächentopographie wurde ein Rasterkraftmikroskop (AFM) (engl.: **A**tomic **F**orce **M**icroscope (AFM)) im Tapping-Mode verwendet. Das Mess-

prinzip der Rasterkraftmikroskopie beruht auf den attraktiven oder repulsiven Kräften, die zwischen einer sehr kleinen Spitze, die am Ende einer Blattfeder (Cantilever) angebracht ist, und den Oberflächenatome der Probe entstehen. Diese Kräfte können detektiert werden. Dazu wird die Messspitze zeilenweise in einem sehr geringen Abstand zur Oberfläche über die Probe bewegt. In Abhängigkeit der Wechselwirkung zwischen der Messspitze und den Oberflächenatomen wird die Messspitze stärker oder schwächer ausgelenkt, was zu einer Verbiegung des Cantilevers führt. Zur Detektion der Verbiegung wird ein Laserstrahl auf die Rückseite des Cantilevers fokussiert, so dass der reflektierte Strahl auf eine positionsempfindliche Photodiode abgelenkt wird. Die Änderung des Reflexionssignals in Abhängigkeit der Verbiegung wird zur Regelung der Höhengauslenkung der Spitze über der Probe genutzt. Anhand des Regelsignals kann das Höhenprofil der Oberfläche rekonstruiert werden. Eine Ausnahme ist der Kontakt-Modus im constant height mode. In diesem Modus wird keine Regelung bei der Höhengauslenkung durchgeführt. Das Höhenprofil wird anhand der Verbiegung des Cantilevers bestimmt.

Bei der Bestimmung des Höhenprofils mit einem AFM wird zwischen drei verschiedenen Kraftmessmethoden unterschieden. Die einfachste und direkteste Methode zur Bestimmung der Kraft ist der Kontakt-Modus (engl.: contact mode). Hierbei wird die Messspitze im direkten mechanischen Kontakt über die Oberfläche gerastert, entweder mit konstanter Höhe (engl.: constant height mode) oder einer konstanten Kraft (engl.: constant force mode). Beim Abfahren der Probe mit einer konstanten Höhe wird ausschließlich die Verbiegung des Cantilevers in Abhängigkeit der wirkenden Kräfte gemessen. Im konstanten Kraft Modus wird mithilfe eines Piezostellelements der Abstand zwischen Messspitze und Oberfläche geregelt, so dass die Kraft konstant bleibt. Als weitere Möglichkeiten können beim AFM die beiden dynamischen Modi, der Nicht-Kontakt Modus (engl.: non-contact mode) oder der intermittierende Modus (Tapping-Mode) (engl.: intermittent contact mode oder tapping mode) verwendet werden. Bei den beiden dynamischen Modi wird der Cantilever mit einem zusätzlichen Piezoelement zu mechanischen Schwingungen nahe oder bei seiner Resonanzfrequenz angeregt, während die Spitze des Cantilevers über die Oberfläche geführt wird. Beim Nicht-Kontakt-Modus oszilliert der Cantilever mit einer so geringen Amplitude, dass die Oberfläche nicht berührt wird. Als Regelgröße bei diesem Verfahren wird die Frequenzverschiebung

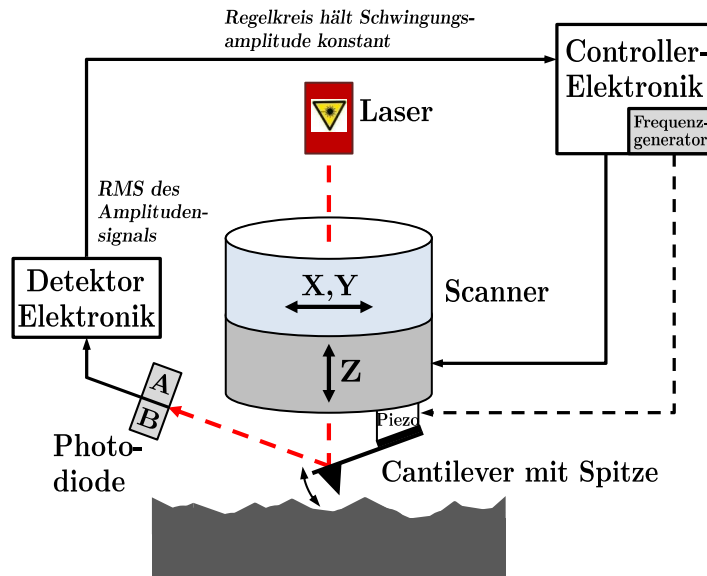


Abbildung 6.8.: Schematischer Aufbau und Funktionsprinzip eines Rasterkraftmikroskops im Tapping-Mode. (nach [314]).

der Resonanzfrequenz, die sich in Abhängigkeit zu den auftretenden Kräften ändert, genutzt. Beim Tapping-Mode berührt die Spitze bei jeder Schwingung die Probenoberfläche, die dabei auftretenden Wechselwirkungskräfte reduzieren die Oszillationsamplitude des Cantilevers. Als Regelsignal für die Höhenauslenkung wird die Schwingungsamplitude auf einem bestimmten Sollwert gehalten, um eine konstante Kraftwirkung zwischen Spitze und Probenoberfläche zu erhalten. Der schematische Aufbau eines solchen AFMs im Tapping-Mode ist in Abbildung 6.8 dargestellt.

Die AFM-Bilder in dieser Arbeit wurden mit einem Rasterkraftmikroskop der Firma VEECO vom Typ DIMENSION 3100 im Tapping-Mode angefertigt. Untersucht wurde jeweils ein lateraler Bereich mit den Abmaßen $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$ (512×512 Datenpunkte). Zur Auswertung der AFM-Bilder wurde das Programm GWYDDION 2.48 verwendet. Für die Charakterisierung der Oberflächentopographie wurden die mittlere Rauheit R_a , die quadratische Rauheit R_q und ein Mittelwert für die Rautiefe R_t bestimmt. Zur Bestimmung von R_t wurden anhand der Definition der Rautiefe (Differenz aus dem maximalen und minimalen Wert des Höhenprofils

entlang der gemessenen Gesamtstrecke) 19 vertikale und 19 horizontale äquidistante Linien im AFM-Bild ausgewertet. Die daraus bestimmten R_t -Werte wurden gemittelt.

6.3.8. Bestimmung des spezifischen elektrischen Widerstands

Der spezifische elektrische Widerstand von dünnen Schichten kann mit der Vierpunkt-Messmethode bestimmt werden. Abbildung 6.9 zeigt schematisch den Versuchsaufbau dieser Methode. Zur Bestimmung des spezifischen elektrischen Widerstands werden vier in einer Reihe angeordnete Messspitzen zentriert entlang der Flächendiagonalen auf der Schichtoberfläche aufgesetzt. Der Abstand zwischen den einzelnen Spitzen beträgt 3 mm. An den beiden äußeren Messspitzen wird ein Strom I mit einer Stromquelle vom Typ KEITHLEY 238 angelegt. Zwischen den beiden mittleren Spitzen wird die Spannung U mit einem Multimeter vom Typ HEWLETT PACKARD 34401A abgegriffen. Der spezifische elektrische Widerstand ergibt sich durch folgenden Zusammenhang [315]

$$\rho_{\text{ek}} = kt \frac{U}{I}, \quad (6.5)$$

wobei t die Schichtdicke und k einen geometrischen Korrekturfaktor bezeichnen. Der Korrekturfaktor ist im Allgemeinen von den Abmessungen der Probe, vom

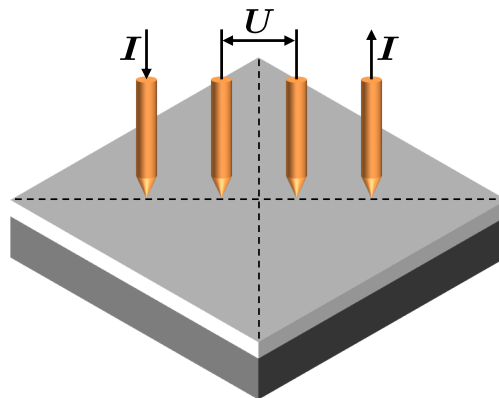


Abbildung 6.9.: Schema zur Bestimmung des spezifischen elektrischen Widerstandes an einer dünnen Schicht. Die elektrisch leitende Schicht ist auf einem quadratischen isolierenden Substrat abgeschieden. (nach [33]).

Spitzenabstand und von der Position der Messspitzen auf der Schichtoberfläche abhängig [315]. Für eine unendlich ausgedehnte Probe beträgt der Faktor $k = \pi / \ln 2 = 4,5324$ [315]. Für eine quadratische Probe mit den lateralen Abmessung von $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ und einer zentrierten diagonalen Anordnung der Messspitzen beträgt dieser Faktor $k = 2,4562$ [315].

Für die Bestimmung des spezifischen elektrischen Widerstands wurden die verschiedenen elektrisch leitenden Schichten der Stoffsysteme Fe-Co-Hf-N, Ti-N, Ti-Al-N, separat auf elektrisch isolierenden Si-Substraten mit einer $1 \mu\text{m}$ dicken thermischen Oxidschicht und der Geometrie $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times 0,38 \text{ mm}$ abgeschieden. Es wurden sowohl Proben mit einer Schichtdicke von $1 \mu\text{m}$ wie auch $3 \mu\text{m}$ untersucht. Die Messungen erfolgte bei verschiedenen Stromstärken von 1 mA , 10 mA und 100 mA entlang beider Flächendiagonalen. Der spezifische elektrischen Widerstand ergibt sich aus Gleichung (6.5), wobei als Ergebnis ein Mittelwert gebildet wurde. Analog ergibt sich der spezifische elektrische Widerstand für das WC-Co-Substrat. Hierbei setzt man die Messspitzen direkt auf der Substratoberfläche auf und das Substrat befindet sich während der Messung auf einem isolierenden Untergrund.

Die Ermittlung des spezifischen elektrischen Widerstands der isolierenden SiO_2 Zwischenschicht erfolgte auf einem leitenden Substrat. Im Gegensatz zu den leitenden Materialien wurde der Widerstand mit einem Hochohmmeter vom Typ HIRESTA-UX gemessen.

6.4. Charakterisierung der magnetischen Eigenschaften

6.4.1. Statische magnetische Eigenschaften - VSM

Zur Quantifizierung der statischen magnetischen Eigenschaften der hergestellten Schichten wurde ein Vibrationsmagnetometer (VSM) (engl.: **V**ibrating **S**ample **M**agnetometer - **V**ibrating **S**ample **M**agnetometer (VSM)) verwendet, das in Abbildung 6.10 schematisch dargestellt ist. Ein Vibrationsmagnetometer wird dazu benutzt die magnetische Polarisierung der Probe in Abhängigkeit eines extern angelegten Magnetfelds zu bestimmen. Das Messprinzip beruht auf dem Prinzip

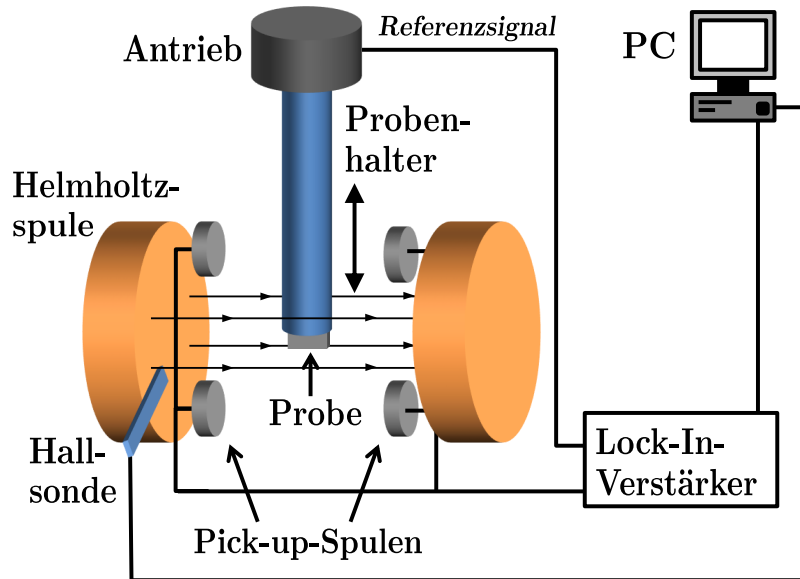


Abbildung 6.10.: Schematischer Aufbau eines Vibrationsmagnetometers, das zur Quantifizierung der statischen magnetischen Eigenschaften der hergestellten magnetischen Schichten verwendet wurde. Aufgrund der periodischen Bewegung der ferromagnetischen Probe im extern angelegten Magnetfeld wird eine Spannung in den Pick-Up-Spulen induziert, die proportional zu der Polarisierung der Probe ist. Durch Variation der Magnetfeldstärke kann man die Magnetisierungskurve der Probe bestimmen.

der magnetischen Induktion. Die Probe ist auf einem nichtmagnetisierbaren Probenhalter aufgeklebt und wird in einem homogenen Magnetfeld senkrecht zu den Magnetfeldlinien positioniert. Das Magnetfeld wird durch zwei Helmholtz-Spulen erzeugt. Der Probenhalter wird über einen Motor mit einem Antrieb der Firma WISSEL zu einer periodischen Resonanzschwingung mit einer Frequenz von etwa 400 Hz und einer Amplitude von circa 4 mm angeregt. Aufgrund der Bewegung der ferromagnetischen Probe im statischen extern angelegten Magnetfeld entsteht ein zeitlich sich ändernder magnetischer Fluss. Diese Flussänderung induziert in den Pick-up-Spulen eine Spannung, die direkt proportional zur Polarisierung der magnetischen Probe ist. Die entstehende schwache elektrische Wechselspannung wird mit einem Lock-In-Verstärker zur Verbesserung des Signal-Rausch-Verhältnisses verstärkt und mit einem Messprogramm erfasst. Um aus der Induktionsspannung die magnetische Polarisierung zu erhalten, ist eine Kalibrierung mit einer Standard-

probe mit bekannter magnetischer Polarisation erforderlich. In Abhängigkeit der Magnetfeldstärke, die durch die angelegte Stromstärke an den Helmholtz-Spulen gesteuert und mithilfe einer Hallsonde erfasst wird, kann so die Magnetisierungskurve (Hysteresekurve) integral über das gesamte magnetische Volumen der Probe gemessen werden.

Da in dieser Arbeit das Verhalten einer ferromagnetischen Schicht auf einem ferromagnetischen Hartmetallsubstrat (WC-Co) untersucht wird, kommt es bei der Charakterisierung der Schichteigenschaften mit dem VSM zu dem Problem, dass sowohl das Substrat wie auch die Schicht zum Messsignal beitragen. Um dieses Problem zu umgehen und eine Information über die Sättigungspolarisation J_S , die Koerzitivfeldstärke H_c und die uniaxiale Anisotropiefeldstärke H_u der Schicht zu bekommen, wurden vergleichbare ferromagnetische Schichten auf nicht-magnetischen Si-Substraten mit einer 1 μm dicken thermischen Oxidschicht abgeschieden. Zur Bestimmung der gesamten Magnetisierungskurve (Hysteresekurve) wurde das Magnetfeld im Bereich der magnetischen Flussdichte von etwa 60 mT bis -60 mT variiert. Für die Messung der Induktionsspannung wurde am Lock-In-Verstärker eine Mittelung über 3 s eingestellt. Zur Bestimmung der in die Schichtebene eingepprägten uniaxialen Anisotropie ist die Probe auf dem Halter so ausgerichtet, dass die Schichtebene parallel zu den Magnetfeldlinien verläuft und die leichte beziehungsweise schwere Magnetisierungsrichtung durch eine Drehung des Probenhalters um 90° um die vertikale Achse gemessen werden kann.

6.4.2. Statische magnetische Eigenschaften - MOKE

Eine Möglichkeit die statischen magnetischen Eigenschaften von sehr dünnen magnetischen Schichten zu untersuchen, bietet der magneto-optische Kerr-Effekt (MOKE) (engl.: **M**agneto-**O**ptic **K**err **E**ffect (MOKE)). Der von John Kerr 1876 entdeckte Effekt [316], beschreibt die Drehung der Polarisationsachse und Änderung des Polarisationszustandes von linear polarisiertem zu elliptisch polarisiertem Licht bei der Reflexion an der Oberfläche eines magnetisierten Materials. Die Änderungen der Polarisations-eigenschaften sind in erster Näherung proportional zur Magnetisierung der Probe [317]. Dies ermöglicht die Bestimmung der Magnetisierung der Probe anhand der optischen Eigenschaften.

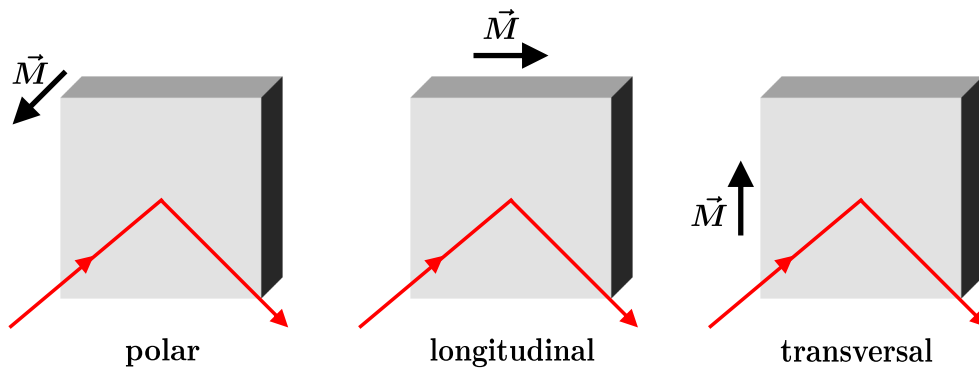


Abbildung 6.11.: Verschiedene Geometrien des magneto-optischen Kerr-Effekts. In Abhängigkeit der Magnetisierungsrichtung der Probe relativ zur Einfallsebene des Lichts unterscheidet man zwischen dem polaren, longitudinalen und transversalen magneto-optischen Kerr-Effekt. (nach [318])

In Abhängigkeit von der Richtung der Magnetisierung in Bezug auf die durch den einfallenden und reflektierten Lichtstrahl aufgespannte Ebene (optische Ebene) unterscheidet man zwischen drei verschiedenen Grundtypen des magnetisch-optischen Kerr-Effektes, die in Abbildung 6.11 dargestellt sind. Beim polaren MOKE steht die Magnetisierung \vec{M} senkrecht zur Probenoberfläche und liegt parallel zur optischen Ebene. In der longitudinalen Geometrie ist die Magnetisierung sowohl parallel zur Oberfläche der Probe als auch zur optischen Ebene. Bei der transversalen Geometrie ist die Magnetisierung ebenfalls parallel zur Oberfläche, steht aber senkrecht zur optischen Ebene. Die Besonderheit bei der transversalen Geometrie liegt darin, dass der magneto-optische Effekt nur eine Intensitätsänderung hervorruft, anstatt einer Kerr-Drehung und Elliptizität wie bei den beiden anderen Geometrien. Des Weiteren wird der Kerr-Effekt von der Polarisation des Lichts beeinflusst, das heißt die Stärke des Effektes hängt davon ab, ob man senkrecht (s-) oder parallel (p-) zur optischen Ebene polarisiertes Licht verwendet.

Phänomenologisch kann man den magneto-optischen Kerr Effekt durch die Definition des komplexen Kerr-Winkels Φ_K beschreiben [319]

$$\Phi_K = \theta_K + i\eta_K, \quad (6.6)$$

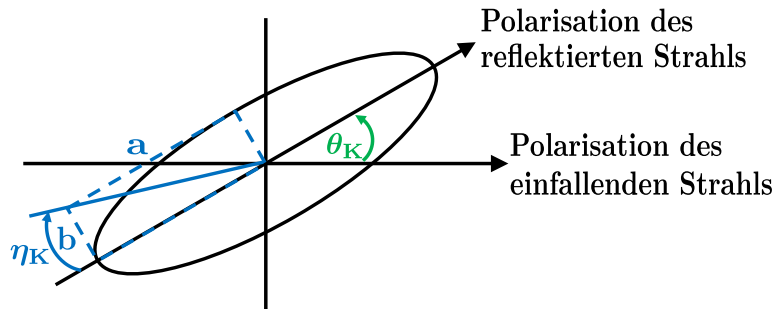


Abbildung 6.12.: Änderungen der Polarisations-eigenschaften eines Lichtstrahls bei der Reflexion an einem magnetisierten Material. Die Polarisationsachse des reflektierten Strahls wird um den Kerr-Winkel θ_K gegenüber der Polarisationsachse des einfallenden Lichts gedreht und der Polarisationszustand ändert sich von linear polarisiert zu elliptisch polarisiert. Die Elliptizität des reflektierten Strahls ist definiert durch η_K . [319]

mit

$$\eta_K = \arctan\left(\frac{a}{b}\right). \quad (6.7)$$

θ_K steht für die Drehung der Polarisationsachse (Kerr-Winkel) und η_K bezeichnet die Elliptizität des reflektierten Strahls. In Abbildung 6.12 ist die Änderung der Polarisations-eigenschaften eines Lichtstrahls bei der Reflexion an einem magnetisierten Material anschaulich dargestellt. Eine quantitative Beschreibung und Erklärung des MOKE-Effekts findet der interessierte Leser im Anhang in Abschnitt A.2.

Zur Bestimmung der statischen magnetischen Eigenschaften der in dieser Arbeit hergestellten ferromagnetischen Schichten auf einem ferromagnetischen Hartmetallsubstrat (WC-Co) wurde ein Aufbau mit dem transversalen magneto-optischen Kerr-Effekt benutzt. Der Versuchsaufbau ist schematisch in Abbildung 6.13 dargestellt. Als Lichtquelle ist ein Laser mit einer Wellenlänge von 633 nm und einer Leistung von 2 mW auf dem optischen Tisch installiert. Der Laserstrahl wird über zwei Spiegel auf die optische Achse, das heißt parallel zur Tischoberfläche, in Richtung der Probe umgelenkt. Zunächst trifft der Strahl auf einen Graukeil, der dazu dient die Intensität des Strahls zu regulieren. Danach durchläuft der Laserstrahl einen Polarisator, der das Laserlicht linear polarisiert. Mit dem

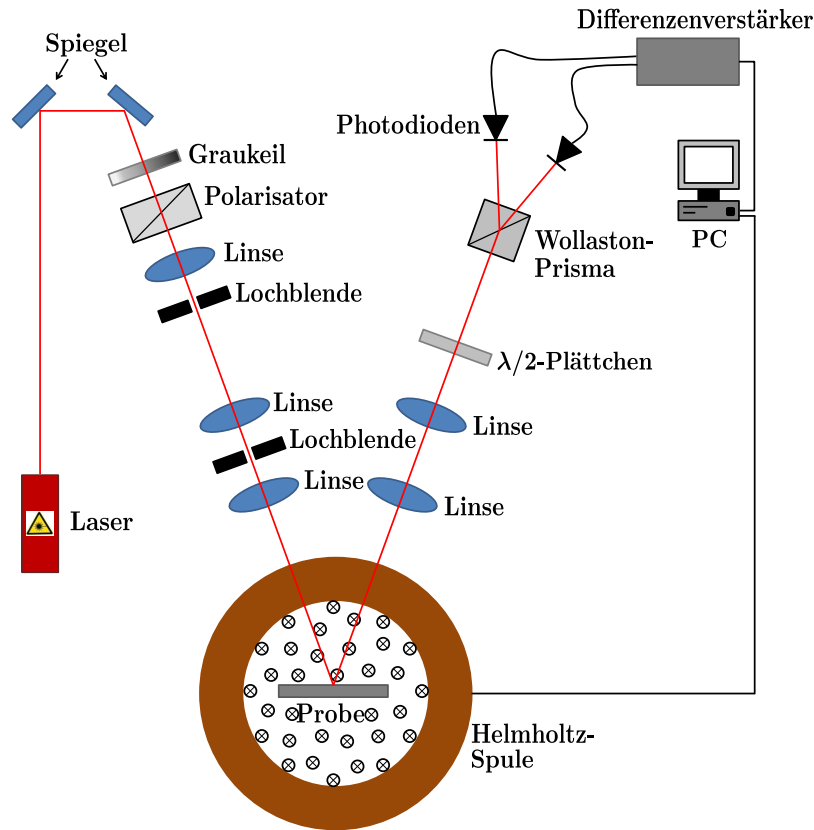


Abbildung 6.13.: Schematische Darstellung des Versuchsaufbau zur Bestimmung der statischen magnetischen Eigenschaften mithilfe des transversalen magneto-optischen Kerr-Effekts.

darauf folgenden Linsen-Blenden-System fokussiert man den Laserstrahl auf die Probenoberfläche. Die Probe befindet sich in der Mitte zwischen einem Helmholtz-Spulenpaar. Die Oberflächennormale der Probe liegt parallel zur optischen Ebene und das extern angelegte Magnetfeld steht senkrecht zur optischen Ebene, so dass die Magnetisierung der Probe parallel zur Probenoberfläche und senkrecht zur optischen Ebene steht. Der reflektierte Laserstrahl wird mit den beiden Linsen in die Ebene der beiden Photodioden fokussiert. Zur Detektion der Intensitätsänderung zwischen dem links- und rechtszirkular polarisiertem Lichtanteil, nach der Reflexion an der ferromagnetischen Schicht, muss der Strahl in Abhängigkeit seiner Polarisation geteilt werden. Dazu dreht ein $\lambda/2$ -Plättchen zunächst die Polarisation des Strahls. Der gedrehte Strahl wird durch das Wollaston-Prisma in die beiden Anteile unterschiedlicher Polarisation aufgeteilt, so dass die beiden

Teilstrahlen auf zwei getrennte Photodioden treffen. Das verstärkte Differenzsignal der an den beiden Photodioden erzeugten Spannung wird mit einem in LABVIEW erstellten Messprogramm erfasst. Um mit dieser Messapparatur die gesamte Magnetisierungskurve der ferromagnetischen Schicht aufnehmen zu können, stellt man zunächst ohne externes Magnetfeld die Polarisation des reflektierten Laserlichts ein, so dass das Differenzsignal möglichst verschwindet. Dazu wird am Polarisator die Polarisationsrichtung gegenüber dem $\lambda/2$ -Plättchen so verstellt, dass in den beiden Photodioden die gleiche Intensität gemessen wird. Wird die Probe nun durch das Anlegen eines externen Magnetfeldes magnetisiert, so entsteht durch den magneto-optischen Kerr-Effekt eine Differenzspannung, da sich die auf die beiden Photodioden ankommenden Intensitäten aufgrund des unterschiedlichen Absorptionsverhalten von links- und rechtszirkular polarisiertem Licht ändern. Die entstehende Differenzspannung wird schrittweise in Abhängigkeit des extern angelegten Magnetfeldes von 40 mT bis -40 mT und wieder zurück auf 40 mT gemessen. Da die gemessene Differenzspannung proportional zum Magnetisierungszustand der Schicht ist, ergibt sich daraus eine vollständige Hystereseurve. Zur Verbesserung des Signal-Rausch-Verhältnisses wurden insgesamt fünf Hystereseurven aufgenommen und gemittelt.

Der große Vorteil der hier vorgestellten Messmethode gegenüber dem VSM besteht darin, dass der MOKE eine sehr oberflächensensitive Methode ist. Die Eindringtiefe von Licht in ein Metall liegt im Bereich von wenigen bis 100 nm [320], wodurch es möglich ist, die statischen magnetischen Eigenschaften der Schicht unabhängig vom Substratmaterial zu bestimmen. Das heißt im Gegensatz zur integralen VSM-Methode enthält das Differenzsignal beim MOKE nur eine Information über den Magnetisierungszustand der Schicht und nicht vom gegebenenfalls magnetischen Substrat.

6.4.3. Dynamische magnetische Eigenschaften

Zur Untersuchung der dynamischen magnetischen Eigenschaften wurde die frequenzabhängige Permeabilität der ferromagnetischen Schichten mithilfe eines Vektor-Netzwerkanalysators (VNA) (engl.: **V**ector **N**etwork **A**nalyzer (VNA)) bestimmt. Der Versuchsaufbau der dazu verwendet wurde, besteht aus einer kurzgeschlossenen Streifenleitung, die über ein Koaxialkabel an einen Netzwerkanalysator der Firma AGILENT vom Typ 8753 ES angeschlossen ist. Bevor eine Messung gestartet werden kann, muss eine 1-Port Kalibrierung mit den Kalibrierstandards Open, Short und Load durchgeführt werden, um systematische Messfehler der Frequenz, der Amplitude und der Phase, die durch das Messgerät und das Koaxialkabel entstehen, zu eliminieren. Nach der Kalibration wird die Messebene durch eine Phasenverschiebung mithilfe eines kurzgeschlossenen Koaxialsteckers ohne Streifenleitung („idealer“ Short) auf den Anfang der Streifenleitung eingestellt. Die Bestimmung der effektiven Permeabilität der Schicht wurde mit einem von V. Bekker, K. Seemann und H. Leiste [47] entwickelten Messverfahren durchgeführt. Dieses Verfahren ermöglicht es, die effektive Permeabilität der Schicht μ_{eff} aus dem S_{11} -Parameter zu berechnen. Im ersten Schritt wird die effektive Permittivität der leeren Streifenleitung $\epsilon_{\text{eff}}^{\text{leer}}$ bestimmt. Dazu wird der implizit von der Frequenz abhängige Reflexionskoeffizient $S_{11}(\epsilon_{\text{eff}}^{\text{leer}}(f))$ bei einer Leermessung der Streifenleitung ohne Substrat gemessen. Anschließend wird das beschichtete Substrat unter der Streifenleitung positioniert, so dass das magnetische Wechselfeld der einfallenden elektromagnetischen Welle parallel zur uniaxialen Anisotropierichtung der ferromagnetischen Schicht orientiert ist. Die Schicht wird mit einem statischen Magnetfeld, das durch einen Elektromagneten erzeugt wird, gesättigt. Anschließend wird der Reflexionskoeffizient $\epsilon_{\text{eff}}^{\text{leer}}$ bestimmt. Dazu wird der implizit von der Frequenz abhängige Reflexionskoeffizient $S_{11}(\epsilon_{\text{eff}}^{\text{leer}}, \epsilon_{\text{eff}}^{\text{sub}})$ gemessen, woraus mit der Kenntnis von $\epsilon_{\text{eff}}^{\text{leer}}$ die effektive Permittivität des Substrates $\epsilon_{\text{eff}}^{\text{sub}}$ bestimmt werden kann. Im letzten Schritt wird das extern angelegte Magnetfeld abgeschaltet und die Probe wird unter der Streifenleitung so positioniert, dass das magnetische Wechselfeld senkrecht zur Anisotropierichtung in die Schicht eindringt. Die effektive Permeabilität der Schicht μ_{eff} kann schließlich durch die Kenntnis von $\epsilon_{\text{eff}}^{\text{sub}}$ und $\epsilon_{\text{eff}}^{\text{leer}}$ und der Bestimmung des Reflexionskoeffizienten S_{11} durch iteratives Einsetzen wie folgt berechnet werden [47]

$$\mu_{\text{eff}} = \left(\frac{i \cdot c_0 \cdot \ln(-S_{11})}{4\pi \cdot f \cdot l_{\text{sub}} \cdot \sqrt{\epsilon_{\text{eff}}^{\text{sub}}}} - \frac{\sqrt{\epsilon_{\text{eff}}^{\text{leer}} \cdot l_{\text{leer}}}}{\sqrt{\epsilon_{\text{eff}}^{\text{sub}} \cdot l_{\text{sub}}}} \right). \quad (6.8)$$

In Gleichung (6.8) bezeichnet i die imaginäre Einheit, c_0 die Vakuumlichtgeschwindigkeit, f die Frequenz, l_{leer} die Länge des nicht vom Substrat ausgefüllten Bereiches unter der Streifenleitung und l_{sub} die Seitenlänge des Substrates. Die frequenzabhängige komplexe Permeabilität ergibt sich mithilfe der effektiven Permeabilität und den geometriebedingten Faktoren zu

$$\mu^* = \frac{\mu_{\text{eff}} - 1}{k \cdot \frac{t}{h_{\text{sl}}}}. \quad (6.9)$$

Hierbei bezeichnet t die magnetische Schichtdicke, h_{sl} die Höhe des Streifenleiters und k ein Proportionalitätsfaktor, der anhand einer bekannten Standardprobe oder der Anfangspermeabilität entsprechend der Gleichung (2.37) bestimmt wird.

Bei der Messungen des S_{11} Parameters wurde die Frequenz des elektromagnetischen Wechselfeldes im Bereich von 50 MHz bis 5 GHz in 201 äquidistanten Schritten bei einer Leistung von 0 dBm variiert. Zur Verbesserung des Signal-Rausch-Verhältnisses wurde eine Mittelung über 25 Messkurven am VNA eingestellt.

Temperaturabhängige frequenzabhängige Permeabilität

Zur Untersuchung des Temperatureinflusses auf die frequenzabhängige Permeabilität wurde eine kurzgeschlossene Streifenleitung mit integriertem resistiven Heizelement [10] benutzt, die über ein Koaxialkabel an den Vektor-Netzwerkanalysator angeschlossen werden kann. Bei diesem Versuchsaufbau wurde vor dem Experiment eine „Short-Response“ Kalibrierung durchgeführt. Im Anschluss an die Kalibrierung werden analog zum zuvor beschriebenen Messprinzip zunächst die effektive Permittivität der leeren Streifenleitung und die des Substrates bei Raumtemperatur bestimmt. Zur Ermittlung der temperaturabhängigen Hochfrequenzpermeabilität wird die Probe unter der Streifenleitung positioniert, so dass das magnetische Wechselfeld senkrecht zur Anisotropierichtung in die Schicht eindringt. Der S_{11} -Parameter wird im Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 350 °C in 50 °C Schritten im Frequenzbereich von 50 MHz bis 5 GHz in 201 äquidistanten Schritten

bei einer Leistung von 0 dBm gemessen. Die Temperatur wird mit einem an der Streifenleitung angebrachten Thermoelement bestimmt. Die Permeabilität ergibt sich für jede Temperatur aus Gleichung (6.8) und (6.9).

6.4.4. Berührungslose Torsionsmomentbestimmung

Das Torsionsmoment, das auf eine verdrehte Welle wirkt, wurde anhand des Streuparameters S_{11} mit einem VNA bestimmt. Der Versuchsaufbau einer berührungslosen Hochfrequenzmessung zur Bestimmung des frequenzabhängigen Streuparameters ist in Abbildung 6.14 dargestellt. Um das Torsionsmoment bestimmen zu können, wird ein beschichtetes Hartmetallsubstrat auf einer in die Welle eingefrästen Vertiefung mit einem Zweikomponentenkleber aufgeklebt. Nach dem Aushärten des Klebers wird die Welle in einer Drehmaschine mit dem Spannfutter und dem Reitstock eingespannt. Die Welle wird mit einer Metallstange, die im Bereich des Spannfutters eingebracht werden kann, gegen eine Drehung arretiert. Am anderen Ende der Welle ist ein 1 m langer Hebelarm integriert, mit

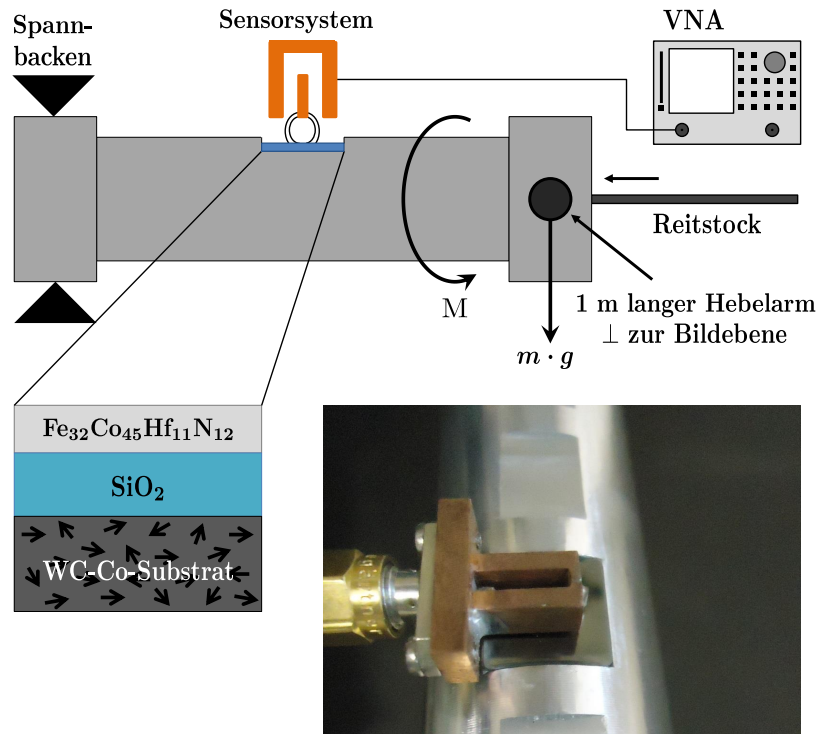


Abbildung 6.14.: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus zur berührungslosen Bestimmung des Torsionsmoments einer belasteten Welle.

dem eine Kraft auf die Welle zur Verdrehung übertragen werden kann. Das an der Welle angelegte Torsionsmoment ergibt sich aus der senkrecht zum Hebelarm wirkenden Kraft und der Hebellänge, wie es in Abbildung 6.14 skizziert ist. Der Messsensor zur Bestimmung des Torsionsmoments besteht aus einer kurzgeschlossenen 3-Bandstreifenleitung, die über ein Koaxialkabel mit einem VNA der Firma HEWLETT PACKARD vom Typ 8719D verbunden ist. Zur Kalibrierung des Messsystems wird eine „Short-Response“ Kalibrierung mit der Streifenleitung durchgeführt. Der Sensor wird danach berührungslos im Abstand von circa 1 mm oberhalb der ferromagnetischen Schicht befestigt. Das Substrat und der Sensor sind so ausgerichtet, dass das magnetische Wechselfeld senkrecht zur Richtung der in die Schicht thermisch eingeprägten Anisotropie eindringt. Der S_{11} -Parameter wird für verschiedene Laststufen am Hebelarm von 0 kg bis 10 kg in 1 kg Schritten im Frequenzbereich von 50 MHz bis 5 GHz in 201 äquidistanten Schritten bei einer Leistung von 0 dBm gemessen. Das entsprechende Torsionsmoment, das auf die Welle wirkt, beträgt 0 N m bis 100 N m. Die Klebeverbindung zwischen Welle und Substrat überträgt die durch die Torsion entstehenden mechanischen Spannungen von der Welle auf die magnetische Schicht. Da die magnetische Vorzugsrichtung durch die mechanischen Spannungen in der Schicht verändert wird (Villari-Effekt), wie es in Abschnitt 2.5 beschrieben ist, ändert sich die Grenzfrequenz in Abhängigkeit der Torsion der Welle. Die Grenzfrequenz der magnetischen Schicht ergibt sich aus dem frequenzabhängigen Streuparameter. Dieser Versuchsaufbau ermöglicht eine berührungslose Torsionsmomentbestimmung aus der Messung des Streuparameters S_{11} .

6.4.5. Frequenzmischverfahren zur Temperaturerfassung

Zur Erfassung der Temperatur der Wendeschneidplatte während der spanenden Materialbearbeitung wurde von C. Thede et al. [8, 321] eine Messapparatur entwickelt. Das Konzept zur kontaktlosen beziehungsweise berührungslosen Temperaturerfassung basiert auf dem Frequenzmischverfahren. Das Frequenzmischverfahren wird häufig in der Sensorik oder Spektroskopie eingesetzt, um sehr kleine elektrische Signale aus einem hohen Rauschsignal zu bestimmen [8, 321]. Um dieses Verfahren für die online Temperaturerfassung anwenden zu können, benötigt man ein ferromagnetisches Material, dessen Magnetisierungskurve nichtlinear mit einem äußeren Magnetfeld veränderlich ist. Der ferromagnetische Werkstoff wird einem zeitabhängigen, sinusförmigen Magnetfeld ausgesetzt, das wie folgt beschrieben

werden kann

$$H(t) \propto H_0 + H_1 \sin(2\pi f_1 t) + H_2 \sin(2\pi f_2 t). \quad (6.10)$$

H_0 , H_1 und H_2 bezeichnen unterschiedliche magnetische Feldstärken, die mit den Frequenzen f_1 und f_2 moduliert sind, wobei $f_1 \gg f_2$ ist. Die Magnetfeldstärke H_2 ist ausreichend groß, um die ferromagnetische Probe, in diesem Fall eine Wendeschneidplatte mit einer ferromagnetischen Sensorschicht, in Sättigung zu bringen. Aufgrund des externen Magnetfelds ändert sich die magnetische Polarisierung der Schicht in Form der Superposition der beiden Schwingungen. Durch eine Fouriertransformation des detektierten Messsignals erhält man die Fourierkoeffizienten bei den Linearkombinationen $f_1 + 2 \cdot j \cdot f_2$ mit j als ganze Zahl. Diese Koeffizienten sind aufgrund der Nichtlinearität der Magnetisierungskurve ungleich Null und man kann aus diesen Rückschlüsse auf die Form der Magnetisierungskurve ziehen. Die Form der Magnetisierungskurve selbst ist wiederum von der Temperatur abhängig (siehe Abschnitt 2.1), so dass man eine Information über die Temperatur erhält. [8, 321]

7. Ergebnisse

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der verschiedenen Versuchsreihen zur Untersuchung der HF-Sensoreigenschaften von ferromagnetischen Dünnschichten auf Silizium- und Hartmetallsubstraten vorgestellt. Im ersten Abschnitt werden die Eigenschaften von ferromagnetischen Dünnschichten aufgezeigt, die direkt auf die Oberfläche der Substrate deponiert wurden. Aus den daraus gewonnenen Erkenntnissen wurde eine Optimierung des Schichtaufbaus durchgeführt, um ein Hochfrequenz-Sensorsignal auch auf den magnetischen WC-Co-Substraten zu realisieren. Die werkstoffwissenschaftlichen Erkenntnisse und Ergebnisse der Schichtoptimierung werden in den darauffolgenden Abschnitten vorgestellt. Im letzten Abschnitt dieses Kapitels werden die Ergebnisse von ausgewählten Schichtsystemen zur Demonstration der Funktionalität als Temperatur- und Torsionsmomentsensor aufgezeigt.

7.1. Substrateinfluss

Für die Untersuchung des Substrateinflusses auf die magnetischen Eigenschaften dünner ferromagnetischer Schichten wurde eine 200 nm dicke ferromagnetische Schicht im System Fe-Co-Hf-N direkt auf die Oberfläche eines WC-Co- und Si-Substrats¹ abgeschieden, wie es in Abbildung 7.1 schematisch dargestellt ist. Der Schicht-Substratverbund wurde nach der Schichtdeposition für 1 h bei 400 °C im Magnetfeld bei einer Flussdichte von 50 mT wärmebehandelt. Die Wärmebehandlung im Magnetfeld wurde zur Einprägung einer uniaxialen Anisotropie in die Schichtebene, wie es in Abschnitt 2.4 und 6.2.1 beschrieben ist, durchgeführt.

Die chemische Zusammensetzung der Schichten wurde mit der in Abschnitt 6.3.3 beschriebenen Elektronenstrahlmikroanalyse an einer 1 µm dicken Referenzschicht

¹Si-Substrat mit einer 1 µm dicken thermischen Oxidschicht an der Oberfläche.

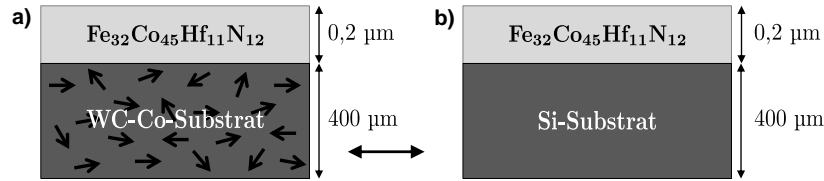


Abbildung 7.1.: Schema des Schicht-Substratverbunds mit einem a) WC-Co- und b) Si-Substrat.

bestimmt. Die Schicht enthält 30,7 At.-% Fe, 42,6 At.-% Co, 10,5 At.-% Hf, 11,7 At.-% N und geringe Verunreinigungen von 2,6 At.-% C und 1,9 At.-% O sowie einen vernachlässigbaren Anteil von unter 0,1 At.-% Ar. Berücksichtigt man, dass die C und O Anteile im Wesentlichen durch Verunreinigungen an der Schichtoberfläche zustande kommen, erhält man für die Schichtzusammensetzung $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ unter Vernachlässigung des C und O Anteils. Die Schicht besteht demnach aus 77% magnetischem Anteil der Zusammensetzung $\text{Fe}_{42}\text{Co}_{58}$ und 23% nicht-magnetischem $\text{Hf}_{48}\text{N}_{52}$. Im Vergleich zur chemischen Zusammensetzung des Targets $(\text{Fe}_{45}\text{Co}_{55})_{83}\text{Hf}_{17}$ weist die Schicht einen leicht erhöhten Co-Anteil auf. Die kleineren Abweichungen zur Targetzusammensetzung kann auf eine unterschiedliche Ausbeute bei der atomaren Zerstäubung des Targets zurückgeführt werden. Die reaktive Schichtabscheidung in einer Ar- und N_2 -Atmosphäre führt zur Bildung einer nahezu stöchiometrischen nicht-magnetischen HfN-Phase. Die sehr geringe Abweichung von 2 At.-% bei den Messwerten ist auf die Messunsicherheit der ESMA zurückzuführen oder der überschüssige Stickstoff ist teilweise an den Korngrenzen und in der FeCo-Phase gelöst, so dass die Bildung einer stöchiometrischen Phase angenommen werden kann.

Die dynamischen magnetischen Eigenschaften der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schichten auf einem WC-Co- und Si-Substrat wurden mit dem in Abschnitt 6.4.3 beschriebenen Verfahren bestimmt. In Abbildung 7.2 ist der Real- und Imaginärteil der frequenzabhängigen komplexen Permeabilität $\mu^*(f)$ für die beiden Schicht-Substratverbunde dargestellt. Die ferromagnetische $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf dem WC-Co-Substrat zeigt im Frequenzbereich von 50 MHz bis 5 GHz keine Signalantwort auf die Anregung mit einem elektromagnetischen Wechselfeld, obwohl bei der Versuchsdurchführung darauf geachtet wurde, dass der magnetische Anteil der elektromagnetischen Welle senkrecht zu der beim Glühen im Magnetfeld

eingestellten Vorzugsrichtung einfällt. Im Vergleich zeigt die analog präparierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf dem Si-Substrat ein ausgeprägtes Resonanzverhalten. Die magnetischen Momente in der Schichtebene werden zu einer homogenen Präzession im äußeren magnetischen Wechselfeld angeregt, wie es nach der Landau-Lifshitz-Gilbert Theorie für eine Schicht mit eingepprägter Vorzugsrichtung zu erwarten ist. Zur Bestimmung der Grenzfrequenz² und der Halbwertsbreite (FWHM) (engl.: **F**ull **W**idth at **H**alf **M**aximum (FWHM)) der Absorptionskurve wurde an den Imaginärteil der komplexen Permeabilität eine Lorentzkurve angepasst, was der Form der theoretischen Kurve aus der LLG in Abschnitt 2.6 entspricht. Für die Grenzfrequenz f_g ergibt sich ein Wert von 2,1 GHz und für die FWHM erhält man 0,3 GHz. Die Verbreiterung der Resonanzkurve entsteht durch extrinsische und intrinsische Dämpfungsmechanismen [40–42], sowie Wirbelströme, die in der Schicht entstehen. Bei einer Schicht im System Fe-Co-Hf-N sind es unter anderem die nicht-magnetischen HfN-Körner, die Streuprozesse hervorrufen [75]. Die Anfangspermeabilität μ_{Anf} , die für niedrige Frequenzen am Realteil abgelesen werden kann, liegt bei etwa 300. Der theoretische Wert für die Kittel Resonanzfrequenz nach Gleichung (2.35) und die Anfangspermeabilität nach Gleichung (2.37) betragen 2,2 GHz und 310. Für die Berechnung der theoretischen Werte wurden die Messwerte für M_S und H_u aus den VSM-Messungen eingesetzt, die weiter unten im Text diskutiert werden. Der Vergleich zwischen der theoretischen Resonanzfrequenz nach Kittel und dem Messwert zeigt eine gute Übereinstimmung. Die dynamischen Eigenschaften der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf dem Si-Substrat lassen sich demnach sehr gut durch das Landau-Lifshitz-Gilbert Modell beschreiben. Es lässt sich daraus schlussfolgern, dass die Schicht eine uniaxiale Anisotropie nach der Wärmebehandlung im Magnetfeld aufweist, da ansonsten keine Absorption der elektromagnetischen Welle beobachtbar wäre. Aus dem Resultat für die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf dem WC-Co-Substrat bleibt die Fragestellung offen, inwiefern das ferromagnetische WC-Co-Substrat mit einem Co-Gehalt von etwa 10,5-Gew.-% die Schichteigenschaften beeinflusst, so dass die Präzession der magnetischen Momente im Frequenzbereich von 50 MHz bis 5 GHz völlig unterbunden wird.

²Der Begriff Grenzfrequenz umfasst das ferromagnetische Resonanzverhalten und den Einfluss durch Wirbelströme in der Schicht. Dieser Begriff wird deshalb im Folgenden anstelle der in der Literatur üblichen Bezeichnung als ferromagnetische Resonanz (FMR) (engl.: **F**erromagnetic **R**esonance (FMR) verwendet.)

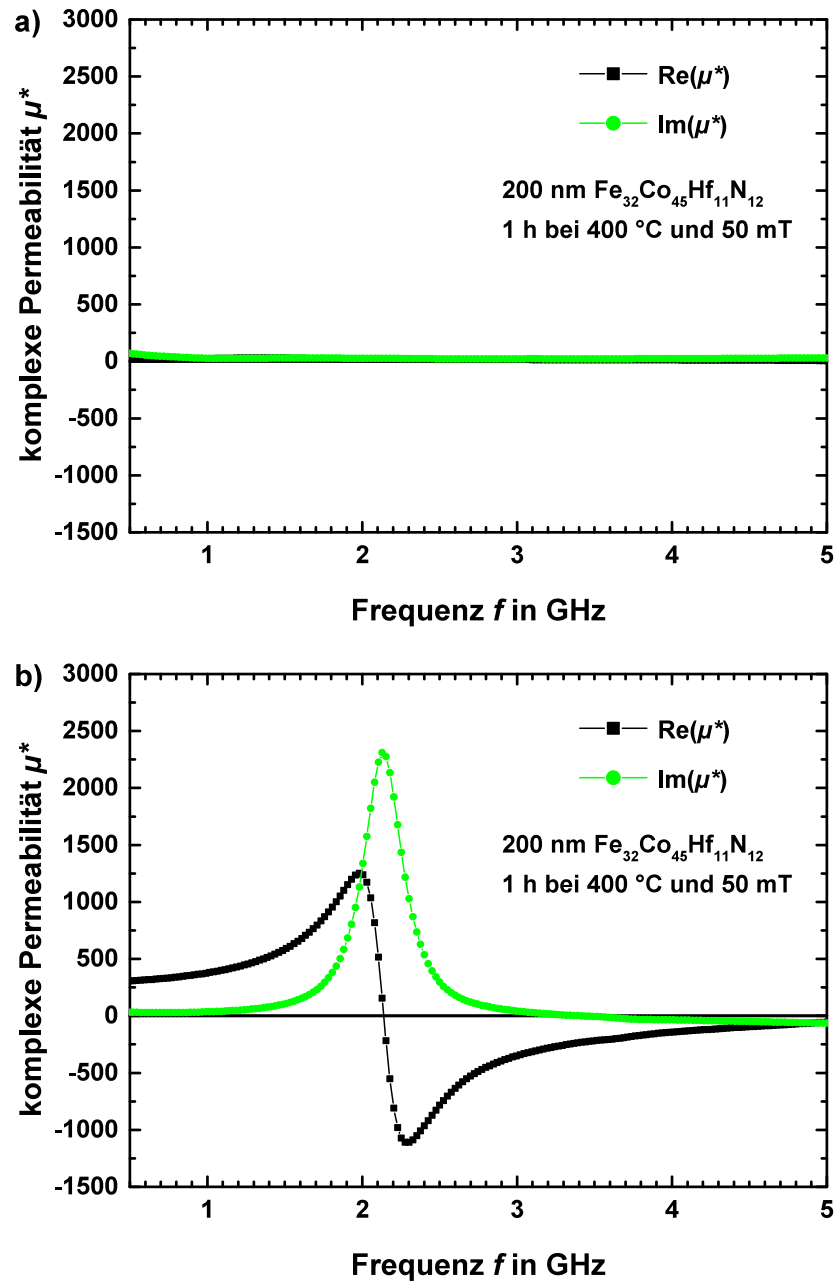


Abbildung 7.2.: Real- und Imaginärteil der komplexen Permeabilität einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf einem a) WC-Co-Substrat und b) Si-Substrat.

Um die statischen magnetischen Eigenschaften zu untersuchen, wurde an beiden Schicht-Substratverbunden VSM Messungen durchgeführt. Die Ergebnisse sind

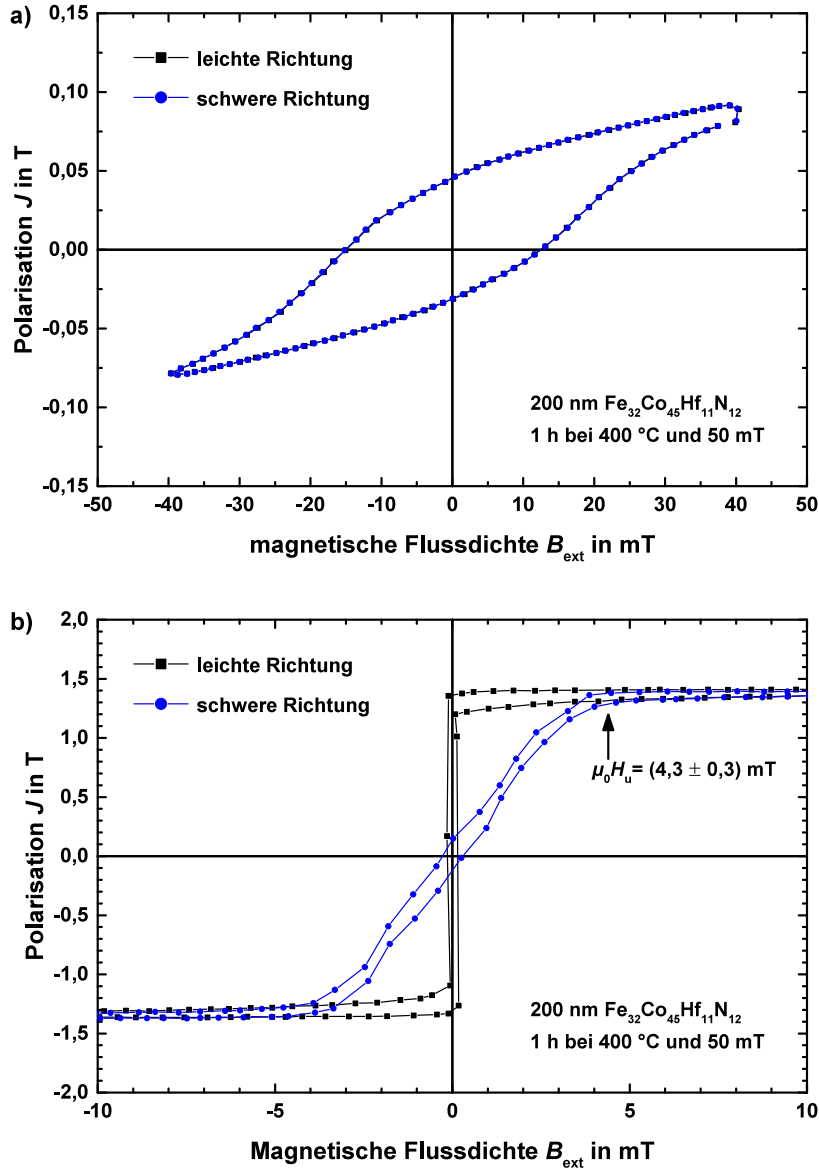


Abbildung 7.3.: Magnetische Hysteresekurven der leichten und schweren Polarisationsrichtung einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf einem a) WC-Co-Substrat und b) Si-Substrat, gemessen mit dem VSM. In a) sind die Hysteresekurven der leichten und schweren Polarisationsrichtung identisch.

in Abbildung 7.3 dargestellt. Der Verlauf der Hysteresekurven der leichten und schweren Polarisationsrichtung in a) der 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf einem WC-Co-Substrat zeigt ein halbhartmagnetisches [16] Verhalten mit einer Koerzitivfeldstärke im Bereich der negativen magnetischen Flussdichte von

$\mu_0 H_{c-} = 15 \text{ mT}$ und im Bereich der positiven Flussdichte von $\mu_0 H_{c+} = 12,5 \text{ mT}$. Die Probe ist trotz einer hohen magnetischen Flussdichte von 40 mT nicht in Sättigung. Des Weiteren ist zwischen der leichten und schweren Polarisationsrichtung kein Unterschied zu erkennen. Vergleicht man diesen Kurvenverlauf mit den Messergebnissen für die 200 nm dicke $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf einem Si-Substrat in b), so stellt man einen völlig gegensätzlichen Verlauf der Hysteresekurven fest. Die Probe in b) zeigt ein weichmagnetisches Verhalten der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer Koerzitivfeldstärke von $\mu_0 H_c = 0,2 \text{ mT}$ und einer Sättigungspolarisation von $1,4 \text{ T}$. Die Richtung der leichten Magnetisierung ist eindeutig von der Richtung der schweren Magnetisierung unterscheidbar, so dass nach dem Glühen im Magnetfeld bei $400 \text{ }^\circ\text{C}$ und 50 mT eine uniaxiale Anisotropie in der Schichtebene mit einer magnetischen Flussdichte von $\mu_0 H_u = 4,3 \text{ mT}$ vorliegt. Für die Genauigkeit des Koerzitivfeldes und des Anisotropiefeldes ist ein Ablesefehler von $\pm 0,1 \text{ mT}$ respektive $\pm 0,3 \text{ mT}$ anzunehmen. Der Messfehler für die Sättigungspolarisation liegt bei $\pm 0,1 \text{ mT}$.

Zur Überprüfung der statischen magnetischen Eigenschaften des HM-Substrats wurde ein WC-Co-Substrat ohne Schicht mit dem VSM gemessen. Das Ergebnis der Messung ist in Abbildung 7.4 dargestellt. Das HM-Substrat weist ein halbhartmagnetisches Verhalten mit einer Koerzitivfeldstärke im Bereich der negativen magnetischen Flussdichte von $\mu_0 H_{c-} = 15 \text{ mT}$ und im Bereich der positiven Flussdichte von $\mu_0 H_{c+} = 12,5 \text{ mT}$ auf. Das halbhartmagnetische Verhalten kommt durch den ferromagnetischen Co-Binderanteil von $10,5\text{-Gew.}\%$ zustande. Co wird typischerweise zur Herstellung von Speichermedien in Kombination mit Seltenerdmetalle verwendet, die aufgrund ihrer hartmagnetischen Eigenschaften als Permanentmagnete gut geeignet sind [322]. Dünne Co-Filme weisen eine Koerzitivfeldstärke von bis zu 100 mT [323] und Co-Nanopartikel von 50 mT bis 145 mT [324] auf. Des Weiteren erkennt man in der Abbildung, dass das ferromagnetische Substrat trotz einer externen magnetischen Flussdichte von 40 mT noch nicht in Sättigung ist. Die Sättigungspolarisation liegt schätzungsweise zwischen $0,15$ und $0,2 \text{ T}$. Die geringe Polarisierung ist dadurch begründet, dass die Magnetisierung durch die Anzahl magnetischer Momente pro Volumen definiert ist, wie es in Abschnitt 2.1 beschrieben ist.

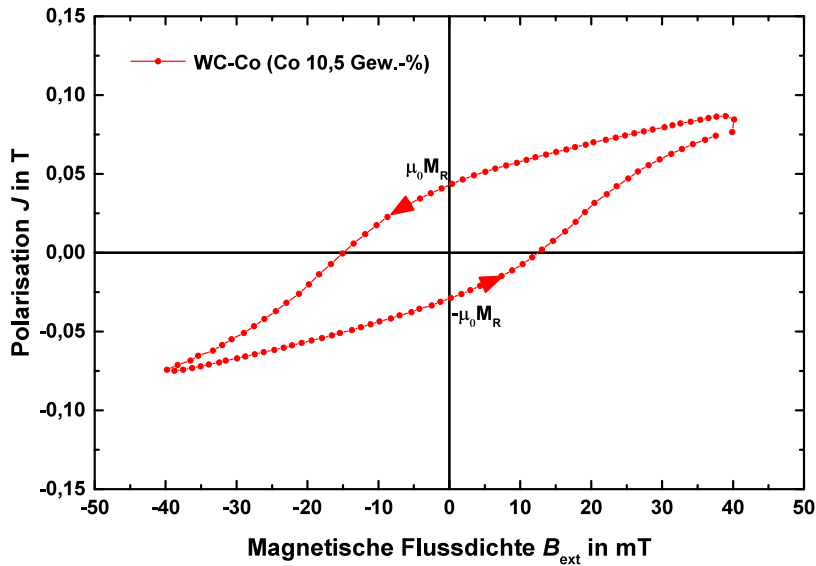


Abbildung 7.4.: Magnetische Hysteresekurve eines WC-Co Substrates ohne Schicht, gemessen mit dem VSM.

Vergleicht man die Hysteresekurve in Abbildung 7.4 mit der in Abbildung 7.3 a) für die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf einem WC-Co-Substrat, so stellt man keinen Unterschied fest. Das bedeutet für das Messergebnis des Schicht-Substratverbunds, dass bei der Bestimmung der statischen magnetischen Eigenschaften der Schicht mittels VSM nicht nur der ferromagnetische Schichtanteil, sondern auch der ferromagnetische Co-Anteil des Substrats erfasst wird. Subtrahiert man nun die Messergebnisse für die Probe ohne Schicht von denen der Probe mit Schicht, so sollte man als Ergebnis die Schichteigenschaften erhalten. Jedoch zeigen die Ergebnisse nur das Rauschen der Messungen selbst. Dies liegt daran, dass das Volumenverhältnis von Substrat zu Schicht bei 2000 liegt. Demnach geht bei der VSM-Methode der magnetische Schichtanteil trotz höherer magnetischer Polarisation in der Rauschamplitude des vom Substrat herrührenden Messsignals unter. Eine Aussage zu den statischen Eigenschaften des Schichtanteils lässt sich durch Eliminierung des Substratanteils folglich nicht treffen. Die Ergebnisse zeigen, dass die Charakterisierung der statischen magnetischen Eigenschaften mittels VSM für die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf dem WC-Co-Substrat ungeeignet ist.

Um dennoch die Schichteigenschaften auf dem WC-Co-Substrat bestimmen zu können, eignet sich die in Abschnitt 6.4.2 beschriebene MOKE-Messmethode. Mit

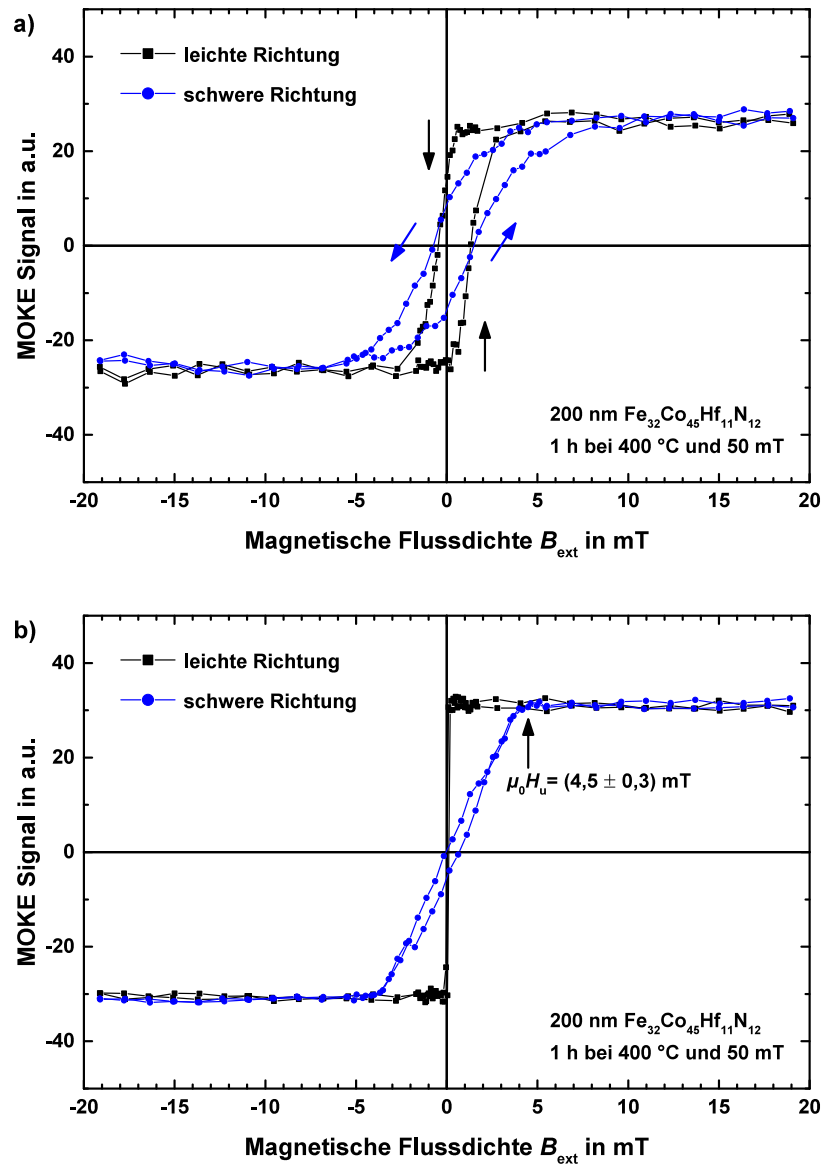


Abbildung 7.5.: Magnetische Hysteresekurven der leichten und schweren Polarisationsrichtung einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf einem a) WC-Co-Substrat und b) Si-Substrat, gemessen mit der MOKE-Methode.

dem MOKE kann lokal in einem kleinen Volumenbereich an der Oberfläche der Schicht die Hysteresekurve von ferromagnetischen Materialien aufgenommen werden. Abbildung 7.5 zeigt die Messergebnisse für die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf einem a) WC-Co-Substrat und b) Si-Substrat. Für den Schicht-Substratverbund in a) stellt man zwei verschiedene Hysteresekurven für die leichte und schwe-

re Polarisationsrichtung fest. Die beiden Polarisationsrichtungen können jedoch nicht eindeutig voneinander abgegrenzt werden, da die Kurvenverläufe der jeweiligen Richtungen ähnliche Merkmale aufweisen. Beide Kurven sind im Bereich der Ummagnetisierung zwischen -5 mT und 5 mT ausgerundet und zeigen einen stetigen, schrittweisen Übergang von der positiven zur entgegengesetzten Magnetisierungsrichtung. Die Koerzitivfeldstärke im Bereich der negativen magnetischen Flussdichte liegt bei $\mu_0 H_{c-} = 0,6\text{ mT}$ und im Bereich der positiven Flussdichte von $\mu_0 H_{c+} = 1,3\text{ mT}$. Das heißt, die Hysteresekurven sind in die Richtung der positiven externen magnetischen Feldstärke verschoben.

Im direkten Vergleich dazu zeigen die Hysteresekurven für die leichte und schwere Polarisationsrichtung für den Schicht-Substratverbund in b) ein anderes Verhalten. Der Verlauf der Hysteresekurve für die leichte Polarisationsrichtung zeigt eine sprunghafte Änderung der Magnetisierungsrichtung bei etwa 0 mT und im Bereich der Ummagnetisierung bleibt die Schicht für beide Polarisationsrichtungen in Sättigung. Die Hysteresekurve für die schwere Polarisationsrichtung weist einen stetigen nahezu linearen Übergang von der positiven zur entgegengesetzten Magnetisierungsrichtung auf. Die Koerzitivfeldstärke ist für beide Polarisationsrichtungen vernachlässigbar klein und entspricht $\mu_0 H_c \approx 0\text{ mT}$. Die leichte und schwere Polarisationsrichtung lassen sich klar unterscheiden, woraus sich eine uniaxiale Anisotropiefeldstärke in der Schichtebene von $\mu_0 H_u = 4,5\text{ mT}$ ergibt.

Vergleicht man dieses Ergebnis mit den Ergebnissen der VSM-Messung des Schicht-Substratverbunds in Abbildung 7.3 b), so spiegeln sich die grundlegenden Merkmale der Kurvenverläufe und die eingeprägte Anisotropie wider. Kleinere Unterschiede lassen sich nur für die Koerzitivfeldstärke feststellen. Die bei der MOKE-Methode verschwindende Koerzitivfeldstärke entspricht einem sehr weichmagnetischen Verhalten. Jedoch muss man hier anmerken, dass das Auflösungsvermögen aufgrund einer größeren Schrittweite beim extern angelegten Magnetfeld im Fall vom MOKE schlechter ist, als das vom VSM. Dadurch entspricht die Koerzitivfeldstärke bei der MOKE-Messung einem Wert von $\mu_0 H_c \approx 0\text{ mT}$. Des Weiteren können die Schichteigenschaften an der Oberfläche der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht durch Oxidation leicht verändert sein, wodurch das Material an der Oberfläche weichmagnetischer im Vergleich zum Volumenmaterial ist. Qualitativ betrachtet lässt sich jedoch festhalten,

dass sowohl die VSM- wie auch die MOKE-Messergebnisse die weichmagnetischen Eigenschaften und die in die Schichtebene eingeprägte uniaxiale Anisotropie der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf einem Si-Substrat nach der Wärmebehandlung im Magnetfeld aufzeigen.

Im Gegensatz dazu weist die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf dem WC-Co-Substrat keine eindeutige uniaxiale Anisotropie auf und das Material ist magnetisch härter. Die schlechte Anisotropie in der Schichtebene erklärt die Hochfrequenzeigenschaften des Schicht-Substratverbunds in Abbildung 7.2 a). Ohne die uniaxiale Anisotropie kann keine Absorption im Frequenzbereich 50 MHz bis 5 GHz beobachtet werden, wenn kein äußeres Feld zur Ausrichtung der magnetischen Momente in der Schicht angelegt wird. Abschließend lässt sich aus den hier gewonnenen Erkenntnissen festhalten, dass die weichmagnetische $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf einem Si-Substrat nach der Wärmebehandlung im Magnetfeld eine uniaxiale Anisotropie aufweist, was zu einer ausgeprägten Resonanz bei $(2,1 \pm 0,3)$ GHz und einer Anfangspermeabilität von über 300 führt. Die analog präparierte Schicht auf einem WC-Co-Substrat hingegen weist keine uniaxiale Anisotropie und kein Hochfrequenzsignal auf. Eine Schlussfolgerung hieraus ist, dass das ferromagnetische Substratmaterial mit der Schicht magnetisch wechselwirkt. Die Wechselwirkung äußert sich dadurch, dass beim Magnetfeldglühen die Bildung einer anisotropen Nahordnung gestört und die Entstehung der uniaxialen Anisotropie beeinträchtigt werden.

7.2. Magnetische Entkopplung mit einer TiN-Zwischenschicht

Die Ergebnisse in Abschnitt 7.1 einer $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht, die direkt auf der Oberfläche des WC-Co-Substrats abgeschieden wurde, haben gezeigt, dass es zu einer unerwünschten magnetischen Kopplung zwischen Substrat und Schicht kommt. Die entstehende Wechselwirkung beeinflusst die thermische Einprägung einer uniaxialen Anisotropie in die Schichtebene, was zu einem Verlust des Hochfrequenzsignals führt. Um diese Problematik zu überwinden, wurde in dieser Arbeit zur Entkopplung der Ansatz einer räumlichen Trennung der magnetischen Funktionsschicht vom Substrat durch Deposition einer nicht-magnetischen TiN-Zwischenschicht gewählt. Der Schichtaufbau ist schematisch in Abbildung 7.6 dargestellt. Die Schichten wurden mittels der Magnetron-Hochleistungskathodenzerstäubung auf WC-Co- und Si-Substraten hergestellt. Nach der Schichtabscheidung wurden die Proben für 1 h bei 400 °C im Magnetfeld bei 50 mT wärmenachbehandelt. Für die Untersuchung der Entkopplung in Abhängigkeit vom Abstand zwischen Substratoberfläche und magnetischer Schicht wurde die Dicke der Zwischenschicht von 0,5 μm bis 5 μm (0,5 μm , 1 μm , 2 μm , 3 μm und 5 μm) variiert.

Die chemische Zusammensetzung der Zwischenschicht wurde mittels ESMA an einer 1 μm dicken Schicht bestimmt. Die abgeschiedene Schicht im Stoffsystem Ti-N setzt sich aus 47,7 At.-% Ti, 46,9 At.-% N und geringen oberflächennahen Verunreinigungen von 0,8 At.-% C und 4,6 At.-% O, sowie einen verschwindend

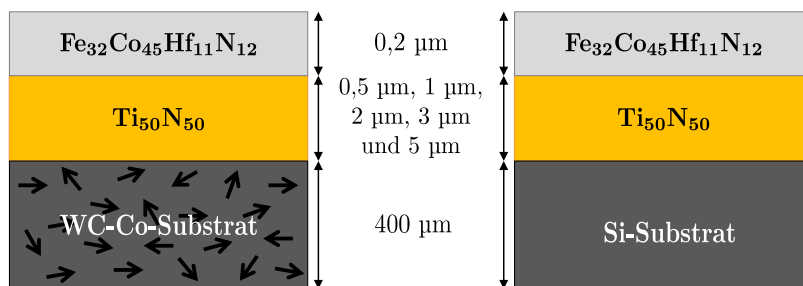


Abbildung 7.6.: Prinzipieller Schichtaufbau zur räumlichen Trennung der funktionellen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Decklage vom WC-Co-Substrat mit einer $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ -Zwischenschicht. Der selbe Schichtaufbau wurde für Referenzanalysen auf Si-Substraten gewählt.

kleinen Anteil von unter 0,1 At.-% Ar zusammen. Vernachlässigt man die C und O Verunreinigungen, erhält man für die elementare Zusammensetzung $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$. Die reaktive Schichtabscheidung in einer Ar- und N_2 -Atmosphäre führt zur Bildung einer stöchiometrischen TiN-Phase und ist vergleichbar mit der Zusammensetzung des verwendeten Targets.

Die auf den Si-Substraten (mit einer 1 μm dicken thermischen SiO_2 -Schicht) abgeschiedenen Schichtverbunde weisen nach der Wärmebehandlung im Magnetfeld deutliche Risse auf, die über die ganze Oberfläche verteilt sind. Die Risse entstehen während der Wärmebehandlung an der Grenzfläche zwischen dem Substrat und der TiN-Zwischenschicht aufgrund von Zugspannungen. Diese werden durch die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der beiden Materialien hervorgerufen. Die Ausdehnungskoeffizienten unterscheiden sich um eine Größenordnung. Für SiO_2 , das als Material an der Substratoberfläche für thermisch oxidiertes Silizium angenommen wird, findet man in der Literatur einen Wert von $0,52 \text{ ppm K}^{-1}$ [312], für reines Si $2,6 \text{ ppm K}^{-1}$ [325] und für TiN $9,35 \text{ ppm K}^{-1}$ [135]. Im Vergleich dazu haben die verwendeten WC-C-Substrate einen Ausdehnungskoeffizient im Bereich von 5 ppm K^{-1} bis $5,5 \text{ ppm K}^{-1}$ [257, 258], wodurch der Unterschied zum TiN relativ gering ist. Die Schichtverbunde auf dem HM-Substrat zeigen nach der Wärmebehandlung keine Risse. Aufgrund der Rissbildung im Fall von den Si-Substraten beschränkt sich die Charakterisierung der magnetischen Eigenschaften der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schichten im Folgenden auf die Schichtverbunde, die auf den HM-Substraten abgeschieden wurden.

Die Ergebnisse zu den dynamischen magnetischen Eigenschaften einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit unterschiedlich dicken TiN-Zwischenschichten auf WC-Co-Substraten sind in Abbildung 7.7 dargestellt. Auf den ersten Blick stellt man fest, dass die Schicht-Substratverbunde bereits ab einer TiN-Schichtdicke von 0,5 μm eine Resonanz im Bereich zwischen 2 und 3 GHz aufweisen. Die Deposition der Zwischenschicht entkoppelt demnach die ferromagnetische Schicht vom WC-Co-Substrat, so dass ein von der Schicht herrührendes Hochfrequenzsignal gemessen werden kann. Vergleicht man den Verlauf der gemessenen Imaginärteile der komplexen Permeabilität, die die Absorption des anregenden elektromagnetischen Wechselfeldes von der ferromagnetischen Schicht wiedergeben, für die

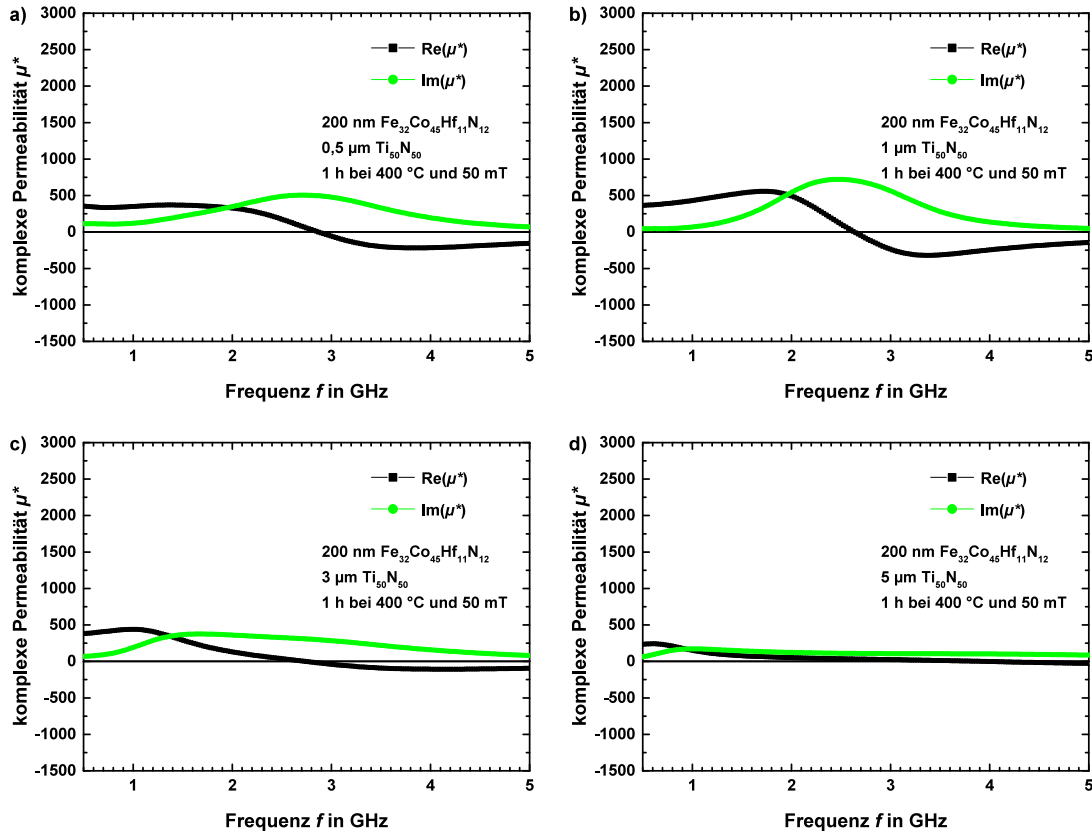


Abbildung 7.7.: Real- und Imaginärteil der komplexen Permeabilität einer 200 nm dicken $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht mit einer a) 0,5 μm , b) 1 μm , c) 3 μm und d) 5 μm dicken $Ti_{50}N_{50}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat.

verschiedenen Schichtverbunde miteinander, so stellt man im Fall der 1 μm dicken TiN-Zwischenschicht ein Optimum fest. Bei diesem Schichtaufbau ergibt sich eine Grenzfrequenz von 2,5 GHz. Die Halbwertsbreite des Imaginärteils liegt bei 1,7 GHz. Die Anfangspermeabilität liegt bei über 300, was mit der vergleichbaren Schicht auf dem Si-Substrat übereinstimmt. Im Vergleich zum Resonanzverhalten der $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht auf der Si-Substratoberfläche, das in Abbildung 7.2 b) im vorherigen Abschnitt abgebildet ist, ist das Hochfrequenzsignal etwas verbreitert und weniger ausgeprägt. Des Weiteren beobachtet man, dass mit zunehmender TiN-Schichtdicke der Imaginärteil beachtlich breiter wird und die Grenzfrequenz sich zu niedrigeren Frequenzen verschiebt. Im Fall der 5 μm dicken Zwischenschicht ist die Kurve derart verbreitert, dass die Resonanz kaum noch zu erkennen ist.

Als zentrales Ergebnis lässt sich an dieser Stelle dennoch festhalten, dass die Entkopplung mit TiN-Zwischenschichten erste Erfolge in Bezug auf die Entkopplung des Hochfrequenzsignals auf einem WC-Co-Substrat zeigen. Der Schichtverbund mit einer 1 μm dicken TiN-Zwischenschicht weist eine Grenzfrequenz auf, was auf eine in die Schicht eingeprägte uniaxiale Anisotropie schließen lässt. Es bleibt an dieser Stelle die Frage offen, warum sich das Resonanzverhalten mit zunehmender TiN-Schichtdicke verschlechtert, obwohl die uniaxiale Anisotropie nach den Erkenntnissen aus den HF-Messungen vorhanden ist und die Kopplung zwischen Substrat und Schicht mit zunehmendem Schicht-Substratabstand schwächer werden müsste. Um dieser Fragestellung weiter nachzugehen wurden MOKE Messungen, Aufnahmen mit dem Lichtmikroskop und Röntgenbeugungen an den Schicht-Substratverbunden erstellt. Darüber hinaus wurde die elektrische Leitfähigkeit des Schichtmaterials und des WC-Co-Substrats untersucht. Die Ergebnisse hierzu werden im Folgenden vorgestellt.

In Abbildung 7.8 sind die mittels MOKE gemessenen Hysteresekurven für die leichte und schwere Polarisationsrichtung einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 3 μm dicken TiN-Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat dargestellt. Die Messergebnisse für den doppellagigen Schichtverbund auf dem WC-Co-Substrat zeigen, dass die leichte Polarisationsrichtung eindeutig von der schweren Polarisationsrichtung unterscheidbar ist, ähnlich wie es für die Hysteresekurven der einlagigen Schicht auf dem Si-Substrat in Abbildung 7.5 in Abschnitt 7.1 der Fall ist. Der Hystereseverlauf für die leichte Polarisationsrichtung zeigt eine sprunghafte Änderung der Magnetisierungsrichtung bei 1,37 mT und $-0,86$ mT. Im Bereich vor und nach dem Ummagnetisierungsbereich ist die Schicht in Sättigung. Die Hysteresekurve der schweren Polarisationsrichtung ändert sich näherungsweise linear im Bereich von 5 mT bis -5 mT von der positiven Magnetisierungsrichtung in die entgegengesetzte Magnetisierungsrichtung. Die Koerzitivfeldstärke ist im Vergleich zu der einlagigen Schicht auf dem Si-Substrat erhöht und weist eine Asymmetrie auf. Aus der Abbildung ergibt sich eine Koerzitivfeldstärke im Bereich der negativen magnetischen Flussdichte von $\mu_0 H_{c-} = 0,86$ mT und im Bereich der positiven Flussdichte von $\mu_0 H_{c+} = 1,37$ mT.

Im Gegensatz zu den Hysteresekurven des magnetisch gekoppelten Schicht-Sub-

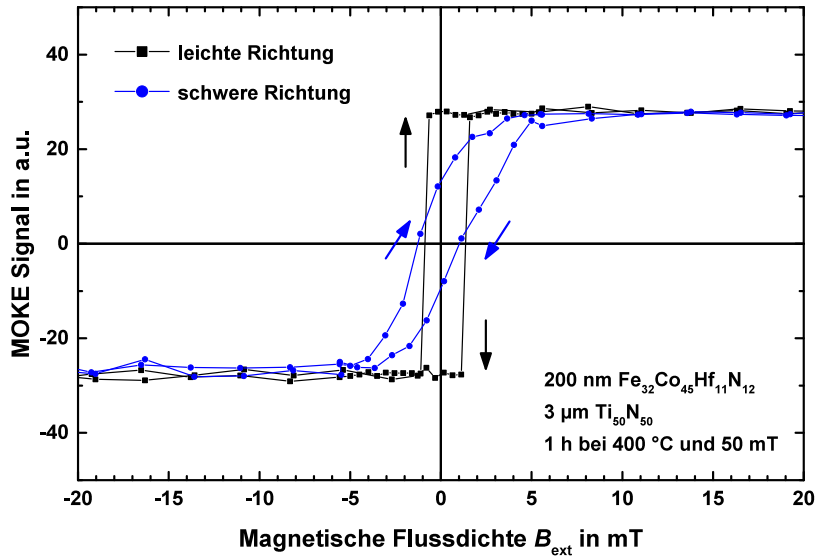


Abbildung 7.8.: Anomale Hysteresekurven der leichten und schweren Polarisationsrichtung einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 3 μm dicken TiN-Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat, gemessen mit dem MOKE.

stratverbunds in Abbildung 7.5 a) in Abschnitt 7.1, weisen die Hysteresekurven für den doppellagigen Schichtverbund in Abbildung 7.8 a) mehr Übereinstimmungen mit den Hysteresekurven der weichmagnetischen ferromagnetischen Schicht mit einer uniaxialer Anisotropie auf einem Si-Substrat auf. Die Ergebnisse entsprechen damit eher den Erwartungen für eine entkoppelte ferromagnetische Schicht mit uniaxialer Anisotropie. Dennoch gibt es beachtliche Unterschiede. Zum einen ergibt sich eine höhere Koerzitivfeldstärke und zum anderen ändert sich die Magnetisierungsrichtung der Schicht ohne Richtungsänderung des externen angelegten Magnetfeldes, was durch die eingezeichneten Pfeile in Abbildung 7.8 a) angedeutet ist. Dies entspricht einem anomalen Ummagnetisierungsprozess.

Die Ergebnisse für die statischen magnetischen Eigenschaften der doppellagigen Schichtverbunde auf dem WC-Co-Substrat mit 0,5 μm , 1 μm , 2 μm und 5 μm dicken TiN-Zwischenschichten sind von der Form und den Merkmalen der Hysteresekurven in Abbildung 7.8 a) vergleichbar. Der einzige Unterschied, den man bei der Auswertung feststellt, sind Abweichungen bei der Koerzitivfeldstärke. Die Werte der Koerzitivfeldstärke im Bereich der negativen magnetischen Flussdichte und im Bereich der positiven Flussdichte sind in Abhängigkeit der TiN-Schichtdicke

Tabelle 7.1.: Koerzitivfeldstärke $\mu_0 H_{c-}$ und $\mu_0 H_{c+}$ in Abhängigkeit der TiN-Zwischenschichtdicke auf einem WC-Co-Substrat.

TiN	Dicke der TiN Zwischenschicht				
	0,5 μm	1 μm	2 μm	3 μm	5 μm
$\mu_0 H_{c-}$ in mT	1,35	1,36	0,92	0,86	0,09
$\mu_0 H_{c+}$ in mT	1,77	1,83	1,36	1,37	0,56

in Tabelle 7.1 zusammengefasst. Die Auswertung der Koerzitivfeldstärke zeigt, dass sich die Werte ab einer Schichtdicke $> 1 \mu\text{m}$ signifikant mit zunehmender Schichtdicke ändern. Diese Beobachtung zeigt sich auch bei den Ergebnissen der Hochfrequenzeigenschaften für diese Schichtverbunde. Das Resonanzverhalten wird ab einer Zwischenschichtdicke $> 1 \mu\text{m}$ beachtlich schlechter.

Da bei den statischen Messungen ein Einfluss durch elektrische Wirbelströme oder andere Induktionseffekte ausgeschlossen werden kann, liegt die Vermutung nahe, dass die Änderung in der Koerzitivfeldstärke durch die Schichtmorphologie entsteht. Um das zu verifizieren, wurde mit einem Lichtmikroskop die Schichtoberfläche untersucht. Die Ergebnisse für den doppellagigen Schichtverbund mit einer $1 \mu\text{m}$ dicken und $3 \mu\text{m}$ dicken TiN-Schicht sind in Abbildung 7.9 dargestellt.

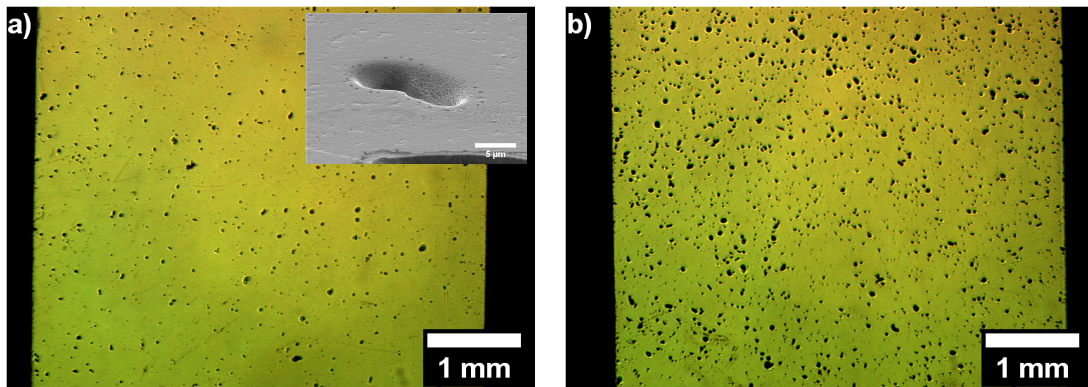


Abbildung 7.9.: Lichtmikroskopische Aufnahmen von der Schichtoberfläche der 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer a) $1 \mu\text{m}$ und b) $3 \mu\text{m}$ dicken TiN-Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat. Der Inset in a) zeigt eine REM-Aufnahme bei 5000-facher Vergrößerung von einem Loch im Schichtverbund.

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen zeigen, dass Poren im Schichtverbund bei der Herstellung der Schichten mittels Magnetron-Hochleistungskathodenzerstäubung entstehen. Im Fall der 1 μm dicken TiN-Schicht ergibt sich eine mittlere Porendichte von 34 mm^{-2} und die Poren nehmen einen Flächenanteil von etwa 1,5 % ein. Mit zunehmender Schichtdicke erhöht sich die Porendichte auf 94 mm^{-2} und die Poren entsprechen einem Flächenanteil von 6,8 % im Fall der 3 μm dicken TiN-Schicht. Die nicht-magnetischen Einschlüsse in Form von Poren in einem ferromagnetischen Film führen zu Entmagnetisierungseffekten [326], die die homogene Ausrichtung der magnetischen Momente in einem ferromagnetischen Material mit uniaxialer Anisotropie stören. Im Extremfall entstehen durch die nicht-magnetischen Poren magnetisch frustrierte Systeme, wie zum Beispiel Spin-Eis³ Strukturen [327]. In der angegebenen Literaturquelle wird gezeigt, dass bei hexagonal angeordneten nicht-magnetischen Poren die resultierende magnetische Momente eines ferromagnetischen Fe-Films eine typische „Zwei-rein-Zwei-raus Spinorientierung“ aufweisen, woraus eine magnetische Frustration resultiert. Dies ist nicht zu verwechseln mit dem klassischen Spin-Eis, bei dem Tetraeder oder Dreiecke aus Ionen nicht verschwindende Spins aufweisen, ähnlich der geometrischen Frustration bei der Struktur von Eis (Pauling). Im Fall dieser Poren, die in einem ferromagnetischen Fe-Film präpariert wurden, zeigt sich, dass durch die Entstehung von Spin-Eis Strukturen die Koerzitivfeldstärke mit zunehmendem Lochdurchmesser ansteigt [327]. In [327] ist darüber hinaus sehr eindrucksvoll aufgezeigt, wie die Poren die Richtung der Magnetisierungsvektoren der magnetischen Momente beeinflussen. Die Erkenntnisse aus der Untersuchung der Oberfläche der Schichtverbunde mit dem Lichtmikroskop liefern damit eine erste Erklärung für die Änderung der Koerzitivfeldstärke und die Verschlechterung des Resonanzverhaltens im Hochfrequenzbereich mit zunehmender TiN-Schichtdicke. Als zentrales Ergebnis lässt sich an dieser Stelle festhalten, dass der Anstieg der Anzahl an Poren im Schichtverbund die Koerzitivfeldstärke verändert und die Poren die uniaxiale Anisotropie in der Filmebene stören, was zu einer Verschiebung der Grenzfrequenz zu niedrigeren Frequenzen und eine Verbreiterung der Resonanz-

³magnetischfrustriertes System, häufig Tetraeder oder Dreiecke aus Ionen mit nichtverschwindenden Spins (analog der Struktur von Eis - geometrische Frustration). Im Fall von Pin-holes in einem ferromagnetischen Film kommt es aufgrund von langreichweitigen magnetischen Dipolwechselwirkungen, und nicht durch Austauschwechselwirkungen der nächsten Nachbarn, zu einer Frustration der magnetischen Momente, so dass es zu einer „Zwei-rein-Zwei-raus Spinorientierung“ kommt.

kurve zur Folge hat. Darüber hinaus entstehen durch die nicht-magnetischen Einschlüsse zusätzliche Streuzentren, so dass eine erhöhte Zweimagnonenstreuung stattfindet. Dies trägt ebenfalls zu einer Verbreiterung der Resonanzkurve bei. Zur Reduzierung der Poren beziehungsweise Pin-holes eignet es sich die Targets seitlich zu den beschichtenden Substrate anzuordnen und nicht wie in der verwendeten Versuchsanlage über den Substraten. Dadurch können entstehende Flitter eher von der Substratoberfläche ferngehalten werden, so dass die Entstehung von Pin-holes reduziert werden kann. Darüber hinaus ermöglichen andere PVD-Methoden wie zum Beispiel das HiPIMS-Verfahren eine Schichtherstellung mit einem dichteren und homogeneren Gefüge.

Zur Charakterisierung der Kristallstruktur der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ / TiN-Schichtverbunde wurden XRD-Messungen gemäß der in Abschnitt 6.3.4 beschriebenen Methode durchgeführt. Die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer Dicke von 200 nm und einer Korngrößen von unter 200 nm [75] sind röntgenamorph, so dass eine Auswertung der Kristallstruktur und Phasenzusammensetzung mittels XRD in Bragg-Brentano Geometrie nicht möglich ist. Die Ergebnisse der XRD-Messung an der TiN-Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat und Si-Substrat sind in Abbildung 7.10 dargestellt. Zum Vergleich sind die XRD-Messungen für das jeweilige Substrat ohne Schicht im Röntgendiffraktogramm mit abgebildet. Um die Röntgenreflexe, die von der Schicht herrühren, zuordnen zu können, wurde aus der Datenbank die Referenz mit der PDF-Nummer #00-038-1420 für kubisches TiN verwendet. Die theoretischen Positionen des (111), (200), (220), (311) und (222) Röntgenreflexes für TiN können eindeutig den beobachteten Beugungsreflexen zugeordnet werden. Demnach entsteht sowohl auf dem WC-Co- wie auch auf dem Si-Substrat eine TiN-Phase, die ein kfz Gitter mit zweiatomiger Basis aufweist, was der NaCl-Struktur entspricht. Anhand der Intensitäten der verschiedenen Reflexe lässt sich eine bevorzugte Wachstumsrichtung der TiN-Körner mit {111}-Orientierung erkennen.

Zur Untersuchung der elektrischen Leitfähigkeit der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ - und der TiN-Schicht wurde der spezifische elektrische Widerstand mit der in Abschnitt 6.3.8 beschriebenen Vierpunkt-Messmethode bestimmt. Die elektrische Leitfähigkeit hat im Allgemeinen einen entscheidenden Einfluss auf die Hochfrequenzeigenschaften

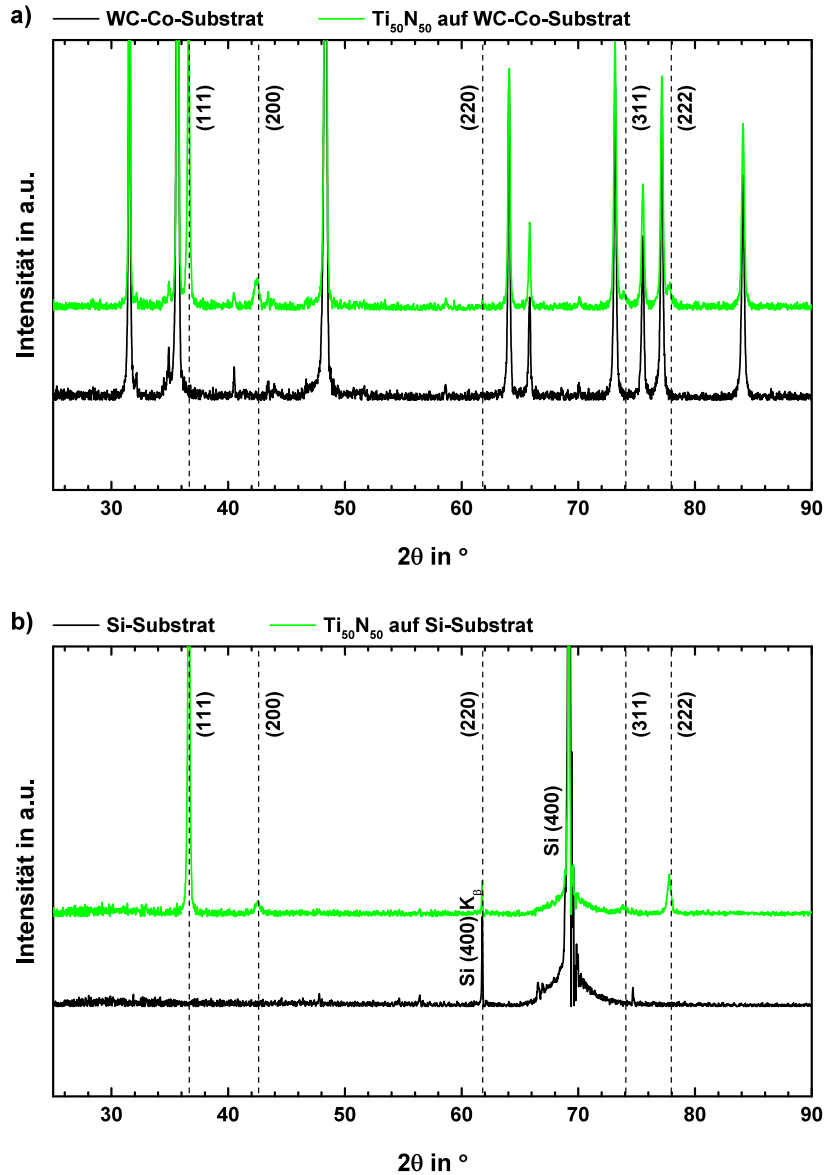


Abbildung 7.10.: Röntgendiffraktogramme von der TiN-Zwischenschicht auf einem a) WC-Co- und b) Si-Substrat. Die in schwarz aufgetragene Intensität entspricht der XRD-Messung für das jeweilige Substrat ohne Schicht. In grün sind die Ergebnisse für das entsprechende Substrat mit Schicht aufgetragen. Die theoretischen Positionen der Röntgenreflexe für kubisches TiN (#00-038-1420) sind gestrichelt dargestellt.

der ferromagnetischen Schicht. Bei der Untersuchung der dynamischen Eigenschaften ist der Schicht-Substratverbund einem elektromagnetischen Wechselfeld

ausgesetzt. Das zeitabhängige Magnetfeld induziert Wirbelströme in allen elektrisch leitfähigen Materialien, die zu einer Dämpfung der homogenen Präzession der magnetischen Momente in einem ferromagnetischen Film führen [43].

Die Vierpunkt-Widerstandsmessungen ergeben für die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht einen spezifischen elektrischen Widerstand von $100 \mu\Omega \text{ cm}$, was deutlich höher als die zu erwartende Werte für FeCo mit $1,95 \mu\Omega \text{ cm}$ [272] und HfN mit $33 \mu\Omega \text{ cm}$ [135] ist. Der Unterschied zu den Literaturwerten lässt sich durch eine andere Korngröße und die damit verbundene Korngrenzleitfähigkeit begründen. Die mittlere Korngröße der hergestellten nanokristallinen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht liegt unterhalb 10 nm [75], wodurch die elektrische Leitfähigkeit verringert wird, was sich anhand des höheren spezifischen elektrischen Widerstands widerspiegelt. Anhand dieses Ergebnisses ist davon auszugehen, dass Wirbelströme in der Schicht entstehen, was auch vergleichbare Untersuchungen in [39] zeigen. Jedoch ist die Dämpfung der ferromagnetischen Resonanz für hinreichend dünne Schichten vernachlässigbar klein [39, 44]. Lock [43] konnte beispielsweise zeigen, dass für elektrisch leitfähige ferromagnetische Filme mit einem spezifischen Widerstand von $20 \mu\Omega \text{ cm}$ die kritische Schichtdicke bei 600 nm liegt. Erst oberhalb der kritischen Schichtdicke sind die Wirbelströme maßgebend für den Dämpfungsmechanismus bei der Präzessionsbewegung der magnetischen Momente im elektromagnetischen Wechselfeld. Für Schichtdicken, die deutlich dünner als 600 nm sind, dominieren andere Mechanismen bei der Dämpfung. Für eine Schichtdicke von 200 nm und einem spezifischen Widerstand von $100 \mu\Omega \text{ cm}$ ist demnach davon auszugehen, dass die Dämpfung durch Wirbelströme in der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht vernachlässigbar ist.

Für die TiN-Schicht erhält man $72 \mu\Omega \text{ cm}$, was zumindest von der Größenordnung vergleichbar mit dem Literaturwert von $20 \mu\Omega \text{ cm}$ [135] ist. Der spezifische elektrische Widerstand für das WC-Co-Substrat ist etwas geringer und beträgt $15 \mu\Omega \text{ cm}$ und stimmt damit sehr gut mit dem Literaturwert von $20 \mu\Omega \text{ cm}$ [259] überein. Die Leitfähigkeit für das Substrat und der Zwischenschicht ist vergleichbar mit der Leitfähigkeit der ferromagnetischen Schicht. In einem elektromagnetischen Wechselfeld ist deshalb davon auszugehen, dass in der Zwischenschicht und dem Substrat Wirbelströme entstehen.

Zusammenfassend lässt sich für den $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ - und TiN-Schichtaufbau auf dem WC-Co-Substrat festhalten, dass die Entkopplung mit der Zwischenschicht gelingt und zu einem messbaren Hochfrequenzsignal führt, was auf eine thermisch induzierte uniaxiale Anisotropie in der ferromagnetischen Schicht schließen lässt, im Gegensatz zu Abbildung 7.2. Die Anfangspermeabilität beträgt etwa 300 für die ferromagnetische Schicht auf dem HM-Substrat. Die MOKE-Messungen haben gezeigt, dass die Form und Merkmale der Hysteresekurven Ähnlichkeiten mit den zu erwartenden Hysteresekurven für eine ferromagnetischen Schicht mit einer uniaxialen Anisotropie aufweisen. Ungeklärt bleibt an dieser Stelle jedoch, warum die Hysteresekurven des entkoppelten Schicht-Substratverbunds anomale Ummagnetisierungsprozesse aufzeigen. Auf dieses Phänomen wird im Abschnitt 7.5 näher eingegangen. Die Untersuchungen der Schichtoberfläche mit dem Lichtmikroskop haben gezeigt, dass Poren in den abgeschiedenen Schichtverbunden vorhanden sind, die die uniaxiale Anisotropie stören und Entmagnetisierungseffekte verursachen, was sich sowohl auf die Koerzitivfeldstärke wie auch auf das Resonanzverhalten der ferromagnetischen Schicht auswirkt. Die Ergebnisse der Widerstandsmessungen haben gezeigt, dass die Wirbelströme in der ferromagnetischen Schicht keinen beachtlichen Einfluss auf die Dämpfung haben. Jedoch entstehen in der Zwischenschicht und im Substrat Wirbelströme im elektromagnetischen Wechselfeld. Die Auswirkungen dieser Wirbelströme auf das Resonanzverhalten erfordern weitere Untersuchungen.

Im nächsten Abschnitt werden Schichtverbunde mit einer elektrisch isolierenden amorphen SiO_2 -Zwischenschicht untersucht. Amorphe SiO_2 -Schichten bieten die Möglichkeit geschlossene, dicke Filme abzuscheiden, so dass Entmagnetisierungseffekte und Störungen der uniaxialen Anisotropie durch Poren in der ferromagnetischen Schicht vermieden werden können. Mit diesem Zwischenschichtmaterial sollen die grundlegenden physikalischen Effekte, die zur Dämpfung des Hochfrequenzsignals der ferromagnetischen Schicht auf einem WC-Co-Substrat führen, geklärt werden.

7.3. Entkopplung mit einer SiO_2 -Zwischenschicht

Die Ergebnisse in Abschnitt 7.2 des $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ / TiN-Schichtverbunds haben gezeigt, dass eine Entkopplung der ferromagnetischen Schicht vom Substrat durch die Deposition einer Zwischenschicht möglich ist. Um die grundlegenden physikalischen Effekte zu erforschen, die zur Dämpfung des Hochfrequenzsignals der ferromagnetischen Schicht mit einer Zwischenschicht auf dem WC-Co-Substrat beitragen, werden in diesem Abschnitt die Ergebnisse zur Entkopplung der ferromagnetischen Schicht vom HM-Substrat mit nicht-magnetischen, elektrisch isolierenden amorphen Zwischenschichten des Stoffsystems Si-O vorgestellt. Der Schichtaufbau ist schematisch in Abbildung 7.11 abgebildet. Die Schichten wurden mittels der Magnetron-Hochleistungskathodenzerstäubung auf WC-Co- und Si-Substraten hergestellt. Nach der Schichtabscheidung wurden die Proben für 1 h bei 400°C im Magnetfeldofen bei 50 mT wärmebehandelt. Für die Untersuchung der Entkopplung in Abhängigkeit vom Abstand zwischen Substratoberfläche und magnetischer Deckschicht, wurden sechs Zwischenschichten mit Dicken von $0,5\ \mu\text{m}$, $1\ \mu\text{m}$, $2\ \mu\text{m}$, $3\ \mu\text{m}$, $5\ \mu\text{m}$ und $10\ \mu\text{m}$ eingesetzt.

Die elementare Zusammensetzung der Zwischenschicht aus dem Stoffsystem Si-O wurde mittels ESMA an einer $3\ \mu\text{m}$ dicken Referenzschicht bestimmt. Die Messergebnisse ergeben eine Zusammensetzung von 34,0 At.-% Si, 64,0 At.-% O und vernachlässigbar geringe Verunreinigungen von 0,2 At.-% C, 0,6 At.-% N und 1,2 At.-% Ar. Die Schichtzusammensetzung ergibt sich demnach zu $\text{Si}_{35}\text{O}_{65}$, was unter Berücksichtigung der Messfehler als SiO_2 angenommen werden kann und mit der Zusammensetzung des verwendeten Targets übereinstimmt.

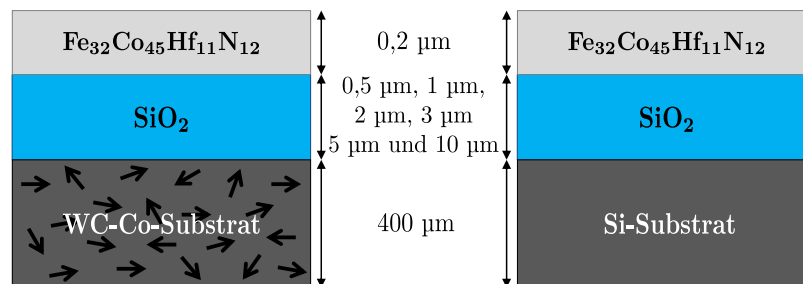


Abbildung 7.11.: Prinzip des Schichtaufbaus für die Entkopplung der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht vom WC-Co-Substrat mit einer SiO_2 -Zwischenschicht.

Die auf den Si-Substraten hergestellten Schichtverbunde zeigen unabhängig von der SiO₂-Schichtdicke für die dynamischen und statischen magnetischen Eigenschaften dieselben Ergebnisse, wie man sie für die Fe₃₂Co₄₅Hf₁₁N₁₂-Schicht erhält, welche direkt auf der Si-Substratoberfläche abgeschieden wurde und in Abschnitt 7.1 behandelt wurde. Im Anhang A.3 sind exemplarisch die Ergebnisse der HF-, VSM- und MOKE-Messung für die Fe₃₂Co₄₅Hf₁₁N₁₂-Schicht mit der 10 µm dicken SiO₂-Zwischenschicht im Vergleich zu der Fe₃₂Co₄₅Hf₁₁N₁₂-Schicht auf dem Si-Substrat dargestellt. Den Ergebnissen zur Folge hat die SiO₂-Zwischenschicht keinen Einfluss auf die ferromagnetischen Schichteigenschaften, wenn der Schichtverbund auf einem Si-Substrat abgeschieden wird.

Abbildung 7.12 zeigt für verschiedene SiO₂-Zwischenschichten die dynamischen magnetischen Eigenschaften der Fe₃₂Co₄₅Hf₁₁N₁₂-Schichten auf den WC-Co-Substraten. Analog zu den TiN-Zwischenschichten stellt man fest, dass die ferromagnetischen Schichten durch die Entkopplung mit SiO₂ ab einer Schichtdicke von 0,5 µm ein eindeutiges Resonanzverhalten im Frequenzbereich von 50 MHz bis 5 GHz aufweisen. Auffallend ist die ausgeprägte Resonanz im Fall der 10 µm dicken SiO₂-Zwischenschicht. Anhand des Realteils stellt man fest, dass die Anfangpermeabilität unabhängig von der Zwischenschichtdicke über 300 beträgt. Vergleicht man die aufgezeigten Imaginärteile der komplexen Permeabilität miteinander, so stellt man eine Abhängigkeit des Resonanzverhaltens von der SiO₂-Schichtdicke fest. Um die Messergebnisse besser vergleichen zu können und die Abhängigkeit von der Dicke der Zwischenschicht evaluieren zu können, wurde an die entsprechenden Imaginärteile eine Lorentzkurve angepasst. Aus den Anpassungsparametern kann die Grenzfrequenz und die FWHM bestimmt werden. Die Werte zur Grenzfrequenz und FWHM sind in Tabelle 7.2 zusammengefasst.

Die Grenzfrequenz in Abhängigkeit der SiO₂-Schichtdicke ist in Abbildung 7.13 dargestellt. Zum Vergleich sind die Ergebnisse der Auswertung der Grenzfrequenz der Fe₃₂Co₄₅Hf₁₁N₁₂-Schichten mit SiO₂-Zwischenschichten auf den Si-Substraten mitaufgetragen. Anhand des Schaubilds erkennt man, dass die Grenzfrequenz für die Schichtverbunde auf den HM-Substraten für kleine SiO₂-Schichtdicken zu höheren Grenzfrequenzen im Vergleich zu den Referenzschichten auf den Si-Substraten

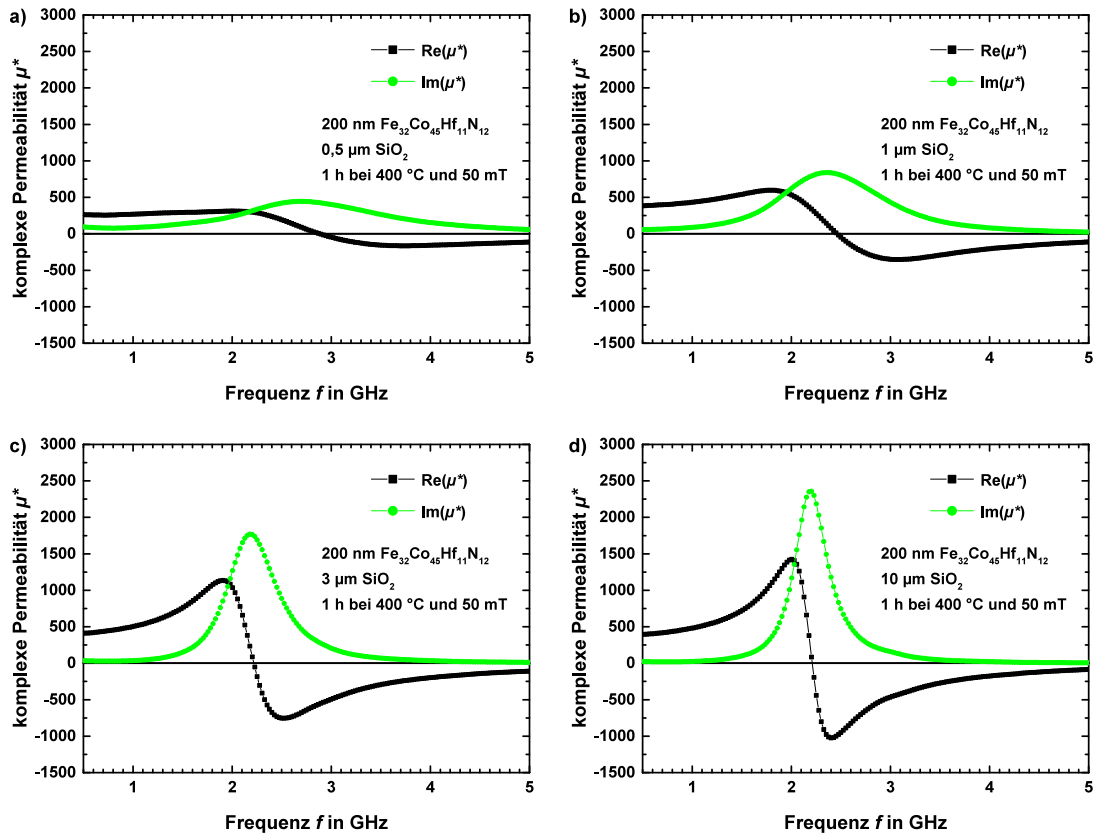


Abbildung 7.12.: Real- und Imaginärteil der komplexen Permeabilität einer 200 nm dicken $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht mit einer a) 0,5 μm , b) 1 μm , c) 3 μm und d) 5 μm dicken SiO_2 -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat.

Tabelle 7.2.: Grenzfrequenz und FWHM für den Imaginärteil der komplexen Permeabilität der $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schichten in Abhängigkeit der SiO_2 -Zwischenschichtdicke auf einem WC-Co- und Si-Substrat.

	Dicke der SiO_2 Zwischenschicht						
WC-Co-Substrat	0 μm	0,5 μm	1 μm	2 μm	3 μm	5 μm	10 μm
f_g in GHz		2,77	2,40	2,29	2,21	2,18	2,20
FWHM in GHz		1,58	1,19	0,64	0,56	0,49	0,39
Si-Substrat							
f_g in GHz	2,13	2,22	2,25	2,24	2,14	2,23	2,21
FWHM in GHz	0,30	0,29	0,39	0,29	0,27	0,30	0,28

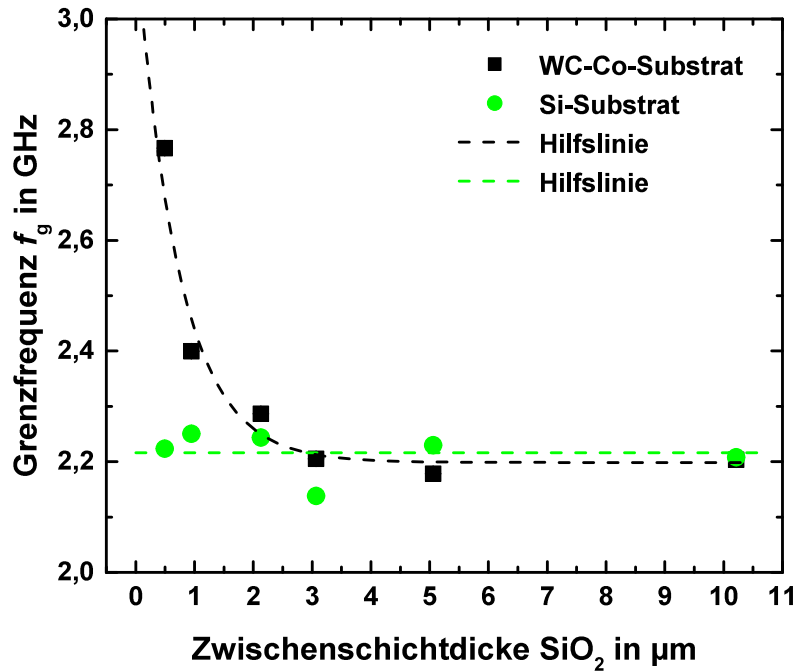


Abbildung 7.13.: Darstellung der Grenzfrequenz in Abhängigkeit der SiO₂-Schichtdicke für die Schichtverbunde auf den HM-Substraten. Zum Vergleich sind die Ergebnisse der Auswertung für dieselben Schichtverbunde auf den Si-Substraten mitdargestellt. Die Grenzfrequenz wurde aus den Anpassungsparametern einer Lorentzkurve an die gemessenen Imaginärteile der komplexen Permeabilität bestimmt. Die gestrichelten Linien sind als Hilfslinien für den Verlauf der Datenpunkte eingezeichnet.

verschoben ist. Mit zunehmender SiO₂-Schichtdicke fällt die Grenzfrequenz monoton ab und nähert sich dem Mittelwert der Grenzfrequenz der Referenzproben an. Bei einer SiO₂-Schichtdicke von 0,5 µm auf dem WC-Co-Substrat weist die Fe₃₂Co₄₅Hf₁₁N₁₂-Schicht eine Grenzfrequenz von 2,77 GHz auf. Dieser Wert fällt auf 2,20 GHz für die ferromagnetische Schicht mit einer 10 µm dicken Zwischenschicht ab und ist damit vergleichbar zum Mittelwert von 2,22 GHz der Schichten auf den Si-Referenzsubstraten. Des Weiteren erkennt man, dass die Grenzfrequenz der Schichtverbunde auf den WC-Co-Substraten bereits ab einer SiO₂-Schichtdicke von 3 µm mit dem Mittelwert der Referenzproben übereinstimmt.

Abbildung 7.14 zeigt die Halbwertsbreite FWHM für die Imaginärteile in Abhängigkeit der SiO₂-Schichtdicke. Die FWHM für die Schichtverbunde auf dem

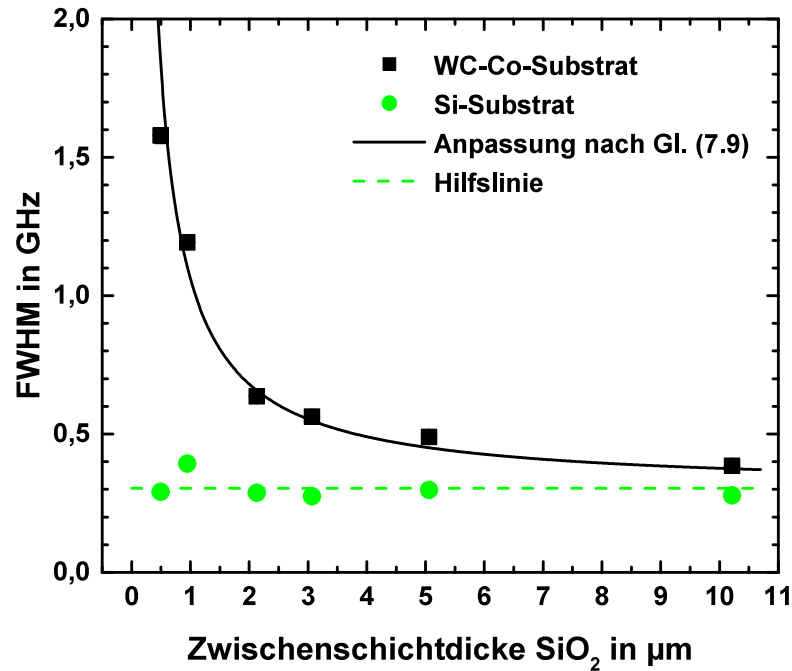


Abbildung 7.14.: Darstellung der Grenzfrequenz in Abhängigkeit der SiO₂-Schichtdicke für die Schichtverbunde auf den HM-Substraten. Zum Vergleich sind die Ergebnisse der Auswertung für dieselben Schichtverbunde auf den Si-Substraten dargestellt. Die Grenzfrequenz wurde aus den Anpassungsparametern einer Lorentzkurve an die gemessenen Imaginärteile der komplexen Permeabilität bestimmt. Die gestrichelten Linien sind als Hilfslinien für den Verlauf der Datenpunkte eingezeichnet.

WC-Co-Substrat zeigt ähnlich wie die Grenzfrequenz einen streng monotonen abfallenden Verlauf mit zunehmender Zwischenschichtdicke. Bei 0,5 μm liegt die FWHM bei 1,58 GHz. Diese verringert sich auf einen Wert von 0,39 GHz durch die Entkopplung mit einer 10 μm dicken SiO₂-Zwischenschicht. Ab einer Zwischenschichtdicke von 3 μm fällt die FWHM unter 0,6 GHz und weicht um weniger als 260 MHz vom Mittelwert von 0,30 GHz der FWHM für die Referenzschichten auf den Si-Substraten ab. Die Abweichung zum Mittelwert der Referenzschichten ist dann geringer als 100%. Damit die Abweichung unter 37% absinkt, was dem 1/e-fachen des Mittelwerts entspricht, muss die SiO₂-Schichtdicke größer als 5 μm gewählt werden.

Aus den hier aufgezeigten Ergebnissen und den daraus gewonnenen Erkenntnissen

wurde ein anschauliches physikalisches Modell entwickelt, das im nächsten Kapitel beschrieben wird. Das Modell umfasst die Erklärung zur Fragestellung, warum sich die Halbwertsbreite und die Grenzfrequenz in Abhängigkeit der SiO_2 -Schichtdicke ändern.

Für die Untersuchung der statischen magnetischen Eigenschaften wurden MOKE-Messungen an den Schicht-Substratverbunden durchgeführt. Abbildung 7.15 zeigt Messergebnisse für die leichte und schwere Polarisationsrichtung einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 3 μm dicken SiO_2 -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat. Das Ergebnis des doppelagigen Schichtverbunds auf dem WC-Co-Substrat ist vergleichbar zu dem in Abschnitt 7.2 gezeigten MOKE-Messungen des Schichtsystems mit einer TiN-Zwischenschicht. Der Hystereseverlauf der leichten Polarisationsrichtung weist eine sprunghafte Änderung der Magnetisierungsrichtung bei 1,86 mT respektive bei $-1,61$ mT auf. Im Bereich vor und nach der Ummagnetisierung ist die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht in Sättigung. Die Hysteresekurve der schweren Polarisationsrichtung ändert sich nahezu linear im Bereich von 5 mT bis -5 mT. Die Koerzitivfeldstärke ist im Vergleich zu der

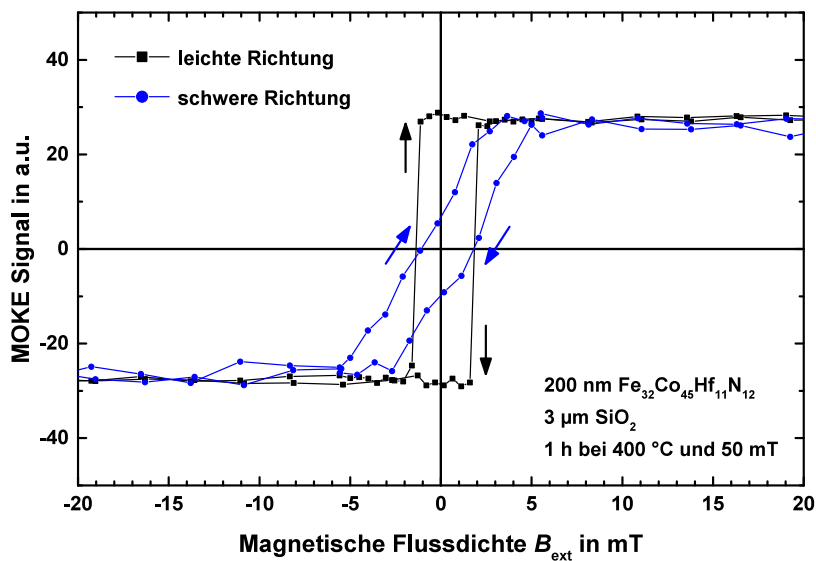


Abbildung 7.15.: Anomale Hysteresekurven der leichten und schweren Polarisationsrichtung einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 3 μm dicken SiO_2 -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat, gemessen mit dem MOKE.

Referenzschicht auf einem Si-Substrat in Abbildung 7.5 b) in Abschnitt 7.1 erhöht und die Hysteresekurven sind leicht in Richtung der positiven Feldstärke des extern angelegten Magnetfeldes verschoben. Dies führt zu einer Asymmetrie in der Koerzitivfeldstärke, was bedeutet, dass der Betrag von $\mu_0 H_{c-}$ kleiner als $\mu_0 H_{c+}$ ist. Die eingezeichneten Pfeile deuten auf das anomale Ummagnetisierungsverhalten hin, was auch bei der Entkopplung mit TiN zu beobachten ist. Für die anderen Zwischenschichtdicken von 0,5 μm , 1 μm , 2 μm , 5 μm und 10 μm sind die Hysteresekurven identisch. Der wesentliche Unterschied der statischen Eigenschaften der Schichtverbunde mit der SiO_2 -Zwischenschicht im Vergleich zu denen mit der TiN-Zwischenschicht zeigt sich bei den Koerzitivfeldstärken, die in Tabelle 7.3 zusammengefasst sind. Im Gegensatz zu den Ergebnissen, die man für die ferromagnetische Schicht mit der TiN-Zwischenschicht erhält, sind die Werte der Koerzitivfeldstärke im Fall der SiO_2 -Zwischenschicht unabhängig von der Schichtdicke. Der Mittelwert beträgt $\langle \mu_0 H_{c-} = 1,4 \text{ mT} \rangle$ und $\langle \mu_0 H_{c+} = 1,7 \text{ mT} \rangle$. Bis zu einer Schichtdicke von 1 μm sind die Werte für den Schichtverbund mit SiO_2 in guter Übereinstimmung mit denen des TiN-Schichtverbunds. Danach weichen die Werte stark voneinander ab, was auf die Zunahme der Poren im TiN-Schichtverbund zurückzuführen ist.

Den Beweis zu dieser Schlussfolgerung liefern die in Abbildung 7.16 dargestellten lichtmikroskopischen Aufnahmen von der Oberfläche der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -

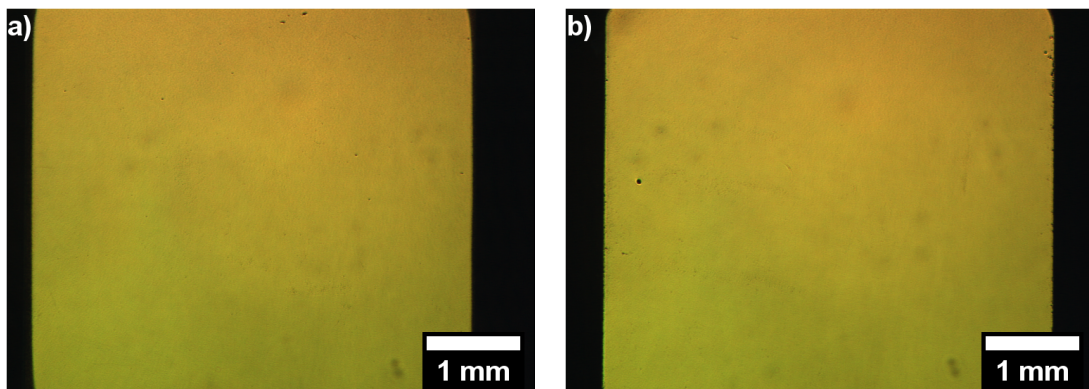


Abbildung 7.16.: Aufnahmen mit dem Lichtmikroskop von der Schichtoberfläche der 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer a) 1 μm und b) 3 μm dicken SiO_2 -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat.

Schicht mit einer a) 1 µm und b) 3 µm dicken SiO₂-Zwischenschicht auf den WC-Co-Substraten. Die Aufnahmen zeigen, dass im Fall der SiO₂-Schicht eine vernachlässigbare kleine Anzahl von nicht-magnetischen Einschlüssen in Form von Poren im Schichtverbund sowohl für die 1 µm wie auch 3 µm dicke Zwischenschicht entstehen. Demnach können Entmagnetisierungseffekte und Störungen der uniaxialen Anisotropie für die homogen ausgerichteten magnetischen Momente in der Fe₃₂Co₄₅Hf₁₁N₁₂-Schicht ausgeschlossen werden. Demzufolge erwartet man keine Änderungen bei den statischen magnetischen Eigenschaften, wie es die Werte in Tabelle 7.3 zeigen. Hingegen entsteht bei TiN-Schichten, die dicker als 1 µm sind, eine kritische Anzahl an Poren, die die statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften maßgeblich beeinflussen. Bei TiN-Schichten die 1 µm oder dünner sind, ist der Einfluss der Poren vernachlässigbar, was sich anhand der Übereinstimmung der statischen magnetischen Eigenschaften der Fe₃₂Co₄₅Hf₁₁N₁₂-Schichten auf TiN- und SiO₂-Zwischenschichten zeigt. Ungeklärt bleibt an dieser Stelle die Frage, warum die Asymmetrie und die anomale Ummagnetisierung auftreten. Auszuschließen ist, dass dies durch die Zwischenschicht verursacht wird, da die Referenzmessungen auf den Si-Substraten keinen Einfluss zeigen. Darüber hinaus kann die Entstehung von Wirbelströmen oder anderen Induktionseffekten im statischen externen Magnetfeld ausgeschlossen werden. Naheliegend ist daher, dass das WC-Co-Substrat die statischen magnetischen Messungen beeinflusst. Im Detail wird dies in Abschnitt 7.5 diskutiert.

Tabelle 7.3.: Koerzitivfeldstärke $\mu_0 H_{c-}$ und $\mu_0 H_{c+}$ in Abhängigkeit der SiO₂-Zwischenschichtdicke auf einem WC-Co-Substrat. Zum Vergleich sind die Werte der Schichtverbunde mit der TiN-Zwischenschicht aus Abschnitt 7.2 miteingetragen.

	Dicke der Zwischenschicht					
SiO ₂	0,5 µm	1 µm	2 µm	3 µm	5 µm	10 µm
$\mu_0 H_{c-}$ in mT	1,37	1,38	1,35	1,61	1,36	1,42
$\mu_0 H_{c+}$ in mT	1,75	1,77	1,52	1,86	1,37	1,58
TiN						
$\mu_0 H_{c-}$ in mT	1,35	1,36	0,92	0,86	0,09	
$\mu_0 H_{c+}$ in mT	1,77	1,83	1,36	1,37	0,56	

Zur weiteren Charakterisierung der SiO_2 -Zwischenschicht wurden ebenfalls XRD- und Leitfähigkeitsmessungen durchgeführt. Abbildung 7.17 zeigt die Röntgendiffraktogramme für die SiO_2 -Schicht auf einem a) WC-Co- und b) Si-Substrat. Wie man anhand der Messergebnisse unschwer erkennen kann, sind die SiO_2 -Schichten

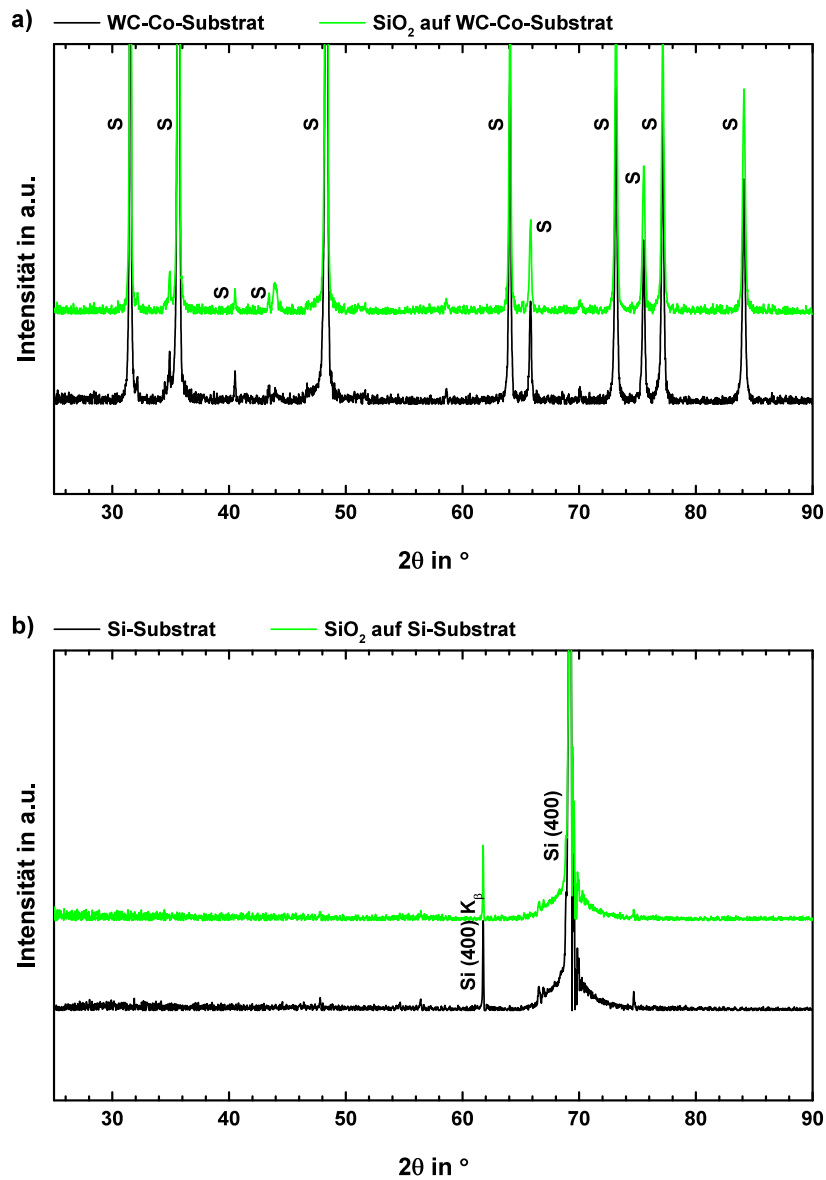


Abbildung 7.17.: Röntgendiffraktogramme von der SiO_2 -Zwischenschicht auf einem a) WC-Co- und b) Si-Substrat. Die in schwarz aufgetragene Intensität entspricht der XRD-Messung für das jeweilige Substrat ohne Schicht. In Grün sind die Ergebnisse für das entsprechende Substrat mit Schicht aufgetragen.

auf beiden Substratmaterialien röntgenamorph. Die XRD-Auswertung bestätigt damit die Entstehung einer amorphen SiO₂-Phase auf den Substraten, wie man es für ein Glas erwartet.

Der spezifische elektrische Widerstand der SiO₂-Schicht wurde gemäß Abschnitt 6.3.8 mit einem Hochohmmeter bestimmt. Die Messungen ergeben einen Wert von $2,99 \cdot 10^{20} \mu\Omega \text{ cm}$, der damit um etwa vier Größenordnungen kleiner als der Literaturwert $1 \cdot 10^{24} \mu\Omega \text{ cm}$ [312] ist. Dennoch ist der Messwert um etwa 18 Größenordnungen höher als der spezifische elektrische Widerstand für TiN und Fe₃₂Co₄₅Hf₁₁N₁₂, die in Abschnitt 7.2 aufgeführt sind. Die Leitfähigkeit der SiO₂-Schicht ist damit hinreichend gering, so dass man von einem elektrisch isolierenden Material sprechen kann.

Abschließend lassen sich für die ferromagnetische Schicht im Verbund mit einer SiO₂-Schicht die folgenden zentralen Ergebnisse zusammenfassen. Die SiO₂-Schicht beeinflusst die statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften nicht, wenn die Schichten auf einem Si-Substrat abgeschieden werden. Im Fall des WC-Co-Substrats führt die SiO₂-Zwischenschicht zu einer Entkopplung der ferromagnetischen Schicht, ähnlich wie es für TiN der Fall ist. Das Einbringen der Zwischenschicht führt zu einem eindeutig messbaren Hochfrequenzsignal bei etwa 2,2 GHz und zu einer hohen Anfangspermeabilität von über 300. Die Güte der Resonanzkurve verbessert sich im Gegensatz zu den TiN-Proben mit zunehmender Zwischenschichtdicke, da die FWHM abnimmt. Ab einer Schichtdicke von 3 μm liegt die Grenzfrequenz bei 2,2 GHz, was der Resonanzfrequenz der Fe₃₂Co₄₅Hf₁₁N₁₂-Schicht auf den Si-Referenzproben entspricht. Die FWHM ist ab dieser Schichtdicke kleiner als die doppelte FWHM der Referenzproben, so dass die Abweichung zum Mittelwert der Referenzschichten kleiner als 100 % ist. Aus den dynamischen magnetischen Ergebnissen lässt sich auf eine eingeprägte uniaxiale Anisotropie schließen. Die MOKE-Messungen an den ferromagnetischen Schichten zeigen eine Analogie zu den mit TiN entkoppelten Proben bis zu einer Schichtdicke von 1 μm . Die statischen magnetischen Eigenschaften im Fall von SiO₂-Zwischenschichten bleiben für größere Schichtdicken im Gegensatz zu den Schichtverbunden mit TiN konstant. Die Fe₃₂Co₄₅Hf₁₁N₁₂-Schichten auf der SiO₂-Zwischenschicht weisen keine Defekte in Form von Poren auf. Diese Erkenntnisse unterlegen das Ergeb-

nis, dass die Poren im Fall der TiN-Zwischenschicht Entmagnetisierungseffekte hervorrufen und die uniaxiale Anisotropie stören. Die Schlussfolgerungen aus den MOKE-Messungen legen nahe, dass das WC-Co-Substrat die Messung beeinflusst, was zu den beobachteten asymmetrischen Koerzitivfeldstärken und den anomalen Ummagnetisierungsprozessen in den Hysteresekurven beiträgt. Die Charakterisierung mit dem XRD und die Bestimmung des spezifischen elektrischen Widerstands haben gezeigt, dass beim Magnetron-Hochleistungskathodenzerstäuben elektrisch isolierende, amorphe SiO_2 -Schichten abgeschieden werden.

Anhand dieser Ergebnisse wird im nächsten Abschnitt zunächst ein Modell erarbeitet, das das dynamische magnetische Verhalten der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht in Abhängigkeit der SiO_2 -Schichtdicke auf dem WC-Co-Substrat erklärt. Im darauffolgenden Kapitelabschnitt wird ein Modell zur Erklärung der Beobachtungen bei den magnetischen Hysteresekurven vorgestellt.

7.4. Dynamisches Modell zur Entkopplung

Die Ergebnisse im Abschnitt 7.1 zeigen, dass die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht magnetisch mit dem WC-Co-Substrat wechselwirkt. Die Einprägung einer uniaxialen Anisotropie wird durch die magnetische Wechselwirkung gestört, wodurch die ferromagnetische Schicht keine Absorption im Hochfrequenzbereich aufweist. Die Deposition von TiN- und SiO_2 -Zwischenschichten entkoppeln die ferromagnetische Schicht vom WC-Co-Substrat. Die Ergebnisse zeigen, dass bereits ab einer Schichtdicke von $0,5\ \mu\text{m}$ ein eindeutiges Resonanzverhalten im Frequenzbereich von 50 MHz bis 5 GHz zu beobachten ist. Durch die magnetische Entkopplung des Schicht-Substratverbunds kann in die ferromagnetische Schicht eine uniaxiale Anisotropie eingepreßt werden, was zu einer messbaren Grenzfrequenz von etwa 2,2 GHz führt. Die gemessene Grenzfrequenz liegt im Bereich der theoretischen Kittel-Resonanzfrequenz für eine Schicht mit einer Sättigungspolarisation von 1,4 T und einer uniaxialen Anisotropie von 4,3 mT, was den Vergleich mit den Si-Referenzproben bestätigt. Als ersten zentralen Punkt des Modells kann man festhalten, dass ferromagnetische Schichten auf einem WC-Co-Substrat mit einer nicht-magnetischen Zwischenschicht vom Substrat magnetisch entkoppelt werden können.

Die zweite wichtige Beobachtung zeigt sich bei den Ergebnissen mit der SiO₂-Zwischenschicht in Abschnitt 7.3. Die Grenzfrequenz und die Halbwertsbreite der Resonanzkurven weisen eine Abhängigkeit von der Schichtdicke der elektrisch isolierenden Zwischenschicht auf. Das heißt, obwohl der Schicht-Substratverbund magnetisch entkoppelt ist, gibt es einen zweiten Mechanismus, der die FWHM der Resonanzkurve beeinflusst. Betrachtet man den Schicht-Substratverbund in einem zeitabhängigen elektromagnetischen Wechselfeld, was bei der Messung der dynamischen magnetischen Eigenschaften der Fall ist, so ist klar, dass die zeitabhängige magnetische Komponente des Wechselfeldes nach dem Induktionsgesetz Wirbelströme in den elektrisch leitenden Materialien des Schicht-Substrataufbaus erzeugt. Die Bestimmung des spezifischen Widerstands ergibt für Fe₃₂Co₄₅Hf₁₁N₁₂ einen Wert von 100 μΩ cm, für WC-Co 15 μΩ cm und für SiO₂ 2,99 · 10²⁰ μΩ cm. Die elektrische Leitfähigkeit der SiO₂-Zwischenschicht ist so gering, dass diese elektrisch isolierend wirkt. Bei der Wechselwirkung mit dem Hochfrequenzfeld entstehen deshalb keine Wirbelströme in der SiO₂-Zwischenschicht. Die ferromagnetische Schicht hat eine bedeutend höhere elektrische Leitfähigkeit. In der Literatur [39, 43] ist für vergleichbare Schichten gezeigt, dass in der Schicht Wirbelströme entstehen, die zur Dämpfung des Resonanzsignals beitragen. Jedoch zeigen die Ergebnisse in [39, 43], dass die Dämpfung durch Wirbelströme für eine Schichtdicke unterhalb 600 nm vernachlässigbar klein ist. Eine wichtige Anmerkung an dieser Stelle ist der Punkt, dass die Schichtdicke der ferromagnetischen Fe₃₂Co₄₅Hf₁₁N₁₂-Schicht für alle Proben konstant bei 200 nm liegt. Deshalb kann eine Veränderung bezüglich der Dämpfung durch Wirbelströme in der ferromagnetischen Schicht ausgeschlossen werden. Als letzte mögliche Quelle für einen Einfluss auf die Dämpfung der Resonanzkurve bleibt das WC-Co-Substrat. Das Substrat weist eine zu der Fe₃₂Co₄₅Hf₁₁N₁₂-Schicht vergleichbare, sogar leicht höhere Leitfähigkeit auf. Es ist demzufolge davon auszugehen, dass Wirbelströme im Substrat entstehen. Inwiefern die Wirbelströme im Substrat einen Einfluss auf die Dämpfung der Präzessionsbewegung der magnetischen Momente in der ferromagnetischen Schicht haben, ist in Abbildung 7.18 schematisch dargestellt.

Die zeitabhängige magnetische Komponente des hochfrequenten Wechselfeldes $\vec{H}_{\text{exc}}(t)$, das mit den roten Pfeillinien angedeutet ist, induziert im elektrisch

leitenden WC-Co-Substrat Wirbelströme. Die Wirbelströme sind als grüne kreisförmige Linien im Substrat eingezeichnet. Diese Wirbelströme erzeugen nach dem Ampère'schen Durchflutungsgesetz ein Magnetfeld $\vec{H}_{\text{dis}}(t)$, angedeutet durch die blauen Pfeillinien, das nach der Lenz'schen Regel seiner Ursache entgegenwirkt. Das Magnetfeld $\vec{H}_{\text{dis}}(t)$ stört das anregende Magnetfeld $\vec{H}_{\text{exc}}(t)$ und die homogene Präzession der magnetischen Momente. Dies führt zu einer Verschiebung der Grenzfrequenz hin zu höheren Frequenzen und vor allem zu einer Verbreiterung der Resonanzkurve. Die magnetische Feldstärke des Störfeldes nimmt mit zunehmendem Abstand ab, was die Verringerung der Dämpfung bei dickeren SiO_2 -Schichten erklärt. Die Abstandsabhängigkeit der Magnetfeldstärke H_{dis} ergibt sich durch Integration des Ampèreschen Durchflutungsgesetzes. Das Ampère'sche Durchflutungsgesetz in differentieller Form lautet

$$\text{rot } \vec{B} = \mu_0 \vec{j} + \mu_0 \frac{\partial \vec{D}}{\partial t_0}, \quad (7.1)$$

wobei \vec{B} für die magnetische Flussdichte, \vec{j} für die Stromdichte und $\partial \vec{D} / \partial t$ für den elektrischen Verschiebungsstrom stehen. Für einen geschlossenen Stromkreis vereinfacht sich diese Gleichung zu

$$\text{rot } \vec{B} = \mu_0 \vec{j}. \quad (7.2)$$

Aus Gleichung (7.2) lässt sich schlussfolgern, dass ein stromdurchflossener Leiter von einem rotationssymmetrischen Magnetfeld umgeben wird. Die Feldstärke $\mu_0 H$ berechnet sich aus Gleichung (7.2), indem man über eine geschlossene Fläche integriert. Daraus erhält man die integrale Darstellung des Ampère'schen Gesetzes

$$\iint_A \text{rot } \vec{B} \, d\vec{A} = \mu_0 \iint_A \vec{j} \, d\vec{A}. \quad (7.3)$$

Mit dem Integralsatz von Stokes kann man das Flächenintegral auf der linken Seite von Gleichung (7.3) zu einem Linienintegral entlang der Randkurve der Fläche A umschreiben

$$\oint_{\partial A} \vec{B} \, ds = \mu_0 \iint_A \vec{j} \, d\vec{A}. \quad (7.4)$$

Da es sich um ein rotationssymmetrisches Problem handelt, ergibt die Lösung der

linken Seite

$$\oint_{\partial A} \vec{B} \, ds = 2\pi r \vec{B}. \quad (7.5)$$

Die Integration der rechten Seite von Gleichung (7.4) liefert die elektrische Stromstärke I

$$\mu_0 \iint_A \vec{j} \, d\vec{A} = \mu_0 I. \quad (7.6)$$

Die Magnetfeldstärke ist demnach proportional zum Strom I und zu $1/r$, das heisst die Magnetfeldstärke nimmt radial vom stromdurchflossenen Leiter nach außen mit $1/r$ ab

$$H = \frac{I}{2\pi r}. \quad (7.7)$$

Im Zusammenhang mit dem in Abbildung 7.18 gezeigten Wirbelströmen, die in den Ebenen senkrecht zum Magnetfeld als geschlossene Kreisströme fließen und die an der Grenzfläche von Substrat und der SiO₂-Schicht als parallel zu der ferromagnetischen Schichtebene angenommen werden können, nimmt die Feldstärke von $\vec{H}_{\text{dis}}(t)$ umgekehrt proportional zum Abstand x zwischen ferromagnetischer Schicht und Substrat ab

$$H_{\text{dis}} \propto \frac{1}{x}. \quad (7.8)$$

Nimmt man an, dass das Störfeld linear zur Verbreiterung der natürlichen Linienbreite α_{eff} beiträgt, ergibt sich für die Abstandsabhängigkeit der Halbwertsbreite

$$\text{FWHM}(x) = \alpha_{\text{eff}} + \beta \cdot \frac{1}{x}. \quad (7.9)$$

Zur Überprüfung dieses Modells wurde Gleichung (7.9) an die Messdaten in Abbildung 7.14 angefitet. Das Ergebnis zeigt, dass die Abstandsabhängigkeit sehr gut durch das Modell wiedergegeben wird. Für das Gesamtbild des Modells lässt sich schlussfolgernd festhalten, dass durch die Vergrößerung des Abstands zwischen ferromagnetischer Schicht und Substrat der Einfluss des Magnetfelds, welches durch Wirbelströme im elektrisch leitenden Substrat induziert wird, abgeschwächt werden kann. Die Zwischenschicht muss für diesen Effekt elektrisch isolierend sein.

Wendet man dieses Modell auf die Ergebnisse in Abschnitt 7.2 für den Schichtverbund, bestehend aus Fe₃₂Co₄₅Hf₁₁N₁₂ und TiN auf einem WC-Co-Substrat an, so müssen folgende Anmerkungen berücksichtigt werden. Das TiN hat einen

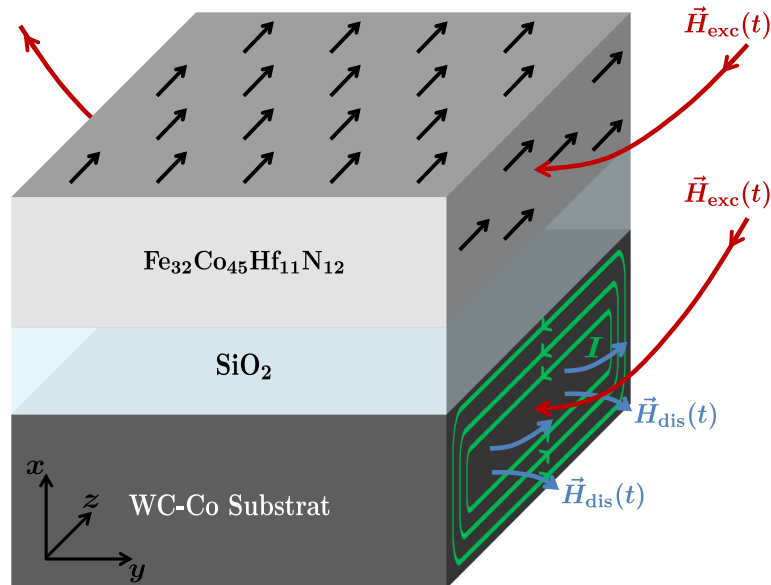


Abbildung 7.18.: Schematische Darstellung des Einflusses eines hochfrequenten elektromagnetischen Wechselfelds auf einen doppelagigen Schichtverbund auf einem WC-Co-Substrat. Der Schichtverbund besteht aus einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht und einer elektrisch isolierenden SiO_2 -Zwischenschicht. Die Anregung der magnetischen Momente mit einem hochfrequenten elektromagnetischen Wechselfeld $\vec{H}_{\text{exc}}(t)$ (rote Pfeillinien) induziert Wirbelströme (grüne Linien) in dem elektrisch leitenden Substrat. Die Wirbelströme erzeugen nach dem Ampère'schen Durchflutungsgesetz ein Magnetfeld $\vec{H}_{\text{dis}}(t)$ (blaue Pfeillinien), das nach der Lenz'schen Regel seiner Ursache entgegenwirkt. Dieses Magnetfeld stört die Präzession der magnetischen Momente. Vergrößert man die elektrisch isolierende Schichtdicke, nimmt die Störung mit $1/x$ ab (siehe Abbildung 7.14).

spezifischen elektrischen Widerstand von $72 \mu\Omega \text{ cm}$. Die Leitfähigkeit ist damit vergleichbar mit dem WC-Co-Substrat. Im elektromagnetischen Wechselfeld entstehen deshalb sowohl im Substrat wie auch in der Zwischenschicht Wirbelströme. Die Erhöhung der TiN-Zwischenschichtdicke hat, abgesehen von der magnetischen Entkopplung, die aber bereits bei $0,5 \mu\text{m}$ zu beobachten ist, keinen Effekt. Der Grund dafür ist, dass die Wirbelströme in der Zwischenschicht selbst induziert werden. Das daraus resultierende Störfeld und dessen Feldstärke kann folglich durch die Dicke der TiN-Zwischenschicht nicht abgeschwächt werden, da die ferromagnetische Schicht direkt an die TiN-Schicht angrenzt. Demzufolge erwartet

man für den Schichtverbund mit TiN eine magnetische Entkopplung, so dass die ferromagnetische Schicht eine Resonanz im Hochfrequenzbereich aufzeigt, dessen Halbwertsbreite mit zunehmender Schichtdicke unverändert bleibt. Die Ergebnisse in Abschnitt 7.2 zeigen aber genau das Gegenteil. Die Halbwertsbreite nimmt sich ab einer Schichtdicke von 2 μm zu. Die Begründung für diese Beobachtung wurde in Abschnitt 7.2 bereits aufgezeigt. Mit zunehmender TiN-Schichtdicke erhöht sich die Anzahl an Poren im Schichtverbund, die die uniaxiale Anisotropie im ferromagnetischen Film verschlechtern, was zu einer Verbreiterung der Resonanzkurve führt. Daran zeigt sich, dass neben den oben genannten Effekten die Resonanzkurve auch von Defekten im Schichtverbund beeinflusst wird.

Zum Abschluss dieses Kapitelabschnitts lassen sich die zentralen Aussagen des dynamischen Modells zur Entkopplung von Schichten des Stoffsystems Fe-Co-Hf-N auf WC-Co-Substraten wie folgt zusammenfassen:

- Die ferromagnetische Schicht kann mit einer nicht-magnetischen Zwischenschicht vom Substrat magnetisch entkoppelt werden, so dass eine ferromagnetische Resonanz messbar ist.
- Mit einer nicht-magnetischen elektrisch isolierenden Zwischenschicht kann die Halbwertsbreite der Resonanzlinie in Abhängigkeit von der Schichtdicke verkleinert werden.
- Defekte wie zum Beispiel Poren, nicht-magnetische Einschlüsse oder Risse beeinflussen die uniaxiale Anisotropie, wodurch die Halbwertsbreite des Resonanzsignals vergrößert wird.

Aus den hier gewonnenen Erkenntnissen wurde im weiteren Verlauf der Dissertation eine Optimierung der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Sensoreigenschaften mit Zwischenschichten aus dem Stoffsystem Ti-Al-N auf WC-Co-Substraten untersucht. $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ verspricht im Vergleich zu TiN einen höheren spezifischen Widerstand von 2800 $\mu\Omega\text{ cm}$ [301] und weist sehr gute Verschleißigenschaften auf. Bevor die Ergebnisse präsentiert werden, wird im nächsten Abschnitt das Modell zur Erklärung der beobachteten anomalen Hystereseigenschaften der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat vorgestellt.

7.5. Statisches, illustratives Modell zur magnetischen Entkopplung

Die Ergebnisse der MOKE-Messungen an einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht, die direkt auf dem WC-Co-Substrat abgeschieden wurde, zeigen dass durch die magnetische Wechselwirkung von Substrat und Schicht die Einprägung einer uniaxialen Anisotropie stark beeinflusst wird. Nach der magnetischen Entkopplung mit einer TiN- oder SiO_2 -Zwischenschicht kann aus den Ergebnissen der HF-Messungen auf eine uniaxiale Anisotropie in der Schichtebene geschlossen werden. Jedoch zeigen die MOKE Messungen ein anomales Ummagnetisierungsverhalten in den Hysteresekurven. Das heißt die Magnetisierungsrichtung in der Schicht dreht sich in die entgegengesetzte Richtung, ohne dass das extern angelegte Feld seine Richtung ändert. Zur Verdeutlichung dieses Effektes ist in Abbildung 7.19 nochmal das Ergebnis der MOKE Messung der leichten Polarisationsrichtung der 200 nm

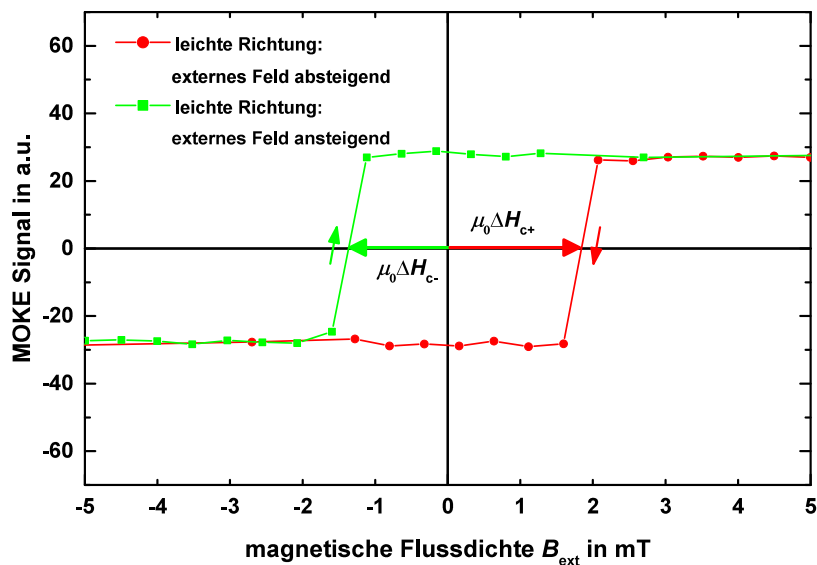


Abbildung 7.19.: Anomale Hysteresekurve der leichten Polarisationsrichtung einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 3 μm dicken SiO_2 -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat. Die roten runden Datenpunkte zeigen den Verlauf der Hysteresekurve für das externe Magnetfeld von 5 mT bis -5 mT und die grünen quadratischen Datenpunkte zeigen den Verlauf der Hysteresekurve für das externe Feld von -5 mT bis 5 mT.

dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer $3\ \mu\text{m}$ dicken SiO_2 -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat vergrößert dargestellt. Die farbliche Trennung der beiden Äste der Hysteresekurve für das externe Magnetfeld von $5\ \text{mT}$ bis $-5\ \text{mT}$ und umgekehrt, verdeutlicht die anomale Ummagnetisierung der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht. Anhand der Abbildung wird die Asymmetrie der Koerzitivfeldstärke deutlich, was unschwer an $|\mu_0 H_{c-}| < |\mu_0 H_{c+}|$ zu erkennen ist.

Da die MOKE-Messungen in einem statischen homogenen Magnetfeld durchgeführt werden, kann ein Einfluss der nicht-magnetischen Zwischenschicht und Einflüsse durch Wirbelströme oder andere Induktionseffekte ausgeschlossen werden. Die einzige Komponente des Schicht-Substrataufbaus, die die Messung beeinflussen kann, ist das ferromagnetische WC-Co-Substrat. Im statischen homogenen Magnetfeld werden sowohl die ferromagnetische Schicht als auch das Substrat magnetisiert. Die magnetischen Momente richten sich entlang der Magnetfeldlinien aus. Der Verlauf der Magnetfeldlinien, der sich für eine ferromagnetische Schicht und den Schicht-Substratverbund im externen Feld ergibt, ist in Abbildung 7.20 a) respektive b) dargestellt. Die Nettomagnetisierung des WC-Co-Substrats erzeugt ein Magnetfeld \vec{H}_{sub} (rote Feldlinien), das dem externen Magnetfeld \vec{H}_{ext} (blaue Feldlinien) im Bereich der Schichtoberfläche entgegengerichtet ist, wie es die Skizze in b) zeigt. Die magnetischen Momente der ferromagnetischen Schicht werden demzufolge durch ein effektives Feld \vec{H}_{eff} ausgerichtet, das aus der Superposition von \vec{H}_{ext} und \vec{H}_{sub} resultiert.

In Abschnitt 7.1 haben die VSM-Messergebnisse am WC-Co-Substrat gezeigt, dass das Substrat halbhartmagnetisch ist. Zur Erinnerung zeigt Abbildung 7.20 e) die Hysteresekurve für das Substrat. Die Änderung der magnetischen Polarisation des Substrats ist für kleine Feldstärken im Bereich der Remanenz vernachlässigbar. Das Magnetfeld \vec{H}_{sub} kann demnach als konstant angenommen werden und bleibt trotz kleiner externer Feldstärke aufrechterhalten. Die Richtung von \vec{H}_{sub} zeigt entgegen des externen Magnetfeldes \vec{H}_{ext} , wodurch die externe Feldstärke reduziert wird.

Ein Magnetisierungszyklus im effektiven Magnetfeld \vec{H}_{eff} lässt sich dementsprechend wie folgt beschreiben. Am Startpunkt, bei einer hohen externen Magnetfeldstärke, ist der Beitrag vom Substrat zum effektiven Feld sehr klein, so dass

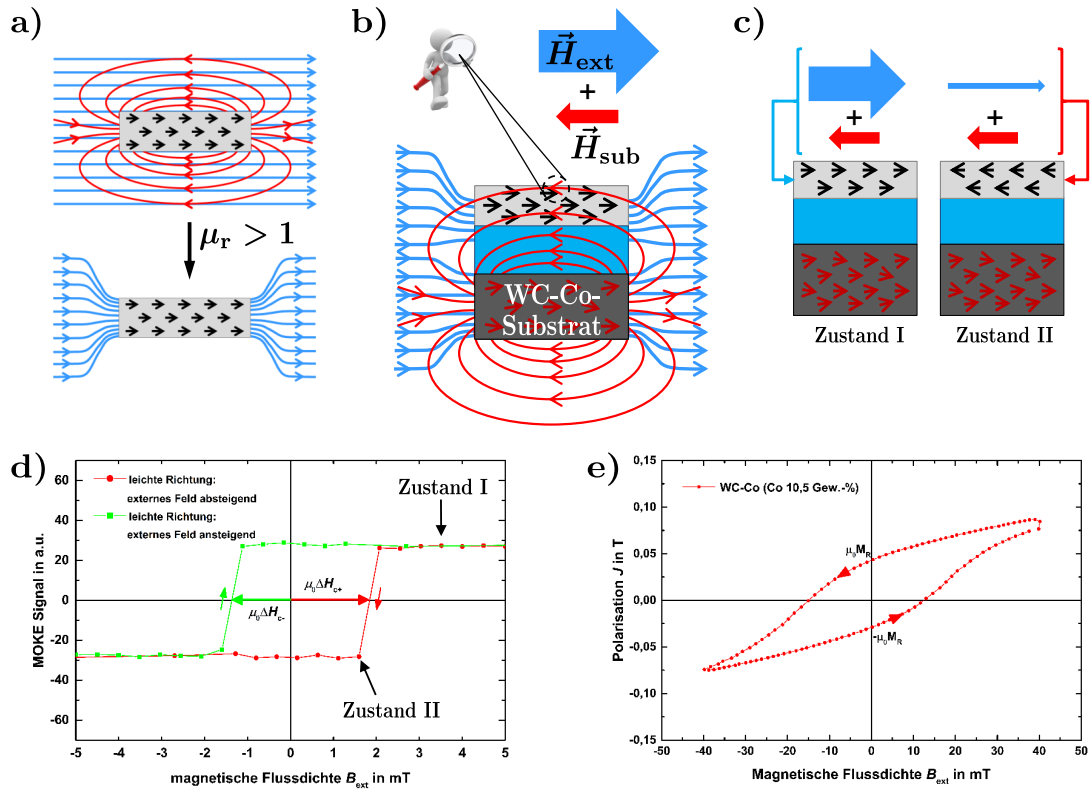


Abbildung 7.20.: Schematische und qualitative Erklärung zum anomalen Umagnetisierungsprozess bei den MOKE-Messungen für eine 200 nm dicke $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit SiO_2 - oder TiN -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat. a) Verlauf der Magnetfeldlinien für eine ferromagnetische Schicht. Aus den oben dargestellten Magnetfeldern resultiert der magnetische Fluss im Bereich der ferromagnetischen Schicht (unten). b) Verlauf der Magnetfeldlinien für einen Schicht-Substratverbund mit einem ferromagnetischen Substrat. c) Ausrichtung der magnetischen Momente in der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht in Abhängigkeit der Superposition vom externen Magnetfeld und Magnetfeld des Substrats. d) Hysteresekurve für die leichte Polarisationsrichtung der 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer $3\ \mu\text{m}$ SiO_2 -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat. e) Hysteresekurve des Substrats.

die Richtung von \vec{H}_{eff} vom externen Magnetfeld bestimmt wird. Die magnetischen Momente in der Schicht richten sich entlang den Feldlinien des externen Magnetfeldes aus und die Schicht ist in Sättigung. In Abbildung 7.20 c) ist diese Situation durch Zustand I bildlich dargestellt. Wird der Betrag des externen Magnetfeldes

auf unter 3 mT verringert, muss der Einfluss durch das Feld des Substrats beachtet werden. Die Richtung des effektiven Felds ist von der Superposition von \vec{H}_{ext} und \vec{H}_{sub} abhängig. Da das Magnetfeld \vec{H}_{sub} auch bei kleinen Feldstärken aufrechterhalten bleibt, ändert sich die Richtung von \vec{H}_{eff} in die entgegengesetzte Richtung, genau dann, wenn der Betrag von \vec{H}_{sub} größer wird als der Betrag von \vec{H}_{ext} . Die Richtungsänderung von \vec{H}_{eff} führt schließlich zu der Ummagnetisierung in der Schicht. Bei der MOKE-Messung wird die Feldstärke des Substrats nicht erfasst, so dass bei den Messdaten nur die externe Magnetfeldstärke berücksichtigt ist. Bei der Auftragung der Messdaten in Abhängigkeit der externen Feldstärke erscheint der Ummagnetisierungsprozess demzufolge entgegen der Richtung des externen Felds. Die Äste der Hystereseurve sind deshalb um die Werte $\mu_0 H_{c+}$ zur positiven Magnetfeldstärke bei abnehmendem externem Magnetfeld und $\mu_0 H_{c-}$ zur negativen Magnetfeldstärke bei ansteigendem externem Magnetfeld verschoben, wie es Abbildung 7.20 d) zeigt. Die Asymmetrie bei den Betragswerten von $\mu_0 H_{c-}$ und $\mu_0 H_{c+}$ entsteht durch die Asymmetrie bei der Remanenz der Hystereseurve des WC-Co-Substrats aufgrund des unvollständigen Ummagnetisierungsprozesses. Im Fall des abnehmenden externen Magnetfelds beträgt die Remanenz 46 mT und beim ansteigenden Magnetfeld liegt die Remanenz bei -31 mT. Die mit der MOKE-Methode gemessenen Hysteresekurven für die ferromagnetische Schicht mit Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat sind deshalb im Vergleich zu der Messung auf einem Si-Substrat verschoben und verbreitert.

Ausgehend von diesem Modell wurde mit den Ergebnissen aus Abschnitt 7.3 eine Korrektur der externen Magnetfeldstärke beispielhaft für die 200 nm dicke $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 3 μm dicken SiO_2 -Zwischenschicht auf dem WC-Co-Substrat durchgeführt. Für die Korrektur wurde der Teil der Hystereseurve für das abnehmende externe Magnetfeld ($+40$ mT bis -40 mT) um den Mittelwert $\langle \mu_0 H_{c+} = 1,7 \text{ mT} \rangle$ zu einem kleineren und der Teil der Hystereseurve für das ansteigende externe Magnetfeld (-40 mT bis 40 mT) um den Mittelwert $\langle \mu_0 H_{c-} = 1,4 \text{ mT} \rangle$ zu einem größeren magnetischen Fluss verschoben. Die Mittelwerte wurden aus den Koerzitivfeldstärken für den $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12} / \text{SiO}_2$ -Schichtaufbau gebildet. Abbildung 7.21 zeigt das Ergebnis nach der Korrektur. Nach der Berichtigung ist der Verlauf der Hysteresekurven für die leichte und schwere Polarisationsrichtung in sehr guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen,

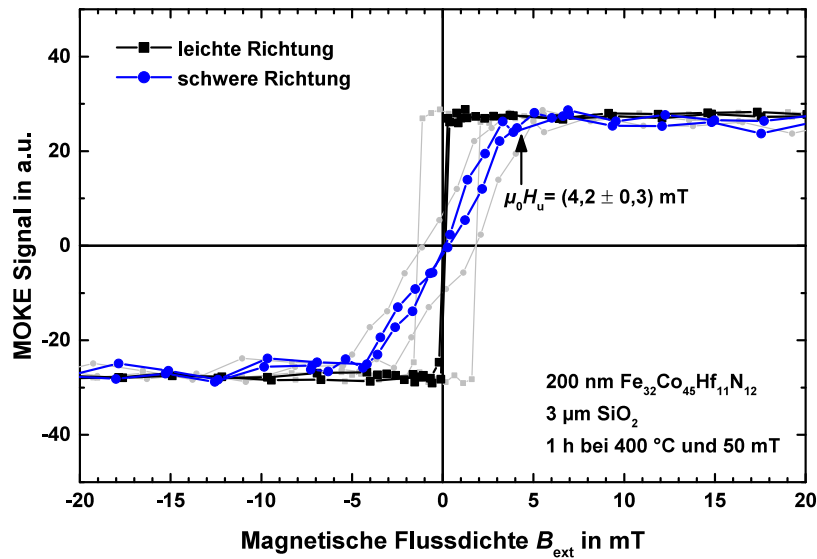


Abbildung 7.21.: Magnetische Hysteresekurven der leichten und schweren Polarisationsrichtung nach der Korrektur der externen Magnetfeldstärke für die 200 nm dicke $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 3 μm dicken SiO_2 -Zwischenschicht auf dem WC-Co-Substrat, gemessen mit der MOKE-Methode. Die schwarzen quadratischen Datenpunkte zeigen den Verlauf der Hysteresekurve für die leichte Polarisationsrichtung und die blauen runden Datenpunkte für die schwere Polarisationsrichtung. In grau sind zum Vergleich die Messwerte aufgetragen.

die man für eine ferromagnetische Schicht mit uniaxialer Anisotropie auf einem Si-Substrat erhält. Die Ergebnisse nach der Korrektur zeigen, dass die leichte und schwere Polarisationsrichtung eindeutig unterscheidbar sind. Es ergibt sich daraus eine uniaxiale Anisotropiefeldstärke in der Schichtebene von $\mu_0 H_u = 4,2 \text{ mT}$. Das Ergebnis weicht nur um etwa 6,7% von der Referenzmessung auf dem Si-Substrat ab und bestätigt die Ergebnisse der dynamischen magnetischen Messungen, die gezeigt haben, dass eine uniaxiale Anisotropie nach der Wärmenachbehandlung im Magnetfeld vorhanden ist.

Dieses Modell lässt sich auf die Ergebnisse mit einer TiN-Zwischenschicht anwenden. Hierbei ist jedoch zu beachten, dass dies nur bis zu einer Zwischenschichtdicke bis 1 μm möglich ist. Ab einer Zwischenschichtdicke von 2 μm übersteigt die Anzahl an Poren im Schichtverbund einen kritischen Wert, so dass die statischen magnetischen Eigenschaften maßgebend durch Entmagnetisierungseffekte beeinflusst

werden, was in Abschnitt 7.2 gezeigt wurde. Die Poren führen dazu, dass sich die Werte von $\mu_0 H_{c-}$ und $\mu_0 H_{c+}$ stark im Vergleich zu den Werten unterhalb $2\ \mu\text{m}$ und im Vergleich zum $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ / SiO_2 -Schichtaufbau verändern. Demzufolge werden die statischen magnetischen Eigenschaften der ferromagnetischen Schicht nicht nur durch das Substrat beeinflusst, sondern auch durch Defekte wie zum Beispiel Poren.

Zusammenfassend lässt sich für das statische Modell zur Entkopplung der Funktionsschicht vom WC-Co-Substrat folgendes festhalten:

- Ohne eine nicht-magnetische Zwischenschicht kann keine uniaxiale Anisotropie in die ferromagnetische Schicht auf dem WC-Co-Substrat eingeprägt werden.
- Mit einer nicht-magnetischen Zwischenschicht kann die ferromagnetische Schicht magnetisch vom WC-Co-Substrat entkoppelt werden, so dass ab einer Schichtdicke von $0,5\ \mu\text{m}$ eine uniaxiale Anisotropie in die Schicht eingeprägt werden kann.
- Der Substrateinfluss (WC-Co) auf die ferromagnetische Schicht im statischen homogenen Magnetfeld übt eine Zwangskraft auf die magnetischen Momente in der Schicht aus, die die magnetischen Momente bei kleinen Feldstärken $< 2\ \text{mT}$ entgegen der externen Magnetfeldrichtung in die entgegengesetzte Magnetisierungsrichtung dreht (anomale Ummagnetisierung).
- Defekte und nicht-magnetische Einschlüsse im Schichtverbund, wie zum Beispiel Poren, beeinflussen die statischen magnetischen Eigenschaften.

Im nächsten Abschnitt werden die Ergebnisse zur Optimierung der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Sensoreigenschaften mit Zwischenschichten im Stoffsystem Ti-Al-N auf WC-Co-Substraten vorgestellt.

7.6. Entkopplung mit einer Zwischenschicht im System Ti-Al-N

Nach den Erkenntnissen aus dem statischen und dynamischen Modell in den vorherigen Abschnitten wurde im weiteren Verlauf dieser Arbeit eine Optimierung der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Sensoreigenschaften mit Zwischenschichten im Stoffsystem Ti-Al-N auf WC-Co-Substraten untersucht. (Ti, Al)N ist im Vergleich zu TiN ebenfalls ein geeigneter Hartstoff, der für die Anwendung als Verschleißschutz eingesetzt wird. Im Gegensatz zu TiN, ist für (Ti, Al)N ein höherer spezifischer elektrischer Widerstand zu erwarten. Darüber hinaus bietet (Ti, Al)N eine höhere Warmfestigkeit und höhere Oxidationsbeständigkeit, was zum Beispiel für die Anwendung als Verschleißschicht für Zerspanwerkzeuge hinsichtlich höherer Schnittgeschwindigkeit von Vorteil ist. Der Schichtaufbau ist in Abbildung 7.22 skizziert. Die Schichten wurden analog zu den anderen Proben mittels Magnetron-Hochleistungskathodenzerstäubung auf WC-Co- und Si-Substraten abgeschieden. Die Zwischenschichtdicke wurde im Bereich von $0,5\ \mu\text{m}$ bis $5\ \mu\text{m}$ systematisch ($0,5\ \mu\text{m}$, $1\ \mu\text{m}$, $2\ \mu\text{m}$, $3\ \mu\text{m}$ und $5\ \mu\text{m}$) variiert. Im Anschluss an die Schichtherstellung wurden die Proben für 1 h bei $400\ ^\circ\text{C}$ im Magnetfeld bei $50\ \text{mT}$ wärmebehandelt.

Aufgrund den vorhergehenden Ergebnissen zur magnetischen Entkopplung der Funktionsschicht vom ferromagnetischen Substrat wurde zunächst versucht eine

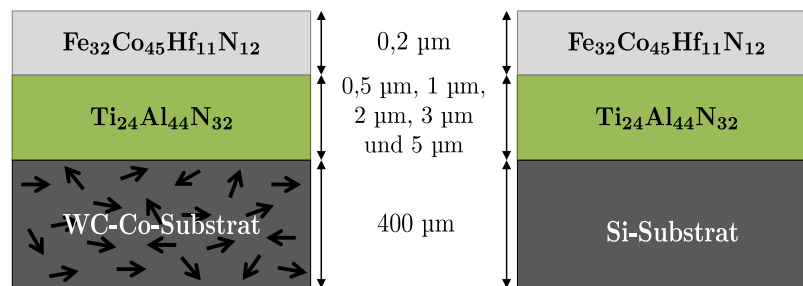


Abbildung 7.22.: Schema des Schichtaufbaus für die Entkopplung der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht vom WC-Co-Substrat mit einer $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Zwischenschicht. Für die Referenzproben auf den Si-Substraten wurde der selbe Schichtaufbau gewählt.

möglichst homogene Zwischenschicht mit sehr guten mechanischen Eigenschaften und einem hohen spezifischen elektrischen Widerstand herzustellen. Aus der Literatur ist bekannt, dass amorphe Metalle, amorphe Hartstoffschichten und amorphe Keramiken gegenüber ihren kristallinen Vertretern verbesserte, oft herausragende mechanische Eigenschaften in Form von einer höheren Härte, bei geringeren Eigenstressen aufweisen [328–331]. Des Weiteren bieten solche amorphe Schichten eine höhere Oxidationsbeständigkeit, da Korrosion häufig an Korngrenzen beginnt, einen hohen spezifischen elektrischen Widerstand und zeigen damit geringe Wirbelstromverluste [328–331]. Ein wichtiger Vorteil der amorphen Materialien gegenüber den kristallinen Materialien ist, dass bei der PVD-Abscheidung die Oberfläche von amorphen Schichten deutlich glatter ist, das heißt die Oberflächenrauheit ist deutlich geringer, als bei kristallinen Schichten, die in der Regel ein stängelförmiges Wachstum zeigen und somit eine raue Oberfläche erzeugen [328–331]. Aus diesen Gründen wurde zunächst versucht eine amorphe beziehungsweise nanokristalline Zwischenschicht abzuscheiden, um den Funktionsnachweis der ferromagnetischen Schicht auf einer Zwischenschicht im System Ti-Al-N nachzuweisen.

Die Bestimmung der elementaren Schichtzusammensetzung mittels ESMA an einer 3 µm dicken Schicht im Stoffsystem Ti-Al-N ergibt eine Zusammensetzung von 22,7 At.-% Ti, 40,8 At.-% Al, 30,3 At.-% N und zeigt eine Verunreinigung der Schicht von 4,6 At.-% O, 1,5 At.-% C und 0,1 At.-% Ar. Vernachlässigt man die Verunreinigungen, die sich größtenteils an der Oberfläche ablagern, ergibt sich eine Schichtzusammensetzung von $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$. Die Schicht setzt sich aus 68 % metallischen Anteil mit der Zusammensetzung $\text{Ti}_{35}\text{Al}_{65}$ und 32 % Stickstoff zusammen. Es scheint damit näherungsweise eine $(\text{TiAl}_2)_2\text{N}$ Phase in der Zwischenschicht vorzuliegen. Die reaktive Schichtabscheidung in einer Ar- und N_2 -Atmosphäre im Verhältnis 100 sccm zu 3 sccm bei einer Leistung von 300 W und einem Arbeitsgasdruck von 0,2 Pa führt zu einem deutlichen Stickstoffdefizit und Metallüberschuss in der Schicht. Im Vergleich zu dem verwendeten Target $(\text{Ti}_{40}\text{Al}_{60})_{50}\text{N}_{50}$ ist der Metallanteil aufgrund des Stickstoffdefizits erhöht. Der erhöhte Metallanteil führt dazu, dass die Zwischenschicht sehr glatt und nanokristallin ist, was im Folgenden experimentell gezeigt wird. Aufgrund des hohen Metallanteils ist von einer hohen Zähigkeit bei einer etwas geringeren Härte auszugehen, was bei der Anwendung als Verschleißschutzschicht nicht unbedingt von Nachteil ist.

Die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ / $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schichtverbunde auf den Si-Substraten weisen Risse nach der Wärmenachbehandlung im Magnetfeld auf, ähnlich wie es für die Schichtverbunde mit TiN auf den Si-Substraten der Fall war. Die Risse entstehen durch Zugspannungen an der Grenzfläche zwischen Substrat und $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schicht, aufgrund der unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten. (Ti, Al)N hat einen höheren thermischen Ausdehnungskoeffizient von $7,5 \text{ ppm K}^{-1}$ [306] im Vergleich zur thermischen SiO_2 -Schicht auf dem Si-Substrat mit $0,52 \text{ ppm K}^{-1}$ [312]. Die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ / $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schichtverbunde auf den HM-Substraten zeigen keine Risse. Der thermische Ausdehnungskoeffizient von WC-Co liegt im Bereich von 5 ppm K^{-1} bis $5,5 \text{ ppm K}^{-1}$ [257, 258], was vergleichbar zu (Ti, Al)N ist. Die Charakterisierung der magnetischen Eigenschaften beschränkt sich deshalb im weiteren Verlauf auf die Schichtverbunde, die auf den HM-Substraten hergestellt wurden.

Die Ergebnisse der dynamischen magnetischen Eigenschaften der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht in Abhängigkeit der $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Zwischenschichtdicke ist in Abbildung 7.23 dargestellt. Analog zu den SiO_2 - und TiN-Zwischenschichten zeigen die Ergebnisse, dass durch die magnetische Entkopplung eine Resonanz im Bereich zwischen 50 MHz und 5 GHz ab einer Zwischenschichtdicke von $0,5 \mu\text{m}$ zu beobachten ist. Ähnlich wie für die TiN-Zwischenschicht zeigt sich für das Resonanzverhalten ein Optimum bei der $1 \mu\text{m}$ dicken $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Zwischenschicht. Im Gegensatz zu der TiN-Zwischenschicht verändert sich die Resonanzkurve mit zunehmender Schichtdicke aber nur sehr gering, so dass man das Resonanzsignal ab einer Schichtdicke von $1 \mu\text{m}$ als konstant annehmen kann. Die Auswertung des HF-Signals der ferromagnetischen Schicht mit der $1 \mu\text{m}$ dicken $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Zwischenschicht, ergibt eine Grenzfrequenz von 2,1 GHz bei einer Halbwertsbreite von 1,5 GHz. Die Grenzfrequenz ist vergleichbar mit der theoretischen Resonanzfrequenz von 2,2 GHz nach Kittel. Die Halbwertsbreite ist in guter Übereinstimmung mit dem Ergebnis von 1,7 GHz für den Schichtaufbau mit der $1 \mu\text{m}$ dicke TiN-Zwischenschicht. Die Anfangspermeabilität liegt bei fast 500 und ist im Vergleich zu den anderen Schicht-Substrat-Systemen sogar noch etwas höher.

Die statischen magnetischen Schichteigenschaften wurden mittels MOKE untersucht. Die Messergebnisse der leichten und schweren Polarisationsrichtung für den

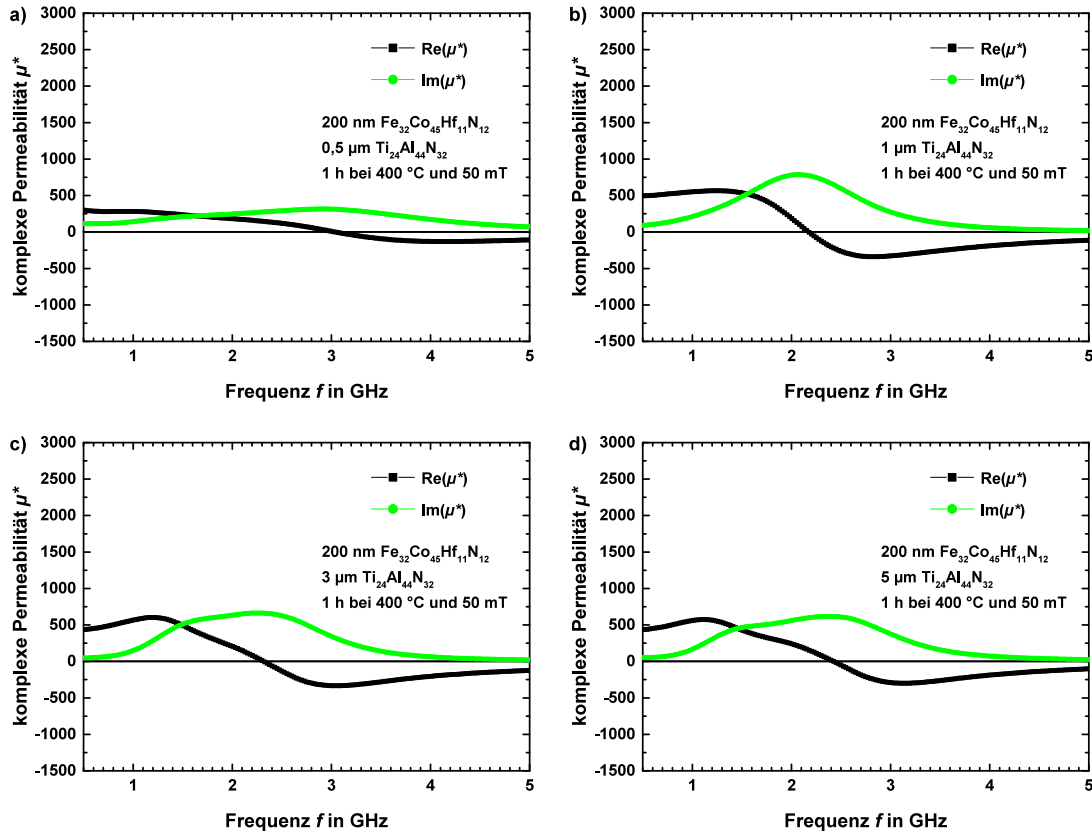


Abbildung 7.23.: Real- und Imaginärteil der komplexen Permeabilität einer 200 nm dicken $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht mit einer a) 0,5 µm, b) 1 µm, c) 3 µm und d) 5 µm dicken $Ti_{24}Al_{44}N_{32}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat.

Schichtverbund mit einer 3 µm $Ti_{24}Al_{44}N_{32}$ -Zwischenschicht sind in Abbildung 7.24 dargestellt. Die Hysteresekurven für die leichte und schwere Polarisationsrichtung sind in Übereinstimmung mit den Ergebnissen der MOKE-Messungen für die ferromagnetische Schicht mit einer 3 µm dicken SiO_2 - und TiN -Zwischenschicht. Beim Durchlauf eines Magnetisierungszyklus zeigt sich analog zu den anderen Ergebnissen die anomale Ummagnetisierung und die Asymmetrie bei der Koerzitivfeldstärke. Die Werte für $\mu_0 H_{c-}$ und $\mu_0 H_{c+}$ sind in Tabelle 7.4 für die 1 µm und 3 µm dicke $Ti_{24}Al_{44}N_{32}$ -Zwischenschicht aufgeführt. Die Messwerte der Koerzitivfeldstärke stimmen sehr gut mit den Ergebnissen für die SiO_2 -Zwischenschicht überein. Auch für die 0,5 µm und 1 µm dicke TiN -Zwischenschicht sind die Ergebnisse sehr gut vergleichbar.

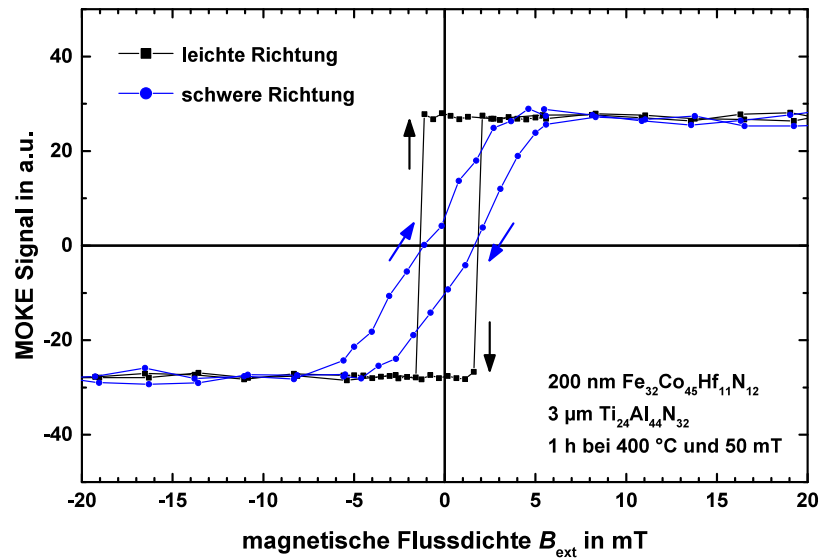


Abbildung 7.24.: Anomale Hysteresekurven der leichten und schweren Polarisationsrichtung einer 200 nm dicken $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht mit einer $3\ \mu\text{m}$ dicken $Ti_{24}Al_{44}N_{32}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat, gemessen mit dem MOKE.

Tabelle 7.4.: Koerzitivfeldstärke $\mu_0 H_{c-}$ und $\mu_0 H_{c+}$ in Abhängigkeit der $Ti_{24}Al_{44}N_{32}$ -Zwischenschichtdicke auf einem WC-Co-Substrat. Zum Vergleich sind die Werte der Schichtverbunde mit den SiO_2 - und TiN -Zwischenschichten eingetragen.

	Dicke der Zwischenschicht					
$Ti_{24}Al_{44}N_{32}$	0,5 μm	1 μm	2 μm	3 μm	5 μm	10 μm
$\mu_0 H_{c-}$ in mT		1,38		1,34		
$\mu_0 H_{c+}$ in mT		1,79		1,83		
SiO₂						
$\mu_0 H_{c-}$ in mT	1,37	1,38	1,35	1,61	1,36	1,42
$\mu_0 H_{c+}$ in mT	1,75	1,77	1,52	1,86	1,37	1,58
TiN						
$\mu_0 H_{c-}$ in mT	1,35	1,36	0,92	0,86	0,09	
$\mu_0 H_{c+}$ in mT	1,77	1,83	1,36	1,37	0,56	

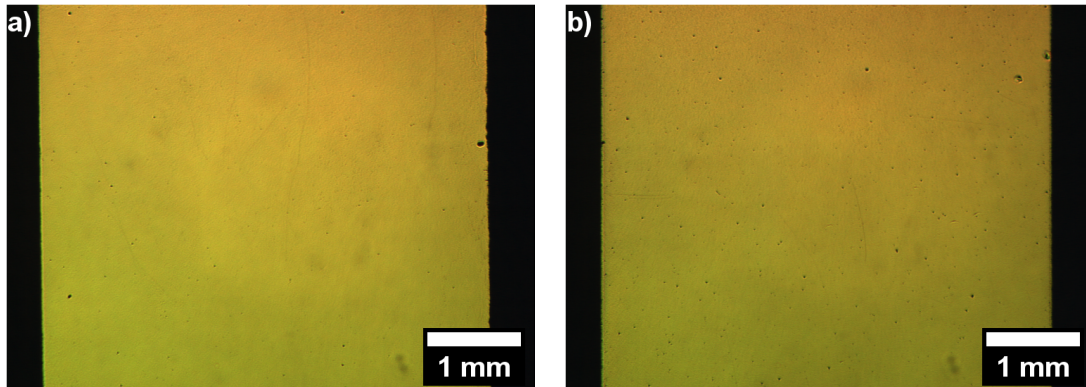


Abbildung 7.25.: Aufnahmen mit dem Lichtmikroskop von der Schichtoberfläche der 200 nm dicken $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht mit einer a) 1 μm und b) 3 μm dicken $Ti_{24}Al_{44}N_{32}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat.

Die lichtmikroskopische Analyse der Schichtoberfläche zeigt, dass die doppellagigen Schichtverbunde mit $Ti_{24}Al_{44}N_{32}$ kaum Poren aufweisen. Abbildung 7.25 zeigt die Oberfläche der $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht mit einer a) 1 μm und b) 3 μm dicken $Ti_{24}Al_{44}N_{32}$ -Schicht auf den WC-Co-Substraten. Diese Ergebnisse sind vergleichbar mit denen aus Abschnitt 7.3 für die Schichtverbunde mit SiO_2 . Ein Einfluss auf die statischen Eigenschaften durch Poren in der Schicht kann demnach ausgeschlossen werden.

Die Charakterisierung der Kristallstruktur der $Ti_{24}Al_{44}N_{32}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co- und Si-Substrat sind in Abbildung 7.26 dargestellt. Die theoretische Lage der (111), (200), (220), (311) und (222) Röntgenreflexe für kubisches TiN (PDF-Nummer #00-038-1420) eingezeichnet, die als Referenz für die Lage der zu etwas höheren Winkel verschobenen Röntgenreflexe für kfz (Ti, Al)N verwendet werden können. Die Ergebnisse der Röntgenmessungen zeigen, dass die $Ti_{24}Al_{44}N_{32}$ -Zwischenschicht sowohl auf dem WC-Co- wie auch auf dem Si-Substrat bei der XRD-Messung in Bragg-Brentano Geometrie röntgenamorph ist. Es ist davon auszugehen, dass aufgrund des Stickstoffdefizits in den Schichten bei der Schichtherstellung kein hinreichend kristallines Gefüge mit großen Körnern entsteht. Darüber hinaus scheint die Energie der schichtbildenden Teilchen zu gering zu sein, so dass die Oberflächendiffusion bei der Schichtbildung nicht ausreichend ist, um das Kornwachstum auf der Oberfläche zu ermöglichen. Da

in den beiden Röntgendiffraktogrammen keine weiteren Reflexe, außer denen der Substrate, zu erkennen sind, kann mittels XRD die vermutete $(\text{TiAl}_2)_2\text{N}$ Phase nicht identifiziert werden.

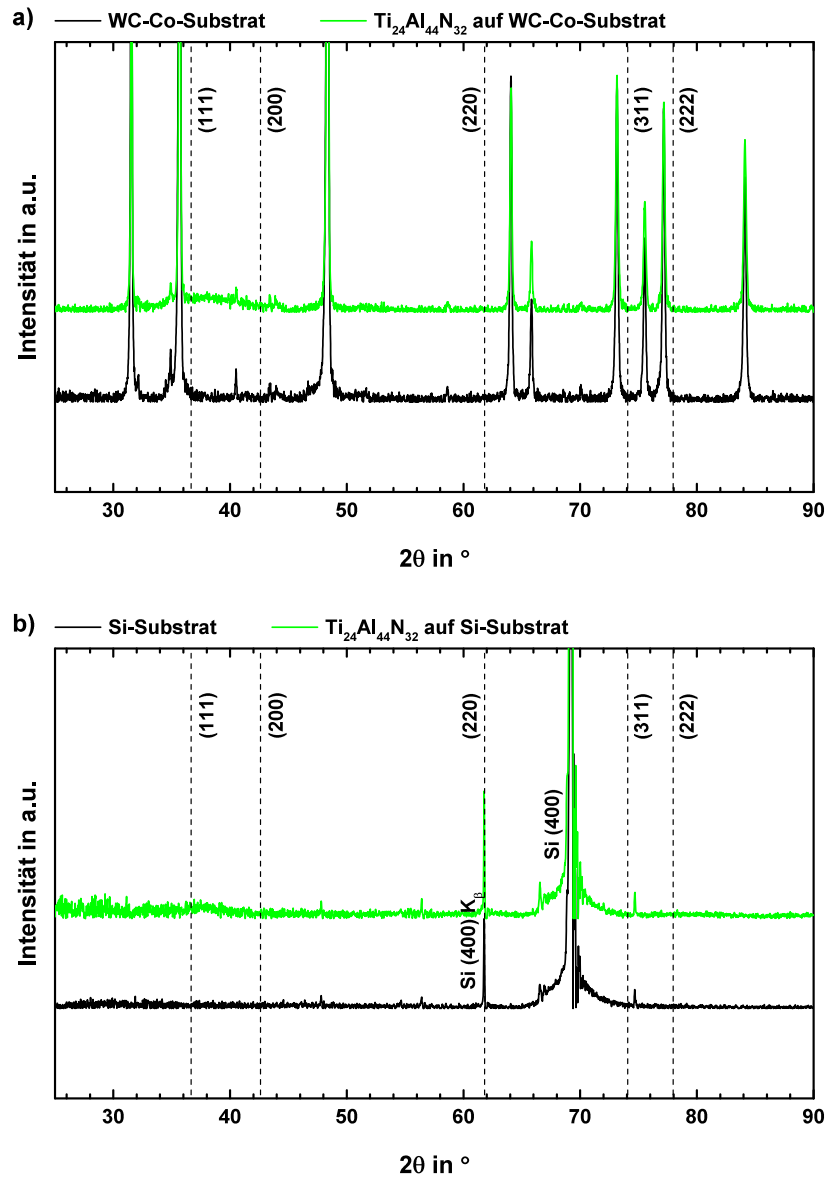


Abbildung 7.26.: Röntgendiffraktogramme von der $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Zwischenschicht auf einem a) WC-Co- und b) Si-Substrat. Die in schwarz aufgetragene Intensität entspricht der XRD-Messung für das jeweilige Substrat ohne Schicht. In Grün sind die Ergebnisse für das entsprechende Substrat mit Schicht aufgetragen.

Der spezifische elektrische Widerstand für $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ ergibt sich zu $736 \mu\Omega \text{ cm}$, was im Vergleich zu dem Literaturwert für kfz (Ti, Al)N von $2800 \mu\Omega \text{ cm}$ [301] geringer ist. Dies lässt sich dadurch begründet, dass der Stickstoffanteil in der Schicht zu gering ist. Aufgrund des Metallüberschusses wird die Leitfähigkeit verbessert, wodurch der spezifische elektrische Widerstand von der Größenordnung im Bereich von TiN, WC-Co und $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ liegt. Aufgrund dieses Ergebnisses kann man davon ausgehen, dass auch in der $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schicht im elektromagnetischen Wechselfeld Wirbelströme entstehen. Im Zusammenhang mit dem in Abschnitt 7.4 aufgezeigten dynamischen Modell zur Entkopplung, bestätigt dies die HF-Eigenschaft, dass die Resonanzkurve mit zunehmender Zwischenschichtdicke oberhalb von $1 \mu\text{m}$ keine Verbesserung in der Signalgüte aufzeigt. Vielmehr bleibt das Signal konstant, was den Modellvorstellungen entspricht.

Genauere Untersuchungen der Mikrostruktur und des Gefüges des $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ / $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schichtverbunds wurden mit dem TEM im Bereich der Grenzfläche zwischen den beiden Schichten durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 7.27 dargestellt. Abbildung 7.27 a) zeigt eine Hellfeldaufnahme vom Schichtverbund auf dem WC-Co-Substrat. Anhand der Hellfeldaufnahme erkennt man, dass bei der Schichtabscheidung eine homogene $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schicht mit einer Schichtdicke von 970 nm und eine sehr glatte, homogene 206 nm dicke $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht entstehen. In b) ist eine hochauflösende Abbildung an der Grenzfläche zwischen den beiden Schichten abgebildet. Die Hochauflösungsabbildung zeigt, wie feinkörnig beide Schichten sind. Auch die Dunkelfeldaufnahme in Abbildung 7.27 c) und die Hochauflösungsaufnahme von der $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schicht in e) zeigen, dass beide Schichtgefüge nanokristallin sind. Die Auswertung der Korngröße zeigt, dass die Körner im Durchmesser sowohl für die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht wie auch für die unterstöchiometrische $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schicht kleiner als 5 nm sind. Im Mittel liegt die Korngröße zwischen 2 und 3 nm . Im Fall der ferromagnetischen Schicht verhindert die nicht-magnetische HfN Phase das Kornwachstum der magnetischen FeCo-Phase, wodurch eine feinkörnige, nanokristalline Schicht entsteht. Diese Ergebnisse sind in guter Übereinstimmung mit vergleichbaren Schichten des Systems Fe-Co-Hf-N in [75] und belegen die Annahmen im Modell zur Entstehung der thermisch induzierten uniaxialen Anisotropie in Abschnitt 2.4. Die kleine Korngröße in der $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schicht ist ein Nachweis dafür, warum bei den XRD-

Messungen die Schichten röntgenamorph sind. Aufgrund des Stickstoffdefizits und der mangelnden Energie der schichtbildenden Teilchen ist das Kornwachstum in der $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schicht eingeschränkt. Anhand der Hochauflösungsbilder und dem Dunkelfeldbild erkennt man, dass die kleinen Körner in beiden Schichten regellos orientiert sind. Beim Röntgen erhält man deshalb keine ausreichende Beugung an

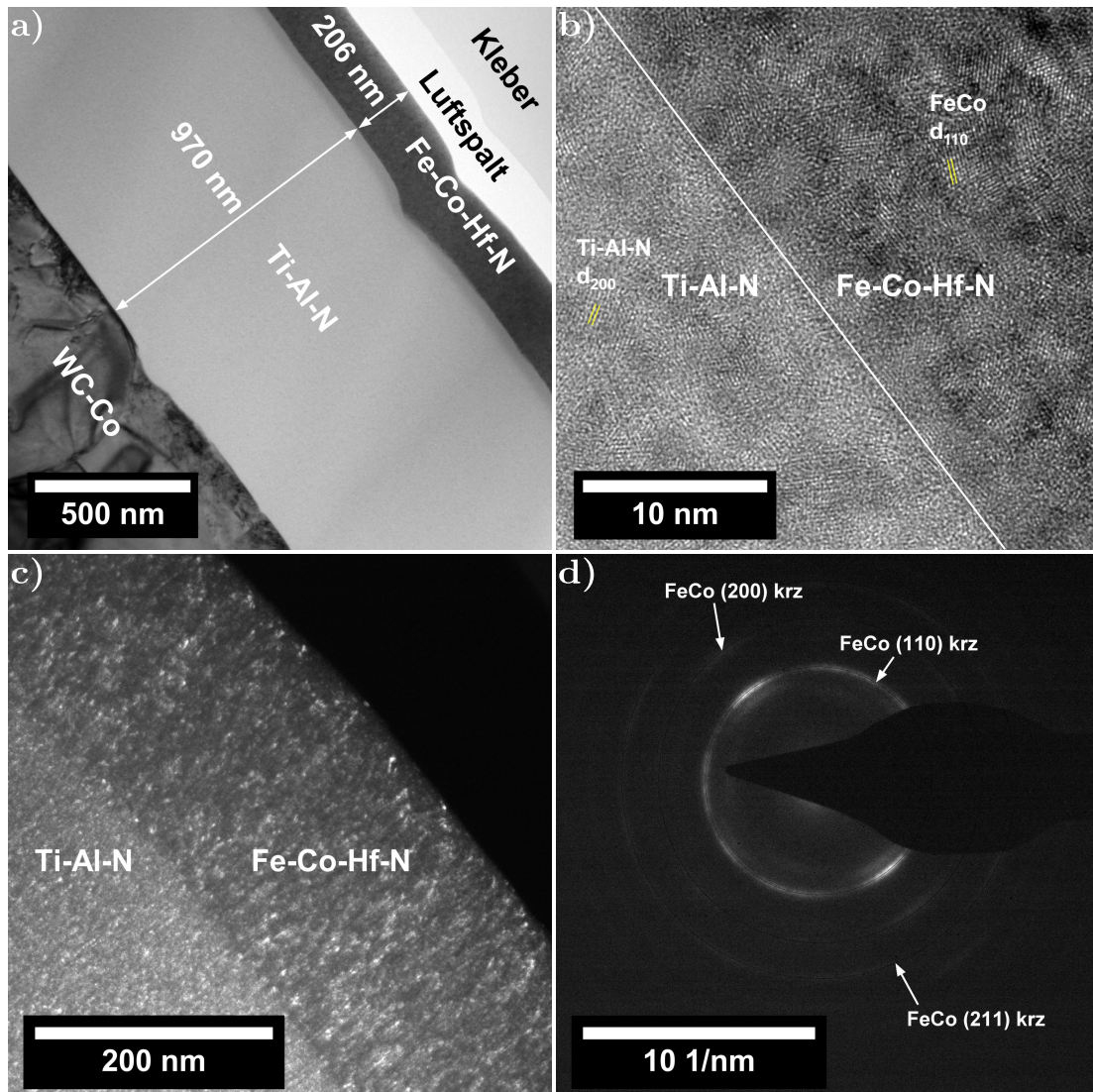


Abbildung 7.27.: Ergebnisse zu den TEM-Untersuchungen am $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ / $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schichtverbund. a) Hellfeldabbildung des Schichtaufbaus. b) Hochauflösende Abbildung an der Grenzfläche zwischen der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ und $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schicht (vgl. Abbildung A.6 im Anhang). c) Dunkelfeldaufnahme vom Schichtverbund. d) TEM-Beugungsbild von der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht.

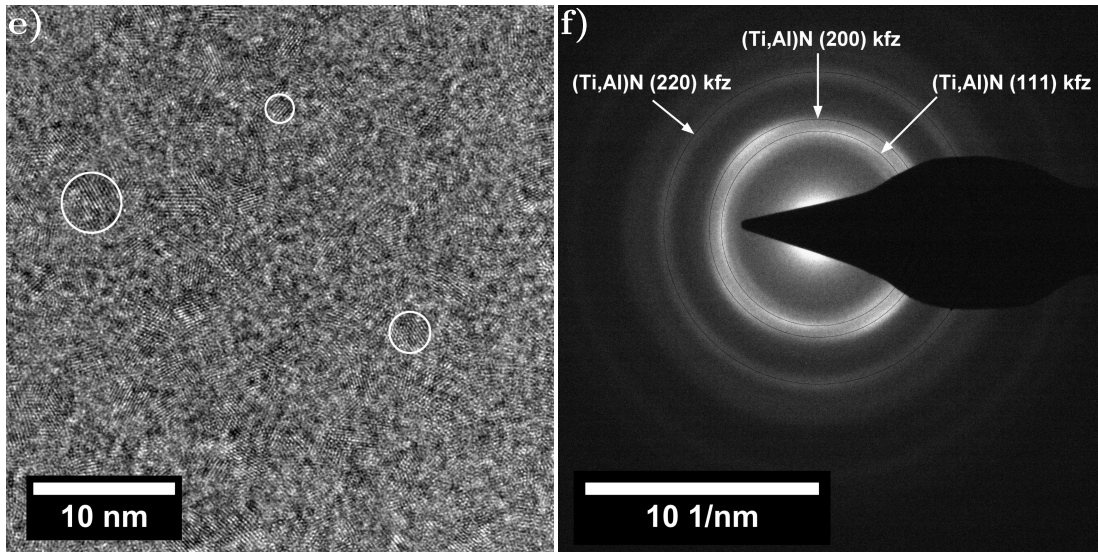


Abbildung 7.27.: e) Hochauflösungsaufnahme von der $Ti_{24}Al_{44}N_{32}$ -Zwischenschicht (größere Darstellung siehe Abbildung A.7 im Anhang). f) TEM-Beugungsbild von der $Ti_{24}Al_{44}N_{32}$ -Zwischenschicht.

den Netzebenen, um eine Intensität zu messen. Die Auswertung der Elektronenbeugungsbilder an den Schichten ist in Abbildung 7.27 d) respektive f) dargestellt. Anhand der Beugungsringe konnte im Fall der $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ die (110), (200) und (211) Netzebenen des krz Gitters der FeCo-Phase identifiziert werden. Aus den Beugungsringen lässt sich entnehmen, dass die Schicht aus vielen kleinen Körnern besteht, wobei ein gewisser großer Anteil davon in eine Richtung orientiert ist, was man an den Intensitätsknoten in den Beugungsringen erkennt. Hier liegt eine leichte Textur durch stängelförmiges Kornwachstum vor. Aus den Beugungsringen ergibt sich für FeCo eine mittlere Gitterkonstante von $(0,2883 \pm 0,0013)$ nm, die mit dem Theoriewert von 0,2856 nm [265, 266] sehr gut übereinstimmt. Im Fall der $Ti_{24}Al_{44}N_{32}$ -Schicht konnten die (111), (200) und (220) Netzebenen des kfz Gitters der $Ti_{24}Al_{44}N_{32}$ -Phase den Beugungsringen zugeordnet werden. Anhand der Beugungsringe erkennt man, dass der Textureffekt beim $Ti_{24}Al_{44}N_{32}$ geringer ist. Hier sind nur sehr schwach hellere Spots in den Beugungsringen zu erkennen. Die Auswertung der Gitterkonstante liefert $(0,426 \pm 0,005)$ nm, was gegenüber dem Literaturwert von 0,416 nm [170] leicht erhöht ist. Jedoch ist die chemische Zusammensetzung der $Ti_{24}Al_{44}N_{32}$ -Schicht sehr weit von der Stöchiometrie entfernt, so dass die Abweichung zum Literaturwert, der für eine stöchiometrische Phase bestimmt wurde, durchaus seine Berechtigung hat. Das zentrale Ergeb-

nis der TEM-Untersuchungen ist, dass ein homogener nanokristalliner glatter Schichtverbund auf dem WC-Co-Substrat entsteht.

Zusammenfassend lassen sich die zentralen Ergebnisse für den $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ / $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schichtverbund wie folgt festhalten. Die reaktive Abscheidung von Schichten im System Ti-Al-N bei 300 W in einer Ar- und N_2 -Atmosphäre im Verhältnis von 100 sccm zu 3 sccm bei 0,2 Pa führt zu unterstöchiometrischen Schichten mit einem nanokristallinen Gefüge und einem zum Literaturwert von $2800 \mu\Omega \text{ cm}$ [301] für kfz (Ti, Al)N vergleichsweise geringen spezifischen elektrischen Widerstand. Im Gegensatz zu den Proben mit TiN weisen die Schichten kaum Poren in der Oberfläche auf. Die dynamischen magnetischen Ergebnisse zeigen die beste Resonanzkurve bei der Entkopplung mit einer $1 \mu\text{m}$ dicken $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schicht. Die Grenzfrequenz für diesen Schichtverbund liegt bei $(2,1 \pm 1,5) \text{ GHz}$. Mit zunehmender Zwischenschichtdicke bleibt das Signal nahezu konstant. Der spezifische elektrische Widerstand von $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ ist vergleichbar zu dem von TiN. Aufgrund des geringen spezifischen elektrischen Widerstands entstehen Wirbelströme in der Zwischenschicht. Die ferromagnetische Schicht kann demnach zwar magnetisch vom Substrat entkoppelt, jedoch kann die Halbwertsbreite mit zunehmender Schichtdicke nicht optimiert werden. Die Entstehung von Wirbelströmen in der Zwischenschicht führt zu einem Magnetfeld, das die Präzession der magnetischen Momente in der Funktionsschicht stört. Da die $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schicht direkt an die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht grenzt, kann die Feldstärke im Bereich der ferromagnetischen Schicht durch die Dicke der Zwischenschicht nicht abgeschwächt werden. Diese Erkenntnis belegt, das in dieser Arbeit entwickelte dynamische Modell zur Entkopplung einer ferromagnetischen Schicht vom ebenfalls ferromagnetischen WC-Co-Substrat. Die Feststellung, dass die Schichten kaum Poren im Vergleich zu den Schichtverbunden mit TiN aufweisen, unterstreicht das Ergebnis, dass Defekte wie Poren die uniaxiale Anisotropie stören, wodurch die Halbwertsbreite vergrößert wird. Die Ergebnisse der statischen magnetischen Eigenschaften zum $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ / $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schichtverbund auf dem WC-Co-Substrat bestätigen, das im vorherigen Abschnitt aufgezeigte Modell zur Erklärung der anomalen Ummagnetisierung und asymmetrischen Koerzitivfeldstärke. Berücksichtigt man diesen Substrateinfluss so lässt sich für die ferromagnetische Schicht eine uniaxiale Anisotropie in der Schichtebene von etwa $4,2 \text{ mT}$ bestimmen, wie es exemplarisch anhand der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit der $3 \mu\text{m}$ SiO_2 -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat in Abbildung 7.21 gezeigt ist.

7.6.1. Entkopplung mit einer Schichtkombination

Zur Optimierung der Sensoreigenschaften der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf einem WC-Co-Substrat, wurde die in Abbildung 7.28 dargestellte Schichtkombination ausgewählt. Der Schichtverbund besteht aus einer 200 nm dicken funktionellen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Decklage, die auf einer doppellagigen Zwischenschicht auf dem WC-Co-Substrat abgeschieden wurde. Als Zwischenschicht wurde ein Schichtverbund hergestellt, der aus 3 μm $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ auf der Substratoberfläche und 3 μm SiO_2 auf der $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schicht besteht. Zur thermischen Einprägung der uniaxialen Anisotropie in die magnetische Schicht wurde die Probe analog zu den anderen Proben im Magnetfeld wärmebehandelt. Der materialwissenschaftliche Grund für die Wahl dieser Schichtkombination besteht darin, dass die metallreiche Zwischenschicht im System Ti-Al-N zwar eine sehr glatte, porenfreie Oberfläche liefert, so dass eine magnetische Entkopplung der Funktionsschicht vom Substrat möglich ist, jedoch die Zwischenschicht keine hinreichende elektrische Isolierung aufweist, so dass Wirbelströme in der Zwischenschicht entstehen, die die Sensorfunktionseigenschaften der ferromagnetischen Schicht beeinflussen. Um die Funktionsschicht elektrisch zu isolieren und damit von der Zwischenschicht abzukoppeln, wird die SiO_2 -Schicht zwischen der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Decklage und der $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Zwischenschicht abgeschieden.

Nach der Wärmebehandlung weist der Schichtverbund keine Risse auf, trotz der unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von (Ti, Al)N und

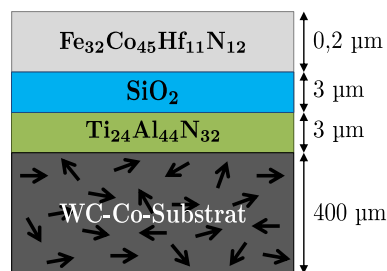


Abbildung 7.28.: Prinzipieller Schichtaufbau zur Optimierung der Sensoreigenschaften mit einer Schichtkombination bestehend aus der funktionellen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Decklage sowie einer Zwischenschichtkombination aus SiO_2 und $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ auf dem WC-Co-Substrat.

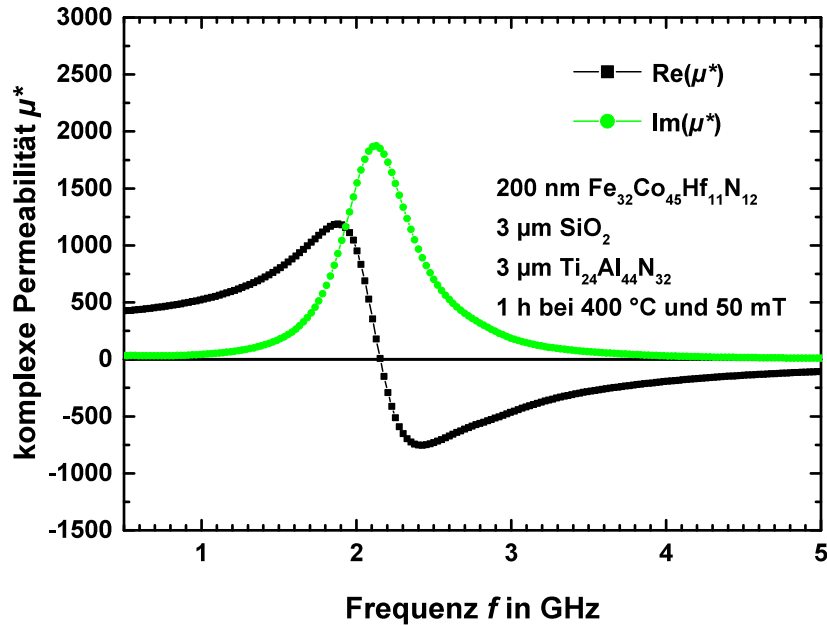


Abbildung 7.29.: Real- und Imaginärteil einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 3 μm dicken $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ - und 3 μm dicken SiO_2 -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat.

amorphen SiO_2 [306, 312]. In Abbildung 7.29 ist das Ergebnis der dynamischen magnetischen Eigenschaften der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht dargestellt. Der Imaginärteil der komplexen Permeabilität zeigt eine ausgeprägte Resonanz bei 2,1 GHz mit einer Halbwertsbreite von 0,5 GHz. Die Halbwertsbreite ist damit gegenüber einer 1 μm $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Zwischenschicht um den Faktor 3 reduziert. Durch die Deposition der 3 μm dicken nicht-magnetischen, elektrisch isolierenden amorphen SiO_2 -Schicht zwischen der ferromagnetischen und der $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schicht wird das magnetische Störfeld, das durch Wirbelströme im nicht-magnetischen, elektrisch leitenden $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ induziert wird, im Bereich der magnetischen Momente in der ferromagnetischen Schicht abgeschwächt. Das Ergebnis ist vergleichbar mit dem Schichtaufbau bestehend aus 200 nm $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ und 3 μm SiO_2 auf dem WC-Co-Substrat, der eine Grenzfrequenz von 2,2 GHz und eine Halbwertsbreite von 0,6 GHz aufweist (siehe Tabelle 7.2 in Abschnitt 7.3). Die Anfangspermeabilität mit etwa 420 ist in guter Übereinstimmung mit dem Ergebnis für das $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ / $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schichtsystem auf dem WC-Co-Substrat. Die hieraus gewonnenen Erkenntnisse belegen, dass mit nicht-magnetischen Zwischenschichten die ferromagnetische Schicht vom Substrat zwar magnetisch entkoppelt werden, jedoch die

Halbwertsbreite der Resonanzlinie nur mit nicht-magnetischen, elektrisch isolierenden Zwischenschichten reduziert werden kann.

Ausgehend von diesem Ergebnis wurde im weiteren Verlauf der Arbeit versucht, die Eigenschaften der Zwischenschicht im Stoffsystem Ti-Al-N hinsichtlich des spezifischen elektrischen Widerstands zu optimieren und die Anwendung als Verschleißschicht für Zerspanwerkzeuge in den Fokus zu rücken. Das Ziel war den Stickstoffgehalt in der Schicht zu erhöhen, um ein kristallines und stöchiometrisches Schichtgefüge zu erhalten oder eine elementare Zusammensetzung von $Ti_{1-x}Al_xN$, was typischen Schichtzusammensetzungen von Verschleißschichten entspricht. Dazu wurden die Abscheideparameter wie Leistung, Stickstofffluss, Druck und Bias-Spannung bei der Magnetron-Hochleistungskathodenzerstäubung variiert. Die Ergebnisse zu der Entkopplung der ferromagnetischen $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht vom WC-Co-Substrat mit einer anwendungsorientierten Zwischenschicht im System Ti-Al-N werden im nächsten Abschnitt vorgestellt.

7.7. Magnetische Entkopplungsversuche mit rauen Zwischenschichten

Zur Verbesserung des spezifischen elektrischen Widerstands durch eine Erhöhung des Stickstoffanteils in der $Ti_{1-x}Al_xN$ -Zwischenschicht wurden die Abscheideparameter wie Leistung, Stickstofffluss, Druck und Substratvorspannung bei der Magnetron-Hochleistungskathodenzerstäubung variiert. Durch die reaktive Abscheidung bei 200 W in einer Ar- und N_2 -Atmosphäre im Verhältnis 60 sccm zu 10 sccm bei 0,8 Pa und einer Substratvorspannung von -100 V erhält man für eine $3 \mu m$ dicke Schicht aus dem ternären System Ti-Al-N eine chemische Zusammensetzung von 17,7 At.-% Ti, 33,0 At.-% Al, 43,6 At.-% N und Verunreinigungen von 4,7 At.-% O, 0,9 At.-% C und 0,1 At.-% Ar, die mittels ESMA bestimmt wurde. Die Schichtzusammensetzung ergibt sich bei Vernachlässigung der Verunreinigungen zu $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$. Der metallische Anteil konnte in der Schicht auf 54 % mit der Zusammensetzung $Ti_{35}Al_{65}$ gesenkt und der Stickstoffanteil auf 46 % erhöht werden. Im Vergleich zum Target $(Ti_{40}Al_{60})_{50}N_{50}$ ist die Abweichung nun deutlich geringer. Wie die Ergebnisse zeigen, führen die Erhöhung des Stickstoffflusses bei der Beschichtung und die Erhöhung der Energie der schichtbildenden Teilchen

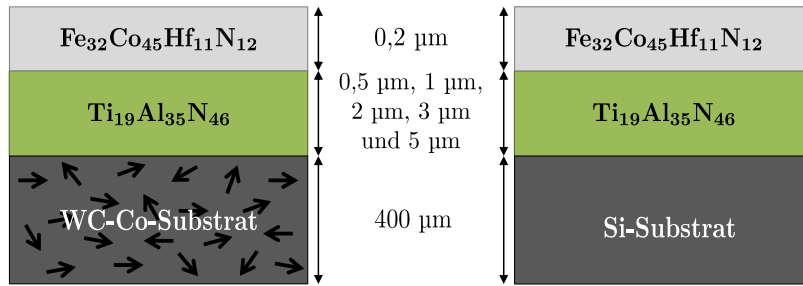


Abbildung 7.30.: Schema des Schichtaufbaus für die Entkopplung der funktionellen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Decklage vom WC-Co-Substrat mit einer $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Zwischenschicht. Vergleichbare Schichten wurden auch auf Si-Substraten hergestellt.

durch die angelegte Substrat-Vorspannung trotz höherem Arbeitsgasdruck zu einer Steigerung des Stickstoffanteils in der Schicht. Dies führt zu einem spezifischen elektrischen Widerstand der $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht von $18\,670 \mu\Omega \text{ cm}$. Im Vergleich zum Literaturwert für kfz (Ti, Al)N von $2800 \mu\Omega \text{ cm}$ [301] ist dies etwa fünfmal so hoch. Im Vergleich zu $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ ist dieser Wert sogar um das 25-fache höher. Der Grund für den höheren Widerstand im Vergleich zum nanokristallinen $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ ist der erhöhte Stickstoffanteil und die Begründung für den höheren Widerstand in Bezug auf den Literaturwert ist die erhöhte Anzahl an Korngrenzen im Vergleich zu Bulkmaterial. Unter der Annahme, dass die hohe Sauerstoffkonzentration nicht ausschließlich durch Oberflächenverunreinigungen bedingt ist, erhält man eine elementare Zusammensetzung von $(\text{Ti}_{17}\text{Al}_{33})(\text{N}_{44}\text{O}_6)$, was ein weiteres Argument für den sehr hohen spezifischen elektrischen Widerstand ist.

Das Ergebnis zur lichtmikroskopischen Untersuchung der Schichtoberfläche des in Abbildung 7.30 skizzierten Schichtaufbaus ist in Abbildung 7.31 dargestellt. Die Schichtoberfläche der 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer $1 \mu\text{m}$ dicken $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat weist kaum Poren auf. Die Röntgendiffraktogramme der XRD-Messungen an einer $3 \mu\text{m}$ dicken $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Referenzschicht auf einem WC-Co- und Si-Substrat sind in Abbildung 7.32 abgebildet. Um die Röntgenreflexe der Schicht zuordnen zu können, wurden die theoretischen Positionen der (111), (200), (220), (311) und (222) Röntgenreflexe für kubisches TiN in den Röntgendiffraktogrammen miteingezeichnet. Die Reflexe

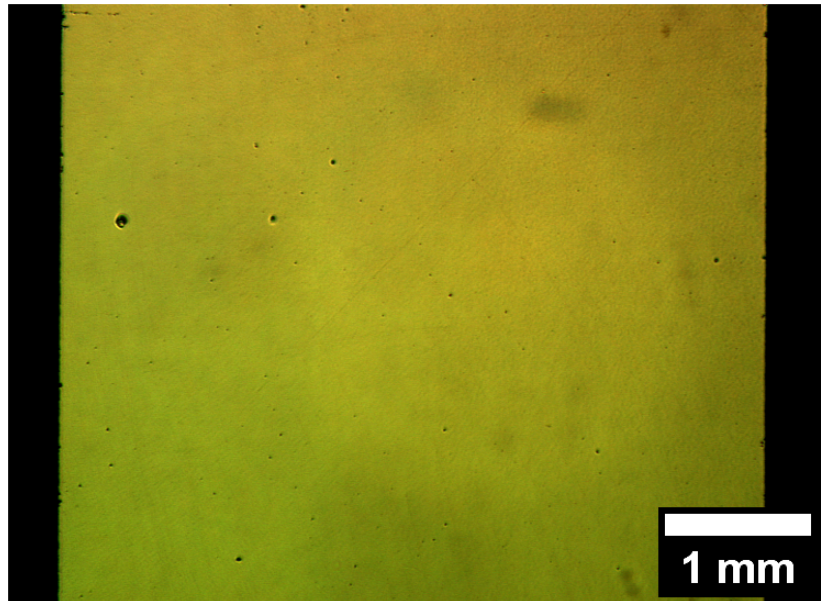


Abbildung 7.31.: Aufnahmen mit dem Lichtmikroskop einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 1 μm dicken $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat.

von kubischen (Ti, Al)N liegen im Vergleich zu kubischen TiN bei etwas höheren Winkeln, so dass die TiN-Röntgenreflexe sehr gut als Referenz herangezogen werden können. Die gemessenen Röntgenreflexe können den (111), (200), (220), (311) und (222) Netzebenen für kubisches $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ zugeordnet werden. Die Röntgenreflexe für $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ sind zu größeren Beugungswinkeln verschoben, da der Gitterparameter von $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ im Vergleich zu TiN kleiner ist. Die Literaturwerte für die Gitterparameter liegen bei 0,416 nm für $\text{Ti}_{15}\text{Al}_{35}\text{N}_{50}$ [170] und bei 0,4234 nm für TiN [282]. Den Ergebnissen der XRD-Messung zufolge entsteht sowohl auf dem WC-Co- wie auch auf dem Si-Substrat eine kristalline $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Phase, die eine NaCl-Struktur aufweist. Vergleicht man die Intensitäten der Röntgenreflexe, so erkennt man eine bevorzugte Wachstumsrichtung der $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Körner mit einer {111}-Orientierung.

In Abbildung 7.33 sind TEM-Aufnahmen vom $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ / $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schichtaufbau dargestellt. Abbildung 7.33 a) zeigt eine Hellfeldaufnahme des Schichtverbunds auf dem WC-Co-Substrat. Im Gegensatz zu der unterstöchiometrischen $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schicht im vorherigen Abschnitt wächst diese Zwischenschicht

sehr inhomogen auf, was zu einer sehr rauen Oberfläche und zu starken Schwankungen der Schichtdicke bei der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht führt. Die optimierte,

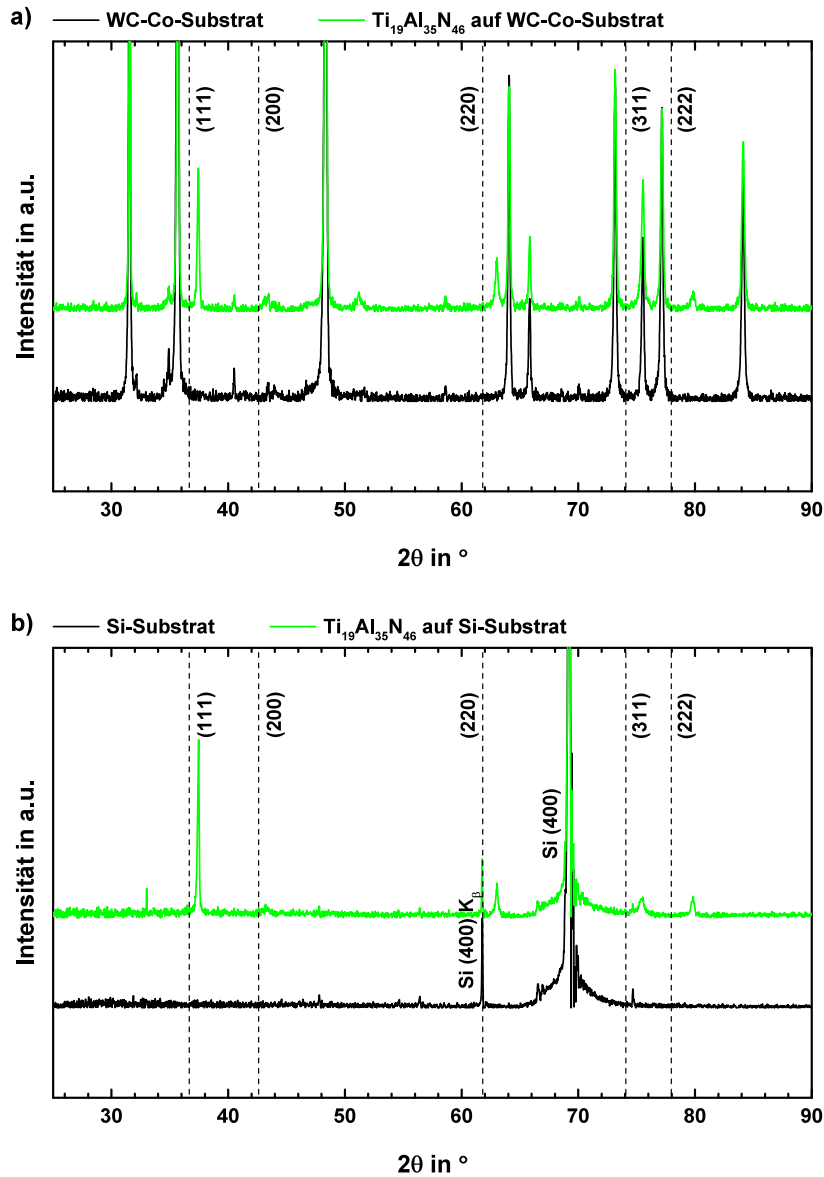


Abbildung 7.32.: Röntgendiffraktogramme von der $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Referenzschicht auf einem a) WC-Co- und b) Si-Substrat. Die in schwarz aufgetragene Intensität entspricht der XRD-Messung für das jeweilige Substrat ohne Schicht. In Grün sind die Ergebnisse für das entsprechende Substrat mit Schicht aufgetragen. Die theoretischen Positionen der Röntgenreflexe für kubisches TiN (#00-038-1420) sind gestrichelt dargestellt.

anwendungsorientierte $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht zeigt größere Körner und weist ein für die PVD-Abscheidung typisches stängelförmiges Wachstum auf. Die Körner sind größer als die der ferromagnetischen Schicht, was anhand der Hochauflösungsaufnahme und der Dunkelfeldaufnahme in Abbildung 7.33 b) respektive c) gut

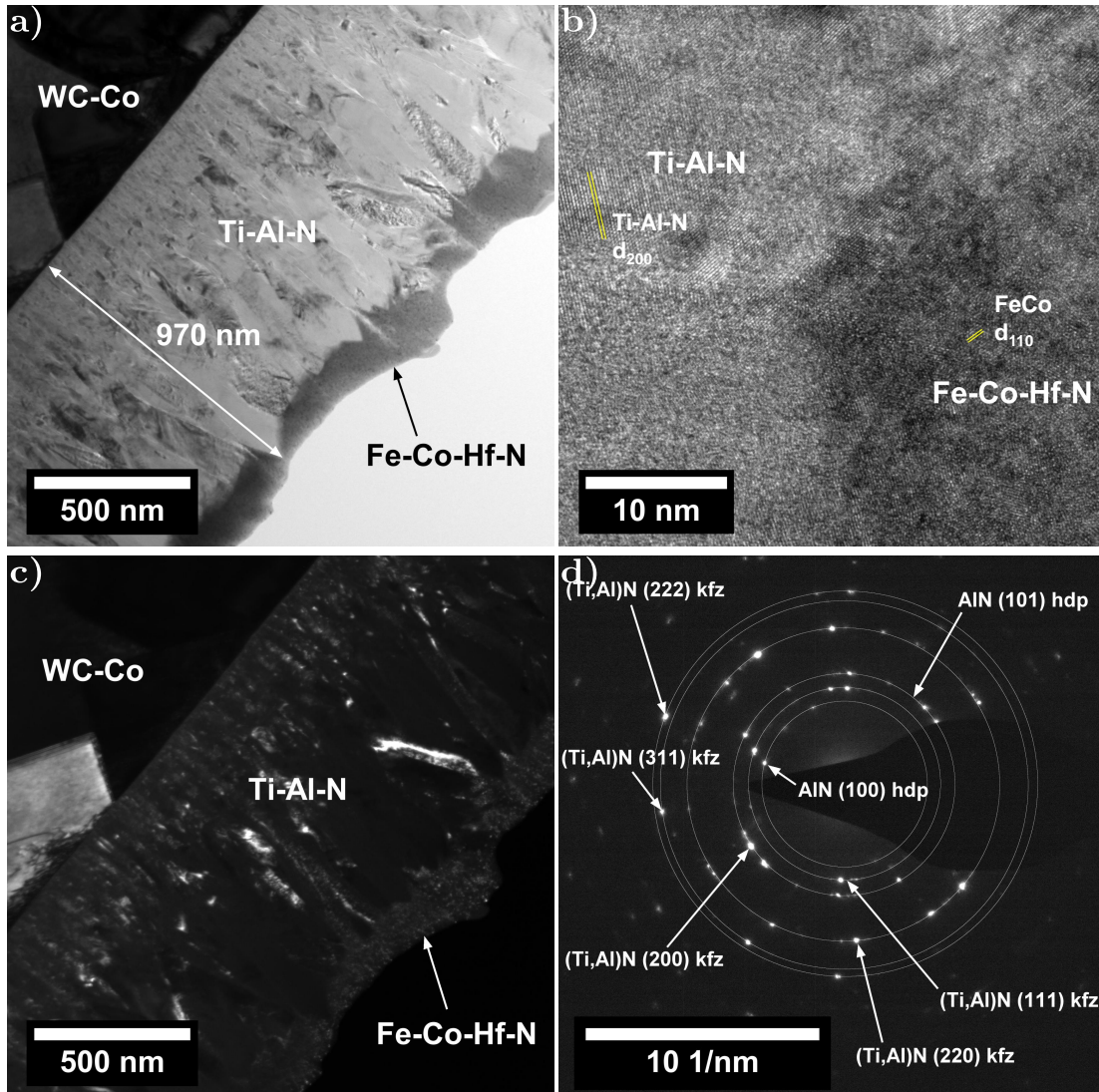


Abbildung 7.33.: Ergebnisse zu den TEM-Untersuchungen am $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ / $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schichtverbund. a) Hellfeldabbildung des Schichtaufbaus. b) Hochauflösende Abbildung an der Grenzfläche zwischen der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ und $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht (vgl. größere Darstellung in A.8 im Anhang). c) Dunkelfeldaufnahme vom Schichtverbund. d) TEM-Beugungsbild von der $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Zwischenschicht.

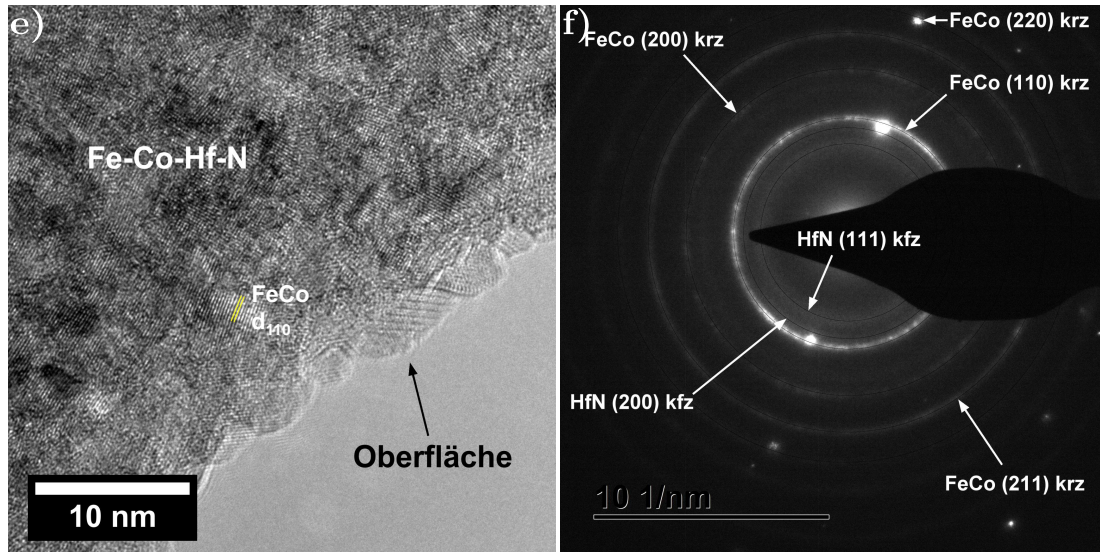


Abbildung 7.33.: e) Hochauflösungsaufnahme von der $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht (Abbildung A.9 im Anhang größere Darstellung). f) TEM-Beugungsbild von der $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht.

ersichtlich ist. Im Gegensatz zu der nanokristallinen ferromagnetischen Schicht hat die $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ -Schicht sehr große Körner, deren Netzebenen im Hochauflösungsbild deutlich zu erkennen sind. Die Auswertung des dazugehörigen Beugungsbilds in Abbildung 7.33 d) zeigt, dass man alle Netzebenen des kfz Gitters von (Ti, Al)N identifizieren kann. Des Weiteren lässt sich dem Beugungsbild entnehmen, dass die Schicht eine Textur aufweist, was mit den XRD-Messungen übereinstimmt. Jedoch ergibt die Auswertung auch, dass neben der (Ti, Al)N eine AlN-Phase mit hexagonaler Gitterstruktur in der Schicht entsteht. Anhand des Beugungsbildes konnten die (100) und (101) Netzebenen, deren Beugungsringe mit dem für die (200) Netzebene der (Ti, Al)N-Phase zusammenfällt, den vorhandenen Beugungsringe zugeordnet werden. Die AlN-Ausscheidungen im $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ -Schichtgefüge ist dadurch begründet, dass bei der Schichtabscheidung der hohe Anteil von Al im Vergleich zum Ti (siehe ESMA-Messung weiter oben im Text) zur Bildung der AlN-Phase führt. Die Auswertung der Gitterkonstante für die (Ti, Al)N-Phase liefert einen Wert von $(0,4212 \pm 0,0005)$ nm, was mit dem Literaturwert für $Ti_{15}Al_{35}N_{50}$ von 0,416 nm [170] nicht ganz übereinstimmt, aber vergleichbar dazu ist. Die Auswertung des Hochauflösungsbildes von der $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht in Abbildung 7.33 e) bestätigt die Ergebnisse der TEM-Untersuchungen in Abschnitt 7.6. Es zeigt

sich, dass die ferromagnetische Schicht ein nanokristallines Schichtgefüge bildet, bei dem die Korngröße kleiner 5 nm ist. Das Beugungsbild zur $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht ist in Abbildung 7.33 f) abgebildet. Den Beugungsrings konnten die (110), (200), (211) und (220) Netzebenen des krz Gitters der FeCo-Phase zugeordnet werden. Ansatzweise sind die Beugungsrings der (111) und (200) Netzebenen des kfz Gitters der HfN-Phase zu erkennen. Das Hochauflösungsbild wie auch das Beugungsbild zeigen, dass die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht sehr kleine aber kristalline Körner aufweist. Im Vergleich zu den FeCo-Körner sind die HfN-Körner kleiner, was auf den geringen Anteil in der Schicht zurückzuführen ist. Die Auswertung der Gitterkonstanten liefert für FeCo ($0,2897 \pm 0,0005$) nm, und für HfN ergibt sich ($0,455 \pm 0,007$) nm, was mit den Literaturwerten von 0,2856 nm [265, 266] und 0,452 nm [276] sehr gut übereinstimmt. Die TEM-Ergebnisse zeigen, dass eine kristalline $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht mit AlN-Ausscheidungen entsteht, die durch das stängelförmige Wachstum eine raue Oberfläche bildet. Die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht ist nanokristallin und wächst sehr inhomogen auf der rauhen Oberfläche der $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht auf.

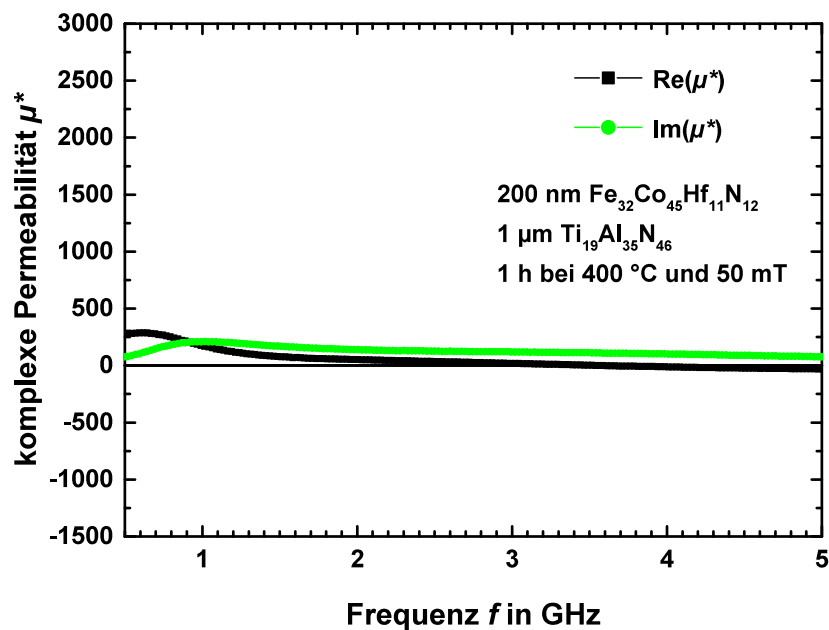


Abbildung 7.34.: Real- und Imaginärteil der komplexen Permeabilität einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 1 μm dicken $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat.

Abbildung 7.34 zeigt die dynamischen Eigenschaften der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer $1\ \mu\text{m}$ dicken $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat. Trotz des erhöhten spezifischen elektrischen Widerstands der $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht, ist im Frequenzbereich von 50 MHz bis 5 GHz für die ferromagnetische Schicht keine Resonanz zu erkennen. Im Vergleich zu den bisher aufgezeigten Ergebnissen mit den TiN-, SiO_2 - und $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Zwischenschichten tritt hier ein völlig unerwartetes dynamisches magnetisches Verhalten der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf. Obwohl die ferromagnetische Schicht durch die Zwischenschicht vom WC-Co-Substrat getrennt und dadurch magnetisch entkoppelt ist, werden die magnetischen Momente nicht zu einer homogenen Präzessionsbewegung im elektromagnetischen Wechselfeld angeregt. Die Ursache hierfür ist aus den dynamischen magnetischen Ergebnissen nicht ersichtlich. Eine denkbare Möglichkeit ist, dass die uniaxiale Anisotropie durch einen noch nicht geklärten Effekt von der Zwischenschicht gestört wird.

Um dies weiter zu untersuchen, wurden MOKE-Messungen der leichten und schweren Polarisationsrichtung an der Probe durchgeführt. Die Ergebnisse sind

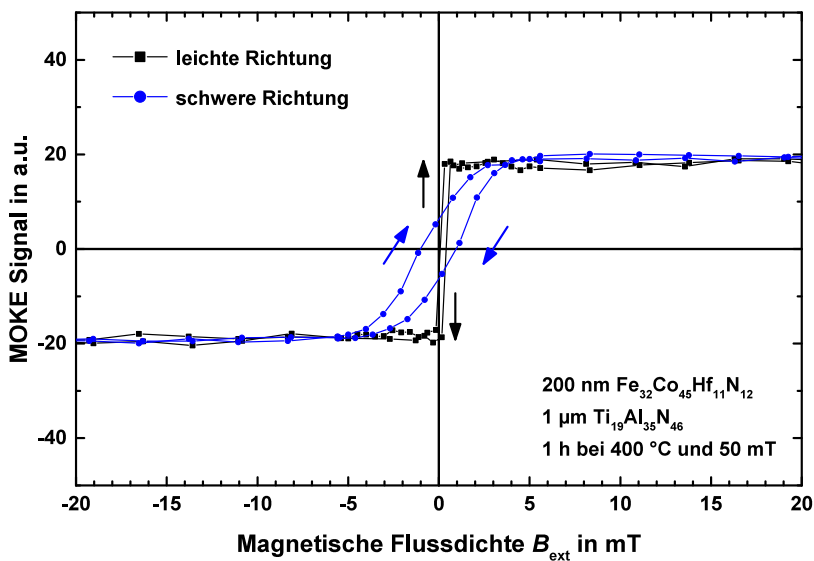


Abbildung 7.35.: Anomale Hysteresekurven der leichten und schweren Polarisationsrichtung der 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer $1\ \mu\text{m}$ dicken $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat.

in Abbildung 7.35 dargestellt. Analog zu den dynamischen magnetischen Eigenschaften zeigt sich bei den statischen magnetischen Eigenschaften ein Unterschied im Vergleich zu den MOKE-Ergebnissen mit den TiN-, SiO₂- und Ti₂₄Al₄₄N₃₂-

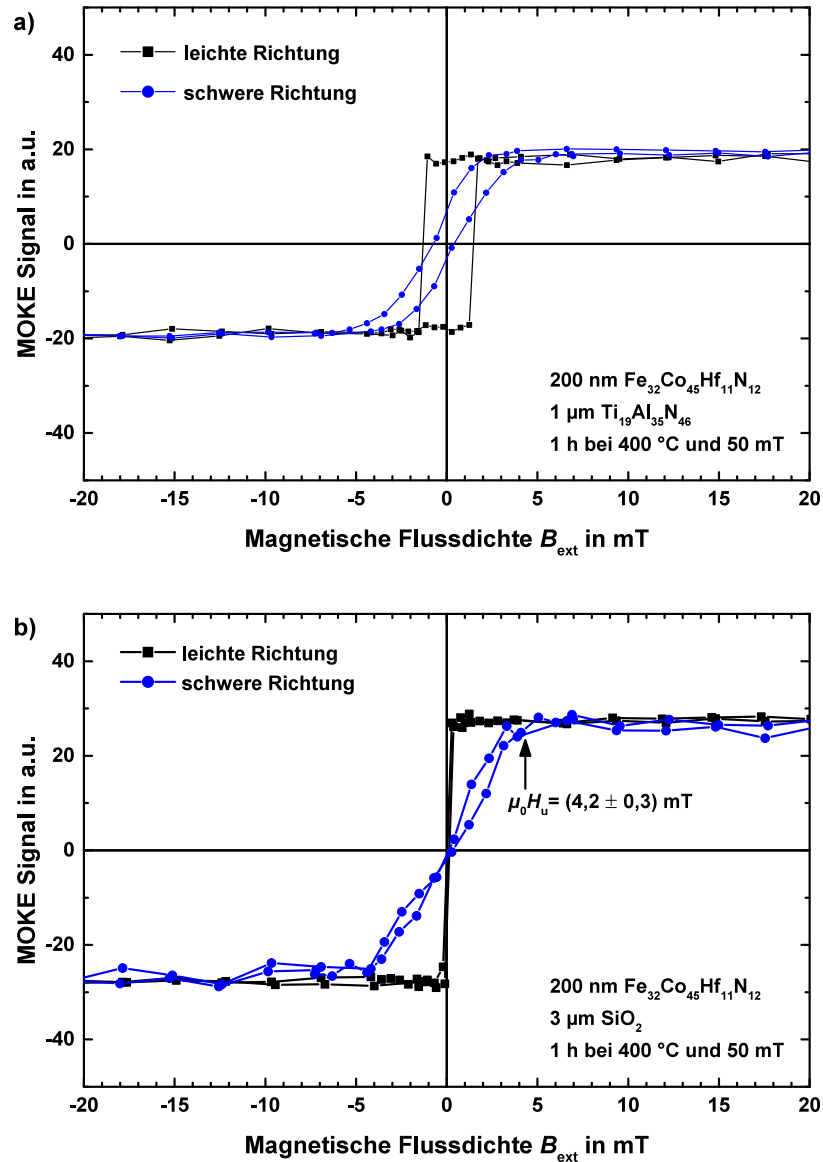


Abbildung 7.36.: Magnetische Hysteresekurven der leichten und schweren Polarisationsrichtung nach der Korrektur der externen Magnetfeldstärke für eine 200 nm dicke $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer a) 1 µm dicken $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ - und b) 3 µm dicken SiO_2 -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat, gemessen mit der MOKE-Methode.

Zwischenschichten. Der Verlauf der Hysteresekurven für die leichte und schwere Polarisationsrichtung sind nach wie vor unterscheidbar und weisen ein anomales Ummagnetisierungsverhalten auf, jedoch ist die Hysteresekurve der leichten Richtung schmaler und zeigt keine Verschiebung des absteigenden, respektive aufsteigenden Hystereseasts. Die Ummagnetisierung für die leichte Richtung findet bei etwa 0,2 mT statt. Berücksichtigt man den Substrateinfluss bei den statischen magnetischen MOKE-Messungen, ergeben sich nach der Korrektur der extern angelegten Magnetfeldstärke die in Abbildung 7.36 a) dargestellten Hysteresekurven für die leichte und schwere Polarisationsrichtung. Zum Vergleich sind in b) die Hysteresekurven nach der Magnetfeldkorrektur für die 200 nm dicke $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit uniaxialer Anisotropie auf einem WC-Co-Substrat mit einer 3 μm dicken SiO_2 -Zwischenschicht abgebildet. Aus dem Vergleich der beiden Ergebnisse ist ersichtlich, dass die ferromagnetische Schicht auf der 1 μm dicken $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht magnetisch härter und die magnetische Anisotropie verändert ist. Demzufolge muss die $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht eine Eigenschaft aufweisen, die die statischen magnetischen Eigenschaften beeinflusst. Defekte wie Poren, die wie im Fall der TiN-Zwischenschichten Entmagnetisierungseffekte erzeugen, oder Risse im Schichtverbund können aufgrund der Analyse der Schichtoberfläche in Abbildung 7.31 ausgeschlossen werden.

Um das Schichtgefüge und die Schichtoberflächenmorphologie genauer zu untersuchen, wurde die Bruchfläche des Schicht-Substratverbundes im REM analysiert. Eine Aufnahme von der Bruchfläche bei 15 000-facher Vergrößerung ist in Abbildung 7.37 dargestellt. Auf dem REM-Bild erkennt man, das für zerstäubte Schichten typische stängelförmige Wachstum [54, 56] des $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schichtgefüges. Durch das stängelförmige Gefüge ist die Oberflächenrauheit der ferromagnetischen Schicht stark erhöht. Insbesondere magnetische Systeme reagieren sehr empfindlich auf die Oberflächenmorphologie und die Rauheit. Experimente, die man in der Literatur zu diesem Thema findet zeigen, dass vor allem die Rauheit die Charakteristik der Hysteresekurve beeinflusst [332]. Zum Beispiel nimmt die Koerzitivfeldstärke mit zunehmender Rauheit zu [333]. Die Erklärung für diesen Effekt liefert Néel's „orange-peel“ Modell [334, 335], das demzufolge die Rauheit eine magnetische Oberflächenladungsverteilung erzeugt. Im Zusammenhang mit den in diesem Abschnitt aufgezeigten statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften

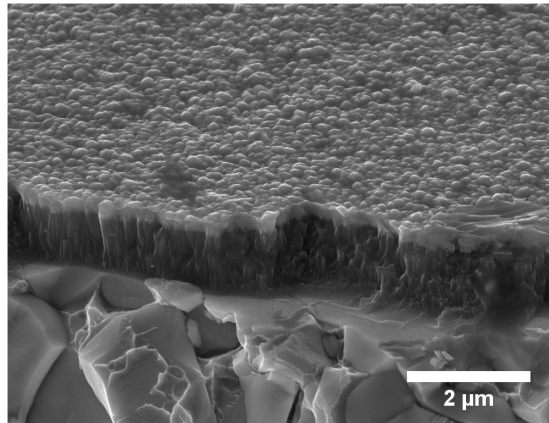


Abbildung 7.37.: REM-Aufnahme von der Bruchfläche der 200 nm dicken $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht mit einer 1 µm dicken $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat bei 15 000-facher Vergrößerung

liefert der sogenannte „orange-peel“-Effekt eine mögliche Erklärung, warum die uniaxiale Anisotropie gestört und die Koerzitivfeldstärke erhöht ist. Die magnetischen Oberflächenladungen stabilisieren sich gegenseitig, so dass die Einprägung der uniaxialen Anisotropie erschwert und die Koerzitivfeldstärke erhöht wird. Aufgrund der verschlechterten uniaxialen Anisotropie und durch die Oberflächenladungen sind die magnetischen Momente in der ferromagnetischen Schicht nicht mehr einheitlich ausgerichtet, so dass eine homogene Präzession im elektromagnetischen Wechselfeld nicht zustande kommt, was die nichtvorhandene Resonanz im Hochfrequenzbereich erklärt.

Um die Rauheit des hier gezeigten Schichtverbundes mit den anderen Schichtsystemen vergleichen zu können, wurden REM- und AFM-Untersuchungen an den Schicht-Substratverbunden durchgeführt. Der Vergleich dieser Ergebnisse soll Aufschluss darüber geben, ob die Erklärung mit dem „orange-peel“-Effekt seine Berechtigung hat. Die Ergebnisse zu diesen Experimenten werden im nächsten Abschnitt gezeigt.

7.8. Untersuchung der Bruch- und Oberflächenmorphologie

Zur Untersuchung der Bruch- und Oberflächenmorphologie der Schicht-Substratverbunde, wurden AFM- und REM-Untersuchungen durchgeführt. Die Bruchkanten der Schichtverbunde wurden durch Ansägen der Substratrückseite und anschließendem Entzweibrechen an der Sollbruchstelle präpariert. In Abbildung 7.38 sind die Ergebnisse für ein spiegelpoliertes WC-Co-Substrat gezeigt, wie es für die verschiedenen Beschichtungen benutzt wurde. Aus dem AFM-Höhenprofil,

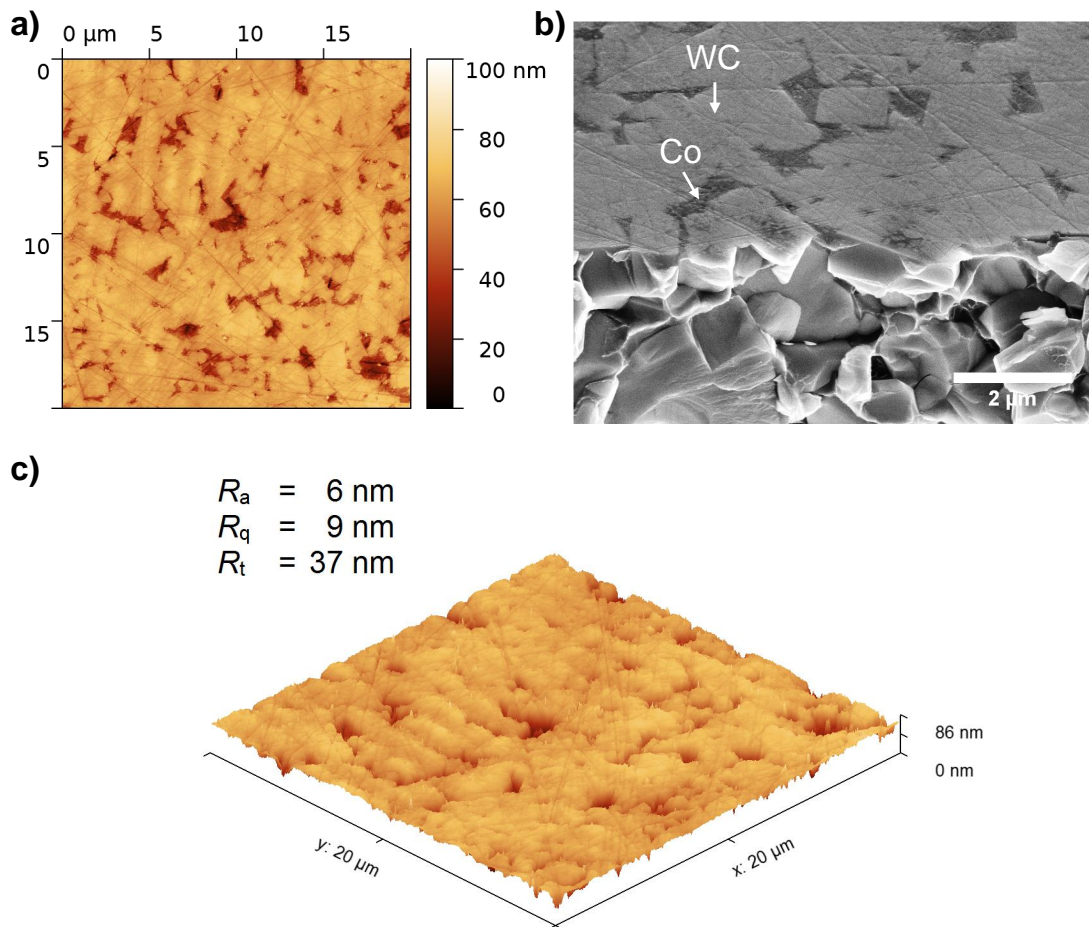


Abbildung 7.38.: Untersuchung der Bruch- und Oberflächeneigenschaften des WC-Co-Substrats. a) AFM-Höhenprofil von der Oberfläche des WC-Co-Substrats. b) REM-Aufnahme von der Bruchfläche des WC-Co-Substrats. c) Dreidimensionales Höhenprofil von der Oberfläche des WC-Co-Substrats.

das auf einer Fläche von $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$ gemessen wurde, ergibt sich eine mittlere Rauheit von $R_a = 6\ \text{nm}$, eine quadratische Rauheit von $R_q = 9\ \text{nm}$ und eine mittlere Rautiefe von $R_t = 37\ \text{nm}$. Zum Vergleich ist in b) eine REM-Aufnahme von der Bruch- und Oberfläche des WC-Co-Substrats abgebildet. Man erkennt anhand des dreidimensionalen AFM-Höhenprofils und der REM-Aufnahme, dass die Substratoberfläche nach dem Polieren mit der Diamantsuspension noch sehr feine Kratzer aufweist, die beim Polieren entstehen. Die Kratzer haben eine Rautiefe, die unterhalb von $15\ \text{nm}$ liegt. Des Weiteren erkennt man anhand der Oberflächenmorphologie das Gefüge des WC-Co. Die Oberflächenmorphologie zeigt, dass sich das weiche Co-Bindermaterial beim Polieren stärker abträgt als das harte WC. Dadurch kommen die WC-Körner deutlich zum Vorschein und zwischen diesen Körnern, wo sich das Bindermaterial befand, entstehen Vertiefungen. Im Vergleich zu den feinen Polierkratzern sind die Vertiefungen maßgebend für die Rauheit der Oberfläche. In Bezug auf die Schichtdicke des ferromagnetischen Materials, die bei $200\ \text{nm}$ liegt, ist die Rauheit der Substratoberfläche jedoch vernachlässigbar gering. Sowohl die mittlere Rauheit als auch die mittlere Rautiefe liegen deutlich unterhalb der Schichtdicke von $200\ \text{nm}$.

In Abbildung 7.39 sind die Ergebnisse der AFM- und REM-Untersuchungen für den Schicht-Substratverbund bestehend aus einer $200\ \text{nm}$ dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht und einer $1\ \mu\text{m}$ dicken $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat dargestellt. Die Auswertung des AFM-Höhenprofils liefert eine mittlere Rauheit von $R_a = 21\ \text{nm}$, eine quadratische Rauheit von $R_q = 27\ \text{nm}$ und eine mittlere Rautiefe von $R_t = 109\ \text{nm}$. Anhand der Morphologie erkennt man sehr deutlich, dass das stängelförmige Wachstum der kristallinen $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht ausschlaggebend für die Rauheit der Schichtoberfläche ist. Die Form der stängelförmigen Kristallite mit abgerundeten Enden wird auf die dünne ferromagnetische Schicht beim Beschichten abgebildet. Die Morphologie der Substratoberfläche überträgt sich dabei nur sehr gering. Im Wesentlichen sind nur noch vereinzelte Vertiefungen vom Co-Bindermaterial zu erkennen. Die Polierkratzer sind hingegen aufgrund der Rauheit der Zwischenschicht nicht mehr zu erkennen. Im Vergleich zu der polierten Substratoberfläche ist die Rauheit stark erhöht und in Bezug auf die Schichtdicke des ferromagnetischen Materials liegt die Rautiefe bei 50% der Schichtdicke.

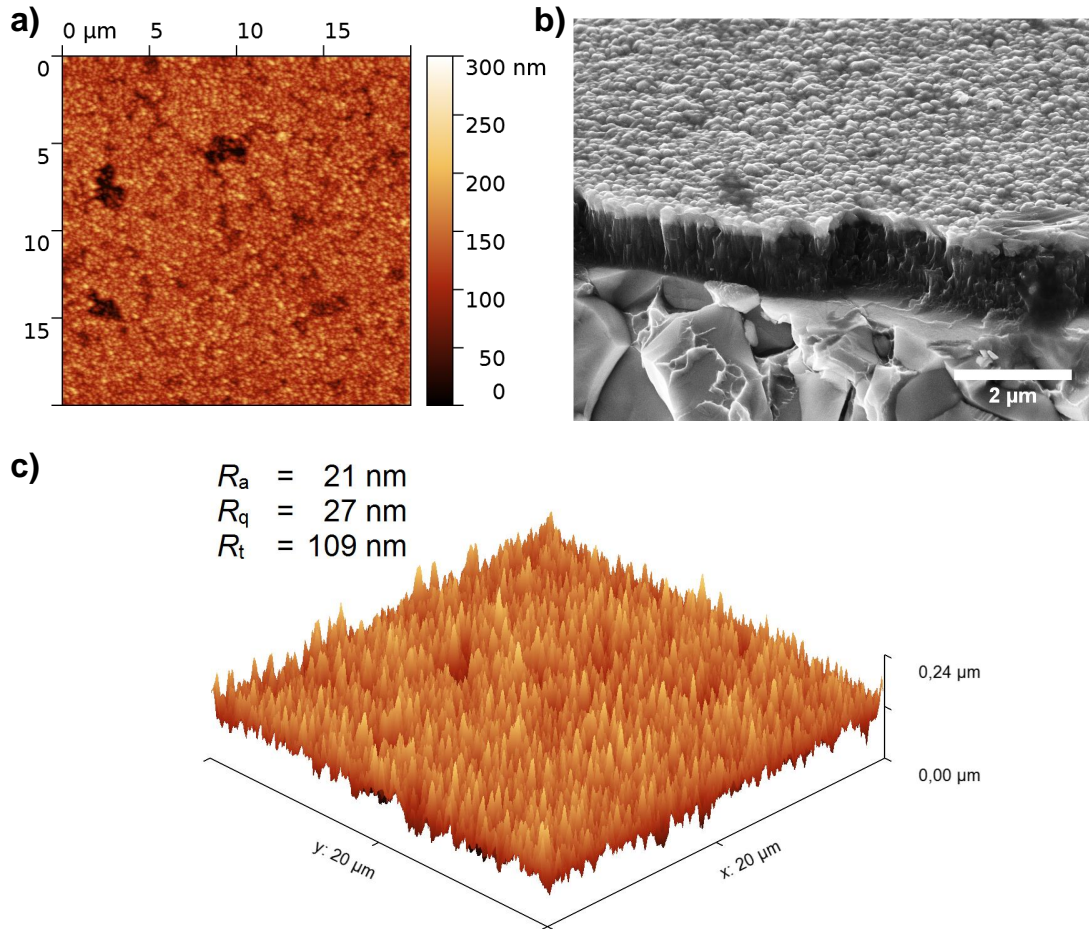


Abbildung 7.39.: REM-Untersuchung der Bruchfläche und AFM-Analyse der Oberfläche der 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 1 µm dicken $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat. a) AFM-Höhenprofil von der Schichtoberfläche. b) REM-Aufnahme von der Bruchfläche des Schicht-Substratverbundes. c) Dreidimensionales Höhenprofil von der Schichtoberfläche.

Abbildung 7.40 zeigt zum Vergleich die Ergebnisse der AFM- und REM-Untersuchungen für den Schicht-Substratverbund aus einer 200 nm $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht und einer 1 µm $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat. Die Auswertung des AFM-Höhenprofils liefert eine mittlere Rauheit von $R_a = 9 \text{ nm}$, eine quadratische Rauheit von $R_q = 13 \text{ nm}$ und eine mittlere Rautiefe von $R_t = 43 \text{ nm}$. Anhand der Bruchfläche erkennt man, dass die nanokristalline $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schicht keine stängelförmige Morphologie aufweist. Das Gefüge zeigt eine homogene,

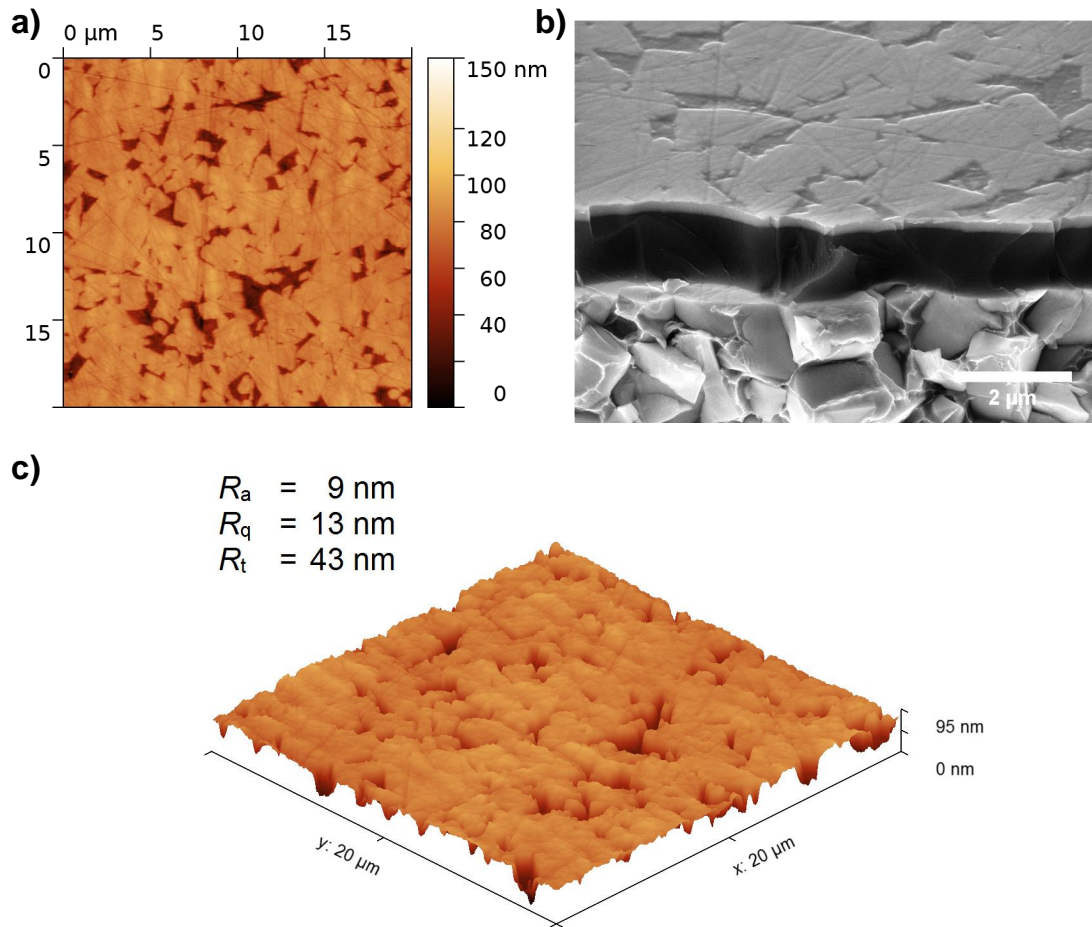


Abbildung 7.40.: Bruch- und Oberflächenmorphologie der 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 1 μm dicken $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat. a) AFM-Höhenprofil von der Schichtoberfläche. b) REM-Aufnahme von der Bruchfläche des Schicht-Substratverbundes. Auf der Oberfläche erkennt man, dass die Oberflächenmorphologie des Substrats abgebildet wird (vergleiche Abbildung 7.38). c) Dreidimensionales Höhenprofil von der Schichtoberfläche.

geschlossene und glatte Oberfläche. Bei der Schichtabscheidung wird die Oberflächenmorphologie vom Substrat auf die $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Zwischenschicht und die dünne $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht abgebildet. Anhand der REM-Aufnahme und des dreidimensionalen AFM-Höhenprofils erkennt man, dass sich sowohl die feinen Polierkratzer als auch die Vertiefungen vom Co-Bindermaterial auf die Schichtoberfläche übertragen. Es entstehen dadurch großflächige zusammenhängende

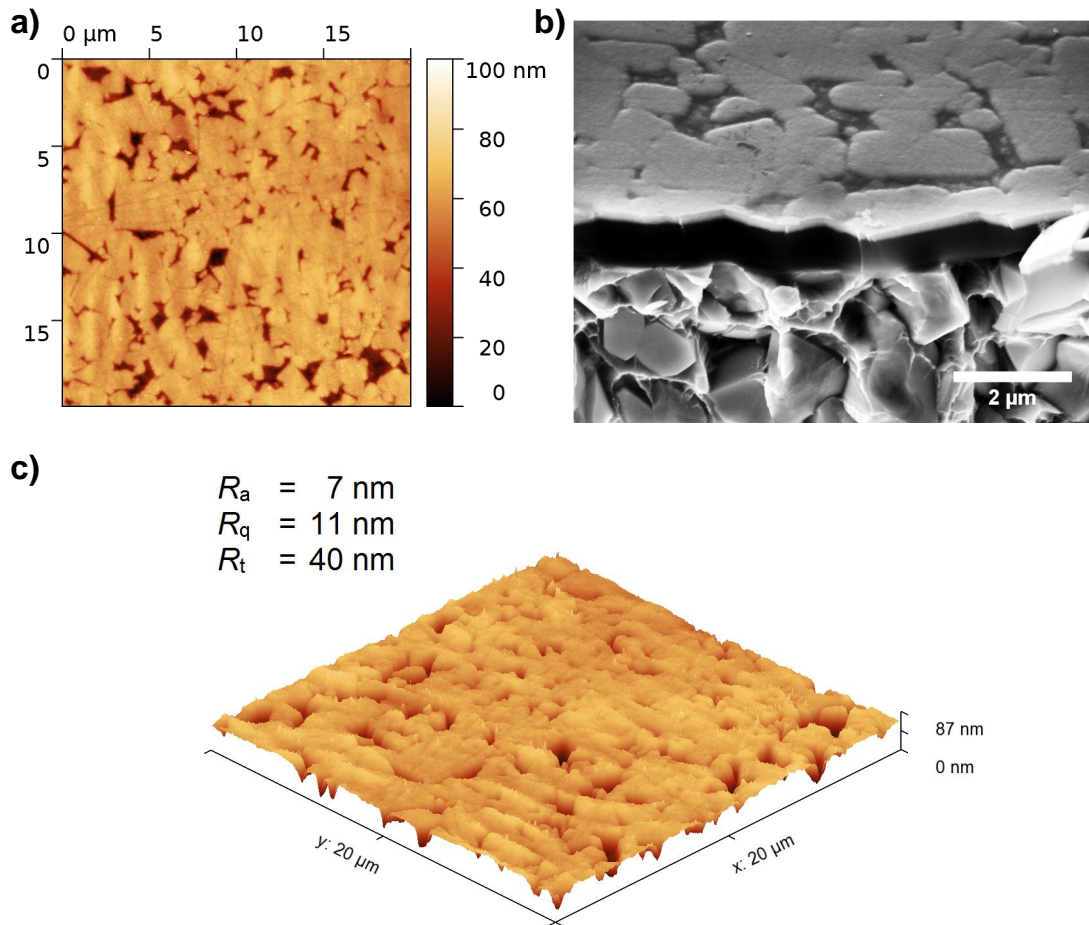


Abbildung 7.41.: *Oberflächeneigenschaften der 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer $1 \mu\text{m}$ dicken SiO_2 -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat. a) AFM-Höhenprofil von der Schichtoberfläche. b) REM-Aufnahme von der Bruchfläche des Schicht-Substratverbundes. Man erkennt an der Oberfläche die Morphologie des Substrates wieder. c) Dreidimensionales Höhenprofil von der Schichtoberfläche.*

glatte Inseln, die durch die Vertiefungen hervorgehoben sind. Die mittlere Rauheit wie auch die Rautiefe sind vergleichbar mit denen des WC-Co-Substrats ohne Schicht, so dass in Bezug auf die Schichtdicke des ferromagnetischen Materials die Rauheit der Schichtoberfläche vernachlässigbar gering ist.

In Abbildung 7.41 sind die Ergebnisse der AFM- und REM-Untersuchungen für den Schicht-Substratverbund bestehend aus einer 200 nm $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht und einer $1 \mu\text{m}$ SiO_2 -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat dargestellt. Für

die mittlere Rauheit erhält man aus der Auswertung des AFM-Höhenprofils einen Wert von $R_a = 7$ nm, eine quadratische Rauheit von $R_q = 11$ nm und eine mittlere Rautiefe von $R_t = 40$ nm. Die REM-Aufnahme zeigt, dass das amorphe SiO_2 ähnlich wie das nanokristalline $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ auf dem WC-Co-Substrat aufwächst. Das Gefüge bildet eine homogene, geschlossene, und glatte Oberfläche. Anhand der Oberflächenmorphologie der ferromagnetischen Schicht erkennt man, dass bei der Schichtherstellung die Rauheit des WC-Co-Substrats abgebildet wird. Die Oberfläche weist feine Vertiefungen, die von den Polierkratzern herkommen und etwas gröbere Vertiefungen vom Co-Bindermaterial auf. Die Werte der Rauheit sind vergleichbar mit denen für die nanokristalline $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Zwischenschicht und dem WC-Co-Substrat ohne Schicht. Die Schichtdicke vom $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ liegt damit deutlich oberhalb der Rauheit.

Abbildung 7.42 zeigt die Ergebnisse der AFM- und REM-Untersuchungen für den Schicht-Substratverbund mit der 1 μm dicken TiN-Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat. Für die mittlere Rauheit erhält man $R_a = 7$ nm, eine quadratische Rauheit von $R_q = 12$ nm und eine mittlere Rautiefe von $R_t = 45$ nm. Anhand dem dreidimensionalen AFM-Höhenprofil und der REM-Aufnahme erkennt man, dass das TiN feine nadelförmige Kristallite bildet, die ein glattes zusammenhängendes Schichtgefüge bilden. Bei der Betrachtung der Schichtoberfläche zeigt sich, dass bei der Schichtherstellung die Oberflächenrauheit des Substrats abgebildet wird. Jedoch im Vergleich zum nanokristallinen $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ und amorphen SiO_2 weisen die in der ferromagnetischen Schicht entstehende hervorgehobene Inseln und Vertiefungen feine Spitzen auf, die durch die Abbildung der nadelförmigen TiN-Kristallite entstehen. Jedoch zeigen die Rauheitswerte, dass diese Spitzen keine Auswirkung auf die mittlere Rauheit und Rautiefe haben. Die Rauheitswerte sind identisch mit denen des Schichtaufbaus mit der amorphen SiO_2 -Zwischenschicht, so dass hier die Rauheit in Bezug auf die ferromagnetische Schichtdicke vernachlässigbar gering ist.

Zusammenfassend zeigen die Ergebnisse der AFM- und REM-Untersuchungen, dass bei der Schichtherstellung großflächige und in Bezug auf die Schichtdicke der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ glatte Oberflächen entstehen. Die Ausnahme hierbei ist der Schichtverbund mit dem kristallinen $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$, was die Zusammenfassung der Rauheitswerte in Tabelle 7.5 nochmals bestätigen. Im Fall von dem

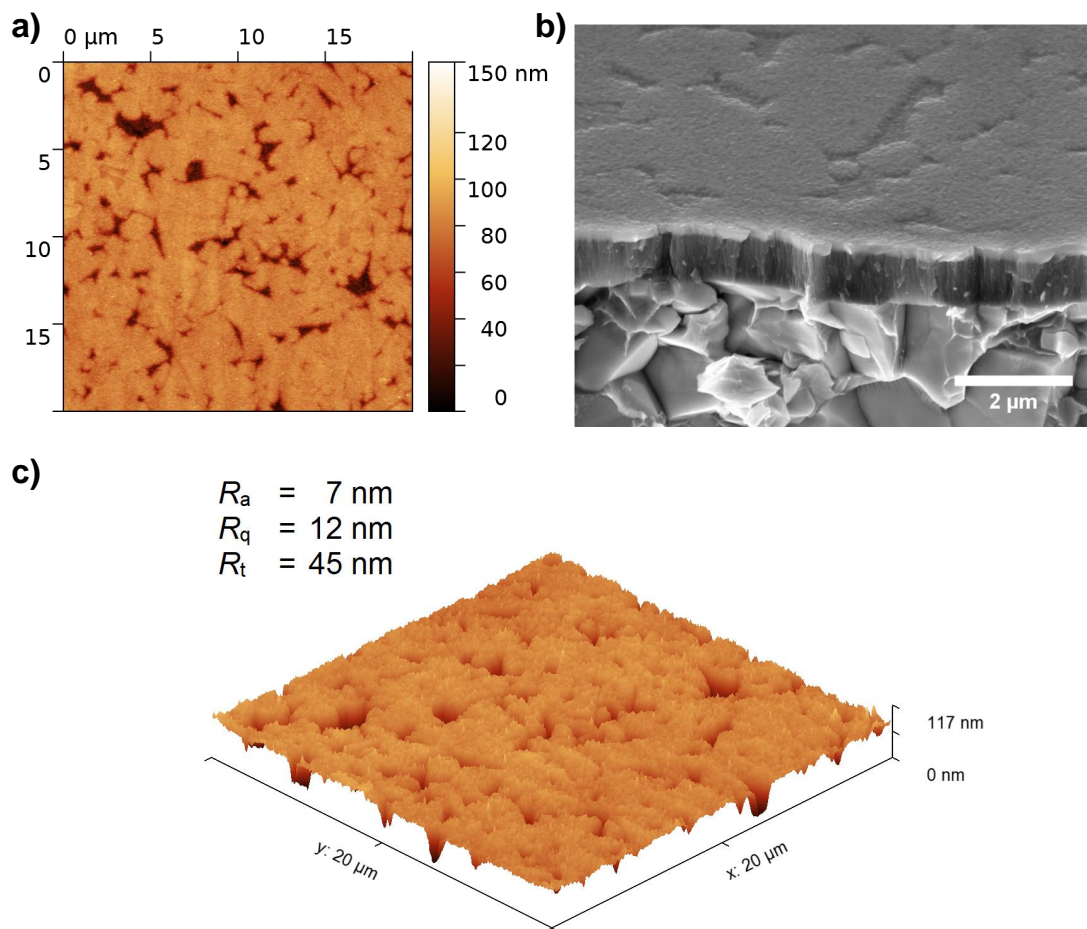


Abbildung 7.42.: Untersuchung der morphologischen Eigenschaften der Bruch- und Oberfläche der 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Decklage mit einer $1\ \mu\text{m}$ dicken $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat. a) AFM-Höhenprofil von der Schichtoberfläche. b) REM-Aufnahme von der Bruchfläche des Schicht-Substratverbundes. Die Oberflächenmorphologie des Substrates bildet sich im Schichtverbund ab. c) Dreidimensionales Höhenprofil von der Schichtoberfläche.

kristallinen $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ führt das stängelförmige Wachstum zu einem Anstieg der Oberflächenrauheit. Im Zusammenhang mit den in den Abschnitten 7.7 gezeigten statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften, konnte mit den AFM-Untersuchungen gezeigt werden, dass der „orange-Peel“-Effekt beim $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12} / \text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schichtverbund eine Erklärung für die Abweichung bei den statischen wie auch dynamischen magnetischen Eigenschaften gegenüber allen anderen Schicht-Substratverbunden liefert. Ausgehend von dieser Erkenntnis,

Tabelle 7.5.: Rauheitswerte der polierten WC-Co-Substratoberfläche und für die Oberflächen der verschiedenen Schicht-Substratverbunde aus Abbildung 7.38-7.42. Die Werte wurden mit einem Rasterkraftmikroskop über eine Fläche von $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$ bestimmt.

	R_a (nm)	R_q (nm)	R_t (nm)
WC-Co-Substrat	$5,7 \pm 0,6$	$8,5 \pm 0,9$	37 ± 8
Ti₁₉Al₃₅N₄₆	$20,7 \pm 2,0$	27 ± 3	109 ± 15
Ti₂₄Al₄₄N₃₂	$8,5 \pm 0,9$	$12,7 \pm 1,2$	43 ± 7
SiO₂	$6,9 \pm 0,7$	$10,6 \pm 1,0$	40 ± 10
TiN	$7,4 \pm 0,7$	$11,8 \pm 1,2$	45 ± 6

wurde im weiteren Verlauf versucht, die Rauheit für diesen Schichtverbund zu reduzieren. Dazu wurde nach der Beschichtung des WC-Co-Substrats mit Ti₁₉Al₃₅N₄₆ die Oberfläche poliert bevor die magnetische Schicht abgeschieden wurde. Die Ergebnisse hierzu werden im nächsten Abschnitt präsentiert.

7.9. Magnetische Entkopplung mit glatten Ti₁₉Al₃₅N₄₆-Zwischenschichten

Magnetische Systeme reagieren sehr empfindlich auf die Oberflächenmorphologie [332–335]. Die Experimente mit den Fe₃₂Co₄₅Hf₁₁N₁₂ / Ti₁₉Al₃₅N₄₆-Schichtsystemen haben gezeigt, dass die Oberflächenrauheit zum Verlust des Hochfrequenzsignals führt. Um dennoch das HF-Signal auf dem WC-Co-Substrat mit der Ti₁₉Al₃₅N₄₆-Schicht zu realisieren, die einen hohen spezifischen elektrischen Widerstand von $18\ 670\ \mu\Omega\ \text{cm}$ aufweist, wurde die Oberfläche der Zwischenschicht, vor der Abscheidung der magnetischen Schicht mit einer kolloidalen Siliziumoxidsuspension (OP-S, Körnung $0,04\ \mu\text{m}$), bei $150\ \text{U}/\text{min}$ im Gegenlauf und einem Anpressdruck von $2\ \text{bar}$, $30\ \text{s}$ lang poliert. Durch die Politur werden etwa $400\ \text{nm}$ von der Oberfläche abgetragen. Dieser Wert ergab sich in einem Referenzexperiment, bei dem analog zur Schichtdickenbestimmung, die Schichtdicke vor und nach dem Polieren gemessen wurde. Um bei der Schichtherstellung eine definierte Schichtdicke zu erhalten, wurden bei der Beschichtung $400\ \text{nm}$ mehr abgeschieden, da dieser Betrag beim Polieren abgetragen wird. Die Proben wurden im Anschluss

an die Schichtherstellung im Magnetfeld wärmenachbehandelt. Die Experimente zur Charakterisierung der magnetischen Schichteigenschaften wurden nur auf WC-Co-Substraten durchgeführt, da die Schichtverbunde mit $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ auf

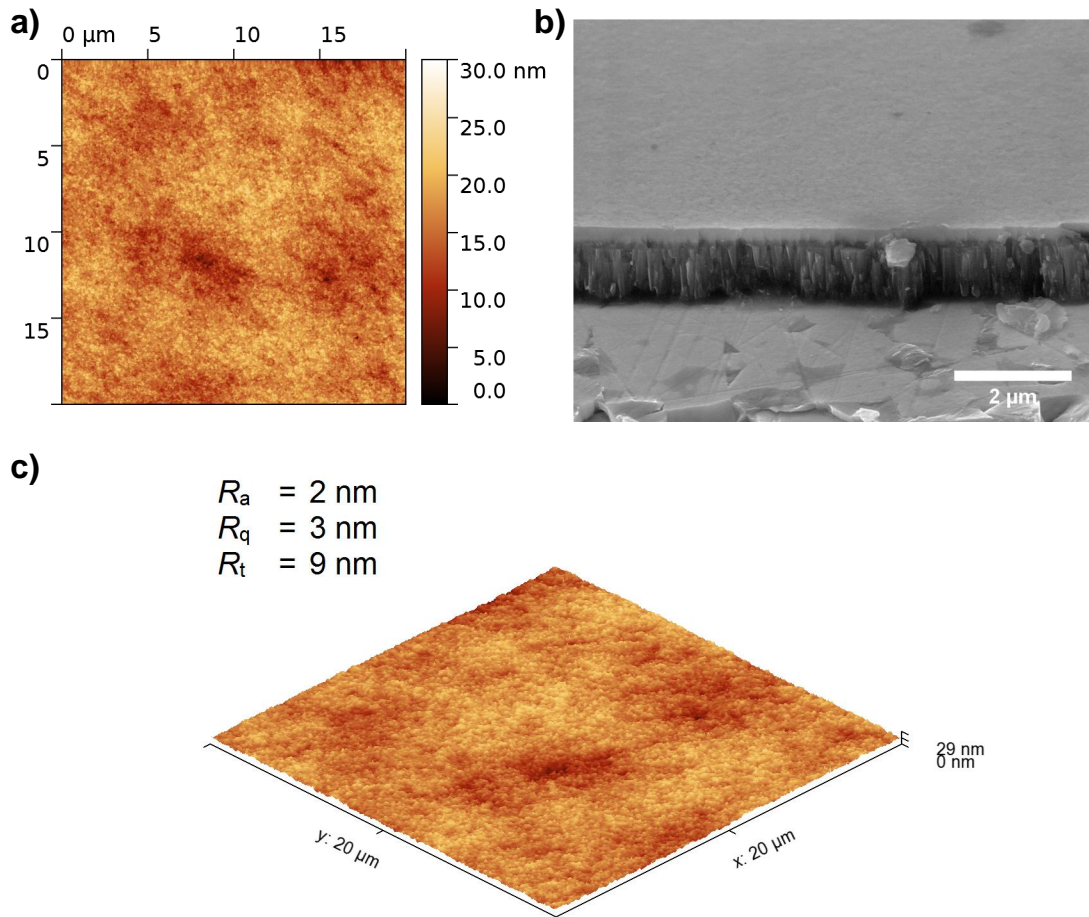


Abbildung 7.43.: Untersuchung der Bruch- und Oberflächenmorphologie einer 200 nm dicken $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht mit einer 1 μm dicken $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ - und 100 nm dünnen TiN-Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat. Durch die zusätzliche TiN-Zwischenschicht werden die bei der Wärmebehandlung durch unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten der Materialien entstehenden Eigenspannungen in der Funktionsschicht reduziert. Die Oberfläche der $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ -Schicht wurde mechanisch poliert bevor die TiN- und $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht abgeschieden wurden. a) AFM-Höhenprofil von der Schichtoberfläche. b) REM-Aufnahme von der Bruchfläche des Schicht-Substratverbunds. c) Dreidimensionales Höhenprofil von der Schichtoberfläche.

Si-Substraten nach der Wärmebehandlung Risse aufweisen.

In Abbildung 7.43 sind die Ergebnisse zu den AFM- und REM-Untersuchungen für einen Schicht-Substratverbund bei dem die $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Zwischenschicht poliert wurde dargestellt. Eine weitere Besonderheit bei diesem Schichtverbund ist, dass zwischen der ferromagnetischen Deckschicht und der $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht eine dünne 100 nm dicke TiN-Schicht deponiert wurde, worauf erst im späteren Verlauf dieses Abschnitts genauer eingegangen wird. Aus der Auswertung des AFM-Höhenprofils erhält man für $R_a = 2$ nm, eine quadratische Rauheit von $R_q = 3$ nm und eine mittlere Rautiefe von $R_t = 9$ nm. Diese Werte sind deutlich geringer im Vergleich zu dem unbehandelten $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ / $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schichtverbund, der eine mittlere Rauheit von $R_a = 21$ nm, eine quadratische Rauheit von $R_q = 27$ nm und eine mittlere Rautiefe von $R_t = 109$ nm aufweist. Die Rauheit der Probe mit der polierten Zwischenschicht ist sogar geringer als die der Schichtverbunde mit TiN, SiO_2 und dem nanokristallinen $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$. Anhand der REM-Aufnahme erkennt man, dass bei der Schichtabscheidung nach der Politur weder die Substratmorphologie noch die stängelförmige Gefügestruktur der $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Zwischenschicht in der ferromagnetischen Schicht abgebildet wird. Die dünne TiN-Schicht hat keine Auswirkungen auf die Morphologie der ferromagnetischen Schicht. Die ferromagnetische Schicht bildet eine geschlossene, homogene und sehr glatte Oberfläche.

Abbildung 7.44 zeigt die Ergebnisse zur Charakterisierung der dynamischen magnetischen Eigenschaften mit dem HF-Permeameter für einen Schichtverbund mit einer a) 1 μm dicken und b) 3 μm dicken polierten $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Zwischenschicht. Im Fall der 1 μm dicken Zwischenschicht liefert die Auswertung der Resonanzkurve eine Grenzfrequenz von 2,5 GHz und eine Halbwertsbreite von 1,4 GHz. Mit zunehmender Schichtdicke wird das Resonanzsignal schlechter, wie man am Imaginärteil im Fall der 3 μm dicken Zwischenschicht erkennen kann. Die Anfangspermeabilität liegt für beide Proben bei etwa 300. Entgegen allen Erwartungen zeigen die ferromagnetischen Schichten auf der polierten $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht mit dem hohen spezifischen elektrischen Widerstand im Vergleich zum Schichtverbund mit der nanokristallinen $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schicht ein schlechteres Entkopplungsverhalten bezüglich der dynamischen magnetischen Eigenschaften. Abgesehen vom Schichtverbund

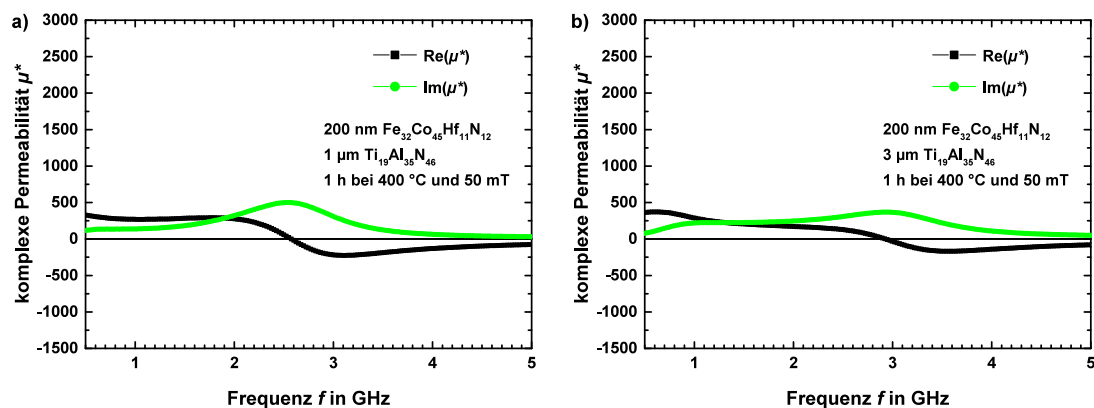


Abbildung 7.44.: Real- und Imaginärteil der komplexen Permeabilität einer 200 nm dicken $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht mit einer a) 1 μm und b) 3 μm dicken polierten $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat. Sowohl der Schichtverbund in a) wie auch die Schichtkombination in b) wurde ohne dünne TiN-Schicht hergestellt.

mit der porenreichen TiN-Zwischenschicht in Abschnitt 7.2, sind die Resonanzkurven im Vergleich zu den bis dahin aufgezeigten Ergebnissen weniger ausgeprägt.

Um der Ursache hierfür nachzugehen, wurden MOKE-Messungen an den Schichtverbunden durchgeführt. Die Ergebnisse hierzu sind für den Schichtverbund mit der 1 μm dicken und 3 μm dicken polierten $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat in Abbildung 7.45 dargestellt. Bei der Betrachtung der Ergebnisse fallen zunächst keine wesentlichen Unterschiede zu den anderen magnetisch entkoppelten Schichtsystemen auf. Die Hysteresekurven weisen den gewohnten anomalen Ummagnetierungsprozess und das asymmetrische Verhalten bei der Koerzitivfeldstärke auf. Einen merklichen Unterschied stellt man erst bei der genauen Auswertung der Koerzitivfeldstärke $\mu_0 H_{c-}$ und $\mu_0 H_{c+}$ fest. Die Ergebnisse hierzu sind in Tabelle 7.6 zusammengefasst. Zum Vergleich sind die Werte für die anderen Schichtverbunde aus den Abschnitten 7.2 bis 7.6 aufgeführt. Anhand dieser Messergebnisse erkennt man, dass sowohl $\mu_0 H_{c-}$ und wie auch $\mu_0 H_{c+}$ für den $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12} / Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ -Schichtverbund systematisch kleiner sind als die der anderen Schichtverbunde. Ausgenommen ist der Schichtverbund mit der löchrigen TiN-Zwischenschicht $> 2 \mu m$. Der $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12} / Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ -Schichtverbund ist demzufolge magnetisch härter, da nach der Berücksichtigung

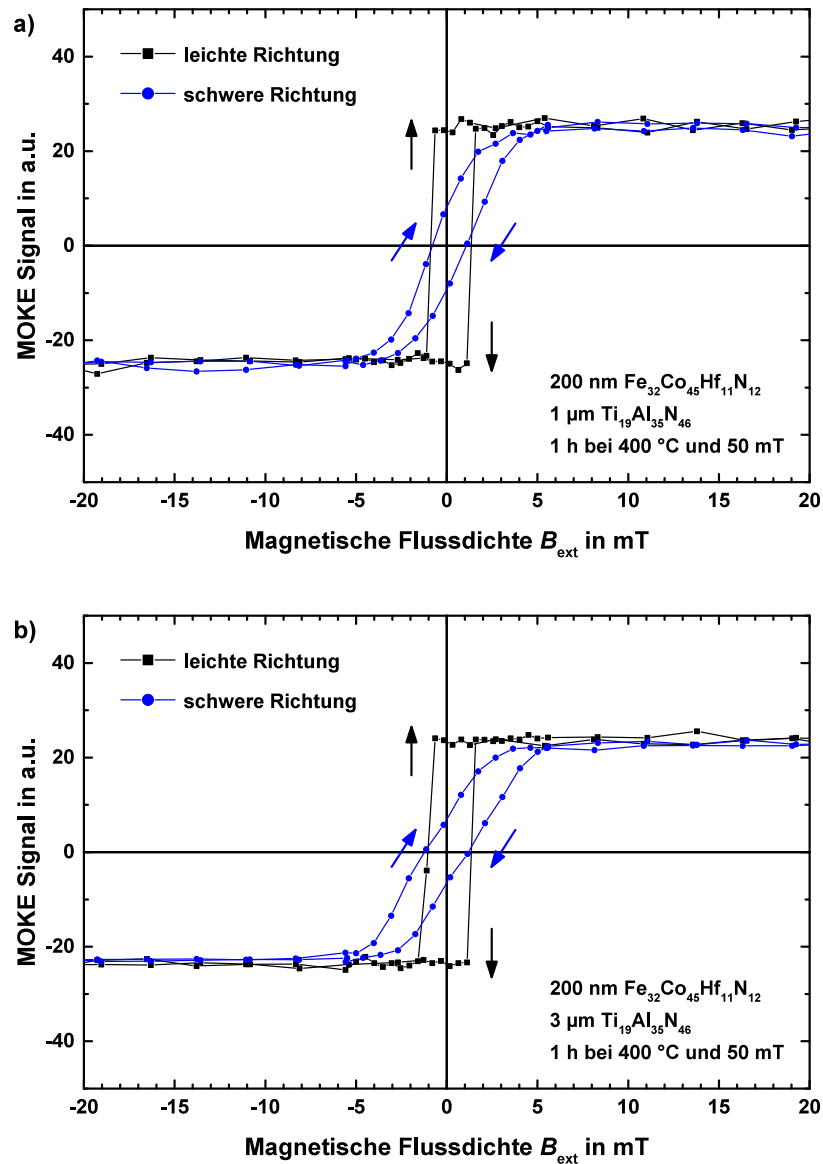


Abbildung 7.45.: Anomale Hysteresekurven der leichten und schweren Polarisationsrichtung einer funktionellen 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Decklage mit einer a) 1 μm dicken und b) 3 μm dicken polierten $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat, gemessen mit der MOKE-Methode. Zwischen der Funktionschicht und der Zwischenschicht wurde keine dünne TiN-Schicht abgeschieden.

des Substrateinflusses die Werte für die Koerzitivfeldstärke höher sind, als die der anderen Schichtverbunde. Um die Fragestellung aufklären zu können, warum die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf der polierten $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht magnetisch härter

ist, wurden AES-Tiefenprofile erstellt. Die Tiefenprofile sollen Aufschluss darüber geben, wie sich die Elementkonzentrationen der Schichten über den Verbund erstrecken. Es soll damit überprüft werden, ob bei der Wärmenachbehandlung im Magnetfeld Diffusionsprozesse zu einer Durchmischung der $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ - und $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ -Schicht führen.

Abbildung 7.46 zeigt das AES-Tiefenprofil für die 200 nm dicke $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht mit einer 1 μm dicken polierten $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat. Anhand der Intensität der verschiedenen Elemente in Abhängigkeit der Abtragszeit erkennt man, dass keine Durchmischung an der Grenzfläche stattfindet. Vielmehr zeigt das Tiefenprofil eine homogene Schichtzusammensetzung für die $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ - und $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ -Schicht. Die ferromagnetische Schicht ist im Bereich der Oberfläche oxidiert, was die erhöhte Sauerstoffkonzentration im Anfangsbereich der Abtragszeit 0 min bis 5 min zeigt. Die Abtragszeit von 5 min entspricht etwa 20 nm der 200 nm dicken $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht, so dass man von einer dünnen Oxidschicht an der Oberfläche sprechen kann. Im Bereich der Grenzfläche stellt man eine leichte Erhöhung des Sauerstoffgehalts in der

Tabelle 7.6.: Koerzitivfeldstärke $\mu_0 H_{c-}$ und $\mu_0 H_{c+}$ für die verschiedenen Schichtsysteme auf einem WC-Co-Substrat.

	Dicke der Zwischenschicht					
Ti₁₉Al₃₅N₄₆	0,5 μm	1 μm	2 μm	3 μm	5 μm	10 μm
$\mu_0 H_{c-}$ in mT	1,33	0,88	0,88	1,04	0,88	
$\mu_0 H_{c+}$ in mT	1,35	1,27	1,35	1,35	1,35	
Ti₂₄Al₄₄N₃₂						
$\mu_0 H_{c-}$ in mT		1,38		1,34		
$\mu_0 H_{c+}$ in mT		1,79		1,83		
SiO₂						
$\mu_0 H_{c-}$ in mT	1,37	1,38	1,35	1,61	1,36	1,42
$\mu_0 H_{c+}$ in mT	1,75	1,77	1,52	1,86	1,37	1,58
TiN						
$\mu_0 H_{c-}$ in mT	1,35	1,36	0,92	0,86	0,09	
$\mu_0 H_{c+}$ in mT	1,77	1,83	1,36	1,37	0,56	

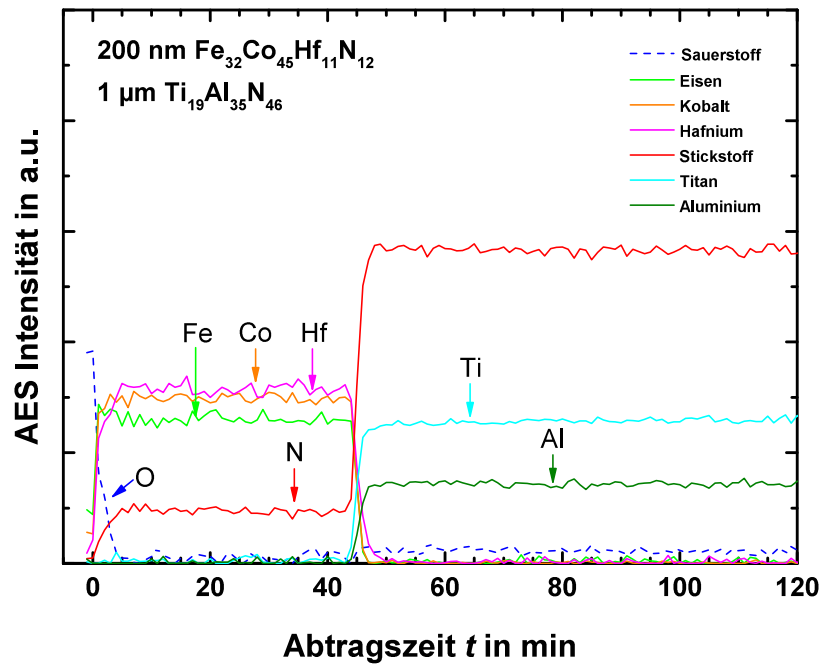


Abbildung 7.46.: AES-Tiefenprofil von einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 1 μm dicken polierten $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat.

$\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht gegenüber der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht fest, was die Ergebnisse der ESMA-Messungen bestätigen. Die Grenzfläche ist sehr scharf ausgeprägt, so dass Diffusionsprozesse ausgeschlossen werden können. Das Ergebnis liefert damit keinen Erklärungsansatz für die Frage, warum die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf der polierten $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht magnetisch härter ist.

Zur weiteren Untersuchung dieses Phänomens wurden in den folgenden Versuchen Schichtverbunde untersucht, die aus einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 1 μm dicken polierten $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ - und einer 100 nm dicken TiN-Zwischenschicht bestehen. Der schematische Schichtaufbau zu diesen Proben ist in Abbildung 7.47 dargestellt. Die Ergebnisse in Abschnitt 7.2 haben gezeigt, dass die HF-Eigenschaften der ferromagnetischen Decklage auf der TiN-Zwischenschicht im Fall der porenarmen Schichten im Vergleich zum $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ besser sind. Da der thermische Ausdehnungskoeffizient von TiN mit $9,35 \text{ ppm K}^{-1}$ [135] sehr gut mit dem gewichteten Mittelwert von $11,06 \text{ ppm K}^{-1}$ [135, 271] für $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ übereinstimmt, wurde versucht mit der sehr dünnen 100 nm TiN-Lage einen gerin-

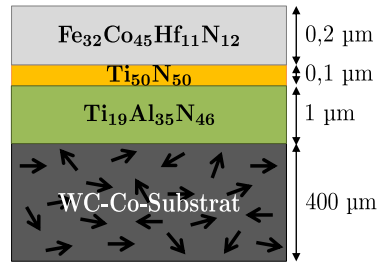


Abbildung 7.47.: Veranschaulichung des Schichtaufbaus für die Entkopplung der $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht vom WC-Co-Substrat mit einer $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ - und dünnen TiN-Zwischenschicht.

geren Eigenspannungszustand in der ferromagnetischen Funktionsschicht nach der Wärmebehandlung im Magnetfeld einzustellen. Im Vergleich dazu hat (Ti, Al)N mit $7,5 \text{ ppm K}^{-1}$ [306] einen geringeren thermischen Ausdehnungskoeffizienten, so dass im Schichtverbund mit $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ in der Funktionsschicht nach der Wärmebehandlung beim Abkühlen höhere Eigenspannungen entstehen, die die HF-Eigenschaften negativ beeinflussen.

Die Ergebnisse zu den dynamisch magnetischen Untersuchungen mit dem HF-Permeameter sind in Abbildung 7.48 dargestellt. Durch die zusätzliche dünne

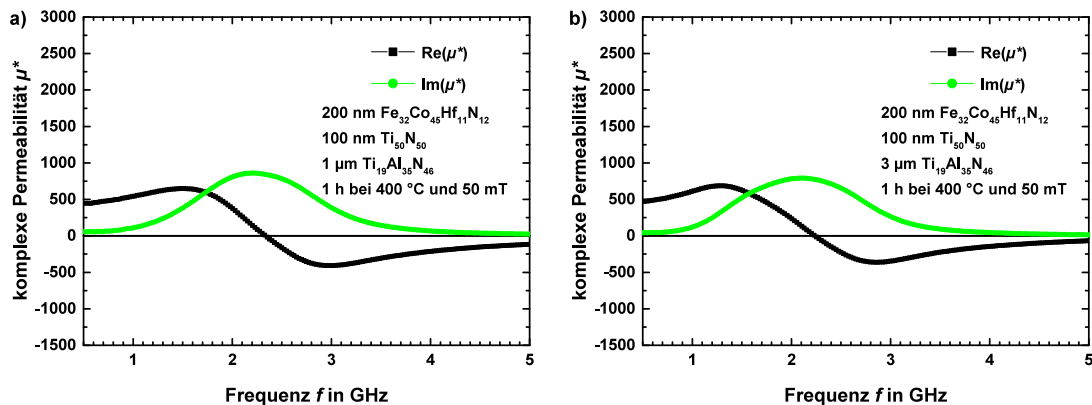


Abbildung 7.48.: Real- und Imaginärteil der komplexen Permeabilität einer 200 nm dicken $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht mit einer a) 1 μm dicken polierten $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ / 100 nm dicken TiN-Zwischenschicht und b) 3 μm dicken polierten $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ / 100 nm dicken TiN-Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat.

TiN-Zwischenschicht verbessert sich das Resonanzsignal signifikant. Das Signal hat eine deutlich höhere Intensität bei etwa gleichbleibender Halbwertsbreite. Im Fall der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 1 μm dicken polierten $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ - und 100 nm dicken TiN-Zwischenschicht ergibt die Auswertung eine Grenzfrequenz von 2,3 GHz und eine Halbwertsbreite von 1,4 GHz. Die Resonanzkurve der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit der 3 μm dicken polierten $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ - und 100 nm dicken TiN-Zwischenschicht hat eine Grenzfrequenz von 2,1 GHz und eine Halbwertsbreite von 1,4 GHz. Der Vergleich dieser beider Ergebnisse zeigt, dass die Halbwertsbreite mit zunehmender Zwischenschichtdicke nicht abnimmt. In Verbindung mit dem dynamischen Modell zur Entkopplung bedeutet das, dass der spezifische elektrische Widerstand von 18 670 $\mu\Omega\text{ cm}$ der $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht nicht ausreichend ist, um die Induktion von Wirbelströmen in der Zwischenschicht zu unterdrücken. Das heißt, die Zwischenschicht aus $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ und TiN entkoppelt die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht magnetisch vom WC-Co-Substrat. Die Halbwertsbreite kann aber nicht durch eine Erhöhung der Dicke der polierten $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht verringert werden, da trotz höherem elektrischen Widerstand ein störendes Magnetfeld durch Wirbelströme in der Zwischenschicht induziert wird. Die Anfangspermeabilität für beide Schichtsysteme liegt bei knapp 500, was vergleichbar mit dem Schichtsystem mit der nanokristallinen $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Zwischenschicht ist.

Zur Überprüfung der statischen magnetischen Eigenschaften wurden MOKE-Messungen an den Schichtverbunden durchgeführt. Abbildung 7.49 zeigt die Ergebnisse. Die Hysteresekurven für die Schichtverbunde aus 200 nm $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ mit einer a) 1 μm dicken polierten $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ / 100 nm dicken TiN- und b) 3 μm dicken polierten $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ / 100 nm dicken TiN-Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat zeigen den zu erwartenden Kurvenverlauf. Die Hysteresekurven zeigen den anomalen Ummagnetisierungsprozess und die Asymmetrie in der Koerzitivfeldstärke aufgrund des Substrateinflusses. Durch die zusätzliche dünne TiN-Schicht sind auch die Werte der Koerzitivfeldstärken $\mu_0 H_{c-}$ und $\mu_0 H_{c+}$ wieder vergleichbar mit den Schichtverbunden, die eine TiN-, SiO_2 - oder nanokristalline $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Zwischenschicht haben. Der Schichtverbund in Abbildung 7.49 a) hat eine Koerzitivfeldstärke von $\mu_0 H_{c-} = 1,35\text{ mT}$ und $\mu_0 H_{c+} = 1,73\text{ mT}$ und der in b) eine Koerzitivfeldstärke von $\mu_0 H_{c-} = 1,33\text{ mT}$ und $\mu_0 H_{c+} = 1,35\text{ mT}$. Die Schichten sind demzufolge weichmagnetisch und haben eine uniaxiale Anisotropie

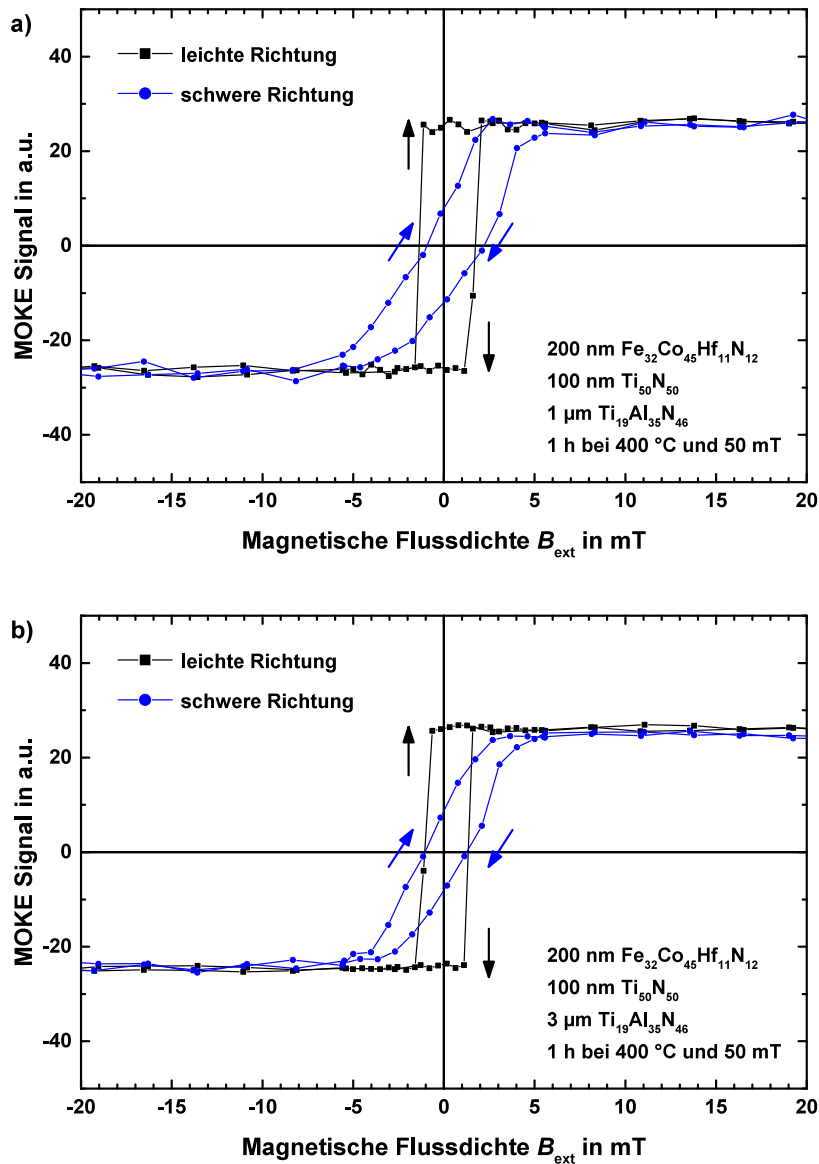


Abbildung 7.49.: Anomale Hysteresekurven der leichten und schweren Polarisationsrichtung einer 200 nm dicken $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht mit einer a) 1 µm dicken polierten $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ / 100 nm dicken TiN-Zwischenschicht und b) 3 µm dicken polierten $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ / 100 nm dicken TiN-Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat, gemessen mit dem MOKE.

in der Schichtebene.

Um bei diesen Proben die chemische Zusammensetzung der einzelnen Lagen des

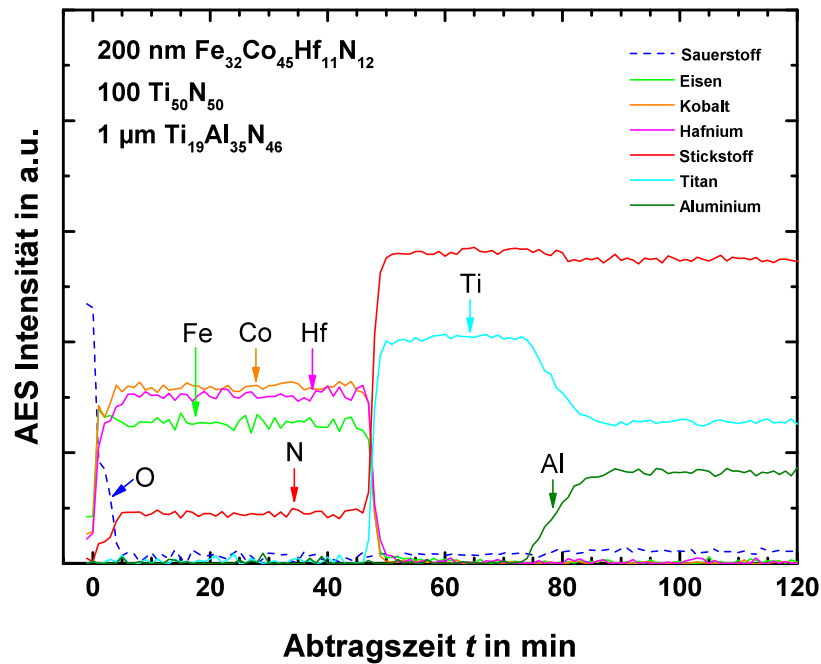


Abbildung 7.50.: AES-Tiefenprofil von einer 200 nm dicken $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht mit einer 1 μm dicken polierten $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ - und 100 nm dicken TiN-Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat.

Schichtverbundes zu bestimmen, wurde ein AES-Tiefenprofil erstellt, das in Abbildung 7.50 abgebildet ist. Das Tiefenprofil zeigt eine homogene Zusammensetzung für die $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht, die eine dünne Oxidschicht von etwa 20 nm an der Oberfläche aufweist. An der Grenzfläche zur TiN-Schicht stellt man fest, dass keine Diffusion beim Glühen im Magnetfeld stattfindet, die zu einer Durchmischung der beiden Lagen führt. Der Übergang zwischen der dünnen TiN- und der polierten $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ -Schicht ist dagegen nicht scharf abgegrenzt. Hier kommt es zu einer Durchmischung der beiden Lagen, wobei diese Durchmischung keine Auswirkungen auf die Zusammensetzung der $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht hat. Dementsprechend ist ein Effekt auf die statischen magnetischen Eigenschaften durch die Durchmischung der Zwischenschichten im Bereich der Grenzfläche auszuschließen. Abseits der Grenzfläche zwischen TiN und dem polierten $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ weisen beide Lagen eine homogene Schichtzusammensetzung auf.

Um die Schichten auf Poren zu untersuchen, wurde von den Proben mit einer 200 nm dicken $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht mit einer a) 1 μm dicken polierten

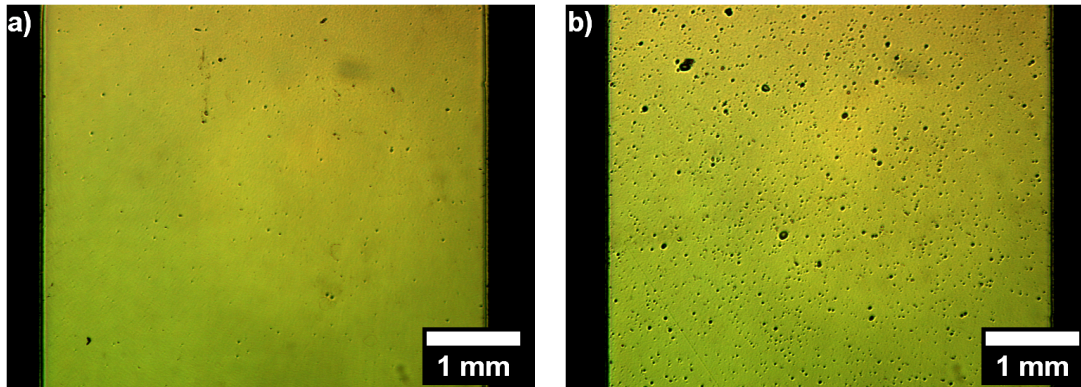


Abbildung 7.51.: Aufnahmen mit dem Lichtmikroskop von der Schichtoberfläche der 200 nm dicken $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht mit einer a) 1 μm dicken polierten $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ - und b) 1 μm dicken polierten $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ / 100 nm dicken TiN-Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat.

$Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ - und b) 1 μm dicken polierten $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ - und 100 nm dicken TiN-Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat Lichtmikroskopaufnahmen erstellt, die in Abbildung 7.51 dargestellt sind. Der Vergleich der beiden Bilder zeigt, dass die 1 μm dicke polierte $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ -Schicht ohne die dünne TiN-Schicht sogar weniger Poren aufweist, als die mit einer dünnen TiN-Zwischenschicht. Demzufolge liefert diese Erkenntnisse keine Aussage darüber, warum die $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schichten auf den polierten $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ -Schichten magnetische härter im Vergleich zu alle anderen Schichtsystemen sind. Eine mögliche Ursache könnte jedoch der weiter oben im Text erwähnte Eigenspannungszustand der $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Funktionsschicht sein. Da der thermische Ausdehnungskoeffizient für (Ti, Al)N mit $7,5 \text{ ppm K}^{-1}$ [306] deutlich geringer ist als der von $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ mit $11,06 \text{ ppm K}^{-1}$ [135, 271] können bei der Wärmenachbehandlung höhere Eigenspannungen in der ferromagnetischen Schicht entstehen. Diese Eigenspannungen wirken sich demnach verschlechternd auf die HF-Eigenschaften der Funktionsschicht aus.

Zusammenfassend zeigen die Ergebnisse, dass die Politur der Zwischenschicht zu sehr glatten Oberflächen der Decklage führt. Die $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schichten weisen keine Oberflächentopologie von der Substratoberfläche oder den nadelförmigen $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ -Kristalliten auf. Durch die glatte Oberfläche kann der „orange-peel“-Effekt verhindert werden und die Schichtverbunde zeigen ein Hochfrequenzsignal

bei $(2,5 \pm 1,4)$ GHz mit einer Anfangspermeabilität von 300. Jedoch ist das Resonanzsignal im Vergleich zu den Ergebnissen mit den anderen Zwischenschichten schlechter. Die MOKE-Messungen zeigen, dass die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schichten auf den polierten $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schichten magnetisch härter sind als die weichmagnetischen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schichten auf der TiN-, SiO_2 - oder $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Zwischenschicht. Das AES-Tiefenprofil zeigt, dass sich die ferromagnetische Schicht und die Zwischenschicht homogen zusammensetzen. An der Grenzfläche findet keine Durchmischung statt. Durch die Deposition einer 100 nm dicken TiN-Schicht auf der polierten $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht verbessert sich das Resonanzsignal und die Anfangspermeabilität steigt auf fast 500 an. Das Absorptionsmaximum liegt bei $(2,3 \pm 1,4)$ GHz respektive $(2,1 \pm 1,4)$ GHz, für den Schichtaufbau mit einer 1 μm und 3 μm dicken polierten $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ / TiN-Zwischenschicht. Diese Ergebnisse zeigen, dass der höhere spezifische elektrische Widerstand von 18 670 $\mu\Omega\text{ cm}$ noch nicht ausreichend ist, um Wirbelströme in der Zwischenschicht zu unterdrücken. Die statischen magnetischen Eigenschaften dieser Schichtverbunde weisen auf ein weichmagnetisches Verhalten mit einer eingepprägten uniaxialen Anisotropie hin. Das zu diesen Proben erstellte AES-Tiefenprofil zeigt keine Durchmischung der ferromagnetischen Lage mit den Zwischenschichten. Die Untersuchung der Poren im Schichtverbund ergibt keine Erkenntnis darüber, warum die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schichten auf den polierten $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schichten im Vergleich zu alle anderen Schichtverbunden magnetisch härter sind. Denn obwohl das Schichtsystem mit der sehr dünnen TiN-Zwischenschicht mehr Poren als das polierte Schichtsystem ohne TiN-Zwischenschicht aufweist, liefert das Schichtsystem mit TiN gegenüber allen Erwartungen ein besseres Hochfrequenzsignal. Ein wissenschaftlich fundierter Grund konnte im Rahmen dieser Dissertation leider nicht identifiziert werden. Eine mögliche Ursachen basiert auf der Annahme, dass unteerschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten der verschiedenen Materialien zu unterschiedlichen Eigenspannungen in der Funktionsschicht bei der Wärmebehandlung im Magnetfeld führen. Es ist anzunehmen, dass durch die dünne TiN-Lage die Eigenspannungen geringer gehalten werden können als im Fall der direkten Abscheidung der Funktionsschicht auf $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$. Dennoch kann abschließend festgehalten werden, dass die ferromagnetische Schicht auf dem WC-Co-Substrat mit einer polierten $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht ein Hochfrequenzsignal liefert, das für die Anwendung als Temperatur- oder Kraftsensor genutzt werden kann.

7.10. Demonstration Temperatursensor

Zur Demonstration der Anwendung der ferromagnetischen Schicht auf einem WC-Co-Substrat als Temperatursensor, wurde der Schichtaufbau aus Abbildung 7.52 ausgewählt. Der Schichtaufbau besteht aus einer 3 μm dicken amorphen SiO_2 -Zwischenschicht und einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht. Auf der ferromagnetischen Schicht ist eine dünne 70 nm dicke amorphe SiO_2 -Deckschicht abgeschieden, um die Magnetschicht vor Oxidation bei höheren Temperaturen zu schützen. Die Schichten wurden mittels Magnetron-Hochfrequenzkathodenzerstäubung hergestellt und im Magnetfeld für 1 h bei 400 $^{\circ}\text{C}$ und 50 mT wärmebehandelt. Für die Untersuchung der Temperaturabhängigkeit wurde die frequenzabhängige komplexe Permeabilität mit einer kurzgeschlossenen Streifenleitung mit integriertem resistiven Heizelement und einem Netzwerkanalysator gemäß der Beschreibung in Abschnitt 6.4.3 bestimmt.

In Abbildung 7.53 ist der frequenzabhängige Imaginärteil der komplexen Permeabilität für verschiedene Einsatztemperaturen der Probe dargestellt. Das Ergebnis zeigt, dass sich der Imaginärteil des Antwortsignals der ferromagnetischen Schicht mit zunehmender Temperatur zu niedrigeren Frequenzen verschiebt und damit die Sensorfunktionalität gegeben ist. Die Verschiebung entsteht durch die Erhöhung der Temperatur, was eine Änderung der Sättigungsmagnetisierung zufolge hat und mechanische Spannungen in der ferromagnetischen Schicht erzeugt. Aufgrund der unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von SiO_2 und $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ entstehen in der ferromagnetischen Schicht mechanische Spannungen, wie es ein vergleichbares Experiment von K. Seemann et al. zeigt [10].

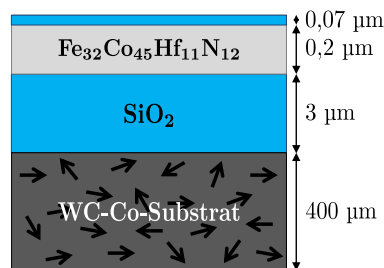


Abbildung 7.52.: Schichtaufbau zur Nutzung der ferromagnetischen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf einem WC-Co-Substrat als Temperatursensor.

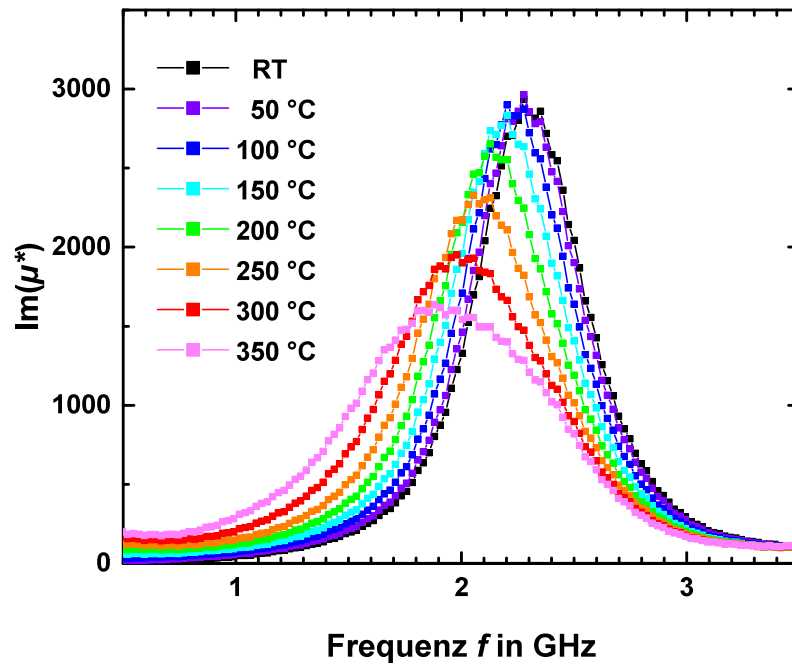


Abbildung 7.53.: Imaginärteil der komplexen Permeabilität bei verschiedenen Temperaturen. Das Antwortsignal wurde an einem $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ / SiO_2 -Schichtsystem auf dem WC-Co-Substrat gemessen.

Um die Sensoreigenschaften genauer spezifizieren zu können und die Reproduzierbarkeit nachzuweisen, wurde das Experiment mit derselben Probe insgesamt fünfmal wiederholt. Die Messergebnisse wurden durch Anpassung einer Lorentzkurve an den Imaginärteil ausgewertet. Die Grenzfrequenz f_g und die Halbwertsbreite FWHM in Abhängigkeit der Temperatur sind in Abbildung 7.54 respektive 7.55 dargestellt. In Abbildung 7.54 erkennt man, dass die Grenzfrequenz mit zunehmender Temperatur geringer wird und dass die fünf durchgeführten Messungen dieselben Ergebnisse liefern. Der Zusammenhang zwischen Grenzfrequenz und Temperatur lässt sich im Rahmen der Messgenauigkeit in erster Näherung als linear annehmen. Es ergibt sich daraus ein Auflösungsvermögen für den Sensor von $1,1 \text{ MHz K}^{-1}$. Die Ergebnisse in Abbildung 7.55 zeigen, dass die FWHM für Temperaturen bis etwa 150 °C konstant ist und ab einer Temperatur von 200 °C in guter Näherung exponentiell ansteigt. Die Ergebnisse sind reproduzierbar, wie die fünf Messungen zeigen. Die Verbreiterung der Resonanzkurve mit zunehmender Temperatur ist dadurch begründet, dass die homogene Präzession der magne-

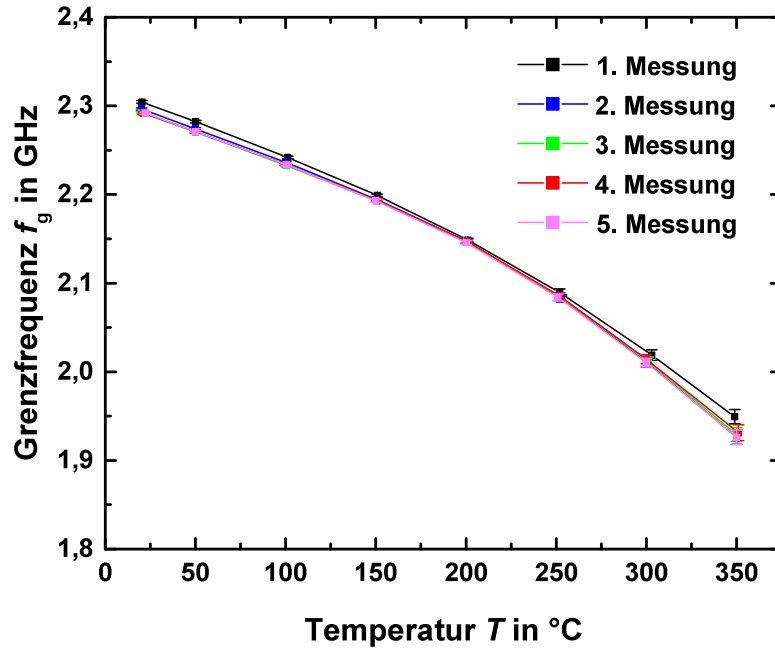


Abbildung 7.54.: Grenzfrequenz des Imaginärteils der komplexen Permeabilität in Abhängigkeit der Temperatur.

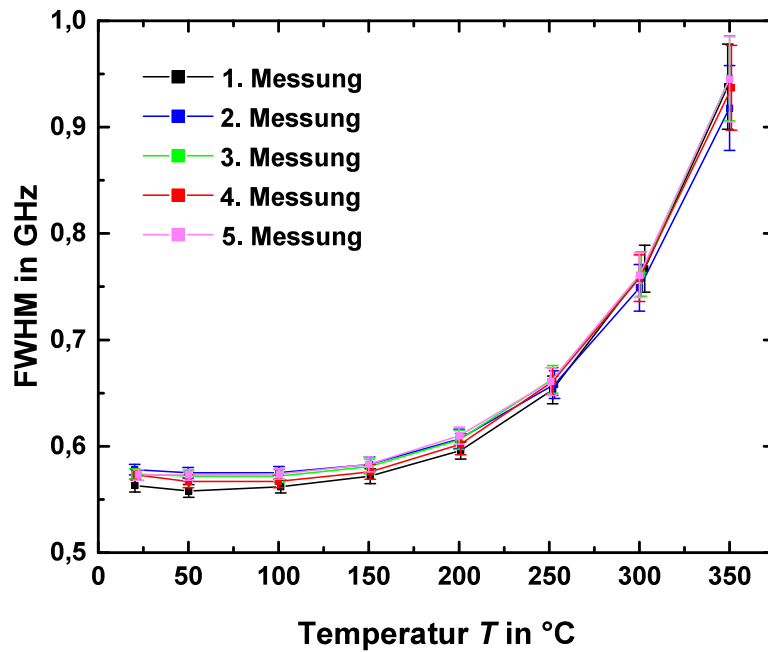


Abbildung 7.55.: Halbwertsbreite des Imaginärteils der komplexen Permeabilität in Abhängigkeit der Temperatur.

tischen Momente durch thermische Fluktuationen gestört wird. Die thermische Fluktuation nimmt mit ansteigender Temperatur zu, was den Anstieg der FWHM erklärt.

Zur Überprüfung, ob der Temperatursensor eine Hysterese beim Erwärmungs- und Abkühlungsprozess aufweist, wurde mit derselben Probe das Experiment zur Bestimmung der frequenzabhängigen komplexen Permeabilität wiederholt. Jedoch wurde die komplexe Permeabilität sowohl beim Aufheizen als auch beim Abkühlen gemessen. Die Auswertung von diesem Versuch ist in Abbildung 7.56 dargestellt. Die Ergebnisse zeigen, dass die Grenzfrequenzen bei der Erwärmung der Probe nahezu identisch mit den Grenzfrequenzen bei der Abkühlung sind. Die kleineren Abweichungen können dadurch erklärt werden, dass die Temperatur bei der Messung unterhalb der Probe abgegriffen wird. An der Schichtoberfläche ist die Temperatur im Vergleich zu der gemessenen Temperatur beim Abkühlprozess etwas geringer. Dementsprechend würden die Messpunkte direkt übereinander liegen, wenn während des Abkühlprozesses kein Temperaturgradient in der Probe

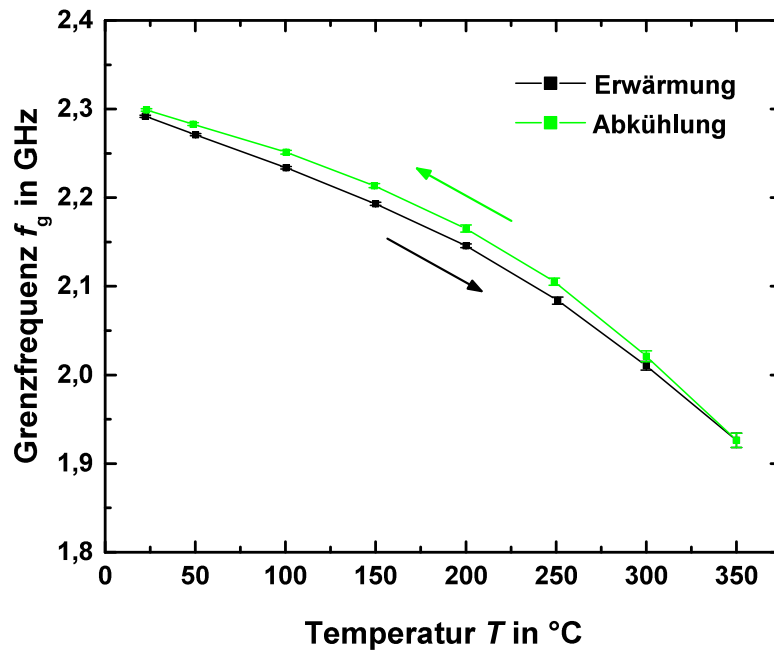


Abbildung 7.56.: Grenzfrequenz des Imaginärteils der komplexen Permeabilität in Abhängigkeit der Temperatur. Dargestellt ist ein Erwärmungs- und Abkühlungszyklus.

entstehen und sich das System stets im thermodynamischen Gleichgewicht befinden würde. Dieses Experiment zeigt demzufolge, dass der Temperatursensor keine Hysterese beim Aufheizen gegenüber der Abkühlung aufweist.

Zur Untersuchung der chemischen Zusammensetzung der einzelnen Lagen des Schichtverbundes nach definierten Aufheiz- und Abkühlexperimenten an Luft wurden vergleichbare Proben präpariert, die aus einer SiO_2 -Zwischenschicht und einer $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Decklage auf WC-Co-Substraten bestehen. Zusätzlich zu diesen beiden Proben wurde eine Probe mit ähnlichem Schichtaufbau präpariert, bei der die Funktionsschicht zusätzlich mit einer 70 nm dicken SiO_2 -Decklage abgedeckt wurde. Nach den durchgeführten Aufheiz- und Abkühlexperimenten wurden mittels AES Tiefenprofile von den verschiedenen Schichtverbunden aufgenommen. Zum Vergleich der elementaren Zusammensetzung der einzelnen Lagen

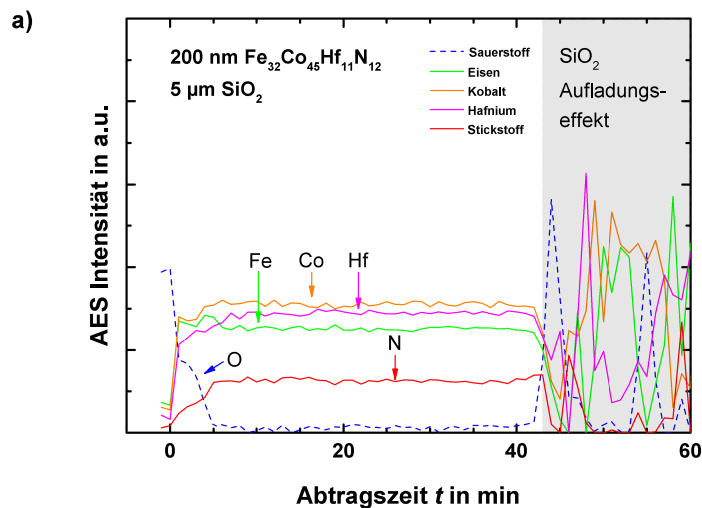


Abbildung 7.57.: AES-Tiefenprofile von zwei identisch präparierten Schichtkombinationen bestehend aus einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Decklage und einer SiO_2 -Zwischenschicht auf zwei WC-Co-Substraten und das AES-Tiefenprofil einer ähnlich präparierten Probe bei der die Funktionsschicht zusätzlich mit einer 70 nm dicken SiO_2 -Decklage abgedeckt ist. a) Elementare Zusammensetzung der einzelnen Lagen des Schichtverbunds einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Decklage und einer SiO_2 -Zwischenschicht direkt nach der Präparation im Magnetfeldofen.

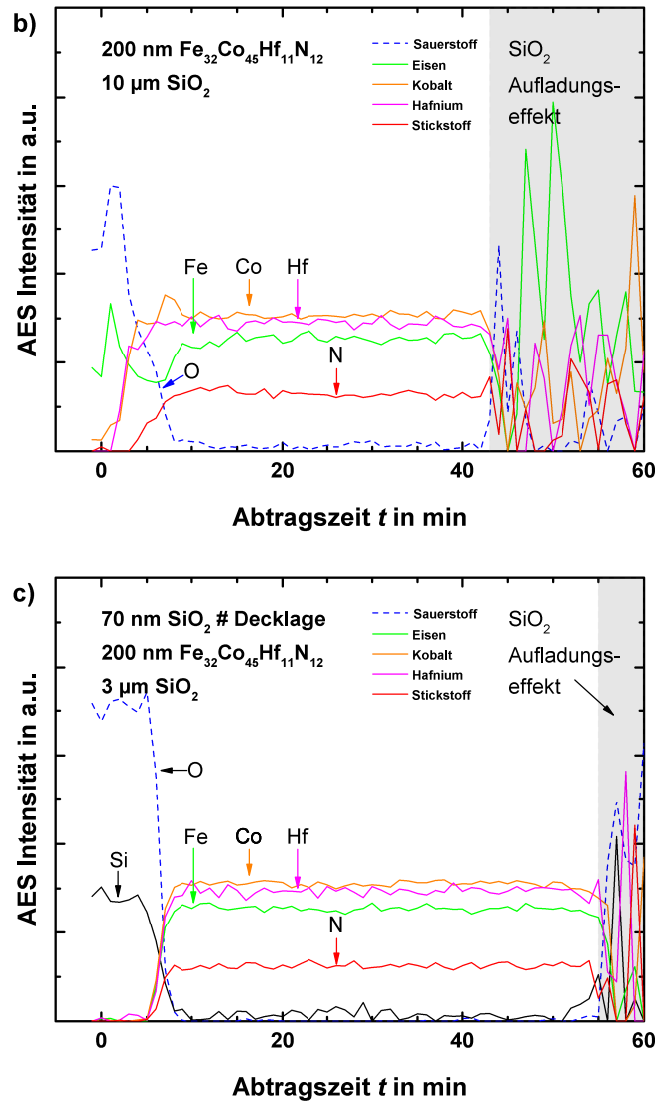


Abbildung 7.57.: b) AES-Tiefenprofil des Schichtverbunds mit einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Deckschicht und einer SiO_2 -Zwischenschicht nach der Erwärmung auf 350°C und Abkühlung an Luft. c) AES-Tiefenprofil von einem $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ - und SiO_2 -Schichtverbund mit einer 70 nm dicken SiO_2 -Deckschicht nach mehrmaligen Aufheizen auf 350°C und Abkühlen auf Raumtemperatur an Luft.

der beiden Proben ohne Deckschicht wurden Tiefenprofile direkt nach der Präparation und nach dem Aufheizen auf 350°C an Luft erstellt. Die Ergebnisse hierzu sind in Abbildung 7.57 abgebildet. In a) ist das AES-Tiefenprofil des Schichtver-

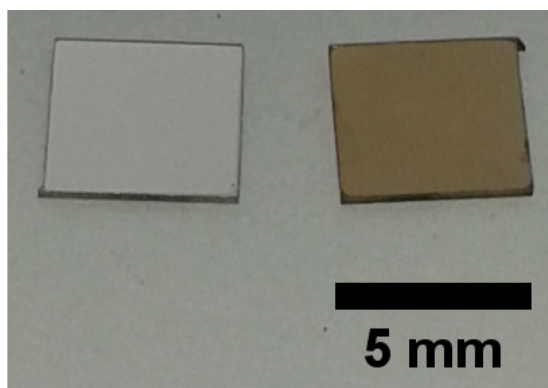


Abbildung 7.58.: Oberfläche der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht ohne Decklage nach der Präparation (links) und nach dem Aufheizen auf $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ bei der temperaturabhängigen HF-Messung (rechts).

bunds direkt nach der Präparation dargestellt. Das Ergebnis zeigt eine homogene $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schichtzusammensetzung mit einer dünnen Oxidschicht von etwa 20 nm an der Oberfläche. Für die SiO_2 -Zwischenschicht kann keine Aussage aus dem Ergebnis gezogen werden, da man aufgrund von Aufladungseffekten der elektrisch isolierenden Schicht keine vernünftigen Messsignale erhält. Das Tiefenprofil des Schichtverbunds nach der Erwärmung auf $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ bei der temperaturabhängigen HF-Messung ist in b) dargestellt. Nach dem Aufheizen an Luft zeigt das Tiefenprofil einen hohen Sauerstoffanteil an der Oberfläche der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht und die Oxidation hat sich von der Oberfläche auf 35 nm in der ferromagnetischen Schicht ausgeweitet. Demzufolge oxidiert die ferromagnetische Schicht an der Oberfläche stark, wenn man die Schicht an Luft erwärmt. Dies zeigt sich auch optisch. Die Farbe der Oberfläche ändert sich von silberglänzend im Zustand nach der Präparation zu goldglänzend nach dem Aufheizen an Luft, was in Abbildung 7.58 anhand der Fotoaufnahmen zu erkennen ist. Das AES-Tiefenprofil zu der Probe mit der 70 nm dicken SiO_2 -Deckschicht, die mehrmals an Luft zur Untersuchung der temperaturabhängigen komplexen Permeabilität auf $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ aufgeheizt und auf Raumtemperatur (RT) abgekühlt wurde, zeigt Abbildung 7.57 c). Aus dem Verlauf der Elementkonzentration erkennt man eine homogene Schichtzusammensetzung der Deckschicht und der ferromagnetischen Sensorschicht. Die SiO_2 -Decklage verhindert erfolgreich eine Oxidation der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Funktionsschicht. Es findet keine Diffusion von der Decklage in die Sensorschicht oder umgekehrt statt, was man anhand der scharfen Abgrenzung der beiden Schichten im Bereich der Grenz-

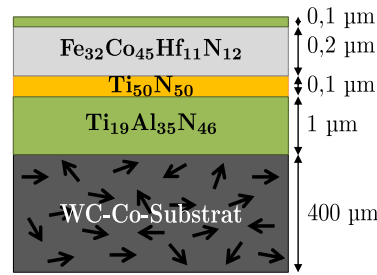


Abbildung 7.59.: Schichtaufbau zur Demonstration der Anwendung der ferromagnetischen $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ -Schicht auf einem WC-Co-Substrat als Temperatursensor.

fläche erkennt.

Für die Anwendung der ferromagnetischen Schicht als Temperatursensor auf einem Zerspanwerkzeug wurde der in Abbildung 7.59 dargestellte Schichtaufbau auf dem HM-Substrat hinsichtlich der Sensoreigenschaften untersucht. Anstatt der elektrisch isolierenden Zwischenschicht wurde der optimierte Hartstoffverbund, bestehend aus einer $1\ \mu\text{m}$ dicken $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ - und $100\ \text{nm}$ dicken TiN-Zwischenschicht, zur Entkopplung benutzt. Als Decklage zum Schutz vor Oxidation wurde eine $100\ \text{nm}$ dicke $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ -Schicht auf der Sensorschicht abgeschieden. Analog zum vorherigen Experiment wurde der Imaginärteil der frequenzabhängigen komplexen Permeabilität in Abhängigkeit der Temperatur bestimmt. Die Ergebnisse hierzu sind in Abbildung 7.60 dargestellt. Im Gegensatz zum Schichtverbund mit SiO_2 zeigen die Ergebnisse eine deutlich geringere Sensitivität der Grenzfrequenz gegenüber der Temperatur. Der Imaginärteil verschiebt sich mit zunehmender Temperatur nur um wenige MHz zu niedrigeren Frequenzen. Die Erklärung für dieses Verhalten zeigt die Theoriekurve in Abbildung 7.61. Beim Schichtaufbau mit $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$, $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ und TiN auf dem HM-Substrat sind die thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Materialien sehr ähnlich. Eine Erhöhung der Temperatur induziert deshalb keine mechanischen Spannungen in der Sensorschicht, da sich die Materialien gleich weit ausdehnen. Die Änderung der Grenzfrequenz in Abhängigkeit der Temperatur wird deshalb nur durch die Änderung der Magnetisierung und durch die Änderung des Anisotropiefelds erzeugt. Dieser Effekt ist deutlich geringer im Vergleich zu dem Fall, dass in der Schicht zusätzlich eine Anisotropieänderung durch mechanische Spannung entsteht. Anhand der

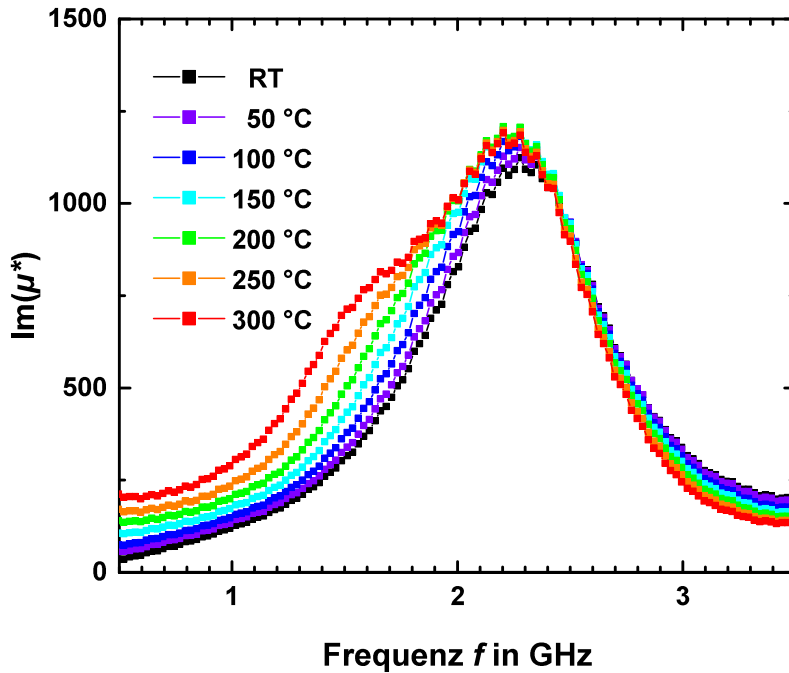


Abbildung 7.60.: Imaginärteil der komplexen Permeabilität bei verschiedenen Temperaturen. Das Antwortsignal wurde an einem $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ / TiN / $Ti_{19}Al_{35}N_{46}$ -Schichtsystem auf dem WC-Co-Substrat gemessen.

Theoriekurve in Abbildung 7.61 erkennt man, dass eine Temperaturänderung von 280 K nur eine Änderung von 75 MHz der Grenzfrequenz zur Folge hat, was einem Auflösungsvermögen von $0,27 \text{ MHz K}^{-1}$ entspricht. Die Berechnung der Theoriekurve erfolgte für den Grenzfall vernachlässigbarer thermisch induzierter mechanischer Spannungen nach dem theoretischen Modell in [10] und [48]. Das Auflösungsvermögen verringert sich gegenüber dem Temperatursensor mit einer SiO_2 -Zwischenschicht um den Faktor vier. Ohne die zusätzlichen mechanischen Spannungen in der Schicht ändert sich die Grenzfrequenz der Sensorschicht erst oberhalb einer Temperatur von 400 °C bis 800 °C maßgeblich, wie es der Inset in Abbildung 7.61 zeigt. Die Temperaturvariation ist beim Versuchsaufbau auf 350 °C beschränkt, so dass die Änderung der Grenzfrequenz in diesem Temperaturbereich nicht nachgewiesen werden konnte. Darüber hinaus ist auffallend, dass der temperaturabhängige Imaginärteil der komplexen Permeabilität scheinbar aus sich zwei überlagerten Messignalen zusammensetzt. Die ausgeprägte Resonanz knapp oberhalb 2 GHz ist nahezu temperaturunabhängig und daher gepinnt. Hingegen der Anteil der Lorentzkurve bei niedrigeren Frequenzen verschiebt sich

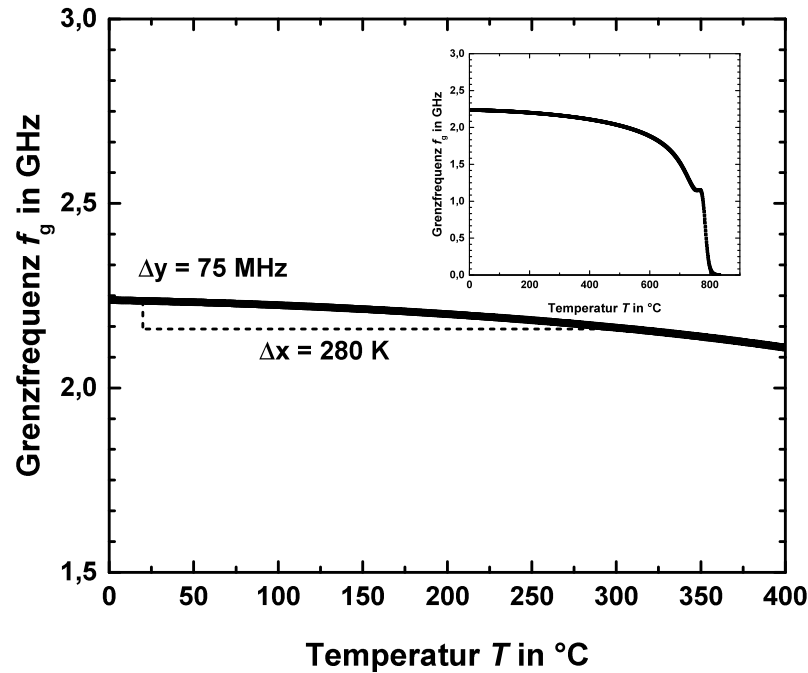


Abbildung 7.61.: Theoriekurve zur Änderung der Grenzfrequenz in Abhängigkeit der Temperatur. Die Berechnung erfolgte für den Grenzfall vernachlässigbarer thermisch induzierter mechanischer Spannungen nach dem theoretischen Modell in [10] und [48].

mit zunehmender Temperatur stärker zu niedrigeren Frequenzen, wodurch eine ausgeprägte Schulter in der Lorentzkurve entsteht. Dieser Anteil ist demnach nicht gepinnt, sondern kann sich frei in Abhängigkeit der Temperatur verschieben. Der Effekt, dass sich der Frequenzanteil der Lorentzkurve bei niedrigeren Frequenzen stärker von der Temperatur beeinflusst wird als der Anteil bei höheren Frequenzen, erkennt man in Abbildung 7.53 beim Sensorschichtaufbau mit SiO_2 . Dies ist nicht unbedingt von Nachteil, sondern kann bei der Temperaturdetektion ausgenutzt werden, indem man gezielt nur den Bereich bei niedrigeren Frequenzen von 500 MHz bis 2 GHz detektiert und so eine hohe Temperatursensitivität erreicht.

Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass die Ergebnisse die Funktionalität der ferromagnetischen Schicht auf einem HM-Substrat als Temperatursensor nachweisen. Der Schichtverbund mit der SiO_2 -Zwischenschicht weist eine Sensitivität von $1,1 \text{ MHz K}^{-1}$ auf. Eine mögliche Anwendung als Temperatursensor für Zerspanwerkzeuge ist für diesen Schichtverbund denkbar. Die Idee hierbei ist, diesen

Schichtverbund auf dem Werkzeug abzuscheiden und fernab der Schneidkante die Temperatur zu detektieren. Ungeachtet davon ob die Sensorschicht im Bereich der Schneidkante abplatzt oder durch Verschleiß abgetragen wird, ist es ausreichend, wenn ein kleiner Teil der Sensorschicht im Detektionsbereich erhalten bleibt. Durch theoretische Berechnungen oder Simulationen sollte es möglich sein, vom Detektionsbereich auf die Temperatur an der Schneidkante schließen zu können. Die Ergebnisse des Schichtverbunds mit den Hartstoffmaterialien zeigt eine geringe Sensitivität im Temperaturbereich bis 350 °C. Anhand der Theoriekurve für die Sensorschicht in diesem Schichtverbund ist davon auszugehen, dass sich die Sensoreigenschaften im Temperaturbereich von 400 °C bis 800 °C verbessern. Die Anwendung als Temperatursensor für Zerspanwerkzeuge, die bei hohen Schnittgeschwindigkeiten eingesetzt werden, ist mit diesem Schichtaufbau realisierbar. Dieser Schichtaufbau ermöglicht sowohl den Verschleißschutz für das Werkzeug wie auch die Temperaturdetektion. Direkt an der Schneidkante wird sich die ferromagnetische Schicht durch Verschleißerscheinungen abtragen, jedoch ist es auch für diesen Schichtaufbau ausreichend, wenn in der Nähe der Schneidkante Material der Sensorschicht zur Temperaturdetektion vorhanden ist.

7.11. Kontaktlose Temperaturerfassung bei der spanenden Bearbeitung

Nach der erfolgreichen Demonstration der Funktionalität des Temperatursensors in Abschnitt 7.10 auf HM-Substraten wurde eine Verschleißschutzschicht beziehungsweise eine Verschleißschutzschicht und elektrisch isolierende SiO_2 -Schicht in Kombination mit der ferromagnetischen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf einer Wendeschneidplatte (WSP) der Firma WALTER AG (CNGA-WSP mit etwa 10 Gew.-% Co) abgeschieden. Für die Experimente wurden zwei verschiedene Schichtsysteme präpariert. Der Schichtaufbau wurde gemäß Abbildung 7.62 a) und b) gewählt, so dass die ferromagnetische Schicht von der ferromagnetischen WSP a) magnetisch und b) zusätzlich vom Störfeld durch Wirbelströme in der WSP / Verschleißschutzschicht entkoppelt ist. Abbildung 7.62 a) zeigt den Schichtaufbau, der aus einer $2,7\ \mu\text{m}$ dicken Verschleißschutzschicht im Stoffsystem Ti-Al-N und einer $500\ \text{nm}$ dicke $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Sensorschicht besteht. Als Oxidationsschutz befindet sich eine $100\ \text{nm}$ dicke $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Deckschicht auf der Sensorschicht. Die Verschleißschutzschicht wurde von der Firma WALTER AG auf der Spanfläche der WSP aufgebracht. Die elementare Zusammensetzung wurde für diese Schicht nicht bestimmt. Die Funktionsschicht und die Deckschicht wurden mittels Magnetron-Hochfrequenzkathodenzerstäubung gemäß Abschnitt 3.3 abgeschieden. In b) wurde die vorbeschichtete WSP zunächst mit einer $3\ \mu\text{m}$ dicken SiO_2 -Schicht auf der Spanfläche aufgrund des verbesserten Entkopplungsmechanismus beschichtet, bevor die Sensorschicht und die Deckschicht gemäß a) aufgebracht wurden. Beide

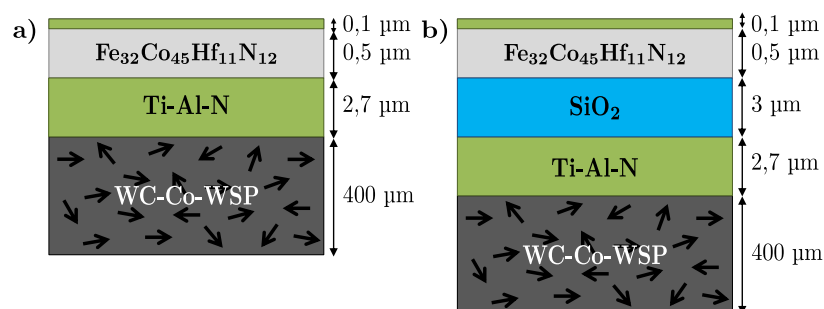


Abbildung 7.62.: Schichtaufbau zur kontaktlosen Temperaturerfassung beim Zerspanen mit einer ferromagnetischen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Funktionsschicht auf einer WC-Co-WSP.

Proben wurden im Magnetfeld für 1 h bei 50 mT wärmenachbehandelt. Für den in Abbildung 7.62 a) dargestellten Schichtverbund wurde eine Temperatur von 600 °C gewählt und für die Probe in b) 400 °C. Die Zerspanexperimente erfolgten bei der Firma WALTER AG auf einer Drehmaschine von der Firma HEYLIGENSTAEDT. Die online Temperaturerfassung erfolgte mithilfe des von C. Thede et al. [8, 321] entwickelten Messapparatur, wie sie in Abschnitt 6.4.5 beschrieben ist. Der Messaufbau erlaubt eine berührungslose magnetische Messung auf Basis des Frequenzmischverfahrens [8, 321]. Die Temperatur lässt sich im Bereich der Messspule aus den Amplituden der geraden Vielfachen der Modulationsfrequenz der schnelle Fourier-Transformation (FFT) (engl.: **F**ast **V**ourier **T**ransform - **F**ast **F**ourier **T**ransform (FFT)) der zeitabhängigen Polarisierung des ferromagnetischen Materials bestimmen. Der Versuchsaufbau zur kontaktlosen Temperaturerfassung während der spanabhebenden Bearbeitung ist in Abbildung 7.63 dargestellt. Abbildung 7.63 a) zeigt die Modulationsspule mit Ferritkern und die dazugehörigen Messspule. In b) ist die Ansicht auf die kontaktlose Messspule dargestellt. Diese ist in eine Keramik eingelassen. Beim Zerspanen ist eine Keramik-Schutzplatte vor der Spule angebracht, so dass diese vollständig durch die Keramik vor Spänen geschützt ist, wie es in Abbildung 7.63 c) zu erkennen ist. Die Modulationsspule wird mit einem Verstärker betrieben. Die charakteristischen Frequenzen und implizit die Amplituden des Antwortsignals können mittels Fourier-Transformation sowie Lock-In-Technik aus den geraden Vielfachen der Modulationsfrequenz extrahiert werden. Die Datenaufzeichnung erfolgt mithilfe eines LABVIEW Programms. In Abbildung 7.63 d) ist der Temperatursensor bei der spanenden Bearbeitung abgebildet. Im dazugehörigen Messprogramm erkennt man, dass die Amplituden der geraden Vielfachen mit Beginn des Bearbeitungsprozesses ansteigen und näherungsweise linear zunehmen. Nach dem Beenden des Schneidprozesses nehmen die Amplituden proportional zur Abkühlung an der Umgebungsluft ab.

Der erste Zerspanentest wurde mit dem in Abbildung 7.62 a) dargestellten Schichtsystem auf der CNGA-WSP durchgeführt. Als Werkstück diente eine Welle aus Grauguss 25 (GG 25). Für die Schnittparameter wurde eine Schnittgeschwindigkeit von $v_p = 500 \text{ m min}^{-1}$, eine Schnitttiefe von $a_p = 2,5 \text{ mm}$, ein Vorschub von $f_v = 0,32 \text{ mm U}^{-1}$ und eine Dauer von $t_0 = 1 \text{ min}$ gewählt. Abbildung 7.64 zeigt den zeitlichen Verlauf der FFT der zweiten Harmonischen der Modulati-

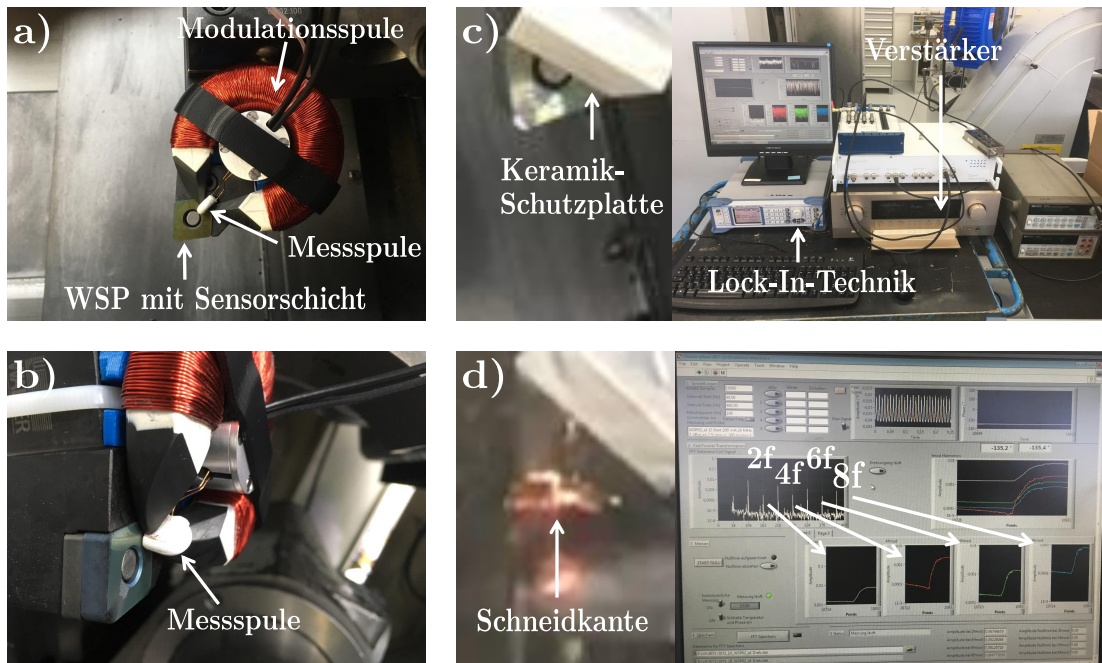


Abbildung 7.63.: Versuchsaufbau zur kontaktlosen Temperaturerfassung beim Zerspanen. a) Modulationsspule mit Ferritkern und Messspule. b) Kontaktlose Messspule zwischen dem Ferritkern der Modulationsspule. Die Messspule ist in eine Keramik eingelassen. c) Messapparatur mit Keramik-Schutzplatte vor der Spulenanordnung, Lock-In-Technik für die Auslesung der geraden Vielfachen der Modulationsfrequenz, Verstärker für die Modulationsspule und LABVIEW Messprogramm. d) Einblick auf die Schneidkante der WSP während des Drehprozesses. Im Messprogramm erkennt man, dass die Amplituden der geraden Vielfachen mit Beginn der spanabhebenden Bearbeitung ansteigen und näherungsweise linear zunehmen. Nach dem Beenden des Zerspanens fallen die Amplituden proportional zur Abkühlung an der Umgebungsluft ab.

onsfrequenz, während der Materialbearbeitung. Das Messsignal steht in direkter Korrelation zur Temperatur, so dass durch eine geeignete Eichung, das gemessene Spannungssignal in eine Temperatur umgerechnet werden kann. Das Ergebnis zeigt, dass mit Beginn des Drehprozesses die Temperatur fernab der Schneidkante im Bereich der Messspule näherungsweise linear ansteigt und mit dem Beginn der Abkühlung wieder abfällt. Bedingt durch die Geometrie der Welle konnte keine maximale Temperatur in der Wendeschneidplatte erzeugt werden, da am Ende der Welle der Zerpanprozess stets unterbrochen werden musste. Es wurde aufgrund der

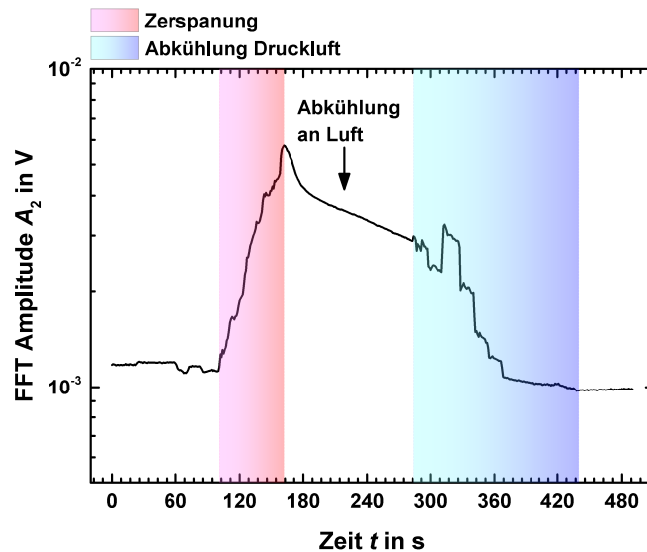


Abbildung 7.64.: Zeitlicher Verlauf der FFT des Messsignals der zweiten Harmonischen der Modulationsfrequenz während der Drehprozesses und den Abkühlphasen. Als Sensorsystem wurde der Schichtaufbau gemäß Abbildung 7.62 a) verwendet.

Vergleichbarkeit der Ergebnisse eine Bearbeitungszeit von einer Minute gewählt, was in etwa einem Zerspanungszyklus entlang der Welle entsprach. Nach dem Beenden des Schneidvorgangs kühlt die Wendeschneidplatte an der Umgebungsluft nur sehr langsam ab, da eine große Wärmemenge in der Messapparatur und im Werkzeughalter gespeichert ist. Durch zusätzliches Abkühlen mit Druckluft kann der Abkühlprozess beschleunigt werden, wie man anhand des steilen Abfalls in der Abkühlkurve erkennen kann, was anhand des blau hinterlegten Bereichs in Abbildung 7.64 und 7.65 a) ersichtlich ist. Der kleine Ausreißer beim Abkühlen mit der Druckluft entsteht durch umhergeschleuderte Späne, die das Messsignal beeinflussen. Dieses Experiment wurde mehrmals wiederholt, um die Reproduzierbarkeit nachzuweisen. Die Auswertung zeigt, dass die Ergebnisse reproduzierbar sind und damit eine kontaktlose Temperaturerfassung gewährleistet ist. Mit zunehmendem Verschleiß des Werkzeugs konnte festgestellt werden, dass der Temperaturanstieg schneller erfolgt. Die Temperatur scheint sich dabei kaum zu erhöhen, da diese im Wesentlichen von den Schnittparametern abhängig ist. Beim Wiederholen der Zerspanexperimente hat sich ergeben, dass es für den Temperatursensor unkritisch ist, dass die ferromagnetische Schicht im Bereich der Schneidkante durch den

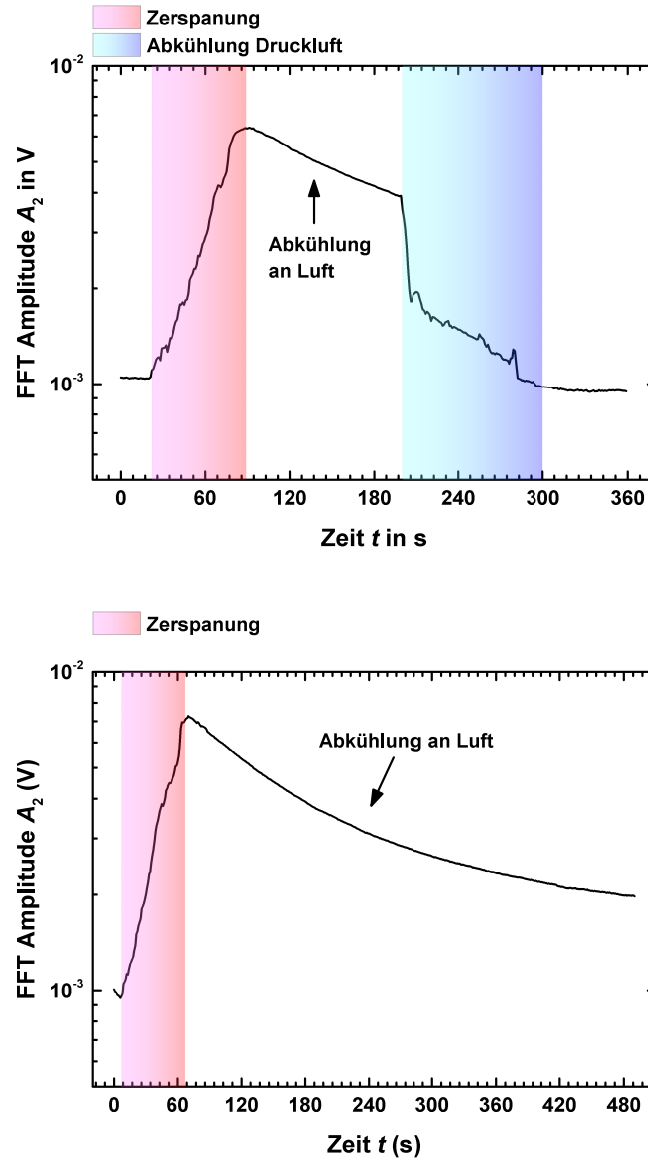


Abbildung 7.65.: Zeitlicher Verlauf der FFT des Messsignals der zweiten Harmonischen. a) mit Druckluft Abkühlphase und b) Abkühlung an der Umgebungsluft. Als Sensorsystem wurde der Schichtaufbau gemäß Abbildung 7.62 b) verwendet.

auftretenden Verschleiß relativ schnell abgetragen wird. Die Sensorschicht weist eine sehr gute Haftung im Bereich der Messspule auf, so dass die Temperatur fernab der Schneidkante ohne Einschränkungen erfasst werden kann.

Auf analoge Weise wurde ein Drehprozess mit dem in Abbildung 7.62 b) darge-

stellten Schichtsystem auf der CNGA-WSP durchgeführt. Die Schnittparameter wurden bis auf die Schnittgeschwindigkeit beibehalten. Die Schnittgeschwindigkeit wurde auf $v_p = 300 \text{ m min}^{-1}$ verringert, um zu gewährleisten, dass die SiO_2 -Zwischenschicht den zu erwartenden thermischen Spannungen standhält. Der Temperaturverlauf ist in Abbildung 7.65 a) dargestellt. Das Ergebnis zeigt, dass auch mit diesem Schichtsystem die Temperatur bestimmt werden kann. Der Verlauf des Messsignals ist analog zu dem in Abbildung 7.64 dargestellten Ergebnis. In Abbildung 7.65 b) ist zum Vergleich eine Messung ohne Abkühlung mit Druckluft dargestellt. Man erkennt eindeutig, dass die Abkühlung an der Umgebungsluft aufgrund der gespeicherten Wärmemenge im Werkzeughalter und in der Messapparatur nur sehr langsam abläuft. Durch die Abkühlung mit der Druckluft kann der Abkühlprozess beschleunigt werden, was in Abbildung 7.65 a) sehr gut zu erkennen ist. Bei der Durchführung des Experiments hat sich herausgestellt, dass auch bei dieser Messmethode das Signal-Rausch-Verhältnis durch die zusätzliche Entkopplung mit der elektrisch isolierenden SiO_2 -Zwischenschicht besser ist, was man anhand der höheren Amplitude der zweiten Harmonischen in Abbildung 7.65 im Vergleich zu 7.64 erkennen kann. Darüber hinaus haftet die SiO_2 -Zwischenschicht sehr gut auf der vorbeschichteten Spanoberfläche. Die thermischen Spannungen aufgrund von unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Materialien sind bei diesen Schnittparametern und Temperaturen sehr gering, so dass kein Abplatzen des Sensorschichtsystems auftritt. Abgesehen von der Schneidkante war das Sensorschichtsystem nach den durchgeführten Experimenten vollständig auf der Spanfläche vorhanden. Diese Erkenntnisse zeigen, dass auch dieser Schichtaufbau als Temperatursensor für Werkzeuge der spanabhebenden Fertigung eingesetzt werden kann.

Zusammenfassend bestätigen die Ergebnisse, dass mit den magnetisch entkoppelten Schichtsystemen eine kontaktlose in-situ Temperaturerfassung bei der spanenden Bearbeitung möglich ist. Beide Schichtsysteme weisen einen analogen Zusammenhang zwischen dem Messsignal, was der zweiten Harmonischen entspricht, die unmittelbar in Korrelation zur Temperatur steht, und der Zerspanzeit auf. Die Temperatur steigt näherungsweise linear an und fällt proportional zum Abkühlungsprozess ab. Bedingt durch die Geometrie der bearbeiteten Welle konnte eine Maximaltemperatur nicht erreicht werden, da der Bearbeitungsprozess am Ende der Welle unterbrochen werden musste. Dadurch wurde eine konstante Bearbei-

tungszeit von einer Minute gewählt, um vergleichbare Ergebnisse zu erhalten. Die Schichten haben eine sehr gute Haftung auf der Spanfläche, so dass eine Temperaturbestimmung fernab der Schneidkante ohne Einschränkungen möglich ist. Die Wiederholungen des Zerspanexperiments mit der selben WSP haben gezeigt, dass der Temperaturanstieg mit voranschreitendem Verschleiß steiler wird, so dass ein Zusammenhang zwischen der Steigung des Temperaturverlaufs und dem Verschleiß anzunehmen ist. Durch zukünftige Arbeiten könnte es möglich sein, eine eindeutige Korrelation zwischen dem Verschleiß des Werkzeugs und dem Temperaturverlauf herzustellen. Im Rahmen des Projekts zu dieser Dissertation ist es gelungen, ein funktionsfähiges Temperatursensorsystem für Zerspanwerkzeuge zu entwickeln, das Potential für eine automatisierte Verschleißerkennung bei der spanabhebenden Formgebung bietet. Darüber hinaus ermöglicht das Sensorsystem eine online Temperaturüberwachung, die dazu genutzt werden kann, die Schnittparameter bei der spanenden Formgebung zu optimieren oder die Schnittparameter während der Bearbeitung des Werkstücks dementsprechend anzupassen.

7.12. Demonstration Torsionsmomentsensor

In diesem Abschnitt soll demonstriert werden, dass man den in Abbildung 7.66 dargestellten Schichtaufbau auf einem WC-Co-Substrat zur in-situ Bestimmung des Torsionsmoments einer Welle unter mechanischer Last benutzen kann. Bei der technischen Anwendung von Wellen werden verschiedene Werkstoffe eingesetzt. Um den Fall abzudecken, dass die mechanisch belastete Welle aus einem ferromagnetischen Material besteht, wodurch es prinzipiell zur magnetischen Kopplung (siehe 7.1) zwischen Sensorschicht und Welle kommt, wurde die Funktionsschicht mit einer elektrisch isolierenden amorphen SiO_2 -Zwischenschicht auf einem ferromagnetischen Substratmaterial (WC-Co) abgeschieden. Die Ergebnisse in den Abschnitten 7.2 bis 7.9 haben gezeigt, dass mit der elektrisch isolierenden amorphen SiO_2 -Zwischenschicht die Entkopplung der ferromagnetischen Schicht vom Substrat am besten funktioniert. Das HF-Signal des Schichtverbunds mit einer $3\ \mu\text{m}$ dicken Zwischenschicht auf dem WC-Co-Substrat ist für die Anwendung als Kraftsensor ausreichend. Die Resonanzfrequenz liegt für diesen Schichtaufbau bei $2,21\ \text{GHz}$ und die FWHM bei $0,6\ \text{GHz}$. Die FWHM des Sensorsignals weicht damit um weniger als $100\ \%$ von der Referenzschicht auf einem Si-Substrat (vergleiche Abbildung 7.2) ab. Prinzipiell könnte man die ferromagnetische Schicht auf dem Si-Substrat als Kraftsensor auf einer ferromagnetischen Welle benutzen, da hierbei allein das Substratmaterial die Sensorschicht von der Welle entkoppelt. Jedoch besteht der Versuchsaufbau aus einer nicht-magnetischen Aluminiumwelle, so dass keine magnetische Kopplung zwischen Sensorschicht und Welle entsteht. Um dennoch den Fall zu untersuchen, wenn eine magnetische Kopplung zwischen Welle und

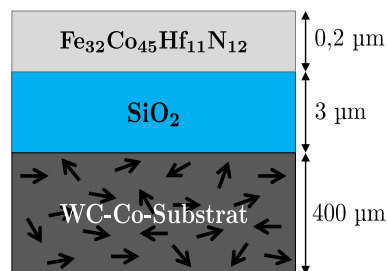


Abbildung 7.66.: Prinzip des Schichtaufbaus zur Demonstration der Anwendung der ferromagnetischen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht auf einem WC-Co-Substrat als Torsionsmomentsensor für Wellen unter mechanischer Last.

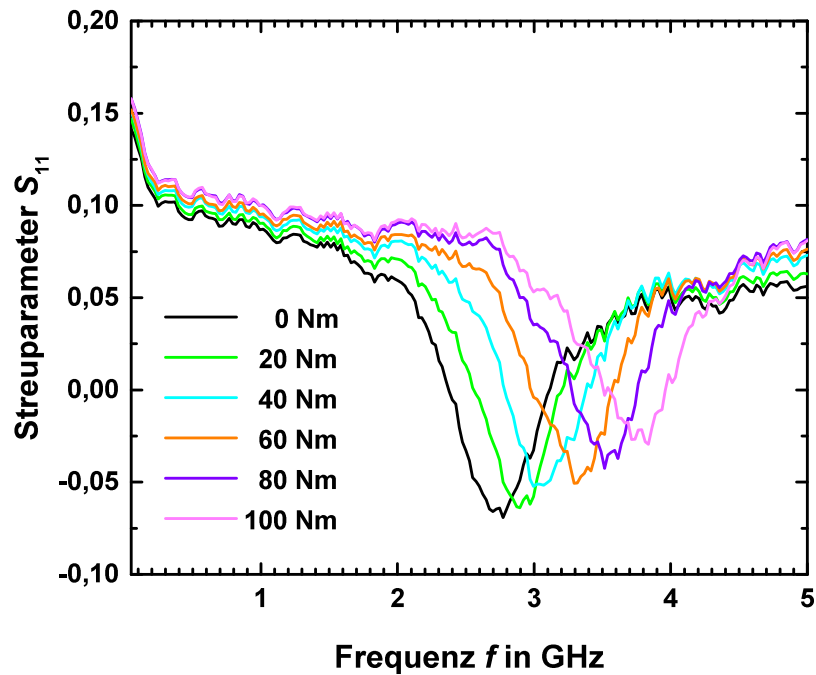


Abbildung 7.67.: Frequenzabhängiger Streuparameter für verschiedene mechanische Lasten, die auf die Aluminiumwelle wirken. Die mechanische Last entsteht durch Torsion. Das Antwortsignal wurde an einem $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ / SiO_2 -Schichtsystem auf dem WC-Co-Substrat gemessen, das auf die Welle aufgeklebt wurde. Die Sensorschicht wird durch die Torsion der Welle geschert, dadurch entstehen mechanische Kompressionsspannungen in der Schicht.

Sensorschicht auftritt, wurde der oben beschriebene Schichtaufbau mit dem WC-Co-Substrat für dieses Experiment gewählt. Dieses Experiment soll die Situation simulieren, dass man eine ferromagnetische Schicht auf einer ferromagnetischen Welle zur kontaktlosen in-situ Bestimmung des wirkenden Torsionsmoments einsetzt.

Es wurde eine 200 nm dicke $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 3 μm dicken SiO_2 -Schicht auf einem WC-Co-Substrat abgeschieden und im Magnetfeld wärmebehandelt. Der Versuch zur Bestimmung des Torsionsmoments, das auf eine Welle wirkt, wurde gemäß der Beschreibung in Abschnitt 6.4.4 durchgeführt. Der frequenzabhängige Streuparameter S_{11} ist für verschiedene Torsionsmomente in Abbildung 7.67 dargestellt. Die Ergebnisse zeigen, dass mit zunehmender Kraft das Sensorsignal zu höheren Frequenzen verschoben wird. Die Änderung der Grenzfrequenz des

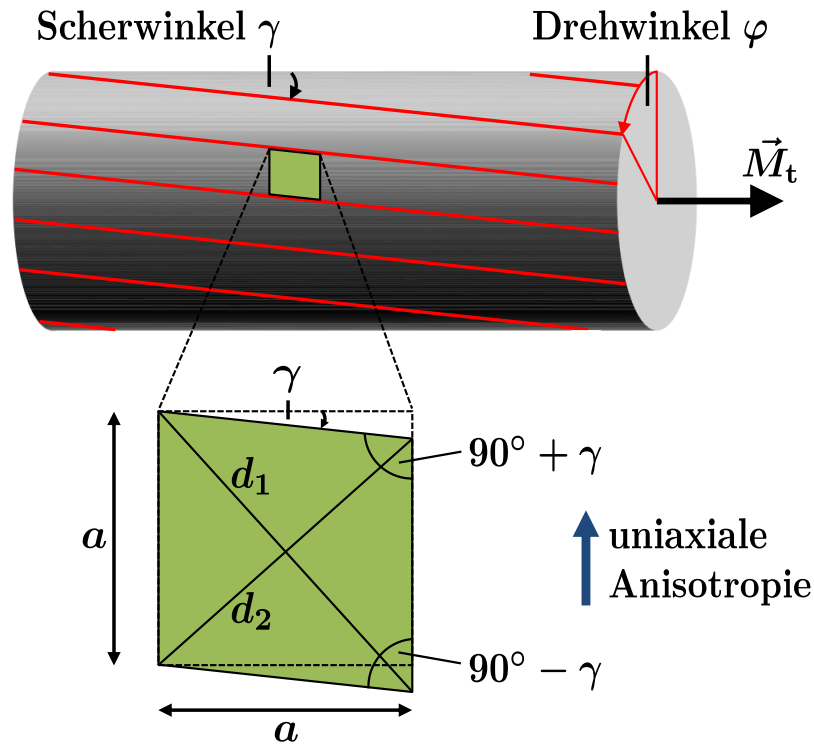


Abbildung 7.68.: Schematische Darstellung zur Torsion einer Welle. Durch die Verdrehung der starren Welle um den Winkel φ wird die Sensoroberfläche um den Winkel γ geschert.

Sensorsignals hängt von den mechanischen Spannungen in der ferromagnetischen Sensorschicht ab. Die mechanischen Spannungen in der Schicht entstehen durch die Scherung des Schicht-Substratverbunds bei der Verdrehung der starren Welle durch das wirkende Torsionsmoment. Die Scherung wird von der Wellenoberfläche durch die Klebeverbindung auf den Schicht-Substratverbund übertragen. Abbildung 7.68 zeigt schematisch die Verformungslinien auf der Mantelfläche der Welle, die um den Winkel φ verdreht wird. Durch die Verdrehung der starren Welle um den Winkel φ wird die Schichtoberfläche, um den Winkel γ geschert. Im Vergleich zu den Diagonalen der ursprünglichen quadratischen Fläche wird die Flächendiagonale d_1 der ferromagnetischen Schicht, aufgrund der Scherung gedehnt und die Flächendiagonale d_2 gestaucht. Anhand von Abbildung 7.68 erhält

man für die gedehnte Flächendiagonale

$$d_1 = a \cdot \sqrt{1 + \frac{1}{\cos^2 \gamma} + 2 \tan \gamma}, \quad (7.10)$$

und für die gestauchte Flächendiagonale

$$d_2 = a \cdot \sqrt{1 + \frac{1}{\cos^2 \gamma} - 2 \tan \gamma}. \quad (7.11)$$

Die relative Längenänderung gegenüber der ursprünglichen Diagonale ergibt sich zu

$$\epsilon_1 = \frac{d_1 - \sqrt{2}a}{\sqrt{2}a} = \sqrt{\frac{1}{2} + \frac{1}{2 \cos^2 \gamma} + \tan \gamma} - 1. \quad (7.12)$$

und

$$\epsilon_2 = \frac{d_2 - \sqrt{2}a}{\sqrt{2}a} = \sqrt{\frac{1}{2} + \frac{1}{2 \cos^2 \gamma} - \tan \gamma} - 1. \quad (7.13)$$

Der Scherwinkel γ hängt mit dem Drehwinkel φ wie folgt zusammen

$$\gamma = \frac{r}{L} \varphi. \quad (7.14)$$

wobei r den Radius der Welle und L die Gesamtlänge der Welle bezeichnet. Der Drehwinkel berechnet sich aus dem Betrag des Torsionsmoments M_t , der Länge der Welle L , dem Schubmodul G und dem Trägheitsmoment J wie folgt

$$\varphi = \frac{M_t L}{G J}. \quad (7.15)$$

Eingesetzt in Gleichung (7.14) erhält man mit dem Trägheitsmoment $J = \pi r^4 / 2$ für den Scherwinkel γ

$$\gamma = \frac{2 M_t}{\pi G r^3}. \quad (7.16)$$

Setzt man für das Torsionsmoment 100 N m, für das Schubmodul der Aluminiumwelle $G = 25,5$ GPa [336] und für den Radius der Welle $r = 0,015$ m ein, erhält man für den Scherwinkel $\gamma = 0,04^\circ$. Daraus ergibt sich eine relative Längenänderung für ϵ_1 von 0,37‰ und für ϵ_2 von -0,37‰. Mit dem Hook'schen Gesetz kann man damit die Spannung in der Schicht wie folgt berechnen

$$\sigma = E \cdot \epsilon = E_T (1 - \nu^2) \cdot \epsilon. \quad (7.17)$$

Hierbei bezeichnet E das E-Modul, ϵ die relative Längenänderung, E_r den reduzierten E-Modul und ν die Querkontraktionszahl. Die Zugspannung in der Schicht entlang der Diagonalen d_1 ergibt sich bei 100 N m zu 46,8 MPa. Die Druckspannung entlang der Diagonalen d_2 entspricht $-46,8$ MPa. Für den reduzierten E-Modul der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht wurde 135 GPa [48] und für die Querkontraktionszahl 0,25 [48] eingesetzt. Die hier aufgezeigten Ergebnisse sind vergleichbar mit den magnetoelastischen Messungen an $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ / TiN-Viellagenschichten auf Si-Substraten in [9, 48]. Die Ergebnisse in [9, 48] zeigen, dass die Grenzfrequenz zu höheren Frequenzen verschoben wird, wenn in der Schicht Druckspannungen entstehen. Demzufolge dominieren bei der Verdrehung der Welle die Druckspannungen in der Magnetschicht, wodurch die magnetischen Anisotropieeigenschaften verändert werden. Die effektive Anisotropiefeldstärke $H_{u,\text{eff}}$ ergibt sich unter Berücksichtigung der entstehenden Druckspannungen nach [9, 48] zu

$$H_{u,\text{eff}} = \sqrt{\left[\frac{3\lambda_S}{J_S}\sigma\right]^2 + \left[H_u - \frac{3\lambda_S}{J_S}\sigma\right]^2}. \quad (7.18)$$

λ_S bezeichnet die Magnetostruktionskonstante, J_S die Sättigungspolarisation, H_u das uniaxiale Anisotropiefeld und σ die mechanische Spannung. Die Grenzfrequenz ist dann von der mechanischen Spannung in der Schicht abhängig und berechnet sich wie folgt [9, 48]

$$f_g = \frac{\gamma\mu_0}{2\pi} \sqrt{H_{u,\text{eff}}^2 + H_{u,\text{eff}}M_S}. \quad (7.19)$$

Da das Substrat mit der Sensorschicht auf die Welle aufgeklebt ist, wird Gl. (7.18) mit zwei Anpassungsparametern erweitert. Man erhält für das effektive Anisotropiefeld

$$H_{u,\text{eff}} = \sqrt{\left[\frac{3\lambda_S}{J_S}(\sigma + \alpha) \cdot \beta\right]^2 + \left[H_u - \frac{3\lambda_S}{J_S}(\sigma + \alpha) \cdot \beta\right]^2}. \quad (7.20)$$

wobei α für eine mechanische Vorspannung in der ferromagnetischen Schicht steht, die durch die Klebeverbindung auf die Schicht übertragen wird. Dieser Parameter ist als Offset zu betrachten. β bezeichnet die Dämpfung, die beim Übertrag der Kräfte von der Welle auf den Schicht-Substrat-Verbund entsteht. Da die Klebeverbindung in der Realität nicht unendlich starr ist, werden die Kräfte bei der Torsion der Welle nicht vollständig auf die Schicht übertragen. Die Dämpfung der

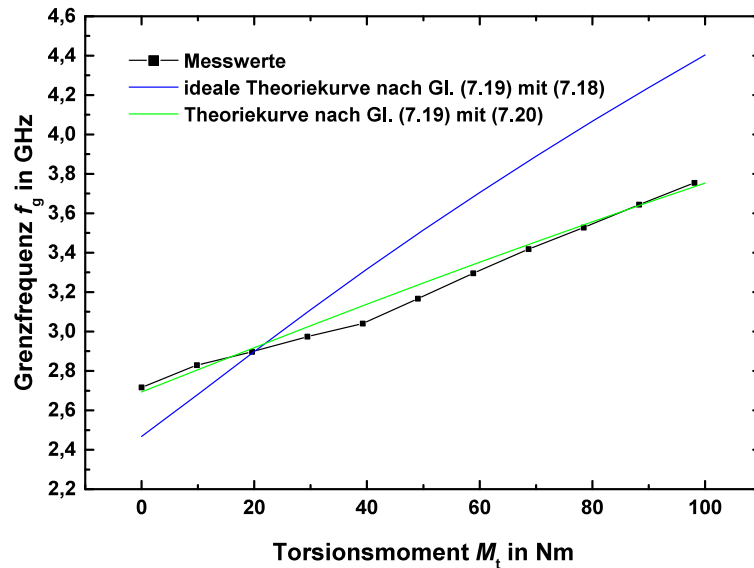


Abbildung 7.69.: Grenzfrequenz in Abhängigkeit des Torsionsmoments.

Klebeverbindung wird durch β berücksichtigt.

Um einen Zusammenhang zwischen der Grenzfrequenz und dem Torsionsmoment zu erhalten, zeigt Abbildung 7.69 die Grenzfrequenz in Abhängigkeit des Torsionsmoments, das auf die Welle wirkt. Die Grenzfrequenz wurde anhand des Minimums des frequenzabhängigen Streuparameters S_{11} bestimmt. Das Ergebnis zeigt einen linearen Zusammenhang zwischen der Grenzfrequenz und dem Torsionsmoment. Anhand der Steigung ergibt sich eine Sensorsensitivität von $10,6 \text{ MHz N}^{-1} \text{ m}$. In Abbildung 7.69 ist zum Vergleich zu den Messwerten sowohl die ideale Theoriekurve der Grenzfrequenz ohne Berücksichtigung der Dämpfung und des Offsets mit Gleichung (7.18) als auch mit der erweiterten Gleichung (7.20) aufgetragen. Für die Theoriekurven wurden die entsprechenden Literatur- und Messwerte für die ferromagnetische Schicht sowie für die Al-Welle eingesetzt: $\lambda_S = 60 \cdot 10^{-6}$, $J_S = 1,4 \text{ T}$, $\mu_0 H_u = 4,5 \text{ mT}$, $\nu = 0,25$, $E_r = 135 \text{ GPa}$, $G = 25,5 \text{ GPa}$, $r = 0,015 \text{ m}$ und $\gamma = 195 \text{ GHz T}^{-1}$. Der Vergleich der idealen Theoriekurve mit den experimentellen Messdaten, zeigt dass ohne Berücksichtigung der Dämpfung und der mechanischen Vorspannung die Steigung zu groß respektive der y-Achsenabschnitt zu klein sind. Nimmt man als Offset eine mechanische Druckspannung von $-9,5 \text{ MPa}$ und für den Dämpfungsparameter $0,52$ an, zeigt sich, dass die experimentellen Messwerte sehr gut mit der Theoriekurve übereinstimmen. Dementsprechend wird die

Theorie durch das experimentelle Ergebnis sehr gut wiedergegeben. Anhand dem Dämpfungsparameter lässt sich schlussfolgern, dass etwa 48 % der mechanischen Spannungen an der Oberfläche der Welle nicht auf die ferromagnetische Schicht übertragen werden, sondern von der Klebeverbindung gedämpft werden. Durch eine geänderte Klebeverbindung lässt sich die Dämpfung aber optimieren.

Zusammenfassend zeigen die Ergebnisse, dass die Grenzfrequenz mit dem Messsensor kontaktlos bestimmt werden kann und diese linear mit dem an der Welle wirkenden Torsionsmoment zusammenhängt. Die Messwerte können unter Berücksichtigung einer Dämpfung und mechanischen Vorspannung modellhaft durch mechanische Druckspannungen in der Schicht beschrieben werden. Der Vergleich zwischen der Theoriekurve und den Messwerten zeigt, dass die Ergebnisse unter den vorausgesetzten Annahmen sehr gut übereinstimmen. Die Verschiebung der Grenzfrequenz zu höheren Frequenzen mit zunehmendem Torsionsmoment zeigt, dass die in der Schicht entstehenden Druckspannungen die magnetischen Anisotropieeigenschaften verändern. Die Sensitivität des Kraftsensors liegt bei $10,6 \text{ MHz N}^{-1} \text{ m}^{-1}$. Der damit erfolgreiche Nachweis der Funktionalität des Schichtverbunds auf dem WC-Co-Substrat als Kraftsensor zeigt, dass ferromagnetische Schichten zur berührungslosen Detektion des Torsionsmoments von einer Welle eingesetzt werden können. Die Entkopplung der Sensorschicht mit einer $3 \mu\text{m}$ dicken SiO_2 -Schicht vom HM-Substrat ist, wie die Ergebnisse zeigen, ausreichend um ein gutes Signal-Rausch-Verhältnis zu erhalten. Abschließend lässt sich demnach festhalten, dass dieses Sensorkonzept auf einer ferromagnetischen Welle eingesetzt werden kann, wenn man die Welle und die Sensorschicht magnetisch entkoppelt.

8. Diskussion

In diesem Kapitel werden die in den vorherigen Abschnitten präsentierten Ergebnisse ausführlich diskutiert und interpretiert. Ausgehend von den Ergebnissen werden die materialwissenschaftlichen Erkenntnisse zur Entwicklung einer Sensorschicht auf einem HM-Substrat erörtert. Die Diskussion soll ein zusammenhängendes Verständnis für die Anwendung von ferromagnetischen Schichten auf WC-Co-Substraten liefern, die als Temperatur- und Kraftsensoren eingesetzt werden können. Abschließend werden anhand der Sensoreigenschaften von ausgewählten Schicht-Substratverbunden die Anwendungsmöglichkeiten beurteilt.

8.1. Diskussion - Substrateinfluss

Die Ergebnisse in Abschnitt 7.1 haben, gezeigt, dass das ferromagnetische WC-Co-Substrat erwartungsgemäß mit der weichmagnetischen dünnen ferromagnetischen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht magnetisch wechselwirkt. Magnetische Wechselwirkungen treten zum Beispiel beim sogenannten „exchange bias“ auf, bei dem durch Kopplung von einem ferro- und antiferromagnetischen Material eine unidirektionale Anisotropie entsteht [337, 338]. Technisch wird dieser Effekt bei Spinventilen (engl.: spin valves) ausgenutzt, bei dem ein weich- und hartmagnetisches Material durch eine sehr dünne nicht-magnetische Schicht voneinander getrennt werden, aber magnetisch durch die Ruderman-Kittel-Kasuya-Yoshida-Wechselwirkung (RKKY)-Wechselwirkung miteinander gekoppelt sind. Bei einem nicht-magnetischen Metall als Trennschicht entsteht der bekannte GMR-Effekt [339, 340] und bei einem Isolator der TMR-Effekt [341].

Durch die magnetische Wechselwirkung des hartmagnetischen Substrats und der weichmagnetischen Schicht wird die Einprägung der uniaxialen Anisotropie verhindert und die ferromagnetische Schicht ist nach der Wärmebehandlung im

Magnetfeld magnetisch härter, als vergleichbare Schichten auf Si-Substraten. Dies konnte eindeutig anhand der Hysteresekurven für die Schichten aufgezeigt werden. Bei der Bestimmung der statischen magnetischen Eigenschaften mit dem VSM konnte gezeigt werden, dass die Hysteresekurve für die Probe, bei der sich die Schicht auf dem WC-Co-Substrat befindet, nur eine Information für die magnetischen Eigenschaften des Substrats liefert. Aufgrund des Volumenverhältnisses von Schicht zu Substrat, das etwa 2000 entspricht, geht die Information von der Schicht in der Rauschamplitude des Messsignals verloren. Zur Bestimmung der statischen magnetischen Eigenschaften der Schicht wurde deshalb die oberflächensensitive MOKE-Messmethode eingesetzt. Die Hysteresekurven aus den MOKE-Messungen für eine ferromagnetische Schicht auf einem Si-Substrat stimmen mit den Ergebnissen aus den VSM-Messungen für dieselbe Probe qualitativ überein. Quantitativ sind die Hysteresekurven aus den MOKE-Messungen weichmagnetischer, was einerseits dem schlechteren Auflösungsvermögen bei der externen Feldstärke des MOKE gegenüber dem VSM geschuldet ist und andererseits kann Oxidation an der Oberfläche der ferromagnetischen Schicht die magnetischen Eigenschaften gegenüber dem Bulkmaterial verändern. AES-Tiefenprofile der Schicht-Substratverbunde zeigen eindeutig, dass nach der Präparation die ferromagnetische Schicht im Bereich der Oberfläche oxidiert ist. Die Oxidschicht ist etwa 20 nm dick, was der Eindringtiefe des Laserlichts in die Schicht bei der MOKE-Messung in etwa entspricht [320]. Demzufolge ist anzunehmen, dass die statischen magnetischen Eigenschaften an der Oberfläche gegenüber dem Bulkmaterial verändert sind.

Aufgrund der nicht vorhandenen uniaxialen Anisotropie in der ferromagnetischen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht, die auf einem WC-Co-Substrat präpariert wurde, liefert die HF-Messung an der Probe kein Sensorsignal im Frequenzbereich von 50 MHz bis 5 GHz. Im Vergleich dazu zeigt die analog präparierte Schicht auf dem Si-Substrat ein ausgeprägtes Resonanzverhalten mit einer Grenzfrequenz von 2,1 GHz und einer Halbwertsbreite von 0,3 GHz. Die Grenzfrequenz und die statischen magnetischen Eigenschaften dieser Schicht sind vergleichbar mit den Ergebnissen, die aus der Literatur für dieses Material bekannt [75] und in guter Übereinstimmung mit der theoretischen Kittel Resonanzfrequenz sind. Die magnetischen Momente dieser Schicht werden demzufolge im elektromagnetischen Wechselfeld zu einer homogenen Präzession angeregt. Theoretisch wird die Präzessionsbewegung durch

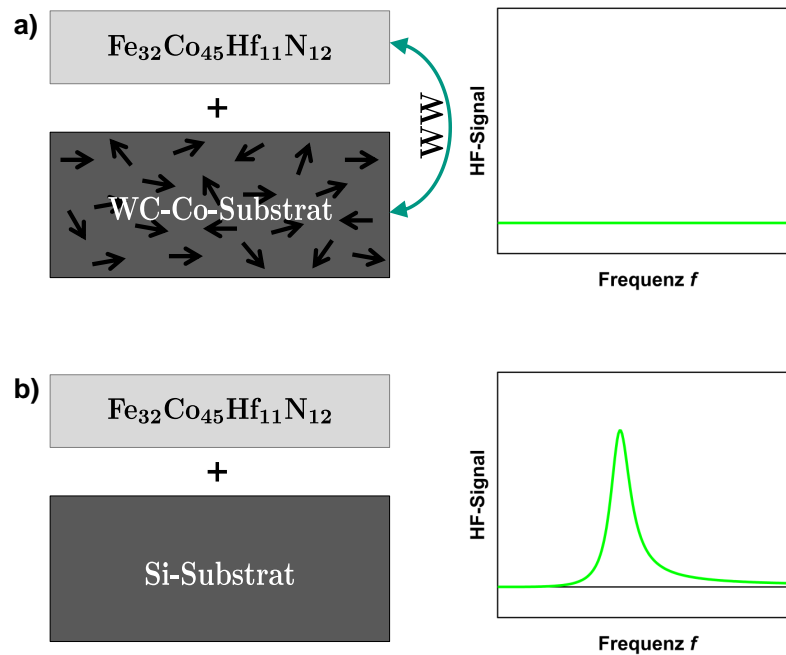


Abbildung 8.1.: Qualitative Darstellung des Substrateinflusses auf das Hochfrequenzsignal der ferromagnetischen Schicht. a) Die Wechselwirkung des ferromagnetischen WC-Co-Substrats mit der ferromagnetischen Funktionsschicht führt dazu, dass kein Sensorsignal im Hochfrequenzbereich von 50 MHz bis 5 GHz messbar ist. b) Die Funktionsschicht auf dem Si-Substrat wird vom Substratmaterial nicht beeinflusst. Es gibt keine magnetische Wechselwirkung zwischen Schicht und Substrat. Die ferromagnetische Funktionsschicht weist eine eindeutige Resonanz im Hochfrequenzbereich auf.

das Landau-Lifshitz-Gilbert-Modell wiedergegeben. Schlussfolgernd zeigt sich aus diesem Ergebnis, dass auf einem Si-Substrat eine weichmagnetische dünne ferromagnetische Schicht mit einer uniaxialen Anisotropie präpariert werden kann, die ein klar definiertes Hochfrequenzsignal aufweist. Darüber hinaus bestätigt dieses Ergebnis das quantenmechanische Modell in Abschnitt 2.4, das aufzeigt, dass bei der Wärmenachbehandlung im Magnetfeld eine geordnete Struktur der magnetischen Momente erzeugt wird, die beim Abkühlen aufrechterhalten bleibt. Im Gegensatz dazu entsteht bei der ferromagnetischen Schicht auf dem WC-Co-Substrat keine ausreichend geordnete Struktur, so dass keine eindeutige Vorzugsrichtung in der Schichtebene entsteht. Diese direkte Funktionsschicht-Substratkombination zeigt, dass die Eigenschaften der ferromagnetischen Schicht nicht für die Anwendung

als Temperatursensor von Zerspanwerkzeugen, die auf Basis von Hartmetall hergestellt werden, eingesetzt werden kann, sondern dass man eine Zwischenschicht zur magnetischen Entkopplung benötigt. Zusammenfassend zeigt Abbildung 8.1 schematisch die Auswirkungen des Substrateinflusses auf das Hochfrequenzsignal der ferromagnetischen Schicht.

8.2. Diskussion - Entkopplung

Da die magnetischen Eigenschaften der ferromagnetischen Schicht auf dem WC-Co-Substrat nicht für die Anwendung als Sensor geeignet sind, wurde im weiteren Verlauf der Arbeit versucht, die ferromagnetische Schicht vom Substrat durch eine Zwischenschicht magnetisch zu entkoppeln. Als Zwischenschicht wurden verschiedene Materialien untersucht. Die nicht-magnetischen Hartstoffschichten in den Systemen Ti-N und Ti-Al-N wurden hierbei für die Anwendung als Temperatursensor für Zerspanwerkzeuge ausgewählt. Das Ziel hierbei war es, die Funktionalitäten verschleißbeständig und magnetische Entkopplung zu kombinieren. Amorphes SiO₂ wurde aufgrund der elektrisch isolierenden Eigenschaft benutzt. Die Ergebnisse in Kapitel 7 zeigen, dass die ferromagnetische Schicht vom Substrat mit einer nicht-magnetischen Zwischenschicht > 0,5 µm magnetisch entkoppelt ist. Aufgrund der Entkopplung wird bei der Wärmebehandlung im Magnetfeld in allen Schichtsystemen eine uniaxiale Anisotropie in die ferromagnetischen Schicht mit einer Anisotropiefeldstärke von etwa 4,5 mT eingepägt. Die thermisch induzierte Anisotropie ist in guter Übereinstimmung mit den Resultaten vergleichbarer Schichten auf Si-Substraten und mit den Ergebnissen, die man für Schichten im Stoffsystem Fe-Co-Hf-N in der Literatur findet [75]. Aufgrund der räumlichen Trennung der weichmagnetischen Schicht vom hartmagnetischen Substrat sind die magnetischen Wechselwirkungen nicht mehr ausreichend, um bei der Wärmenachbehandlung im Magnetfeld die Umordnung der Atome auf energetisch günstigere Positionen zu stören. Es entsteht eine magnetische Vorzugsrichtung in der ferromagnetischen Schicht auf dem HM-Substrat. Die Anisotropie konnte anhand der Hysteresekurven eindeutig nachgewiesen werden. In Verbindung mit den statischen magnetischen Eigenschaften der Schicht auf dem WC-Co-Substrat konnte gezeigt werden, dass das Substrat ein Magnetfeld erzeugt, dass auf die magnetischen Momente in der Schicht einwirkt. Für die magnetischen Momente in der Schicht muss deshalb die

Superposition aus dem externen Magnetfeld und dem Magnetfeld vom Substrat berücksichtigt werden. Dieser Einfluss auf die ferromagnetische Schicht führt zu asymmetrischen Hysteresekurven, die eine anomale Ummagnetisierung zeigen.

Die ferromagnetischen Schichten mit uniaxialer Anisotropie auf den WC-Co-Substraten weisen unabhängig vom Zwischenschichtmaterial ein Hochfrequenzsignal mit einer Grenzfrequenz von etwa 2,1 GHz bis 2,5 GHz auf. Diese Grenzfrequenz entspricht sowohl den zu erwartenden theoretischen Werten wie auch den Werten für vergleichbare Schichten auf Si-Substraten. Mit diesem Erfolg konnte erstmalig ein Hochfrequenz-Signal der ferromagnetischen Schicht auf einem HM-Substrat nachgewiesen werden. Der Grund für dieses erwünschte dynamische Verhalten der magnetischen Momente ist, dass durch die magnetische Entkopplung der Schicht vom Substrat ein hinreichendes Anisotropiefeld in der Schicht entsteht, so dass die magnetischen Momente im elektromagnetischen Wechselfeld zu einer gleichmäßigen Präzessionsbewegung um die Achse des Magnetisierungsvektor, der in Richtung des Anisotropiefelds zeigt, angeregt werden. Der Vergleich der dynamischen Ergebnisse für die verschiedenen Schichtsysteme zeigen, dass die ferromagnetischen Schichten in Abhängigkeit des Zwischenschichtmaterials unterschiedliches Resonanzverhalten aufzeigen. Während die ferromagnetischen Schichten mit den elektrisch leitenden Zwischenschichtmaterialien TiN, $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ und $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ ein Optimum der Resonanzkurve bei einer Zwischenschichtdicke von $1\ \mu\text{m}$ aufweisen, kann die Resonanzkurve für das Schichtsystem mit dem elektrisch isolierenden amorphen SiO_2 mit zunehmender Zwischenschichtdicke verbessert werden. Diese Feststellung kann so interpretiert werden, dass im elektromagnetischen Wechselfeld Wirbelströme in den elektrisch leitenden Schichten und im Substratmaterial entstehen. Diese Wirbelströme erzeugen ein Magnetfeld, welches das anregende elektromagnetische Wechselfeld und die Präzessionsbewegung der magnetischen Momente stört. Im Fall der elektrisch isolierenden Zwischenschicht kann man dieses Magnetfeld, das im Substrat induziert wird, im Bereich der magnetischen Schicht abschwächen, indem man die Zwischenschichtdicke erhöht. Hingegen bei den elektrisch leitenden Materialien wird das Magnetfeld nicht nur im Substrat, sondern auch in der Zwischenschicht induziert. Eine Erhöhung der Zwischenschichtdicke erbringt demnach keinen Effekt, da die Zwischenschicht direkt an die ferromagnetische Schicht grenzt. Die Schlussfolgerung hieraus ist,

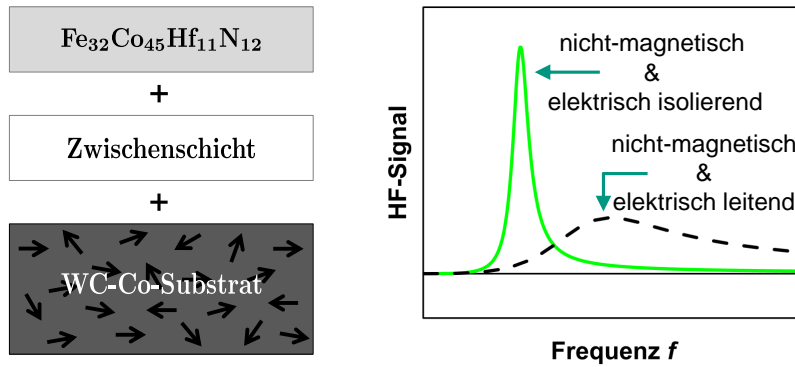


Abbildung 8.2.: Schema zum HF-Signal der ferromagnetischen Schicht auf einem WC-Co-Substrat nach der Entkopplung mit einer Zwischenschicht.

dass mit allen nicht-magnetischen Materialien die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht magnetisch vom Substrat entkoppelt werden kann, so dass man ein Resonanzsignal im Hochfrequenzbereich messen kann. Jedoch kann die Güte, das heißt die Halbwertsbreite dieser Resonanzkurven, nur mit nicht-magnetischen elektrisch isolierenden Materialien verringert werden, wie es das Schema in Abbildung 8.2 zeigt.

In Bezug auf die Anwendung zeigen die ferromagnetischen Schichten auf den HM-Substraten in Kombination mit der Zwischenschicht für alle Materialsysteme ein Resonanzverhalten, so dass die Grundlage, das heißt ein Hochfrequenzsignal für einen Temperatur- oder Kraftsensor gegeben ist. Ein verbessertes HF-Signal kann nur durch das elektrisch isolierende SiO_2 erreicht werden. Die Ergebnisse zeigen, dass die FWHM bei einer SiO_2 -Zwischenschichtdicke von $3\ \mu\text{m}$ die Halbwertsbreite auf das $1/e$ -fache im Vergleich zu dem Schichtverbund mit der $0,5\ \mu\text{m}$ dicken Zwischenschicht und auf das $1/e$ -fache im Vergleich zu den anderen Schichtsystemen abfällt. Das HF-Signal weicht damit um weniger als 100 % von den vergleichbaren Schichten auf Si-Substraten ab. Aufgrund dieser hohen Signalgüte wurde diese Schichtkombination für die Demonstration der Anwendung als Temperatur- und Kraftsensor ausgewählt, die im späteren Verlauf diskutiert werden.

Die Untersuchungen an den $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ / TiN-Schichtverbunden zeigen, dass die HF-Eigenschaften durch Poren im Schichtverbund beeinflusst werden. Ein Anstieg der Poren, die im Fall der $1\ \mu\text{m}$ dicken Zwischenschicht einen Flächenanteil von etwa 1,5 % einnehmen und auf 6,8 % bei der $3\ \mu\text{m}$ dicken Zwischenschicht

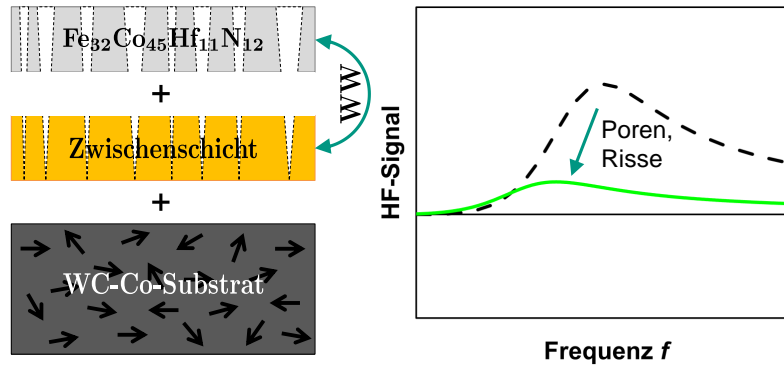


Abbildung 8.3.: Darstellung zum Einfluss von Poren oder Risse in der ferromagnetischen Schicht auf die HF-Eigenschaften.

ansteigen, führt zu einer deutlichen Verbreiterung der FWHM des HF-Signal, so dass die Resonanzfrequenz nicht mehr eindeutig bestimmt werden kann. Schematisch ist dieses Erkenntnis in Abbildung 8.3 dargestellt. Anhand der statischen magnetischen Eigenschaften dieser Proben konnte gezeigt werden, dass die nicht-magnetischen Einschlüsse in Form von Poren Entmagnetisierungseffekte erzeugen, die den ferromagnetischen Film magnetisch härter machen und die Anisotropie in der Filmebene verschlechtern. In der Literatur findet man zu diesem Effekt ein sehr gutes Beispiel [327], das den Einfluss der Poren auf die Ausrichtung der magnetischen Momente im Bereich der Poren aufzeigt. Aufgrund der Poren wird die homogene Ausrichtung der magnetischen Momente gestört, wodurch die uniaxiale Anisotropie verschlechtert wird. Die verschlechterte uniaxiale Anisotropie in der Filmebene wirkt sich auf das Resonanzverhalten der ferromagnetischen Schicht aus. Die FWHM der Resonanzkurve steigt an, da die homogene Präzession durch die ungleichmäßige Ausrichtung der magnetischen Momente gestört wird.

Die Ergebnisse aus den REM-, TEM- und AFM-Untersuchungen an den Schichtverbunden mit Zwischenschichten im Stoffsystem Ti-Al-N zeigen, dass die Rauheit der Schichtoberfläche einen wichtigen Einfluss auf die HF-Eigenschaften hat. Die unterstöchiometrische nanokristalline $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schicht wächst bei der Schichtabscheidung im Vergleich zur kristallinen $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht als geschlossenes, homogenes und glattes Schichtgefüge auf. Die ferromagnetische Schicht auf dieser Zwischenschicht ist sehr glatt und bei der Schichtabscheidung wird nur die Morphologie des Substrats auf die Oberfläche der ferromagnetischen Schicht übertragen.

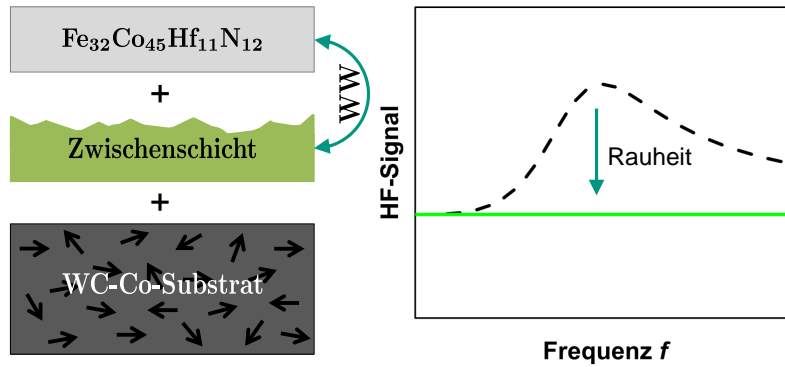


Abbildung 8.4.: Einfluss der Oberflächenrauheit auf die HF-Eigenschaften der ferromagnetischen Funktionsschicht.

Die kristalline $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht bildet ein stängelförmiges, raues Schichtgefüge. Die Rauheit der Zwischenschicht überträgt sich bei der Schichtabscheidung auf die dünne ferromagnetische Schicht. Im Vergleich zu der polierten Substratoberfläche ist die Rauheit deshalb stark erhöht und in Bezug auf die Schichtdicke des ferromagnetischen Materials liegt die Rautiefe bei 50 % der Schichtdicke. Ferromagnetische Systeme reagieren sehr empfindlich auf die Oberflächenmorphologie und Rauheit. Durch die Rauheit wird der sogenannte „orange-peel“-Effekt [334, 335] an der Oberfläche der HF-Signal hervorgerufen. Die Unebenheiten führen zu einer magnetischen Oberflächenladungsverteilung die sich gegenseitig stabilisiert. Demzufolge ist es bei sehr rauen Proben fast unmöglich thermisch im Magnetfeld eine uniaxiale Anisotropie in der Schicht einzuprägen. Die HF-Messungen an der rauen ferromagnetischen Schicht zeigen, dass diese Schicht kein Resonanzverhalten aufweist. Aus den MOKE-Ergebnissen geht hervor, dass diese Schicht magnetisch härter und die Anisotropie verschlechtert ist, im Vergleich zu allen anderen magnetisch entkoppelten Schichtsystemen auf den HM-Substraten. Der Effekt der Rauheit auf das HF-Signal im elektromagnetischen Wechselfeld ist schematisch in Abbildung 8.4 dargestellt.

Zusammenfassend zeigt die Diskussion zur Entkopplung der ferromagnetischen Schicht vom halbhartmagnetischen WC-Co-Substrat, folgende Ergebnisse. Die ferromagnetische Schicht kann durch eine nicht-magnetische Zwischenschicht vom Substrat magnetisch entkoppelt werden. Die statischen magnetischen Eigenschaften der entkoppelten Schicht werden vom Magnetfeld des WC-Co-Substrats beeinflusst,

was zu asymmetrischen Hysteresekurven mit einer anomalen Ummagnetsierung führt. Die magnetisch entkoppelten Schichtsysteme weisen alle ein HF-Signal auf. Die HF-Eigenschaften der magnetischen Schichten werden vom Substrat und den elektrisch leitfähigen Zwischenschichten beeinflusst. In den leitfähigen Materialien werden Wirbelströme induziert, die ein Magnetfeld erzeugen, das die homogene Präzession der magnetischen Momente in der Sensorschicht stört. Mit einer isolierenden Zwischenschicht kann das vom Substrat herrührende Störfeld abgeschwächt werden. Des Weiteren wirken sich Poren oder die Rauheit auf das HF-Eigenschaften nachteilig aus. Die Güte des HF-Signals verschlechtert sich mit zunehmender Anzahl von Poren in der Schicht. Die Rauheit führt dazu, dass das HF-Signal nicht mehr vorhanden ist. Die entkoppelten Schichtsysteme zeigen ein ausreichendes Resonanzverhalten, so dass die Grundlage für die Sensoranwendung gegeben ist. Im Folgenden werden die Ergebnisse zu der Anwendung ausgewählter Schichtsysteme als Temperatur- und Kraftsensor diskutiert.

8.3. Diskussion - Sensoranwendung

Die Sensoranwendung von ferromagnetischen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schichten mit eingepprägter uniaxialer Anisotropie, die für die Temperaturbestimmung von Werkzeugen für die spanende Bearbeitung eingesetzt werden können, wurde an ausgewählten Schichtsystemen demonstriert. Der Schichtaufbau mit einer $3\ \mu\text{m}$ dicken SiO_2 -Zwischenschicht und einer $200\ \text{nm}$ dicken ferromagnetischen Schicht mit einer $70\ \text{nm}$ dicken SiO_2 -Decklage zeigt, dass das Sensorsignal temperaturabhängig ist. Bei einer Temperaturerhöhung verschiebt sich die Grenzfrequenz des Sensorsignals zu niedrigeren Frequenzen und die FWHM nimmt zu, wie es schematisch in Abbildung 8.5 dargestellt ist. Die Verschiebung der Resonanzkurve entsteht durch eine temperaturabhängige Änderung der Sättigungsmagnetisierung, der Anisotropie und mechanische Spannungen, die in der Sensorschicht mit zunehmender Temperatur entstehen [10]. Die thermischen Ausdehnungskoeffizienten von amorphen SiO_2 und $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ sind sehr unterschiedlich, wodurch mechanische Spannungen in der Sensorschicht aufgebaut werden, die die Anisotropie in der Schicht ändern. Die Zunahme der FWHM lässt sich dadurch begründen, dass mit zunehmender Temperatur die thermische Fluktuation der magnetischen Momente ansteigt, wodurch die homogene Präzession gestört wird. Die Frequenzverschiebung

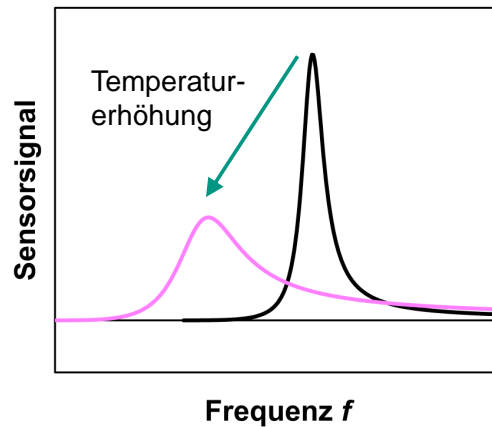


Abbildung 8.5.: Schematische Darstellung des Sensorsignals der ferromagnetischen Schicht auf einem WC-Co-Substrat bei einer Temperaturerhöhung.

und der Anstieg der FWHM der Resonanzkurve in Abhängigkeit der Temperatur eignen sich als Sensorsignal. Die Eigenschaften von diesem Schichtsystem zeigen eine Sensitivität von $1,1 \text{ MHz K}^{-1}$, so dass eine Temperaturbestimmung mit einer hohen Genauigkeit gegeben ist. Diese Ergebnisse zeigen, dass dieses Schichtsystem prinzipiell für die Anwendung als Temperatursensor auf Werkzeugen für die spanabhebende Fertigung, die aus Hartmetallen hergestellt sind, möglich ist. Ein Nachteil dieser Schichtkombination ist, dass das SiO_2 keine ausreichend zähe Verschleißschutzschicht für das Werkzeug darstellt. Denkbar ist es diese Schichtkombination auf beschichteten Werkzeugen anzuwenden. Das heißt, das Werkzeug wird mit einer Verschleißschutzschicht vorbeschichtet. Für das Sensorkonzept wird die Schichtkombination mit der ferromagnetischen Schicht auf der Verschleißschutzschicht abgeschieden. Im Bereich der Schneidkante ist anzunehmen, dass die Sensorschicht durch Verschleiß schnell abgetragen wird. Für die Temperaturbestimmung ist es jedoch ausreichend, wenn in der Nähe der Schneidkante auf dem Werkzeug die Sensorschicht noch vorhanden ist. Durch Wärmeleitung wird der Temperaturanstieg an der Schneidkante auf die Sensorschicht übertragen. Bestimmt man die Temperatur fernab der Schneidkante, sollte es durch numerische Berechnungen möglich sein, aus der gemessenen Temperatur auf die Temperatur an der Schneidkante zu schließen. Selbst wenn es lokal zu starken Temperaturunterschieden in der Sensorschicht kommt, wodurch das Sensorsignal erwartungsgemäß eine Superposition der verschiedenen Messkurven liefert, was dazu führt, dass die Bestimmung

der Grenzfrequenz aufgrund einer großen FWHM (Superposition) keine genaue Temperaturzuordnung zulässt, zeigen die Messergebnisse, dass man anhand der linken Flanke des Messsignals ein besseres Signal-Rausch-Verhältnis erhält. Die linke Flanke des Messsignal reagiert mit einer hohen Sensitivität bezüglich dem Temperaturanstieg. Die Ergebnisse von diesem Schichtverbund auf dem HM-Substrat zeigen, dass die Schicht bis 350 °C weder Risse haben noch der Schichtverbund vom Substrat delaminiert. Die Analyse der Schichtzusammensetzung nach dem Temperatureinfluss an Luft zeigt, dass die 70 nm dicke Deckschicht ausreichend ist, um die ferromagnetische Schicht vor einer Oxidation zu schützen. Für die Anwendung ist denkbar, diese Deckschicht durch eine dünne Verschleißschicht des Stoffsystems Ti-Al-N zu ersetzen. Dadurch wird die Sensorschicht besser vor Verschleiß und gleichzeitig die Sensorschicht vor Oxidation geschützt. Schichten im System Ti-Al-N bilden eine circa 3 nm dünne, geschlossene Al₂O₃-Schicht an der Oberfläche, wodurch eine Oxidation der ferromagnetischen Schicht verhindert wird.

Die Ergebnisse zur Demonstration der Temperatursensoranwendung mit dem optimierten Schichtsystem Fe₃₂Co₄₅Hf₁₁N₁₂ / Ti₁₉Al₃₅N₄₆ zeigen, dass die Änderung der Grenzfrequenz bei niedrigen Temperaturen bis 300 °C vernachlässigbar klein ist. Der Grund für diese mäßige Sensitivität der ferromagnetischen Schicht ist, dass bei diesem Schichtsystem die mechanischen Spannungen bei der Temperaturerhöhung vernachlässigbar klein sind. Die thermischen Ausdehnungskoeffizienten vom Substrat, der Zwischenschicht und der ferromagnetischen Schicht sind sehr ähnlich, so dass bei der Ausdehnung der Materialien bei höheren Temperaturen keine mechanischen Spannungen entstehen. Die Änderung der Grenzfrequenz in Abhängigkeit der Temperatur wird in diesem Fall nur durch die Änderung der Magnetisierung und durch die Änderung des Anisotropiefelds erzeugt. Da keine Anisotropieänderung durch mechanische Spannungen entsteht, ist die Änderung der Grenzfrequenz deutlich geringer. Die theoretischen Berechnungen zur Änderung der Grenzfrequenz in Abhängigkeit der Temperatur für den Grenzfall vernachlässigbarer mechanischer Spannungen in der ferromagnetischen Schicht zeigen, dass sich die Grenzfrequenz nur um 75 MHz bei einer Temperaturerhöhung von Raumtemperatur auf 300 °C verschiebt. Der Temperatureinfluss auf die Grenzfrequenz steigt erst ab Temperaturen oberhalb 400 °C deutlich an, wie die theoretisch berechnete Temperaturabhängigkeit der Grenzfrequenz zeigt. Demzufolge ist die

Anwendung von diesem Schichtsystem als Temperatursensor für hohe Temperaturen oberhalb von 300 °C sinnvoll. Für die Anwendung auf Zerspanwerkzeugen bietet diese Schichtkombination ein hohes Potential, da der Schichtverbund sowohl die Verschleißschutzeigenschaften bietet wie auch die Möglichkeit die Temperatur oberhalb 400 °C zu bestimmen. Bei der spanenden Bearbeitung sind Temperaturen an der Schneidkante von bis zu 800 °C und auf der Spanfläche sogar über 1000 °C möglich. In diesem Temperaturbereich könnten den theoretischen Berechnungen zu Folge das Schichtsystem $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ / $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ eingesetzt werden. Jedoch wurden innerhalb dieser Arbeit noch keine Experimente bei so hohen Temperaturen durchgeführt. Problematisch könnte hierbei das Oxidationsverhalten und die Diffusion der Materialien $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ und $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ sein, was eventuell zu einer Durchmischung und Verlust der ferromagnetischen Anisotropieeigenschaft führt. Zusätzlich zu diesen Erkenntnissen hat dieses Experiment gezeigt, dass der Imaginäranteil der komplexen Permeabilität bei niedrigeren Frequenzen eine höhere Temperatursensitivität aufweist, als der Bereich um die Resonanzfrequenz und oberhalb davon. Dies zeigen auch die Ergebnisse mit der SiO_2 -Zwischenschicht. Der Anteil der Lorentzkurve bei Frequenzen oberhalb 2 GHz ist demnach stärker gepinnt im Vergleich zu dem frei in Abhängigkeit der Temperatur beweglichen Anteil bei niedrigeren Frequenzen. Diesen Effekt kann man dahingehend ausnutzen, dass man gezielt nur in einem kleinen Bereich unterhalb 2 GHz detektiert, wodurch man eine hohe Sensitivität erreicht. Eine Temperaturdetektion direkt an der Schneidkante wird auch mit diesem Schichtverbund problematisch sein, da davon auszugehen ist, dass sich die ferromagnetische Schicht trotz Verschleißschicht direkt an der Schneidkante relativ schnell abtragen wird. Jedoch ist es möglich in der Nähe der Schneidkante die ferromagnetische Schicht zu detektieren, so dass eine Temperaturbestimmung in diesem Bereich möglich ist. Denkbar ist eine Teilbeschichtung der WSP, was durch eine geeignete Maske technologisch realisierbar ist, um eine bessere Ortsauflösung bei der Temperaturbestimmung zu erzielen.

Die kontaktlose Temperaturmessung während des Drehprozesses mit den beiden verschiedenen Schichtsystemen auf den Wendeschneidplatten von der Firma WALTER AG und der von C. Thede et al. [8, 321] entwickelten Messapparatur (siehe Abschnitt 6.4.5) demonstriert, dass beide Sensorsysteme für die online Temperatur-

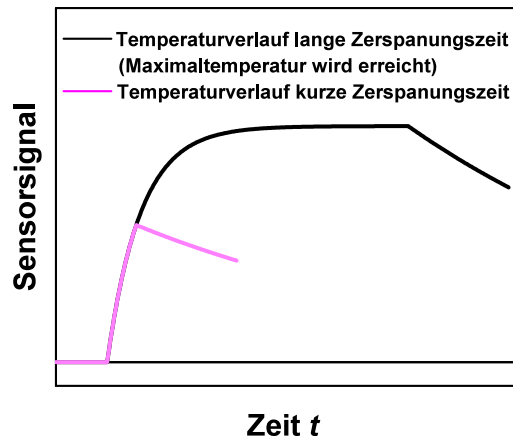


Abbildung 8.6.: Schema zum zeitlichen Verlauf des Sensorsignals (Frequenzmischverfahren) der ferromagnetischen Schicht auf einem WC-Co-Substrat während der spanenden Materialbearbeitung. Das Sensorsignal nimmt in Abhängigkeit des Temperaturanstiegs zu und nach Beenden des Schneidvorgangs sinkt das Sensorsignal durch die Abkühlung an Luft langsam ab. Zusätzlich ist der zu erwartenden Sensorsignalsverlauf bei einem Temperaturanstieg bis zur Maximaltemperatur im Werkzeug bei einer Langzeitbearbeitung des Werkstücks aufgezeigt.

erfassung geeignet sind. Aus den durchgeführten Zerspanexperimenten geht hervor, dass die Amplituden der Vielfachen der Modulationsfrequenz von der Temperatur in der WSP abhängig sind. Die Messungen der Amplituden der geraden Vielfachen haben gezeigt, dass mit Beginn der Materialbearbeitung die Amplituden zunehmen und in guter Näherung linear ansteigen, bis der Abkühlprozess bei Beendigung des Drehprozesses eintritt. Schematisch ist dieser Zusammenhang in Abbildung 8.6 dargestellt. Aufgrund der Geometrie des bearbeiteten Grundkörpers muss die WSP immer wieder abgesetzt werden, so dass die zu erwartende maximale Sättigungstemperatur im Werkzeug nicht erreicht wird. Die Änderung der Amplituden entsteht durch die Änderung der Magnetisierung der ferromagnetischen Schicht durch die Erhöhung oder Absenkung der Temperatur. Der Sättigungszustand ist gleichbedeutend mit dem Temperaturgleichgewicht, das sich in der WSP während dem Zerspanen einstellt. Die maximale Temperatur bei der spanenden Bearbeitung ist im Wesentlichen von Parametern wie Schnittgeschwindigkeit, Schnitttiefe und Vorschub abhängig. Die Wiederholung der Zerspanexperimente zeigt, dass die Ergebnisse reproduzierbar sind und dass sich mit andauernder spanabhebenden

Bearbeitung mit dem selben Werkzeug die Sättigungstemperatur schneller einstellt. Dies macht sich durch einen steileren Temperaturanstieg bemerkbar. Es besteht demnach ein Zusammenhang zwischen der Steigung des Temperaturverlaufs und dem Verschleißzustand der WSP. Zusammenfassend konnte mit diesen Experimenten nachgewiesen werden, dass die entkoppelte ferromagnetische Schicht als Sensorschicht zur in-situ Temperaturüberwachung bei der spanenden Bearbeitung genutzt werden kann, um beispielsweise die Schnittparameter zu optimieren oder die Schnittparameter während der Bearbeitung des Werkstücks dementsprechend anzupassen. Es ist damit gelungen, ein funktionsfähiges Temperatursensorsystem zu entwickeln, das ein hohes Potential zur Anwendung bei der spanabhebenden Fertigungstechnologie bietet.

Für die Anwendung als Kraftsensor, der zur Bestimmung des Torsionsmoments, das auf eine starre Welle wirkt, benutzt werden kann, wurde der Schichtaufbau mit einer 3 μm dicken SiO_2 -Zwischenschicht und einer 200 nm dicken ferromagnetischen Schicht gewählt. Für diese Anwendung ist es nicht zwingend erforderlich, dass die Sensorschicht Verschleißschutzeigenschaften aufweist. In der Praxis werden jedoch häufig Wellen aus ferromagnetischen Materialien wie zum Beispiel ferritischen Stählen eingesetzt. Um die Verwendbarkeit der ferromagnetischen Schicht auf einer Welle als Kraftsensor zu untersuchen, wurde deshalb der Schichtaufbau auf

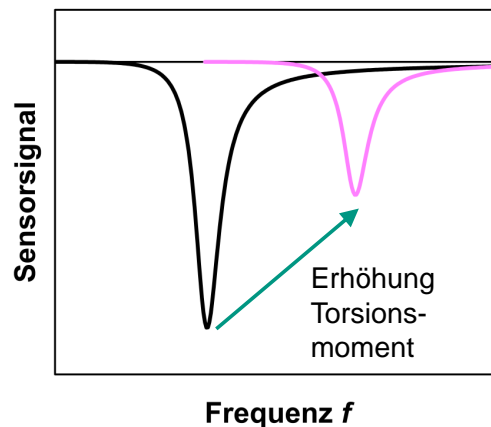


Abbildung 8.7.: Vereinfachte Darstellung des Sensorsignals der ferromagnetischen Schicht auf einem WC-Co-Substrat bei der Erhöhung des Torsionsmoments auf eine starre Welle.

einem WC-Co-Substrat für die Anwendung auf der Welle verwendet. Die Ergebnisse in Abschnitt 7.12 zeigen, dass sich die Grenzfrequenz der ferromagnetischen Schicht im elektromagnetischen Wechselfeld mit zunehmendem Torsionsmoment zu höheren Frequenzen verschiebt. Die FWHM ändert sich hierbei nicht. Schematisch ist dieser Effekt in Abbildung 8.7 dargestellt. Aufgrund der Verdrehung der starren Welle wird die ferromagnetische Schicht auf dem WC-Co-Substrat, das auf der Welle aufgeklebt ist, geschert. Aufgrund dieser Scherung wird die ursprünglich quadratische Probe entlang einer Diagonalen gedehnt und entlang der anderen Diagonalen gestaucht. Die dadurch entstehenden relative Längenänderungen erzeugen in die eine Richtung der Diagonalen eine Zug- und in die andere Richtung eine Druckspannung. Diese mechanischen Spannungen in der Schicht verändern das Anisotropiefeld in der Schicht, wodurch sich die Grenzfrequenz verändert. Vergleicht man dieses Ergebnis mit den magnetoelastischen Messungen an $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{44}\text{Hf}_{12}\text{N}_{12}$ / TiN-Viellagenschichten auf Si-Substraten in [9, 48], so zeigt sich, dass bei der Verdrehung der Welle mechanische Druckspannungen in der Sensorschicht entstehen, die die Anisotropieeigenschaften ändern. Die FWHM bleibt hierbei erhalten, da mit zunehmenden mechanischen Spannungen in der Schicht keine thermischen Fluktuationen entstehen, wie es bei der Temperaturerhöhung der Fall ist.

Mit diesem Experiment konnte nachgewiesen werden, dass ferromagnetisch weiche Schichten zur Bestimmung des Torsionsmoments benutzt werden können und dass das Messsignal berührungslos detektiert werden kann. Die Änderung der Grenzfrequenz für die ferromagnetische Schicht liegt bei $10,6 \text{ MHz N}^{-1} \text{ m}^{-1}$, so dass die Sensitivität im Vergleich zum Temperatursensor um den Faktor zehn höher ist. Die Auswertung der Ergebnisse hat gezeigt, dass der Zusammenhang zwischen der Grenzfrequenz und dem Torsionsmoment linear ist. Der Vergleich mit der Theoriekurve zeigt, dass die Kraftabhängigkeit des Sensorsignals mit mechanischen Spannungen, die in der Schicht entstehen, erklärt werden können. Die Theorie zur Änderung der Grenzfrequenz in Abhängigkeit des Torsionsmoments konnte experimentell nachgewiesen werden. Das Sensorkonzept eignet sich demzufolge sehr gut zur Bestimmung von Kräften die auf eine Welle wirken. Die Entkopplung der Sensorschicht mit einer $3 \mu\text{m}$ dicken SiO_2 -Schicht vom HM-Substrat zeigt, dass dieses Sensorkonzept auf ferromagnetischen Wellen eingesetzt werden kann.

9. Zusammenfassung

Das Thema dieser Dissertation war die Untersuchung und Charakterisierung der Sensoreigenschaften von weichmagnetischen Dünnschichten im System Fe-Co-Hf-N, die für die Anwendung als Temperatur- und/oder Kraftsensoren auf Hartmetall- oder Siliziumsubstraten eingesetzt werden können. Funktionelle ferromagnetische Schichten des Stoffsystems Fe-Co-Hf-N bieten als Komponente eines Sensorkonzepts eine vielversprechende Möglichkeit, die zur berührungslosen Zustandserfassung genutzt werden kann. Eine interessante Anwendung dieser Methode stellt die kontaktlose Temperaturbestimmung von spanabhebenden Werkzeugen in der Fertigungstechnik dar. Die Werkzeuge sind hohen mechanischen und thermischen Belastungen ausgesetzt, die zum Werkzeugverschleiß führen. Fortschreitender Verschleiß während der Produktion führt zu Qualitätsmängeln beim Endprodukt oder zu einer Zerstörung des Werkzeugs, so dass ein Werkzeugwechsel erforderlich ist. Die Kosten werden hierbei vor allem durch die Arbeits- und Maschinenkosten in die Höhe getrieben, die mit dem zeitaufwändigen Werkzeugwechsel verbunden sind. Um die Produktionskosten gering zu halten, die Produktivität zu steigern oder die Produktion vollständig zu automatisieren sowie die Prozesssicherheit wie die Qualität zu gewährleisten, sind Verschleißerkennungssysteme bei Zerspanungsprozessen wünschenswert. Ein Ansatz für die Verschleißerkennung bietet die berührungslose Erfassung der Werkzeugtemperatur.

Die Zielsetzung in dieser Arbeit war es, das Sensorkonzept zur berührungslosen Temperaturerfassung mit ferromagnetischen Schichten aus dem Stoffsystem Fe-Co-Hf-N auf ein Substratmaterial zu übertragen, das für die Werkzeugherstellung verwendet wird. Abgesehen von den Schneidkeramiken enthalten viele der verwendeten Werkzeugmaterialien ferromagnetische Bestandteile. Um die potentielle Anwendungsmöglichkeit von ferromagnetischen Dünnschichten auf einem Werkzeugmaterial zu untersuchen, das selbst ferromagnetische Materialanteile enthält,

wurde der Fokus in dieser Arbeit auf ein Hartmetallsubstrat auf der Basis von WC und Co gelegt. Neben der potentiellen Anwendung als Temperatursensor bieten die ferromagnetischen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Dünnschichten auch die Möglichkeit Kräfte zu detektieren. Zum Beispiel können Zug- und Druckspannungen anhand der magnetischen HF-Eigenschaften solcher Schichten bestimmt werden. Ein weiteres Ziel in dieser Arbeit war es daher, auch einen Schichtaufbau zu entwickeln, der zur kontaktlosen Bestimmung des Torsionsmoments verwendet werden kann, das auf eine starre Welle wirkt.

Die ferromagnetischen Schichten wurden mithilfe von der Magnetron-Hochleistungskathodenzerstäubung auf den Substraten hergestellt und zur Einprägung einer uniaxialen Anisotropie im Magnetfeld wärmebehandelt. Die Untersuchung der statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften der ferromagnetischen Schichten auf dem WC-Co- und Si-Substrat haben gezeigt, dass die ferromagnetische $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit dem halbhartmagnetischen WC-Co-Substrat wechselwirkt. Die Wechselwirkung verhindert die Einprägung einer uniaxialen Anisotropie in die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht und die ferromagnetische Schicht ist magnetisch härter als eine vergleichbare Schicht auf dem Si-Substrat. Aufgrund der nicht vorhandenen uniaxialen Anisotropie ist die ferromagnetische Schicht auf dem WC-Co-Substrat ungeeignet für die Anwendung als Temperatur- oder Kraftsensor, da diese Probe keine ferromagnetische Hochfrequenzantwort bei Anregung mit einem elektromagnetischen Hochfrequenzfeld im Bereich von 50 MHz bis 5 GHz aufzeigt. Hingegen zeigt die vergleichbare Schicht auf einem Si-Substrat ein ausgeprägtes Resonanzverhalten, wobei die Grenzfrequenz bei $(2,1 \pm 0,3)$ GHz liegt. Dieses Ergebnis stimmt mit der theoretischen Kittel Resonanzfrequenz überein und bestätigt das Modell von homogen präzedierenden magnetischen Momenten nach Landau, Lifshitz und Gilbert. Die ferromagnetische Schicht weist eine Anfangspermeabilität von über 300 auf. Die vorhanden uniaxiale Anisotropie in der Schichtebene mit einer Feldstärke von $\mu_0 H_u = 4,5$ mT bestätigt das im Rahmen dieser Arbeit entwickelte quantenmechanische Modell zur Entstehung der thermisch induzierten uniaxialen Anisotropie. Nach dem Modell können die Atome bei der Erwärmung im Magnetfeld Platzwechsel vornehmen, so dass ein energetisch günstigerer Zustand des Systems durch die Umordnung erreicht wird. Dieser Zustand wird beim Abkühlen im Magnetfeld eingefroren, so dass das fer-

romagnetische System eine Vorzugsrichtung aufweist. Bei der ferromagnetischen Schicht auf dem WC-Co-Substrat entsteht aufgrund der Wechselwirkung mit dem magnetischen Feld des Substrats keine ausreichend geordnete Struktur bei der Wärmenachbehandlung im Magnetfeld, so dass keine eindeutige Vorzugsrichtung in der Schichtebene entsteht.

Um die Problematik der magnetischen Wechselwirkung zwischen der weichmagnetischen Schicht und dem magnetisch härteren Substrat zu überwinden, wurde in dieser Arbeit der Ansatz verfolgt, die ferromagnetische Schicht vom Substrat durch eine geeignete Zwischenschicht magnetisch zu entkoppeln. Die Zwischenschicht sorgt dafür, dass die magnetischen Austauschwechselwirkungen abgeschwächt werden beziehungsweise bei einem ausreichenden Abstand keine Wirkung mehr haben. Für die Zwischenschicht sollten im Allgemeinen nicht-magnetische Materialien geeignet sein. Untersucht wurden im Rahmen dieser Arbeit die Schichtmaterialien aus den Systemen Ti-N, Ti-Al-N und Si-O. Die beiden erstgenannten Hartstoffmaterialien wurden anlässlich der potentiellen Anwendung des Schichtsystems als Temperatursensor auf Zerspanwerkzeugen ausgewählt. Die beiden Hartstoffmaterialien sind nicht-magnetisch und sind als Verschleißschutz für das Werkzeug sehr gut geeignet. Die Auswahl des nicht-magnetischen amorphen SiO₂, das keinen großen Verschleißschutz für das Werkzeug bietet, wurde hinsichtlich der grundlegenden Untersuchung des Entkopplungsmechanismus ausgewählt. Das amorphe SiO₂ ist im Vergleich zu den beiden anderen Materialien elektrisch isolierend, was bei der Detektion des Messsignals mit einem elektromagnetischen Hochfrequenzfeld Auswirkungen hat. Die Ergebnisse der Untersuchungen der statischen und dynamischen magnetischen Eigenschaften der verschiedenen Schichtsysteme zeigen, dass die ferromagnetische Fe₃₂Co₄₅Hf₁₁N₁₂-Schicht ab einer Zwischenschichtdicke von 0,5 µm magnetisch vom Substrat entkoppelt ist. Bei der Wärmenachbehandlung im Magnetfeld entsteht in den entkoppelten Fe₃₂Co₄₅Hf₁₁N₁₂-Schichten eine uniaxiale Anisotropie, deren Feldstärke für alle Schichtsysteme bei etwa 4,5 mT liegt. Dieses Ergebnis ist in sehr guter Übereinstimmung mit den Resultaten vergleichbarer Schichten auf den Si-Substraten und mit den Ergebnissen, die man für Dünnschichten aus dem System Fe-Co-Hf-Nin der Literatur findet. Die statischen magnetischen MOKE Messungen an den Schicht-Substratverbunden haben gezeigt, dass das WC-Co-Substrat im homogenen externen Magnetfeld ein Magnetfeld

erzeugt, das auf die magnetischen Momente in der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht wirkt. Um die Messergebnisse richtig zu interpretieren, muss deshalb für die magnetischen Momente in der Schicht die Superposition aus dem externen Magnetfeld und dem Magnetfeld vom Substrat berücksichtigt werden. Der Einfluss des Substrats auf die ferromagnetische Schicht führt zu asymmetrischen Hysteresekurven, die eine Ummagnetisierung entgegen dem externen Magnetfeld aufzeigen. Die statischen magnetischen Eigenschaften der ferromagnetischen Schicht auf dem WC-Co-Substrat konnten mit dem VSM nicht bestimmt werden, da das von der Schicht herrührende Messsignal in der Rauschamplitude des Messsignals vom Substrat verschwindet. Dies ist dem großen Volumenverhältnis von Substrat zu Schicht geschuldet, das bei 2000 liegt.

Nach der Entkopplung der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schichten von den WC-Co-Substraten mit den verschiedenen Zwischenschichtmaterialien zeigten die ferromagnetischen Schichten ein Resonanzverhalten im elektromagnetischen Wechselfeld. Die Anfangspermeabilität für die verschiedenen Schichtsysteme liegt bei über 300 bis hin zu 500 und die Grenzfrequenz der Resonanzkurve liegt für die verschiedenen Schichtsysteme zwischen 2,1 und 2,5 GHz. Dies entspricht der zu erwartenden Kittel Resonanzfrequenz für die ferromagnetische Schicht mit einer Sättigungsmagnetisierung von 1,4 T und einer Anisotropiefeldstärke von $\mu_0 H_u = 4,5 \text{ mT}$. Das Resonanzverhalten der ferromagnetischen Schicht ist in Abhängigkeit vom Zwischenschichtmaterial verschieden. Im Schichtverbund mit den nicht-magnetischen, elektrisch leitenden Hartstoffmaterialien TiN, $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ und $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ weist die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht ein Optimum der Resonanzkurve bei $1 \mu\text{m}$ auf. Im Gegensatz dazu kann die Resonanzkurve mit der nicht-magnetischen, elektrisch isolierenden, amorphen SiO_2 -Zwischenschicht durch die Erhöhung der Schichtdicke verbessert werden. In Abhängigkeit der SiO_2 -Zwischenschichtdicke nimmt die FWHM der Resonanzkurve ab, wodurch das Sensorsignal stärker ausgeprägt und besser definiert ist. Die Interpretation dieser Feststellung hat gezeigt, dass in den elektrisch leitenden Bestandteilen der Schicht-Substratsysteme Wirbelströme im elektromagnetischen Wechselfeld induziert werden. Während der Dämpfungseffekt der Wirbelströme in der ferromagnetischen Schicht für eine Schichtdicke kleiner als 600 nm vernachlässigbar klein ist, wird hingegen in der elektrisch leitenden Zwischenschicht und im WC-Co-Substrat ein Magnetfeld induziert. Das Magnet-

feld entsteht durch die Wirbelströme in der Zwischenschicht und im Substrat. Das induzierte Magnetfeld stört die Präzessionsbewegung der magnetischen Momente und das anregende elektromagnetische Wechselfeld. Die Ergebnisse haben gezeigt, dass selbst der vergleichsweise hohe spezifische elektrische Widerstand von $18\,670\ \mu\Omega\ \text{cm}$ der $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schicht im Vergleich zu der elektrisch besser leitenden TiN-Schicht mit einem spezifischen elektrischen Widerstand von $72\ \mu\Omega\ \text{cm}$ nicht ausreichend ist, um die Wirbelströme zu unterdrücken. Hingegen, im Fall der elektrisch isolierenden SiO_2 -Schicht kann man das Magnetfeld, das im Substrat induziert wird, im Bereich der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht abschwächen, indem man die Zwischenschichtdicke erhöht. Allgemein haben diese Ergebnisse gezeigt, dass mit nicht-magnetischen Materialien die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht magnetisch vom Substrat entkoppelt werden, so dass man ein Hochfrequenzsignal messen kann. Jedoch kann die Signalgüte nur mit nicht-magnetischen elektrisch isolierenden Materialien verbessert werden.

Die Charakterisierung der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ / TiN-Schichtverbunde auf den WC-Co-Substraten haben gezeigt, dass die magnetischen Eigenschaften durch Poren oder sogenannten Pin-holes in der Schicht beeinflusst werden. Mit einer zunehmenden Anzahl an Poren im Schichtverbund verschlechtern sich die Hochfrequenzeigenschaften. Im Fall der $1\ \mu\text{m}$ dicken TiN-Zwischenschicht liegt der Flächenanteil der Poren ohne geeignete Gegenmaßnahmen bei $1,5\ \%$. Dieser geringe Anteil zeigt keine Auswirkungen auf das Hochfrequenzsignal. Jedoch im Fall der $3\ \mu\text{m}$ dicken TiN-Zwischenschicht nehmen die Poren einen Anteil von etwa $6,8\ \%$ der gesamten Schichtoberfläche ein. Dieser Anstieg führt zu einer deutlichen Verbreiterung des Resonanzsignals. Die nicht-magnetischen Poren führen dazu, dass die ferromagnetische Schicht nach der Wärmenachbehandlung im Magnetfeld, im Vergleich zu den Schichtverbunden mit wenigen oder keinen Poren, magnetisch härter und die Anisotropie in der Schicht verschlechtert ist. Die Poren führen zu Entmagnetisierungseffekten und stören die homogene Ausrichtung der magnetischen Momente in der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht. Die homogene Präzession im elektromagnetischen Wechselfeld wird durch die Inhomogenität gestört, was zu einer Verbreiterung der FWHM der Resonanzkurve zur Folge hat.

Die REM-, TEM- und AFM-Untersuchungen an den Schichtsystemen auf den WC-

Co-Substraten haben wichtige Erkenntnisse über den Einfluss der Oberflächenrauheit auf die ferromagnetischen Eigenschaften der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht geliefert. Es hat sich hierbei gezeigt, dass die Rauheit einen maßgebenden Einfluss auf die Resonanzeigenschaften hat. Zum Beispiel wächst die $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Zwischenschicht bei der Schichtabscheidung als stängelförmiges Schichtgefüge auf, so dass eine sehr raue Oberfläche entsteht. Diese Rauheit überträgt sich auf die dünne ferromagnetische Schicht, wodurch eine sehr heterogene Schicht entsteht, die im Vergleich zur polierten Substratoberfläche eine erhöhte Rauheit aufweist. Die mittlere Rauheit der Schichtoberfläche liegt bei 20 nm im Vergleich zu 6 nm für die Substratoberfläche. Die Rautiefe der ferromagnetischen Schicht steigt dadurch auf einen Wert an, der etwa 50 % der Schichtdicke entspricht. Diese Unebenheiten in der ferromagnetischen Schicht führen zum so genannten „orange-peel“-Effekt, demzufolge magnetische Oberflächenladungen entstehen, die sich gegenseitig stabilisieren. Dadurch kann bei der Wärmenachbehandlung im Magnetfeld in die raue $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht keine uniaxiale Anisotropie eingeprägt werden. Im elektromagnetischen Wechselfeld zeigen diese Schichten deshalb kein Resonanzverhalten. Die anderen Schichtverbunde bilden bei der Schichtabscheidung deutlich homogenere Gefügestrukturen, so dass die mittlere Rauheit der ferromagnetischen Schicht bei 8 nm und die Rautiefe bei 43 nm liegt. Diese Rauheit ist im Vergleich zu der gesamten Schichtdicke von 200 nm verhältnismäßig gering, so dass die magnetischen Eigenschaften im Wesentlichen nicht beeinflusst werden.

Die Anwendung der ferromagnetischen Schicht auf einem WC-Co-Substrat als Temperatur- und Kraftsensor konnte erfolgreich an ausgewählten Schichtsystemen demonstriert werden. Anhand von einem Schichtaufbau mit einer 3 μm dicken SiO_2 -Zwischenschicht und einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 70 nm SiO_2 -Deckschicht konnte reproduzierbar gezeigt werden, dass das Sensorsignal bei der Temperaturerhöhung zu niedrigeren Frequenzen verschoben wird und die FWHM des Messsignals mit zunehmender Temperatur ansteigt. Die Sensoreigenschaften zeigen, dass beim Abkühlen und Aufwärmen keine Hystereseeffekte entstehen. Die aus dem Sensorsignal bestimmte Grenzfrequenz der ferromagnetischen Schicht nimmt näherungsweise linear beim Anstieg der Temperatur, mit einer Änderung von $1,1 \text{ MHz K}^{-1}$ ab. Dieses Ergebnis zeigt, dass das Schichtsystem auf dem WC-Co-Substrat zur Temperaturbestimmung geeignet ist. Ein wesentli-

cher Nachteil dieser Schichtkombination ist, dass kein Verschleißschutz für das Werkzeug gegeben ist. Für die Anwendung ist es prinzipiell möglich, dieses Schichtsystem auf beschichteten Werkzeugen einzusetzen. Die Temperatur kann fernab der Schneidkante bestimmt werden. Das optimierte $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ / $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Schichtsystem weist im Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 300°C eine sehr geringe Änderung der Grenzfrequenz bei der Temperaturerhöhung auf. Dies ist dadurch begründet, dass in diesem Schichtverbund die thermisch induzierten mechanischen Spannungen im Vergleich zu den Schichtverbunden mit den SiO_2 -Zwischenschichten vernachlässigbar klein sind. Die Änderung der Grenzfrequenz in Abhängigkeit der Temperatur entsteht aufgrund der Temperaurabhängigkeit der Sättigungsmagnetisierung und des Anisotropiefelds. Dieser Effekt wird aber erst oberhalb von 400°C bemerkbar, da die Änderung der Sättigungsmagnetisierung und des Anisotropiefelds für niedrigere Temperaturen sehr klein ist, wie es Modellrechnungen zeigen. Die Berechnungen zeigen, dass für den untersuchten Schichtverbund starke Änderungen in der Grenzfrequenz erst oberhalb von 400°C auftreten. Demzufolge ist diese Schichtkombination als Temperatursensor prinzipiell geeignet, jedoch mit der Einschränkung, dass eine Temperaturbestimmung anhand der Grenzfrequenz erst oberhalb 400°C sinnvoll ist.

Die kontaktlose Temperaturmessung bei der spanenden Bearbeitung konnte mit den beiden verschiedenen Schichtsystemen auf Wendeschneidplatten der Firma WALTER AG und mit der von C. Thede et al. [8, 321] entwickelten Messapparatur nachgewiesen werden. Die Temperaturbestimmung anhand der magnetischen Eigenschaften der ferromagnetischen Schicht mittels des Frequenzmischverfahrens liefert für beide Schichtsysteme eine eindeutige Korrelation zwischen Messsignal und Temperatur in der WSP. Die Amplituden der geraden Vielfachen der Modulationsfrequenz steigen mit Beginn des spanenden Bebearbeitungsprozesses an und gehen kontinuierlich in Sättigung über, bis der Abkühlprozess mit Beendigung des Bearbeitungsschrittes eintritt. Der Temperaturverlauf weist einen linearen Anstieg auf. Aufgrund der kleinen Abmaße des bearbeiteten Grundkörpers wurde beim Zerspanen die maximale Temperatur noch nicht erreicht. Die maximale Temperatur entspricht dem Temperaturgleichgewicht, das sich erwartungsgemäß in der WSP über die Zeit einstellt. Die Wiederholung des Zerspanerxperiments mit dem selben Werkzeug zeigt, dass Temperaturanstieg steiler verläuft, so dass

man erwarten kann, das die maximale Temperatur dementsprechend schneller erreicht wird. Der steilere Temperaturanstieg bei gleichbleibenden Prozessparametern und der selben WSP lässt auf den voranschreitenden Verschleiß des Werkzeugs schließen. Es besteht demzufolge ein Zusammenhang zwischen der Steigung des Temperaturverlaufs und dem Verschleißzustand. Zusammenfassend zeigen die Ergebnisse, dass die ferromagnetische Schicht als Sensorschicht zur in-situ Temperaturüberwachung bei der spanenden Bearbeitung eingesetzt werden kann. Die ferromagnetische Schicht in Kombination mit der Messapparatur stellen ein funktionsfähiges Temperatursensorsystem für Zerspanwerkzeuge dar. Im Rahmen dieser Arbeit ist es damit gelungen ein Sensorsystem auf Hartmetallen zu entwickeln, das ein hohes Potential zur Anwendung bei der Temperaturerfassung in der spanenden Fertigungstechnologie bietet.

Die potentielle Anwendung der ferromagnetischen Schicht als Kraftsensor für eine belastete Welle, konnte mit einer 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 3 μm dicken SiO_2 -Zwischenschicht auf einem WC-Co-Substrat nachgewiesen werden. Die Ergebnisse zeigen, dass sich die Grenzfrequenz der ferromagnetischen Schicht bei der Belastung der Welle durch Torsion zu höheren Frequenzen verschiebt. Durch die Verdrehung der Welle wird die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht geschert, wodurch mechanische Spannungen in der Schicht entstehen. Die mechanischen Spannungen ändern das Anisotropiefeld, so dass sich die Grenzfrequenz ändert. In Form eines neuen Versuchsaufbaus konnte mit diesem Experiment gezeigt werden, dass das Messsignal kontaktlos detektiert werden kann und die Grenzfrequenz linear mit dem zunehmenden Torsionsmoment ansteigt. Die Änderung der Grenzfrequenz liegt bei $10,6 \text{ MHz N}^{-1} \text{ m}^{-1}$, so dass die Sensitivität um den Faktor zehn höher ist im Vergleich zum Temperatursensor. Die Entkopplung der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht vom Substrat zeigt, dass das Sensorkonzept auf ferromagnetischen Materialien eingesetzt werden kann.

Abschließend lässt sich zusammenfassend festhalten, dass im Rahmen dieser Arbeit die potentielle Anwendung von ferromagnetischen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schichten als Temperatur- oder Kraftsensoren nachgewiesen werden konnte. Die ferromagnetischen Schichten, die auf einem Si-Substrat weichmagnetische und für die Sensoranwendung geeignete Eigenschaften aufweisen, wurden unter Beibehaltung

dieser Eigenschaften auf das WC-Co-Substrat übertragen. Anhand von ausgewählten Schichtverbunden wurden die Anwendungen auf Hartmetallsubstraten erfolgreich demonstriert.

A. Anhang

A.1. Ausführliche Herleitung der Energieeigenwerte

In Abschnitt 2.4 wurde ein Modell zur Beschreibung der Entstehung der thermisch induzierten uniaxialen Anisotropie eingeführt. Im Folgenden wird die ausführliche Herleitung der Energieeigenwerte für den isotropen und anisotropen Zustand hergeleitet.

Für den isotropen Zustand ergeben sich die drei Energiebeiträge zu [34]

$$\langle E_{\text{Heisenberg}} \rangle = -N \cdot J_{\text{FeCo}} \langle S_{\text{FeCoCo}}^z \rangle \langle S_{\text{CoFeFe}}^z \rangle, \quad (\text{A.1})$$

$$\begin{aligned} \langle E_{\text{Dipol}} \rangle &= N \cdot (-2C_{\text{FeCo}}(r_0) \langle S_{\text{FeCoCo}}^z \rangle \langle S_{\text{CoFeFe}}^z \rangle) \\ &= -N \cdot \frac{2\mu_0 g_{\text{Fe}} g_{\text{Co}} \mu_{\text{B}}^2}{r_0^3} \langle S_{\text{FeCoCo}}^z \rangle \langle S_{\text{CoFeFe}}^z \rangle \end{aligned} \quad (\text{A.2})$$

und

$$\begin{aligned} \langle E_{\text{Zeeman}} \rangle &= -\frac{1}{2} N \cdot \mu_{\text{B}} \mu_0 H_{\text{ext}} g_{\text{Fe}} \langle S_{\text{FeCoCo}}^z \rangle \\ &\quad -\frac{1}{2} N \cdot \mu_{\text{B}} \mu_0 H_{\text{ext}} g_{\text{Co}} \langle S_{\text{CoFeFe}}^z \rangle. \end{aligned} \quad (\text{A.3})$$

Nach der Umordnung während der Wärmebehandlung lauten die Energiebeiträge

für den anisotropen Zustand

$$\begin{aligned}
& \langle E_{\text{Heisenberg}} \rangle \\
& = \\
& - 2 \cdot J_{\text{FeFe}} \langle S'_{\text{FeFeFe}}{}^z \rangle \langle S_{\text{FeFeCo}}{}^z \rangle - 2 \cdot J_{\text{FeFe}} \langle S'_{\text{FeFeFe}}{}^z \rangle \langle S_{\text{FeFeFe}}{}^z \rangle \\
& - 2 \cdot J_{\text{FeCo}} \langle S_{\text{FeFeCo}}{}^z \rangle \langle S_{\text{CoFeCo}}{}^z \rangle \\
& - \frac{1}{2} (N - 10) \cdot J_{\text{FeFe}} \langle S_{\text{FeFeFe}}{}^z \rangle \langle S_{\text{FeFeFe}}{}^z \rangle \\
& - 2 \cdot J_{\text{CoCo}} \langle S'_{\text{CoCoCo}}{}^z \rangle \langle S_{\text{CoFeCo}}{}^z \rangle - 2 \cdot J_{\text{CoCo}} \langle S'_{\text{CoCoCo}}{}^z \rangle \langle S_{\text{CoCoCo}}{}^z \rangle \\
& - \frac{1}{2} (N - 10) \cdot J_{\text{CoCo}} \langle S_{\text{CoCoCo}}{}^z \rangle \langle S_{\text{CoCoCo}}{}^z \rangle,
\end{aligned} \tag{A.4}$$

$$\begin{aligned}
& \langle E_{\text{Dipol}} \rangle \\
& = \\
& - 2 \cdot \frac{2\mu_0 g_{\text{Fe}}^2 \mu_{\text{B}}^2}{r_0^3} \langle S'_{\text{FeFeFe}}{}^z \rangle \langle S_{\text{FeFeCo}}{}^z \rangle - 2 \cdot \frac{2\mu_0 g_{\text{Fe}}^2 \mu_{\text{B}}^2}{r_0^3} \langle S'_{\text{FeFeFe}}{}^z \rangle \langle S_{\text{FeFeFe}}{}^z \rangle \\
& - 2 \cdot \frac{2\mu_0 g_{\text{Fe}} g_{\text{Co}} \mu_{\text{B}}^2}{r_0^3} \langle S_{\text{FeFeCo}}{}^z \rangle \langle S_{\text{CoFeCo}}{}^z \rangle \\
& - \frac{1}{2} (N - 10) \cdot \frac{2\mu_0 g_{\text{Fe}}^2 \mu_{\text{B}}^2}{r_0^3} \langle S_{\text{FeFeFe}}{}^z \rangle \langle S_{\text{FeFeFe}}{}^z \rangle \\
& - 2 \cdot \frac{2\mu_0 g_{\text{Co}}^2 \mu_{\text{B}}^2}{r_0^3} \langle S'_{\text{CoCoCo}}{}^z \rangle \langle S_{\text{CoFeCo}}{}^z \rangle - 2 \cdot \frac{2\mu_0 g_{\text{Co}}^2 \mu_{\text{B}}^2}{r_0^3} \langle S'_{\text{CoCoCo}}{}^z \rangle \langle S_{\text{CoCoCo}}{}^z \rangle \\
& - \frac{1}{2} (N - 10) \cdot \frac{2\mu_0 g_{\text{Co}}^2 \mu_{\text{B}}^2}{r_0^3} \langle S_{\text{CoCoCo}}{}^z \rangle \langle S_{\text{CoCoCo}}{}^z \rangle
\end{aligned} \tag{A.5}$$

und

$$\begin{aligned}
& \langle E_{\text{Zeeman}} \rangle \\
& = \\
& - \mu_{\text{B}} \mu_0 H_{\text{ext}} g_{\text{Fe}} \left[2 \cdot \langle S_{\text{FeFeCo}}{}^z \rangle + 2 \cdot \langle S'_{\text{FeFeFe}}{}^z \rangle + \left(\frac{1}{2} N - 4 \right) \langle S_{\text{FeFeFe}}{}^z \rangle \right] \\
& - \mu_{\text{B}} \mu_0 H_{\text{ext}} g_{\text{Co}} \left[2 \cdot \langle S_{\text{CoFeCo}}{}^z \rangle + 2 \cdot \langle S'_{\text{CoCoCo}}{}^z \rangle + \left(\frac{1}{2} N - 4 \right) \langle S_{\text{CoCoCo}}{}^z \rangle \right].
\end{aligned} \tag{A.6}$$

Da die uniaxiale Anisotropie thermisch im Magnetfeld in das Material eingepreßt wird, muss man die Temperaturabhängigkeit der Spins in den Energiegleichungen berücksichtigen. Der Temperatureinfluss auf die Spins lässt sich mithilfe der Mean-Field Näherung ausdrücken. Aufgrund der Wechselwirkung mit den Nachbaratomen

wird der Spin des betrachteten Atoms von einem effektiven Feld beeinflusst, das sich aus dem externen Magnetfeld und dem Austauschfeld zusammensetzt. Der Einfluss der Temperatur auf die Spins lässt sich mathematisch mit der Brillouin-Funktion B_S beschreiben. Die allgemeine Temperaturabhängigkeit der Spins ergibt sich in der Mean-Field Näherung zu

$$\hat{S}_i(T) = \hat{S}_{i,T=0} \cdot B_S \left(\underbrace{\frac{\hat{S}_i g_i \mu_B B_{\text{ext}} + \frac{1}{2} \hat{S}_i \sum_{j \neq i}^{nn} J_{ij} \hat{S}_j(T)}{k_B T}}_{\text{Argument der Funktion}} \right). \quad (\text{A.7})$$

$\hat{S}_i(T)$ lässt sich analog darstellen. Der Spin eines Fe Atoms im isotropen Zustand, das sich zwischen zwei Co Atomen befindet, ergibt sich mit Gleichung (A.7) zu

$$\langle S_{\text{FeCoCo}}^z \rangle (T) = S_{\text{Fe}}^z \cdot B_S \left(\frac{S_{\text{Fe}}^z (g_{\text{Fe}} \mu_B B_{\text{ext}} + J_{\text{FeCo}} \langle S_{\text{CoFeFe}}^z \rangle)}{k_B T} \right). \quad (\text{A.8})$$

Analog erhält man für ein Co Atom, das sich zwischen zwei Fe Atomen befindet

$$\langle S_{\text{CoFeFe}}^z \rangle (T) = S_{\text{Co}}^z \cdot B_S \left(\frac{S_{\text{Co}}^z (g_{\text{Co}} \mu_B B_{\text{ext}} + J_{\text{FeCo}} \langle S_{\text{FeCoCo}}^z \rangle)}{k_B T} \right). \quad (\text{A.9})$$

Im Fall des anisotropen Zustandes ergibt sich für ein Fe beziehungsweise Co Atom, das nur von Fe beziehungsweise Co Atomen umgeben ist, die sich nicht am Rand oder beim Übergang zwischen den beiden Teilketten befinden

$$\langle S_{\text{FeFeFe}}^z \rangle (T) = S_{\text{Fe}}^z \cdot B_S \left(\frac{S_{\text{Fe}}^z (g_{\text{Fe}} \mu_B B_{\text{ext}} + J_{\text{FeFe}} \langle S_{\text{FeFeFe}}^z \rangle)}{k_B T} \right) \quad (\text{A.10})$$

beziehungsweise

$$\langle S_{\text{CoCoCo}}^z \rangle (T) = S_{\text{Co}}^z \cdot B_S \left(\frac{S_{\text{Co}}^z (g_{\text{Co}} \mu_B B_{\text{ext}} + J_{\text{CoCo}} \langle S_{\text{CoCoCo}}^z \rangle)}{k_B T} \right). \quad (\text{A.11})$$

Aufgrund der endlichen Kettenlänge und den periodischen Randbedingungen ergibt sich beim Übergang von der Fe zur Co Atomkette für die vorletzten und letzten Atompositionen eine andere Spinabhängigkeit. Die Austauschwechselwirkungen zwischen den Fe und Co Atomen wirken sich auf den Spin der Atome auf den

vorletzten Positionen wie folgt aus

$$\begin{aligned}
 & \langle S'_{\text{FeFeFe}}{}^z \rangle (T) \\
 & = \\
 & S_{\text{Fe}}^z \cdot B_{\text{S}} \left(\frac{g_{\text{Fe}} \mu_{\text{B}} S_{\text{Fe}}^z B_{\text{ext}} + \frac{1}{2} S_{\text{Fe}}^z (J_{\text{FeFe}} \langle S'_{\text{FeFeFe}}{}^z \rangle + J_{\text{FeFe}} \langle S_{\text{FeFeCo}}^z \rangle)}{k_{\text{B}} T} \right),
 \end{aligned} \tag{A.12}$$

und

$$\begin{aligned}
 & \langle S'_{\text{CoCoCo}}{}^z \rangle (T) \\
 & = \\
 & S_{\text{Co}}^z \cdot B_{\text{S}} \left(\frac{g_{\text{Co}} \mu_{\text{B}} S_{\text{Co}}^z B_{\text{ext}} + \frac{1}{2} S_{\text{Co}}^z (J_{\text{CoCo}} \langle S'_{\text{CoCoCo}}{}^z \rangle + J_{\text{CoCo}} \langle S_{\text{CoFeCo}}^z \rangle)}{k_{\text{B}} T} \right).
 \end{aligned} \tag{A.13}$$

Für die Atome die direkt beim Übergang miteinander wechselwirken ergibt sich folgende Temperaturabhängigkeit für die Spins

$$\begin{aligned}
 & \langle S_{\text{FeFeCo}}^z \rangle (T) \\
 & = \\
 & S_{\text{Fe}}^z \cdot B_{\text{S}} \left(\frac{g_{\text{Fe}} \mu_{\text{B}} S_{\text{Fe}}^z B_{\text{ext}} + \frac{1}{2} S_{\text{Fe}}^z (J_{\text{FeFe}} \langle S'_{\text{FeFeFe}}{}^z \rangle + J_{\text{FeCo}} \langle S_{\text{CoFeCo}}^z \rangle)}{k_{\text{B}} T} \right),
 \end{aligned} \tag{A.14}$$

und

$$\begin{aligned}
 & \langle S_{\text{CoFeCo}}^z \rangle (T) \\
 & = \\
 & S_{\text{Co}}^z \cdot B_{\text{S}} \left(\frac{g_{\text{Co}} \mu_{\text{B}} S_{\text{Co}}^z B_{\text{ext}} + \frac{1}{2} S_{\text{Co}}^z (J_{\text{CoCo}} \langle S'_{\text{CoCoCo}}{}^z \rangle + J_{\text{FeCo}} \langle S_{\text{FeFeCo}}^z \rangle)}{k_{\text{B}} T} \right).
 \end{aligned} \tag{A.15}$$

Für den Grundzustand wird für Fe^{2+} der Spineigenwert $S_{\text{Fe}}^z = 4/2$ und für Co^{2+} der Wert $S_{\text{Co}}^z = 3/2$ angenommen. Setzt man die temperaturabhängigen Spingleichungen in die Energiegleichungen ein, kann man numerisch durch iteratives einsetzen, die Energiewerte für den isotropen und anisotropen Zustand berechnen.

A.2. Quantitative Erklärung des MOKE-Effekts

In Abschnitt 6.4.2 wurde der MOKE-Effekt phänomenologisch beschrieben. Eine quantitative Erklärung im klassischen wie auch im quantenmechanischen Sinne werden im Folgenden zusammenfassend beschrieben.

Die Erklärung zur Drehung und Polarisationsänderung kann man mit der klassischen Beschreibung der Wechselwirkung von Licht und Materie anhand des Lorentz-Modells ableiten [317,318]. Hierzu wird angenommen, dass die im Atom gebundenen Elektronen des Festkörpers durch das elektrische Feld \vec{E} der einfallenden Lichtwelle zu harmonischen Oszillationen angeregt werden. Wird das Material durch ein äußeres Magnetfeld $\vec{B} = \mu_0 \vec{H}$ magnetisiert, muss für die Bewegungsgleichung der Elektronen zusätzlich die Lorentz-Kraft berücksichtigt werden. Die vollständige Bewegungsgleichung für ein Elektron lautet [318]

$$m\ddot{\vec{r}} + m\gamma\dot{\vec{r}} + m\omega_0\vec{r} = -e\vec{E} - e\dot{\vec{r}} \times \vec{B}, \quad (\text{A.16})$$

wobei m für die Elektronenmasse, γ für die Dämpfung, ω_0 für die Resonanzfrequenz und e für die Elementarladung steht. Löst man diese Bewegungsgleichung unter der Annahme, dass die elektromagnetische Lichtwelle senkrecht zum Magnetfeld steht, ergibt sich mithilfe des Dielektrizitätstensors, dass sowohl der Brechungsindizes wie auch der Reflexions- und Absorptionskoeffizient für links- und rechtszirkular polarisiertes Licht verschieden sind.

Linear polarisiertes Licht setzt sich aus links- und rechtszirkular polarisiertem Licht gleicher Phase und Amplitude zusammen. Wird nun linear polarisiertes Licht an einem magnetisierten Medium reflektiert, entsteht in Folge der unterschiedlichen Brechungsindizes und die damit verbundenen unterschiedlichen Ausbreitungsgeschwindigkeiten für links- und rechtspolarisiertes Licht eine Phasendifferenz zwischen den beiden Wellen. Die Polarisationsachse wird dadurch um den Kerr-Winkel gedreht. Aufgrund der unterschiedlichen Reflexionskoeffizienten haben die beiden Wellen auch verschieden große Amplituden. Die Überlagerung dieser beider zirkular polarisierten reflektierten Wellen ergibt elliptisch polarisiertes Licht. Anschaulich lässt sich dieses Phänomen dadurch beschreiben, dass die durch das Magnetfeld entstehende Lorentz-Kraft eine Drehung der Polarisation \vec{P} in Rich-

tung parallel zu $\vec{P} \times \vec{M}$ bewirkt.

Mit dieser klassischen Modellierung kann der magneto-optische Kerr-Effekt zwar qualitativ richtig beschrieben werden, jedoch ist die eigentliche physikalische Ursache des magneto-optischen Kerr-Effektes quantenmechanischer Natur. Die Polarisationsänderung aufgrund des unterschiedlichen Absorptionsverhaltens für links- beziehungsweise rechtszirkular polarisiertes Licht wird durch die Austauschaufspaltung der Elektronen mit entgegengesetztem Spin und der Spin-Bahn-Wechselwirkung hervorgerufen [342]. Zur Erklärung des magnetischen Dichroismus zeigt Abbildung A.1 a) ein Termschema für die optischen Übergänge für links- und rechtszirkular polarisiertes Licht vom $d_{xz,yz}$ -Niveau ($l = 2, m_l = \pm 1$) in ein pz-Niveau ($l = 1, m_l = 0$) in einem ferromagnetischen Material. Die elektrischen Dipolauswahlregeln bei einem optischen Übergang lauten [342]

$$\Delta l = \pm 1 \quad \text{und} \quad \Delta m_l = \pm 1, \quad (\text{A.17})$$

Demnach sind nur Übergänge von der s- in die p-Schale oder von der p- in die d-Schale für Übergangsmetalle durch links- ($\Delta m_l = -1$) beziehungsweise rechtspolarisiertes ($\Delta m_l = +1$) Licht erlaubt. Der Spin bleibt bei einem optischen Übergang erhalten $\Delta s = 0$. Die Austauschwechselwirkung bewirkt eine Verschiebung der Energieniveaus für die Spin-up und Spin-down Elektronen um die Austauschenergie Δ_{ex} . Aufgrund der Spin-Bahn-Wechselwirkung wird das zweifach entartete $d_{xz,yz}$ -Niveau in die beiden Energieniveaus $d_{(x+iy)z}$ und $d_{(x-iy)z}$ mit den entsprechenden Magnetquantenzahlen $m_l = +1$ und $m_l = -1$ aufgespalten. Der Energieunterschied entspricht gerade Δ_{SO} . Im Fall des Spin-up Zustandes liegt das Energieniveau für $m_l = +1$ energetisch höher als das Niveau für $m_l = -1$. Im Fall des Spin-down Zustandes ist es genau umgekehrt. Da die daraus resultierenden vier Energieniveaus alle unterschiedliche Energien haben, ergibt sich für links- beziehungsweise rechtszirkular polarisiertes Licht ein unterschiedliches Absorptionsspektrum (Dichroismus). Im Fall einer fehlenden Spin-Bahn-Aufspaltung oder bei einer fehlenden Austauschaufspaltung, wie es bei Paramagneten der Fall ist, tritt der Dichroismus nicht auf. Die Energie Niveaus und Übergänge für einen Paramagneten sind in Abbildung A.1 b) gezeigt. [342]

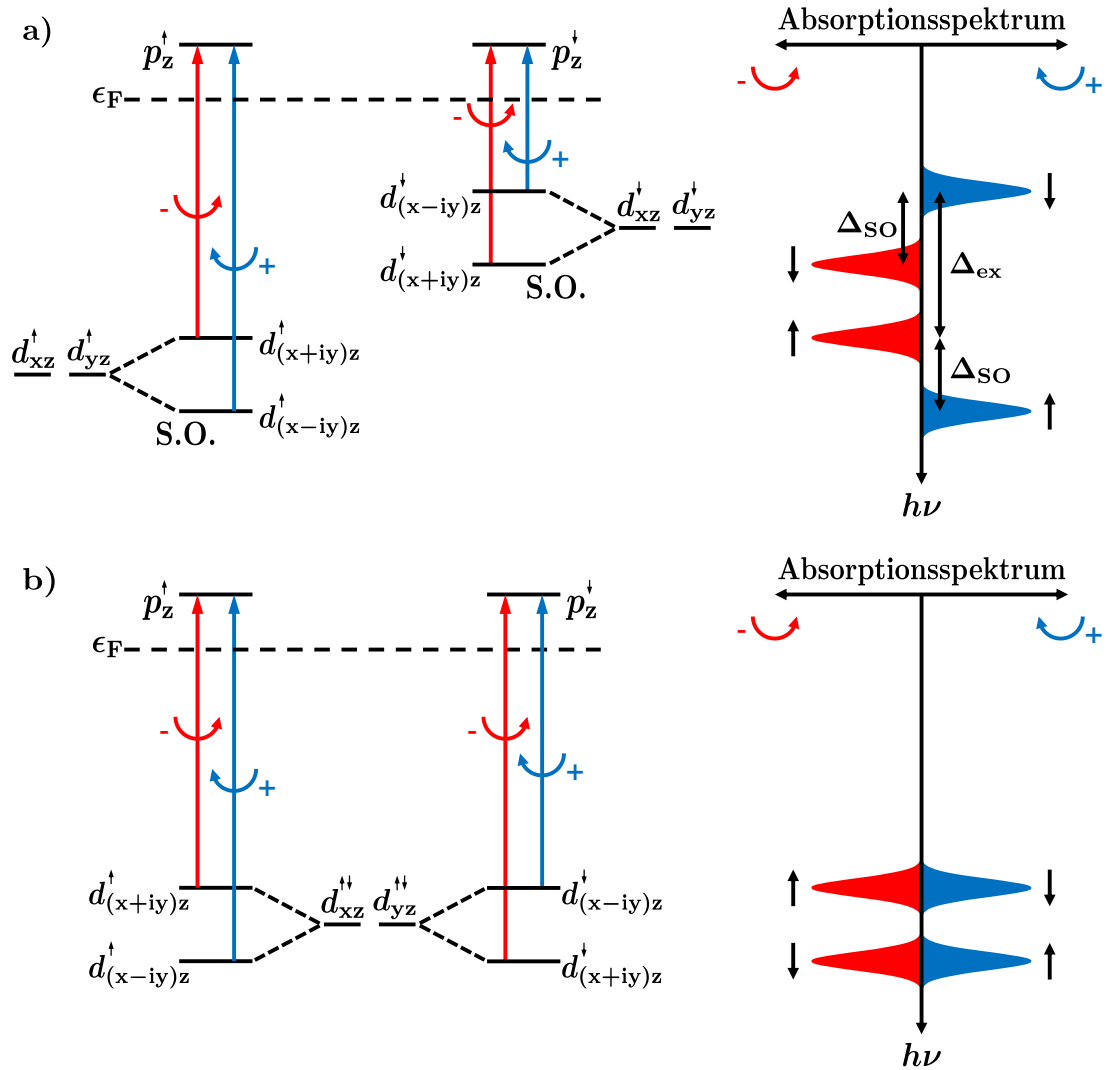


Abbildung A.1.: Termschema für die optischen Übergänge für links- und rechtszirkular polarisiertes Licht in einem a) ferromagnetischen Material und b) paramagnetischen Material. Rechts sind die dazugehörigen Absorptionsspektren abgebildet. Im Fall des Ferromagneten entsteht aufgrund der Austauschspaltung Δ_{ex} und der Spin-Bahn-Wechselwirkung Δ_{SO} für links- beziehungsweise rechtszirkular polarisiertes Licht ein unterschiedliches Absorptionsspektrum (Dichroismus). Das ist der mikroskopische Ursprung des magneto-optischen Kerr-Effekts. Paramagnete zeigen aufgrund der fehlenden Austauschspaltung kein Dichroismus. (nach [342])

A.3. Schichtverbund auf einem Si-Substrat

Abbildung A.2 zeigt schematisch den Schichtaufbau. Die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht ist auf einer SiO_2 -Zwischenschicht auf einem Si-Substrat deponiert. Die Schichten wurden mittels der Magnetron-Hochleistungskathodenzerstäubung hergestellt und nach der Schichtabscheidung wurden die Proben im Magnetfeldofen bei 50 mT wärmebehandelt. Für die Untersuchung der magnetischen Eigenschaften der dünnen $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht in Abhängigkeit vom Abstand zwischen Substratoberfläche und magnetischer Schicht wurde die Dicke der Zwischenschicht von 0,5 μm bis 10 μm variiert.

In Abbildung A.3 sind die Ergebnisse der dynamischen magnetischen Eigenschaften im HF-Feld für eine a) 200 nm dicke $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht und b) 200 nm dicke $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 10 μm dicken SiO_2 -Zwischenschicht auf einem Si-Substrat dargestellt. Aus den Ergebnissen erkennt man, dass die Zwischenschicht keine Auswirkungen auf die Signalantwort der ferromagnetischen Schicht im HF-Feld hat. Die Grenzfrequenz liegt unabhängig von der Zwischenschicht bei etwa 2,2 GHz und die FWHM bei 0,3 GHz.

In Abbildung A.4 sind die Ergebnisse der statischen magnetischen Eigenschaften für eine a) 200 nm dicke $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ - und b) 200 nm dicke $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 10 μm dicken SiO_2 -Zwischenschicht auf einem Si-Substrat dargestellt, die mit dem VSM gemessen wurden. Anhand der Hysteresekurven für die

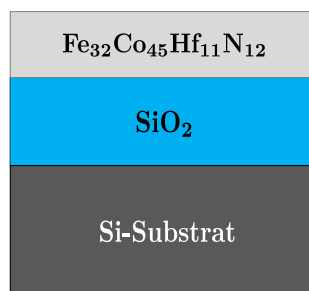


Abbildung A.2.: Schematische Darstellung des Schichtaufbaus für eine $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer SiO_2 -Zwischenschicht auf einem vom Si-Substrat.

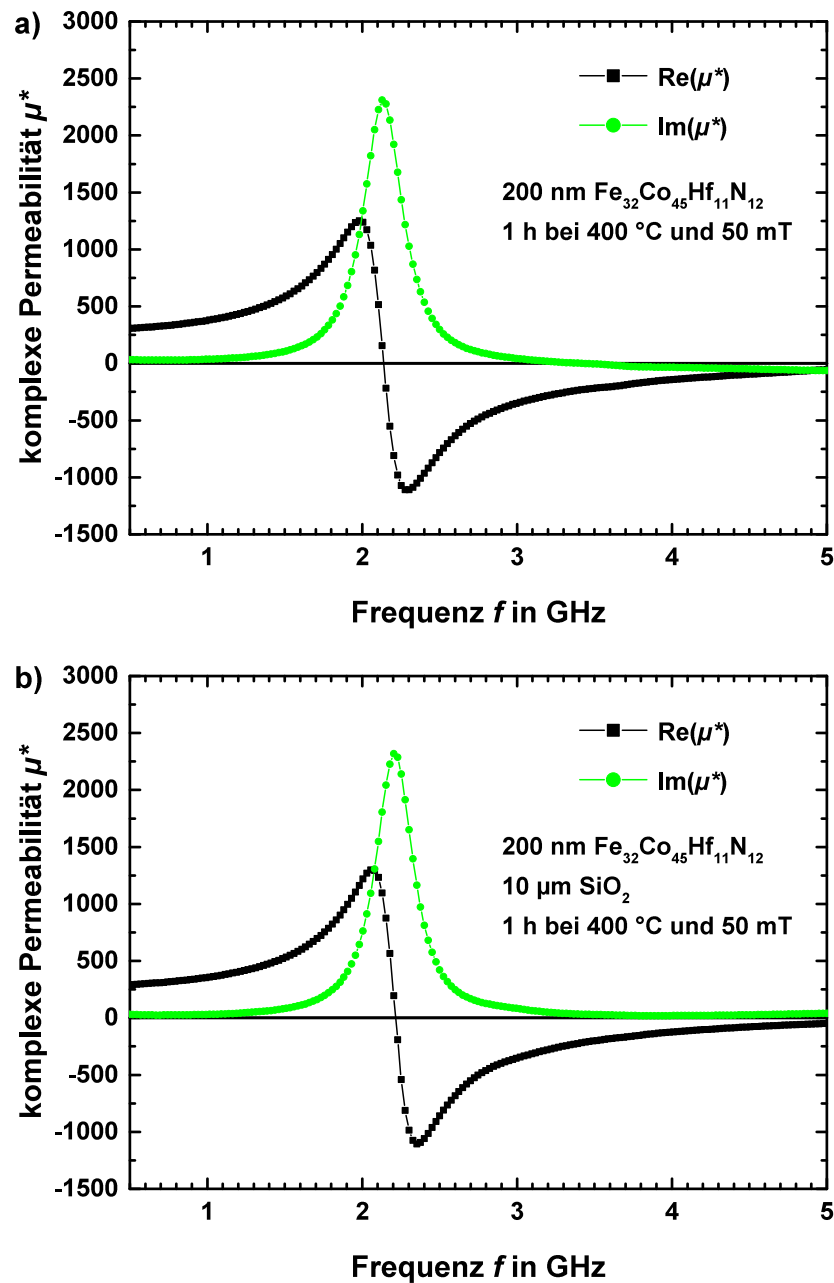


Abbildung A.3.: Real- und Imaginärteil der komplexen Permeabilität einer a) 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht und b) 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 10 μm dicken SiO_2 -Zwischenschicht auf einem Si-Substrat.

$\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht ist kein Unterschied zu erkennen, ob auf dem Substrat eine Zwischenschicht deponiert ist oder nicht. Die leichte und schwere Polarisationsrichtung sind eindeutig unterscheidbar und die Schicht weist eine uniaxiale

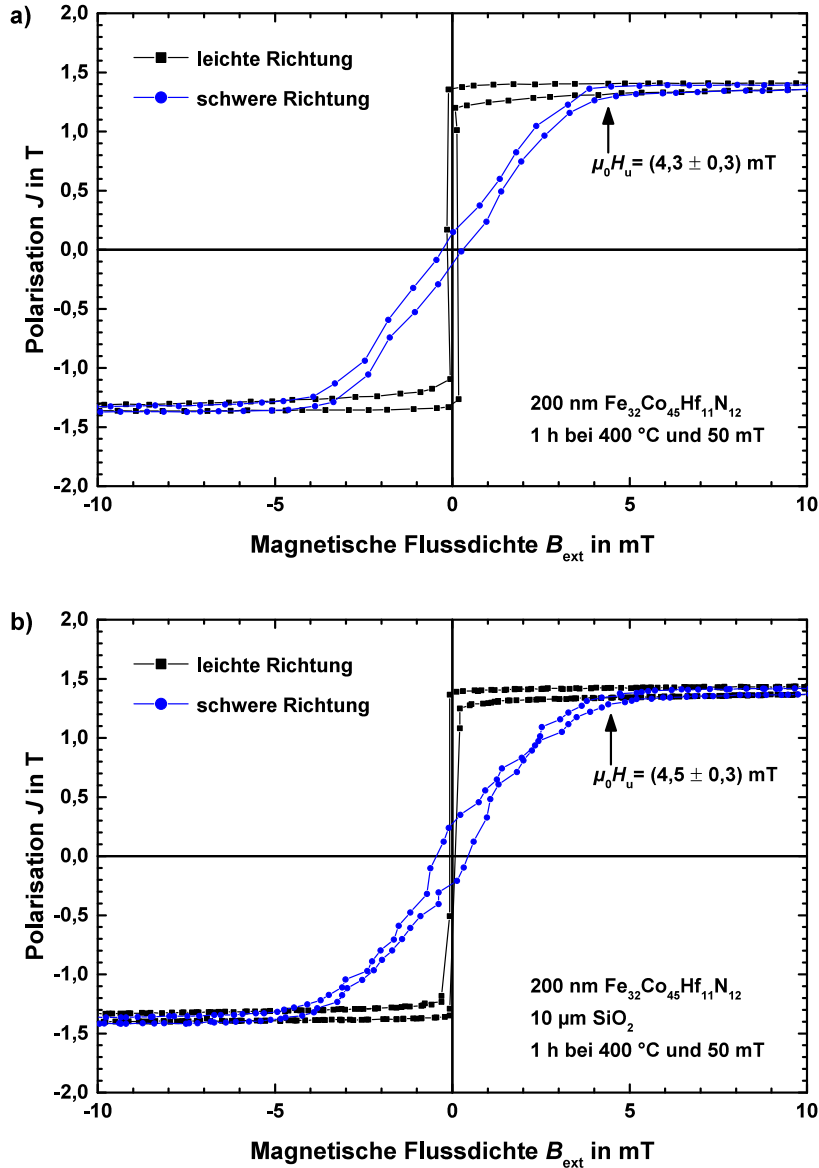


Abbildung A.4.: Hysteresekurven der leichten und schweren Polarisationsrichtung einer a) 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht und b) 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 10 μm dicken SiO_2 -Zwischenschicht auf einem Si-Substrat, gemessen mit dem VSM.

Anisotropie mit einer Feldstärke von etwa 4,5 mT auf. Die ferromagnetische Schicht ist sehr weichmagnetisch, die Koerzitivfeldstärke liegt bei $\mu_0 H_c = 0,2 \text{ mT}$.

Zum Vergleich zeigt Abbildung A.5 die Ergebnisse der statischen magnetischen

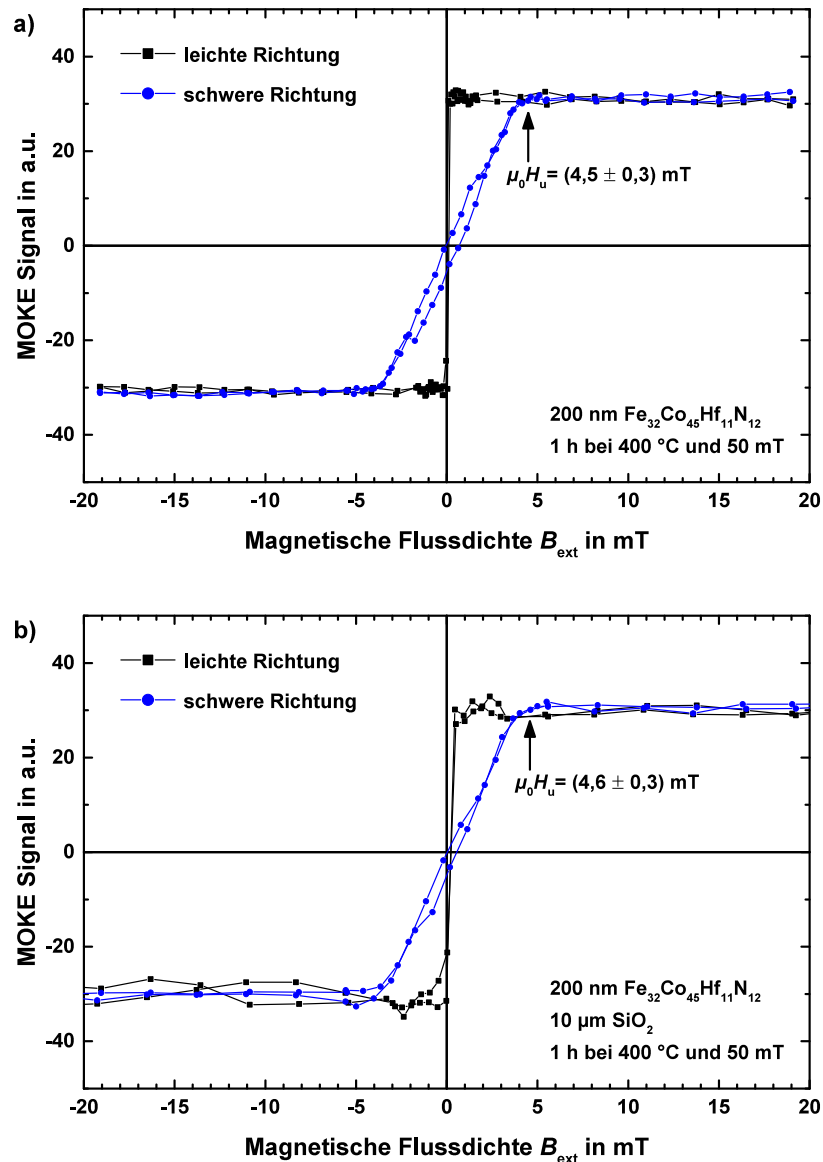


Abbildung A.5.: Hysteresekurven der leichten und schweren Polarisationsrichtung einer a) 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht und b) 200 nm dicken $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 10 μm dicken SiO_2 -Zwischenschicht auf einem Si-Substrat, gemessen mit dem MOKE.

Eigenschaften für eine a) 200 nm dicke $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht und b) 200 nm dicke $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht mit einer 10 μm dicken SiO_2 -Zwischenschicht auf einem Si-Substrat wie sie mit dem MOKE gemessen wurden. Anhand der Hysteresekurven für die $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ -Schicht ist kein Unterschied zu erkennen,

ob auf dem Substrat eine Zwischenschicht deponiert ist oder nicht. Die leichte und schwere Polarisationsrichtung sind eindeutig unterscheidbar und die Schicht weist eine uniaxiale Anisotropie mit einer Feldstärke von etwa 4,5 mT auf. Dieses Ergebnis ist vergleichbar mit den VSM-Messungen für dieselben Proben. Die ferromagnetische Schicht ist sehr weichmagnetisch, so dass die Koerzitivfeldstärke verschwindend klein ist.

A.4. HR-TEM Untersuchungen

Die Abbildungen A.6, A.7, A.8 und A.9 zeigen nochmals in vergrößerter Darstellung die in den Abbildungen 7.27 b), e) und 7.33 b), e) abgebildeten TEM-Hochauflösungsaufnahmen.

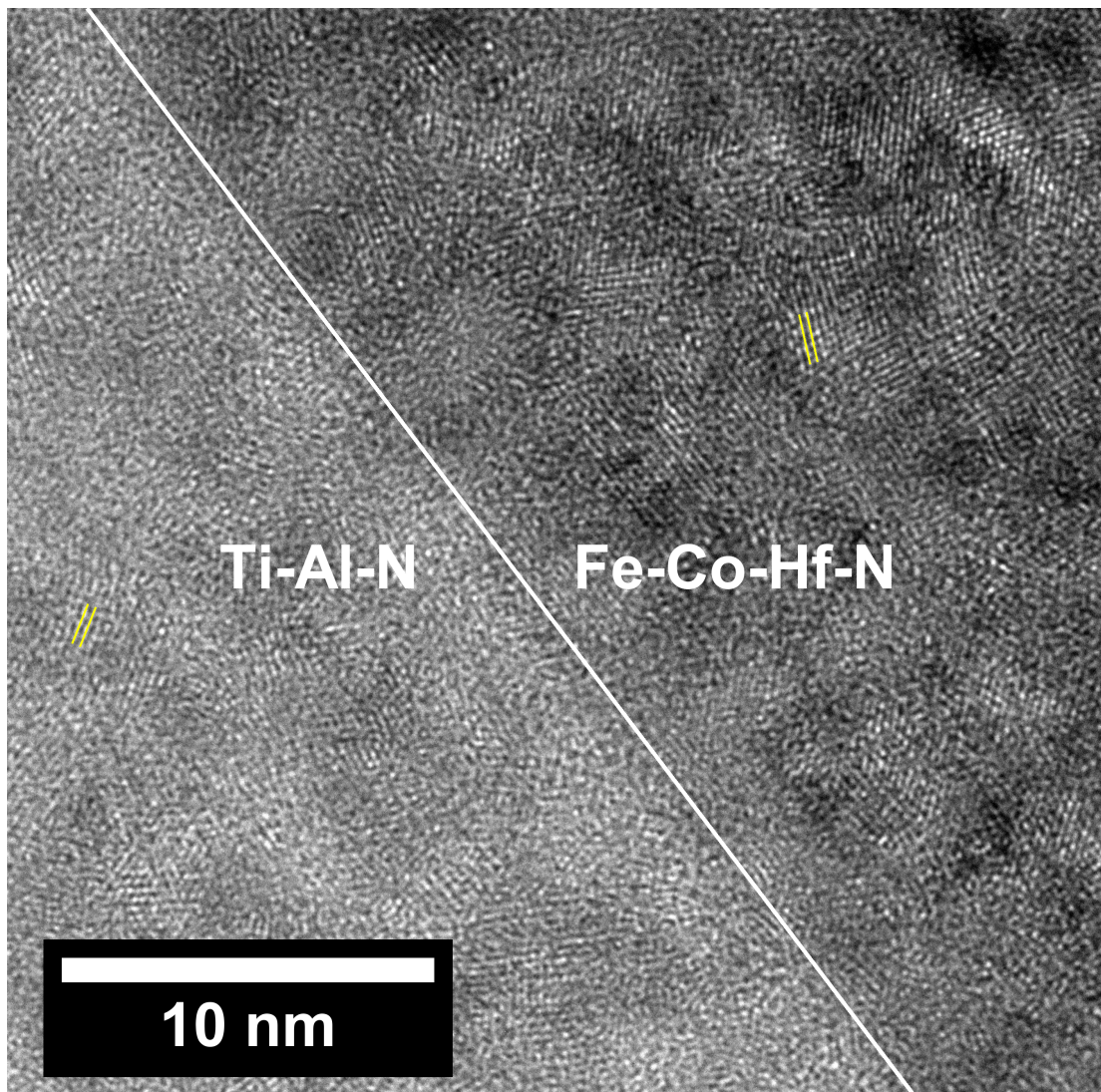


Abbildung A.6.: Hochauflösende Abbildung an der Grenzfläche zwischen der $Fe_{32}Co_{45}Hf_{11}N_{12}$ und $Ti_{24}Al_{44}N_{32}$ -Schicht. Vergleich Abbildung 7.27 b).

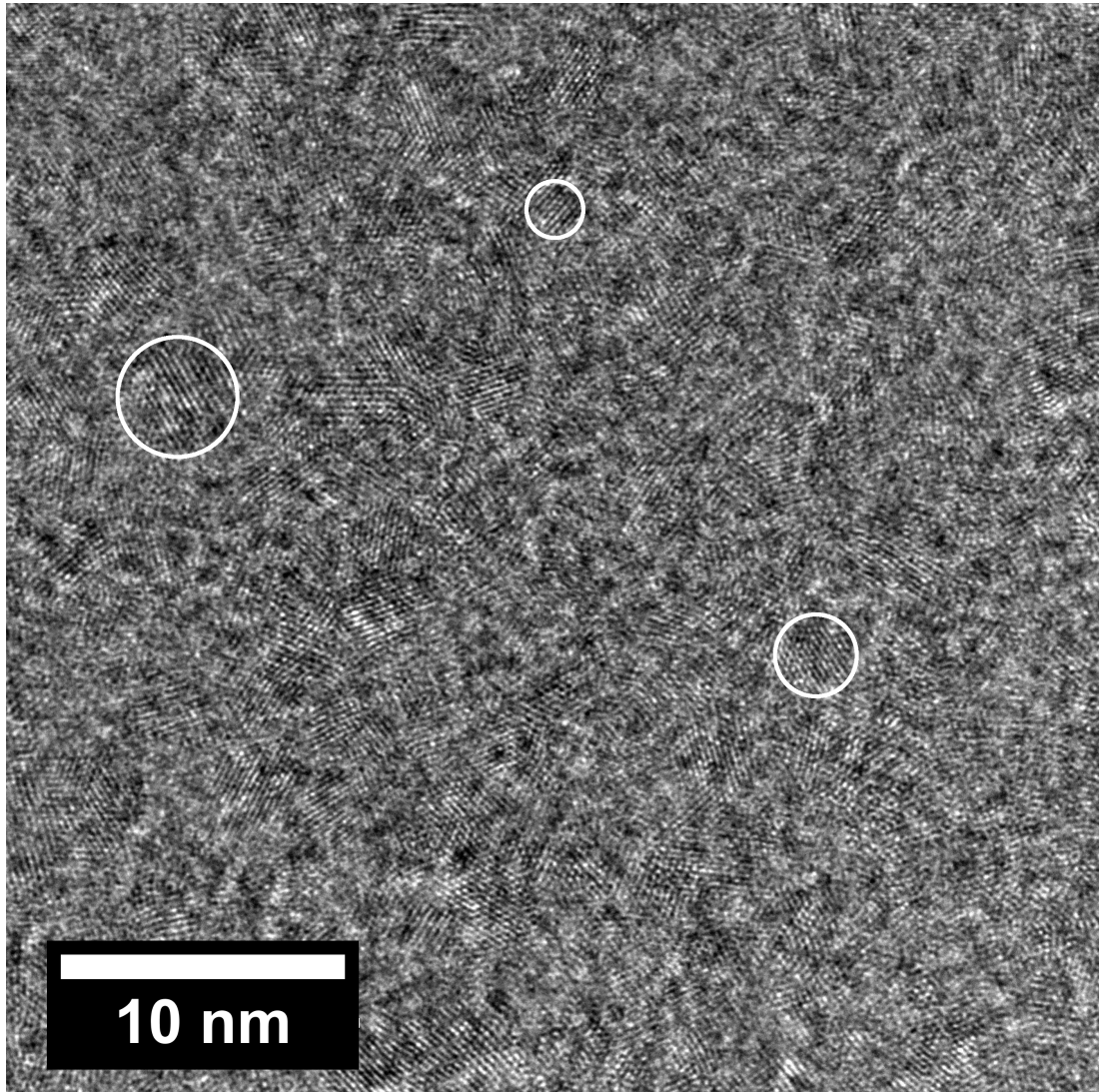


Abbildung A.7.: Hochauflösende Abbildung an der Grenzfläche zwischen der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ und $\text{Ti}_{24}\text{Al}_{44}\text{N}_{32}$ -Schicht. Vergleiche Abbildung 7.27 b).

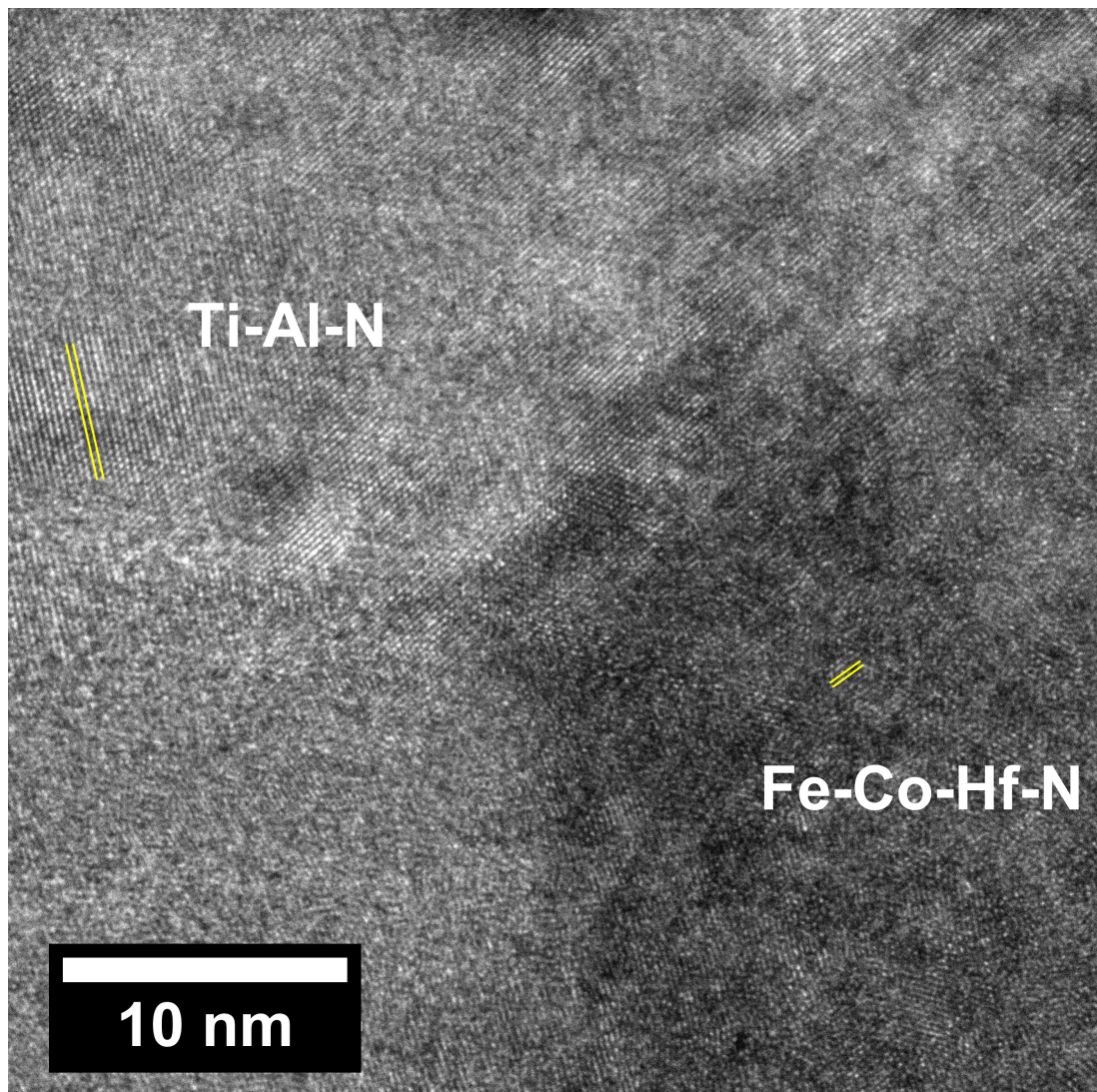


Abbildung A.8.: Hochauflösende Abbildung an der Grenzfläche zwischen der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ und $\text{Ti}_{19}\text{Al}_{35}\text{N}_{46}$ -Zwischenschicht. Vergleiche Abbildung 7.33 b).

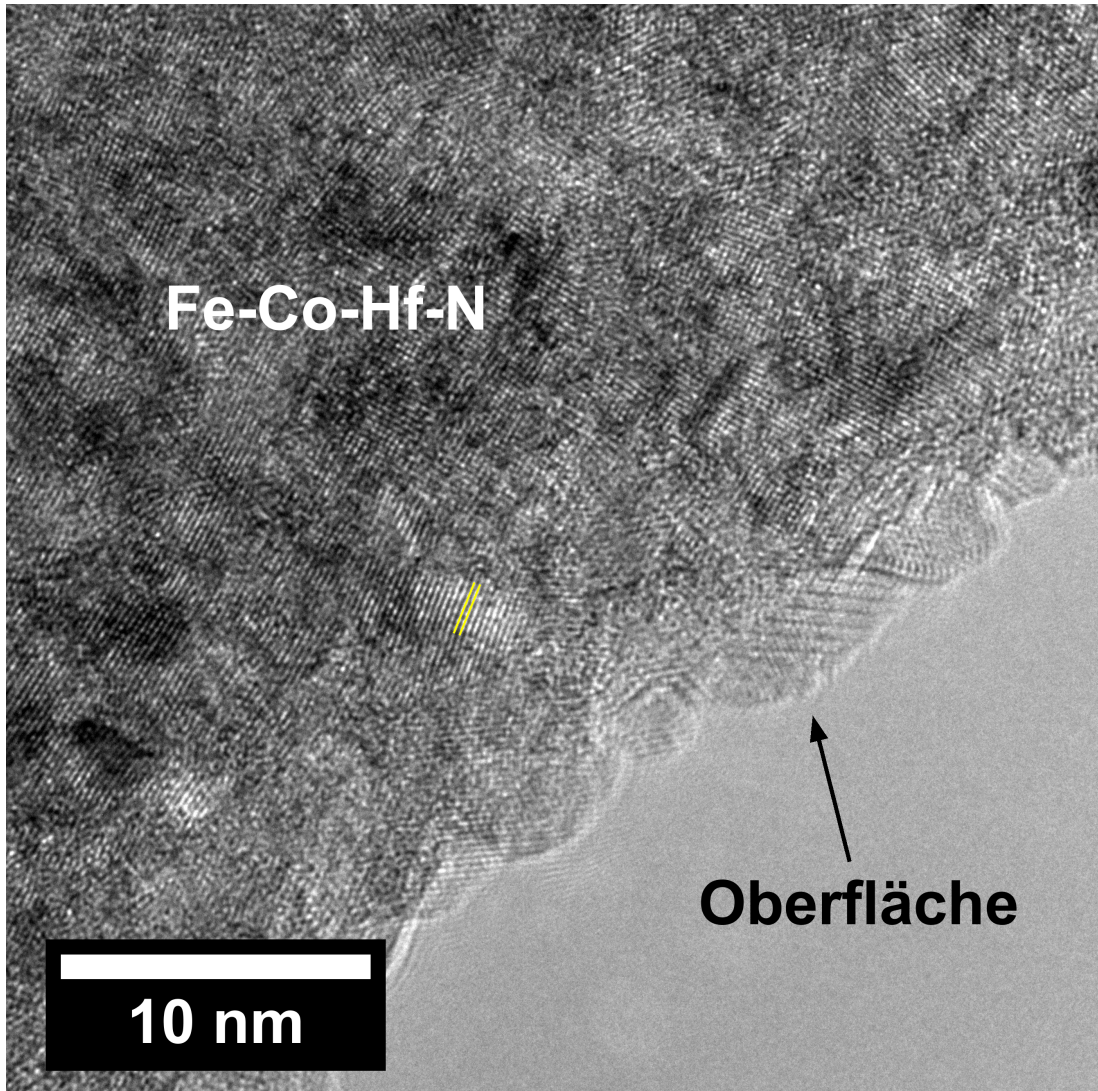


Abbildung A.9.: Hochauflösende Abbildung an der Grenzfläche zwischen der $\text{Fe}_{32}\text{Co}_{45}\text{Hf}_{11}\text{N}_{12}$ Schicht. (Vergleiche Abbildung 7.33 e).

Literaturverzeichnis

- [1] U. H. Heisel, Aufl., *Edition Handbuch der Fertigungstechnik*. Hanser eLibrary, München: Hanser, 2014.
- [2] S. Kurada und C. Bradley, “A review of machine vision sensors for tool condition monitoring”, *Computers in Industry*, 34, Nr. 1, S. 55 – 72, 1997.
- [3] A. Siddhpura und R. Paurobally, “A review of flank wear prediction methods for tool condition monitoring in a turning process”, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 65, Nr. 1, S. 371 – 393, 2013.
- [4] D. E. Dimla, “Sensor signals for tool-wear monitoring in metal cutting operations - a review of methods”, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 40, Nr. 8, S. 1073 – 1098, 2000.
- [5] B. Sick, “On-line and indirect tool wear monitoring in turning with artificial neural networks: A review of more than a decade of research”, *Mechanical Systems and Signal Processing*, 16, Nr. 4, S. 487 – 546, 2002.
- [6] A. G. Rehorn, J. Jiang, und P. E. Orban, “State-of-the-art methods and results in tool condition monitoring: a review”, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 26, Nr. 7, S. 693 – 710, 2005.
- [7] K. Seemann, H. Leiste, M. Stüber, K. Krüger, H. Brunken, A. Ludwig, C. Thede, und E. Quandt, “Combining Sensor and Protective Functionalities in Ferromagnetic Nanocomposite Thin Films for Applications in Harsh Environments”, *Advanced Engineering Materials*, 18, Nr. 5, S. 739 – 745, 2016.
- [8] C. Thede, S. Chemnitz, I. Teliban, C. Bechtold, C. Klever, M. Stüber, und E. Quandt, “Non-contact temperature determination of embedded magnetic

- phases of hard coatings by exploitation of the magnetic hysteresis”, *Sensors and Actuators A: Physical*, 178, S. 104 – 109, 2012.
- [9] K. Krüger, K. Seemann, H. Leiste, M. Stüber, und S. Ulrich, “High-frequency magnetoelastic measurements on Fe-Co-Hf-N/Ti-N multilayer coatings”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 343, S. 42 – 48, 2013.
- [10] 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”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 369, S. 142 – 146, 2014.
- [11] C. Kutter, “Sensoren für die Digitalisierung”, <https://www.edacentrum.de/content/sensoren-für-die-digitalisierung>, entnommen am: 29.07.2018.
- [12] S. Krupička, *Physik der Ferrite und der verwandten magnetischen Oxide*. Braunschweig: Vieweg, 1973.
- [13] W. Demtröder, *Experimentalphysik 2 Elektrizität und Optik*. Berlin, Heidelberg: Springer, 5., überarb. u. erw. Aufl., 2009.
- [14] C. Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik*. München: Oldenbourg, 15., unveränd. Aufl., 2013.
- [15] C. Kittel, “Physical Theory of Ferromagnetic Domains”, *Reviews of Modern Physics*, 21, S. 541 – 583, 1949.
- [16] R. Boll, *Weichmagnetische Werkstoffe: Einführung in den Magnetismus; VAC-Werkstoffe und ihre Anwendungen*. Berlin: Siemens-Aktiengesellschaft, 4., völlig neu überarb. u. erw. Aufl., 1990.
- [17] R. Alben, J. J. Becker, und M. C. Chi, “Random anisotropy in amorphous ferromagnets”, *Journal of Applied Physics*, 49, Nr. 3, S. 1653 – 1658, 1978.
- [18] G. Herzer, “Grain size dependence of coercivity and permeability in nanocrystalline ferromagnets”, *IEEE Transactions on Magnetism*, 26, Nr. 5, S. 1397 – 1402, 1990.

- [19] K. Suzuki, G. Herzer, und J. Cadogan, “The effect of coherent uniaxial anisotropies on the grain-size dependence of coercivity in nanocrystalline soft magnetic alloys”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 177-181, S. 949 – 950, 1998.
- [20] A. Mager, “Über den Einfluß der Korngröße auf die Koerzitivkraft”, *Annalen der Physik*, 446, Nr. 1, S. 15 – 16, 1952.
- [21] M. Kersten, “Zur Theorie der ferromagnetischen Hysterese und der Anfangspermeabilität”, *Z. Physik*, 44, S. 63 – 77, 1943.
- [22] G. Herzer, “Modern soft magnets: Amorphous and nanocrystalline materials”, *Acta Materialia*, 61, Nr. 3, S. 718 – 734, 2013.
- [23] D. Sander, “The magnetic anisotropy and spin reorientation of nanostructures and nanoscale films”, *Journal of Physics: Condensed Matter*, 16, Nr. 20, S. 603 – 636, 2004.
- [24] N. R. Álvarez, J. E. Gómez, A. E. M. Rizzo, M. A. V. Álvarez, und A. Butera, “Critical thickness for stripe domain formation in FePt thin films: Dependence on residual stress”, *Journal of Applied Physics*, 119, Nr. 8, S. 083906 – (1–9), 2016.
- [25] B. Peng and W.L. Zhang and Q.Y. Xie and H.C. Jiang and W.X. Zhang and Y.R. Li, “Study on the magnetic domain and anisotropy of FeCoSiB amorphous films fabricated by strained growth method”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 318, Nr. 1, S. 14 – 17, 2007.
- [26] J.-U. Thiele, L. Folks, M. F. Toney, und D. K. Weller, “Perpendicular magnetic anisotropy and magnetic domain structure in sputtered epitaxial FePt (001) L1₀ films”, *Journal of Applied Physics*, 84, Nr. 10, S. 5686 – 5692, 1998.
- [27] L. K. Varga, Z. Gercsi, G. Kovács, A. Kákay, und F. Mazaleyrat, “Stress-induced magnetic anisotropy in nanocrystalline alloys”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 254-255, S. 477 – 479, 2003.
- [28] C. D. Graham, *Magnetic properties of metals and alloys*. Cleveland, Ohio: American Society of Metals, 5., überarb. u. erw. Aufl., 1959.

-
- [29] L. Néel, “Anisotropie magnétique superficielle et surstructures d’orientation”, *Journal de Physique et le Radium*, 15, Nr. 4, S. 225 – 239, 1954.
- [30] S. Taniguchi und M. Yamamoto, “A Note on a Theory of the Uniaxial Ferromagnetic Anisotropy Induced by Cold Work or by Magnetic Annealing in Cubic Solid Solutions”, *Science reports of the Research Institutes, Tohoku University. Ser. A, Physics, chemistry and metallurgy*, 6, S. 330 – 332, 1954.
- [31] H. Ibach und H. Lüth, *Festkörperphysik: Einführung in die Grundlagen*. Berlin: Springer, 7. Aufl., 2009.
- [32] M. T. Johnson, P. J. H. Bloemen, F. J. A. den Broeder, und J. J. de Vries, “Magnetic anisotropy in metallic multilayers”, *Reports on Progress in Physics*, 59, Nr. 11, S. 1409 – 1458, 1996.
- [33] V. Bekker, *Entwicklung neuartiger thermisch stabiler weichmagnetischer Fe-Co-Al-N und Fe-Co-Ta-N Dünnschichtmaterialien für Hochfrequenzanwendungen*. Dissertation, Universität Karlsruhe, Karlsruhe, 2005.
- [34] K. Seemann, S. Beirle, und H. Leiste, “On the in-plane uniaxial anisotropy formation by using Fe-Co-Zr-N films: A theoretical and experimental investigation”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 413, S. 115 – 120, 2016.
- [35] M. Ležaić, P. Mavropoulos, und S. Blügel, “First-principles prediction of high Curie temperature for ferromagnetic bcc-Co and bcc-FeCo alloys and its relevance to tunneling magnetoresistance”, *Applied Physics Letters*, 90, Nr. 8, S. 082504 – (1–3), 2007.
- [36] J. M. D. Coey, *Magnetism and Magnetic Materials*. Cambridge: Cambridge University Press, 2010.
- [37] H. D. Chopra und M. Wuttig, “Non-Joulian magnetostriction”, *Nature*, 521, S. 340 – 343, 2007.
- [38] T. L. Gilbert, “A phenomenological theory of damping in ferromagnetic materials”, *IEEE Transactions on Magnetics*, 40, Nr. 6, S. 3443 – 3449, 2004.

- [39] 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”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 324, Nr. 11, S. 1926 – 1932, 2012.
- [40] 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”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 321, Nr. 19, S. 3149 – 3154, 2009.
- [41] K. Seemann, H. Leiste, und C. Klever, “Determination of intrinsic FMR line broadening in ferromagnetic $(\text{Fe}_{44}\text{Co}_{56})_{77}\text{Hf}_{12}\text{N}_{11}$ nanocomposite films”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 322, Nr. 20, S. 2979 – 2983, 2010.
- [42] K. Seemann, S. Beirle, und H. Leiste, “Natural ferromagnetic resonance damping optimisation in thin Fe-Co-Zr-N/Ti-Al-N films with in-plane uniaxial anisotropy”, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 50, Nr. 40, S. 405001 – (1–7), 2017.
- [43] J. M. Lock, “Eddy current damping in thin metallic ferromagnetic films”, *British Journal of Applied Physics*, 17, Nr. 12, S. 1645 – 1647, 1966.
- [44] 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”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 345, S. 36 – 40, 2013.
- [45] K. Seemann, H. Leiste, und K. Krüger, “Alternative theoretical approach of the exact ferromagnetic resonance frequency for common sample shapes by considering the phenomenological damping parameter - A tribute to C. Kittel and T. L. Gilbert”, *Magnetic Resonance in Solids*, 16, Nr. 3, S. 1 – 5, 2014.
- [46] C. Kittel, “On the Theory of Ferromagnetic Resonance Absorption”, *Physical Review*, 73, S. 155 – 161, 1948.

-
- [47] V. Bekker, K. Seemann, und H. Leiste, “A new strip line broad-band measurement evaluation for determining the complex permeability of thin ferromagnetic films”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 270, Nr. 3, S. 327– 332, 2004.
- [48] K. Krüger, *Funktionelle PVD-Viellagenschichten aus den Systemen Fe-Co-Hf-N, Ti-N und Ti-Al-N für die Hochfrequenz-Sensorik*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Karlsruhe, 2015.
- [49] H. Frey und G. Kienel, *Dünnschichttechnologie*. Düsseldorf: VDI-Verlag, 1987.
- [50] R. A. Haefler, *Oberflächen- und Dünnschichttechnologie, Teil I : Beschichtungen von Oberflächen*. Berlin, Heidelberg, New York: Springer, 1987.
- [51] F. Paschen, “Über die zum Funkenübergang in Luft, Wasserstoff und Kohlensäure bei verschiedenen Drucken erforderliche Potentialdifferenz”, *Annalen der Physik*, 273, Nr. 5, S. 69 – 96, 1889.
- [52] L. I. Maissel, *Physics of thin films, Band 3*. New York: Academic Press, 1973.
- [53] U. Stroth, *Plasmaphysik : Phänomene, Grundlagen, Anwendungen*. Wiesbaden: Vieweg+Teubner, 1. Aufl., 2011.
- [54] A. Anders, “A structure zone diagram including plasma-based deposition and ion etching”, *Thin Solid Films*, 518, Nr. 15, S. 4087 – 4090, 2010.
- [55] B. Movchan und A. Demchishin, “Structure and Properties of Thick Condensates of Nickel, Titanium, Tungsten, Aluminum Oxides, and Zirconium Dioxide in Vacuum.”, *Fizika Metallov i Metallovedenie*, 28, S. 653 – 660, 1969.
- [56] J. A. Thornton, “Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings”, *Journal of Vacuum Science and Technology*, 11, Nr. 4, S. 666 – 670, 1974.
- [57] S. M. Rossnagel und J. J. Cuomo, “Ion beam bombardment effects during films deposition”, *Vacuum*, 38, Nr. 2, S. 73 – 81, 1988.

- [58] J. S. Colligon, “Energetic condensation: Processes, properties, and products”, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 13, S. 1649 – 1657, 1995.
- [59] D. Teer und B. Delcea, “Grain structure of ion-plated coatings”, *Thin Solid Films*, 54, Nr. 3, S. 295 – 301, 1978.
- [60] R. Messier, A. P. Giri, und R. A. Roy, “Revised structure zone model for thin film physical structure”, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 2, Nr. 2, S. 500 – 503, 1984.
- [61] P. Barna und M. Adamik, “Fundamental structure forming phenomena of polycrystalline films and the structure zone models”, *Thin Solid Films*, 317, Nr. 1, S. 27 – 33, 1998.
- [62] M. E. McHenry, M. A. Willard, und D. E. Laughlin, “Amorphous and nanocrystalline materials for applications as soft magnets”, *Progress in Materials Science*, 44, Nr. 4, S. 291 – 433, 1999.
- [63] V. Bekker, K. Seemann, H. Leiste, und C. Ziebert, “New CMOS compatible soft ferromagnetic materials with in-plane uniaxial anisotropy for h.f. micro-inductor applications”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 290-291, S. 1434 – 1437, 2005.
- [64] M. Pardavi-Horvath, “Microwave applications of soft ferrites”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 215-216, S. 171 – 183, 2000.
- [65] 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 Transactions on Magnetics*, 49, Nr. 7, S. 3870 – 3873, 2013.
- [66] S. Ge, D. Yao, M. Yamaguchi, X. Yang, H. Zuo, T. Ishii, D. Zhou, und F. Li, “Microstructure and magnetism of FeCo-SiO₂ nano-granular films for high frequency application”, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 40, Nr. 12, S. 3660 – 3664, 2007.

- [67] Y. Wu, G.-C. Han, und L. Kong, “Microstructure and microwave permeability of FeCo thin films with Co underlayer”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 322, Nr. 21, S. 3223 – 3226, 2010.
- [68] 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”, *Journal of Applied Physics*, 100, Nr. 9, S. 093912 – (1–5), 2006.
- [69] T.-J. Hwang, J. Lee, K. H. Kim, und D. H. Kim, “Magnetic properties and high frequency characteristics of FeCoN thin films”, *AIP Advances*, 6, Nr. 5, S. 055914 – (1–5), 2016.
- [70] 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*, 516, Nr. 10, S. 3217 – 3222, 2008.
- [71] Z. Lu-Ran, L. Hua, L. Xi, B. Jian-Min, und W. Fu-Lin, “Excellent soft magnetic properties realized in FeCoN thin films”, *Chinese Physics B*, 21, Nr. 3, S. 037502 – (1–4), 2012.
- [72] N. N. Phuoc, G. Chai, und C. K. Ong, “Temperature-dependent dynamic magnetization of FeCoHf thin films fabricated by oblique deposition”, *Journal of Applied Physics*, 112, Nr. 8, S. 083925 – (1–6), 2012.
- [73] S. Li, Z. Huang, J.-G. Duh, und M. Yamaguchi, “Ultrahigh-frequency ferromagnetic properties of FeCoHf films deposited by gradient sputtering”, *Applied Physics Letters*, 92, Nr. 9, S. 092501 – (1–3), 2008.
- [74] G. Suran, H. Niedoba, M. Naili, O. Acher, V. Meyer, C. Boscher, und G. Perrin, “Magnetic properties of CoFeZr amorphous thin films”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 157-158, S. 223 – 224, 1996.
- [75] K. Seemann, H. Leiste, und A. Kovács, “Damping and ferromagnetic resonance linewidth broadening in nanocrystalline soft ferromagnetic Fe-Co-Hf-N films”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 320, Nr. 13, S. 1952 – 1957, 2008.

- [76] 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”, *Journal of Applied Physics*, 87, Nr. 9, S. 5248 – 5250, 2000.
- [77] N. N. Phuoc, L. T. Hung, und C. Ong, “FeCoHfN thin films fabricated by co-sputtering with high resonance frequency”, *Journal of Alloys and Compounds*, 509, Nr. 9, S. 4010 – 4013, 2011.
- [78] C.-L. Kuo, S. Li, und J.-G. Duh, “Development and optimisation of FeCoHfN soft magnetic thin films with high-frequency characteristics”, *Applied Surface Science*, 254, Nr. 22, S. 7417 – 7420, 2008.
- [79] Y. Wang, H. Zhang, D. Wen, Z. Zhong, und F. Bai, “Magnetic and high frequency properties of nanogranular CoFe-TiO₂ films”, *Journal of Applied Physics*, 113, Nr. 17, S. 17A316 – (1–3), 2013.
- [80] 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 Transactions on Magnetics*, 48, Nr. 11, S. 3654 – 3657, 2012.
- [81] 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”, *Journal of nanoscience and nanotechnology*, 10, S. 6411 – 6418, 2010.
- [82] G. Wang, F. Zhang, H. Zuo, Z. Yu, und S. Ge, “Fabrication and Magnetic Properties of Fe₆₅Co₃₅-ZnO Nano-Granular Films”, *Nanoscale Research Letters*, 5, Nr. 7, S. 1107 – 1110, 2010.
- [83] S. Ohnuma, H. Fujimori, T. Masumoto, X. Y. Xiong, D. H. Ping, und K. Hono, “FeCo-Zr-O nanogranular soft-magnetic thin films with a high magnetic flux density”, *Applied Physics Letters*, 82, Nr. 6, S. 946 – 948, 2003.
- [84] L. Li, A. M. Crawford, S. X. Wang, A. F. Marshall, M. Mao, T. Schneider, und R. Bubber, “Soft magnetic granular material Co-Fe-Hf-O for micromagnetic device applications”, *Journal of Applied Physics*, 97, Nr. 10, S. 10F907 – (1–3), 2005.

-
- [85] S. E. Russek, P. Kabos, T. Silva, F. B. Mancoff, D. Wang, Z. Qian, and J. M. Daughton, “High frequency measurements of CoFeHfO thin films”, *IEEE Transactions on Magnetics*, 37, Nr. 4, S. 2248 – 2250, 2001.
- [86] 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”, *Materials Science and Engineering: B*, 139, Nr. 1, S. 37 – 40, 2007.
- [87] N. D. Ha, M.-H. Phan, und C. O. Kim, “Novel nanostructure and magnetic properties of Co-Fe-Hf-O films”, *Nanotechnology*, 18, Nr. 15, S. 155705 – (1–7), 2007.
- [88] S. Ohnuma, N. Kobayashi, T. Masumoto, S. Mitani, und H. Fujimori, “Magnetostriction and soft magnetic properties of $(\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_x)\text{-Al-O}$ granular films with high electrical resistivity”, *Journal of Applied Physics*, 85, Nr. 8, S. 4574 – 4576, 1999.
- [89] Y. Liu, C. Y. Tan, Z. W. Liu, und C. K. Ong, “FeCoSiN film with ordered FeCo nanoparticles embedded in a Si-rich matrix”, *Applied Physics Letters*, 90, Nr. 11, S. 112506 – (1–3), 2007.
- [90] W. Wang, Y. Chen, G. H. Yue, K. Sumiyama, T. Hihara, und D. L. Peng, “Magnetic softness and high-frequency characteristics of $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}\text{-O}$ alloy films”, *Journal of Applied Physics*, 106, Nr. 1, S. 013912 – (1–6), 2009.
- [91] 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 Transactions on Magnetics*, 44, Nr. 11, S. 3899 – 3901, 2008.
- [92] V. Jain, S. Jani, N. Lakshmi, V. Sebastian, V. R. Reddy, K. Venugopalan, und A. Gupta, “Uniaxial anisotropy induced in $^{57}\text{Fe}/\text{Co}/\text{Al}$ multilayers”, *Journal of Applied Physics*, 113, Nr. 23, S. 233906 – (1–4), 2013.
- [93] G. Chai, Z. Wang, G. Wang, W. Sui, und D. Xue, “Adjustable Microwave Properties in FeCoZr/Cu Multilayers”, *IEEE Transactions on Magnetics*, 47, Nr. 10, S. 3115 – 3117, 2011.

- [94] Q. Ma, “Soft magnetic multilayer films with wide frequency band losses and high resistivity”, *Physica Status Solidi (a)*, 208, Nr. 7, S. 1693 – 1697, 2011.
- [95] 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”, *Scripta Materialia*, 62, Nr. 10, S. 766 – 769, 2010.
- [96] Y. Wang, H. Geng, J. B. Wang, S. Nie, L. S. Wang, Y. Chen, und D. L. Peng, “Magnetic properties of $[\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}\text{-O/SiO}_2]_n$ multilayer thin films for high-frequency application”, *Applied Physics A*, 111, Nr. 2, S. 569 – 574, 2013.
- [97] C. V. Falub, M. Bless, R. Hida, M. Meduña, und A. Ammann, “Innovative soft magnetic multilayers with enhanced in-plane anisotropy and ferromagnetic resonance frequency for integrated RF passive devices”, *AIP Advances*, 8, Nr. 4, S. 048002 – (1–14), 2018.
- [98] G. Loizos, G. Giannopoulos, C. Serletis, T. Maity, S. Roy, N. Lupu, H. Kijima, M. Yamaguchi, und D. Niarchos, “Soft Magnetic Multilayered Thin Films for HF Applications”, *Physics Procedia*, 75, S. 1096 – 1103, 2015.
- [99] C. V. Falub, R. Hida, M. Meduña, J. Zweck, J. P. Michel, H. Sibuet, D. Schneider, M. Bless, J. H. Richter, und H. Rohrmann, “Structural and Ferromagnetic Properties of Sputtered FeCoB/AlN Soft Magnetic Multilayers for GHz Applications”, *IEEE Transactions on Magnetics*, 53, Nr. 11, S. 1 – 6, 2017.
- [100] S. X. Wang, N. X. Sun, M. Yamaguchi, und S. Yabukami, “Properties of a new soft magnetic material”, *Nature*, 407, S. 150 – 151, 2000.
- [101] 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”, *Journal of Alloys and Compounds*, 543, S. 197 – 199, 2012.
- [102] D. Li, Z. Wang, X. Han, Y. Li, X. Guo, Y. Zuo, und L. Xi, “Improved high-frequency soft magnetic properties of FeCo films on organic ferroelectric PVDF substrate”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 375, S. 33 – 37, 2015.

- [103] X.-L. Liu, L.-S. Wang, Q. Luo, L. Xu, B.-B. Yuan, und D.-L. Peng, "Preparation and high-frequency soft magnetic property of FeCo-based thin films", *Rare Metals*, 35, Nr. 10, S. 742 – 746, 2016.
- [104] E. Quandt und H. Holleck, "Materials development for thin film actuators", *Microsystem Technologies*, 1, Nr. 4, S. 178 – 184, 1995.
- [105] A. Olabi und A. Grunwald, "Design and application of magnetostrictive materials", *Materials & Design*, 29, Nr. 2, S. 469 – 483, 2008.
- [106] S. A. Wilson, R. P. Jourdain, Q. Zhang, R. A. Dorey, C. R. Bowen, M. Willander, Q. U. Wahab, M. Willander, S. M. Al-hilli, O. Nur, E. Quandt, C. Johansson, E. Pagounis, M. Kohl, J. Matovic, B. Samel, W. van der Wijngaart, E. W. 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", *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 56, Nr. 1, S. 1 – 129, 2007.
- [107] F. T. Calkins, A. B. Flatau, und M. J. Dapino, "Overview of Magnetostrictive Sensor Technology", *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 18, Nr. 10, S. 1057 – 1066, 2007.
- [108] M. Pasquale, "Mechanical sensors and actuators", *Sensors and Actuators A: Physical*, 106, Nr. 1, S. 142 – 148, 2003.
- [109] M. Wun-Fogle, H. T. Savage, und M. L. Spano, "Enhancement of magnetostrictive effects for sensor applications", *Journal of Materials Engineering*, 11, Nr. 1, S. 103 – 107, 1989.
- [110] N. H. Duc, K. Mackay, J. Betz, und D. Givord, "Giant magnetostriction in amorphous $(\text{Tb}_{1-x}\text{Dy}_x)(\text{Fe}_{0.45}\text{Co}_{0.55})_y$ films", *Journal of Applied Physics*, 79, Nr. 2, S. 973 – 977, 1996.
- [111] E. Quandt und A. Ludwig, "Giant magnetostrictive multilayers (invited)", *Journal of Applied Physics*, 85, Nr. 8, S. 6232 – 6237, 1999.
- [112] A. Ludwig, M. Tewes, S. Glasmachers, M. Löhndorf, und E. Quandt, "High-frequency magnetoelastic materials for remote-interrogated stress sensors",

- Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 242-245, S. 1126 – 1131, 2002.
- [113] M. Löhndorf, T. Duenas, M. Tewes, E. Quandt, M. Rühlig, und J. Wecker, “Highly sensitive strain sensors based on magnetic tunneling junctions”, *Applied Physics Letters*, 81, Nr. 2, S. 313 – 315, 2002.
- [114] M. Löhndorf, T. A. Duenas, A. Ludwig, M. Rühlig, J. Wecker, D. Burgler, P. Grünberg, und E. Quandt, “Strain sensors based on magnetostrictive GMR/TMR structures”, *IEEE Transactions on Magnetics*, 38, Nr. 5, S. 2826 – 2828, 2002.
- [115] L. P. Shen, T. Uchiyama, K. Mohri, E. Kita, und K. Bushida, “Sensitive stress-impedance micro sensor using amorphous magnetostrictive wire”, *IEEE Transactions on Magnetics*, 33, Nr. 5, S. 3355 – 3357, 1997.
- [116] K.-H. Shin, M. Inoue, und K.-I. Arai, “Strain sensitivity of highly magnetostrictive amorphous films for use in microstrain sensors”, *Journal of Applied Physics*, 85, Nr. 8, S. 5465 – 5467, 1999.
- [117] H. Yamadera und Y. Nishibe, “Strain-impedance properties of a Co-SiB/Cu/CoSiB layered film”, *Journal of Applied Physics*, 87, Nr. 9, S. 5356 – 5358, 2000.
- [118] C. Binek und B. Doudin, “Magnetoelectronics with magnetoelectrics”, *Journal of Physics: Condensed Matter*, 17, Nr. 2, S. L39 – L44, 2005.
- [119] A. Barthélémy, A. Fert, J.-P. Contour, M. Bowen, V. Cros, J. D. Teresa, A. Hamzic, J. Faini, J. George, J. Grollier, F. Montaigne, F. Pailloux, F. Petroff, und C. Vouille, “Magnetoresistance and spin electronics”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 242-245, S. 68 – 76, 2002.
- [120] T. Duenas, A. Sehrbrock, M. Löhndorf, A. Ludwig, J. Wecker, P. Grünberg, und E. Quandt, “Micro-sensor coupling magnetostriction and magnetoresistive phenomena”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 242-245, S. 1132 – 1135, 2002.

- [121] B. Peng, W. Zhang, W. Zhang, H. Jiang, und S. Yang, “Simulation of stress impedance effect in magnetoelastic films”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 288, S. 326 – 330, 2005.
- [122] E. Quandt und M. Frommberger, “Magnetostrictive LC Circuit Sensors”, *Materials Transactions*, 45, Nr. 2, S. 244 – 248, 2004.
- [123] M. Frommberger, C. Zanke, A. Ludwig, M. Tewes, und E. Quandt, “Processing and application of magnetoelastic thin films in high-frequency devices”, *Microelectronic Engineering*, 67-68, S. 588 – 594, 2003.
- [124] 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”, *Journal of the American Ceramic Society*, 96, Nr. 6, S. 1673 – 1681, 2013.
- [125] S. Stein, M. Wuttig, D. Viehland, und E. Quandt, “Magnetoelectric effect in sputtered composites”, *Journal of Applied Physics*, 97, Nr. 10, S. 10Q301 – (1–3), 2005.
- [126] Y. Wang und J. Atulasimha, “Nonlinear magnetoelectric model for laminate piezoelectric-magnetostrictive cantilever structures”, *Smart Materials and Structures*, 21, Nr. 8, S. 085023 – (1–12), 2012.
- [127] E. Lage, C. Kirchhof, V. Hrkac, L. Kienle, R. Jahns, R. Knöchel, E. Quandt, und D. Meyners, “Exchange biasing of magnetoelectric composites”, *Nature Materials*, 11, S. 523 – 529, 2012.
- [128] C. Bechtold, I. Teliban, C. Thede, S. Chemnitz, und E. Quandt, “Non-contact strain measurements based on inverse magnetostriction”, *Sensors and Actuators A: Physical*, 158, Nr. 2, S. 224 – 230, 2010.
- [129] I. Teliban, S. Chemnitz, C. Thede, C. Bechtold, B. Mozooni, H.-J. Krause, und E. Quandt, “M(H) shape reconstruction using magnetic spectroscopy”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 324, Nr. 6, S. 895 – 902, 2012.
- [130] M. Tewes, M. Löhndorf, A. Ludwig, und E. Quandt, *Wireless Tyre Sensors Based on Amorphous Magneto-Elastic Materials*. Advanced Microsystems

- for Automotive Applications 2001, S. Krueger and W. Gessner, Berlin, Heidelberg: Springer, 2001.
- [131] L. E. Toth, *Transition metal carbides and nitrides*. Refractory materials; 7, New York: Academic Press, 1971.
- [132] W. Lengauer, *Transition Metal Carbides, Nitrides, and Carbonitrides*. Handbook of Ceramic Hard Materials, Wiley-VCH GmbH, 2008.
- [133] S. PalDey und S. Deevi, "Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti,Al)N: a review", *Materials Science and Engineering: A*, 342, Nr. 1, S. 58 – 79, 2003.
- [134] W. Münz, "Titanium aluminum nitride films: A new alternative to TiN coatings", *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 4, Nr. 6, S. 2717 – 2725, 1986.
- [135] H. O. Pierson, *Handbook of refractory carbides and nitrides : properties, characteristics, processing and applications*. Materials science and process technology series: Electronic materials and process technology, Westwood, NJ: Noyes Publ., 1996.
- [136] W. D. Sproul, "Very high rate reactive sputtering of TiN, ZrN and HfN", *Thin Solid Films*, 107, Nr. 2, S. 141 – 147, 1983.
- [137] Z. Peng, H. Miao, L. Qi, S. Yang, und C. Liu, "Hard and wear-resistant titanium nitride coatings for cemented carbide cutting tools by pulsed high energy density plasma", *Acta Materialia*, 51, Nr. 11, S. 3085 – 3094, 2003.
- [138] Z. Peng, H. Miao, W. Wang, S. Yang, C. Liu, und L. Qi, "Hard and wear-resistant titanium nitride films for ceramic cutting tools by pulsed high energy density plasma", *Surface and Coatings Technology*, 166, Nr. 2, S. 183 – 188, 2003.
- [139] G. G. Gnesin, B. A. Lyashenko, S. N. Fomenko, und A. V. Rutkovskii, "Wear resistance in ceramic silicon nitride cutting tools bearing continuous or discrete titanium nitride coatings", *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 36, Nr. 11, S. 648 – 651, 1997.

- [140] E. Santecchia, A. Hamouda, F. Musharavati, E. Zalnezhad, M. Cabibbo, und S. Spigarelli, “Wear resistance investigation of titanium nitride-based coatings”, *Ceramics International*, 41, Nr. 9, Part A, S. 10349 – 10379, 2015.
- [141] L. Hultman, “Thermal stability of nitride thin films”, *Vacuum*, 57, Nr. 1, S. 1 – 30, 2000.
- [142] L. Gao, J. Gstöttner, R. Emling, M. Balden, C. Linsmeier, A. Wiltner, W. Hansch, und D. Schmitt-Landsiedel, “Thermal stability of titanium nitride diffusion barrier films for advanced silver interconnects”, *Microelectronic Engineering*, 76, Nr. 1, S. 76 – 81, 2004.
- [143] H. Yu, T. Tan, W. Wu, C. Tian, Y. An, und F. Sun, “Thermal stability of titanium nitride coatings prepared by the mixing technology with laser and plasma”, *Current Applied Physics*, 12, Nr. 1, S. 152 – 154, 2012.
- [144] P. Panjan, B. Navinšek, A. Cvelbar, A. Zalar, und I. Milošev, “Oxidation of TiN, ZrN, TiZrN, CrN, TiCrN and TiN/CrN multilayer hard coatings reactively sputtered at low temperature”, *Thin Solid Films*, 281-282, S. 298 – 301, 1996.
- [145] H.-Y. Chen und F.-H. Lu, “Oxidation behavior of titanium nitride films”, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 23, Nr. 4, S. 1006 – 1009, 2005.
- [146] H. Prengel, W. Pfouts, und A. Santhanam, “State of the art in hard coatings for carbide cutting tools”, *Surface and Coatings Technology*, 102, Nr. 3, S. 183 – 190, 1998.
- [147] M. K. Harman, S. A. Banks, und W. Hodge, “Wear analysis of a retrieved hip implant with titanium nitride coating”, *The Journal of Arthroplasty*, 12, Nr. 8, S. 938 – 945, 1997.
- [148] M. T. Raimondi und R. Pietrabissa, “The in-vivo wear performance of prosthetic femoral heads with titanium nitride coating”, *Biomaterials*, 21, Nr. 9, S. 907 – 913, 2000.

- [149] A. Serro, C. Completo, R. Colaço, F. dos Santos, C. L. da Silva, J. Cabral, H. Araújo, E. Pires, und B. Saramago, “A comparative study of titanium nitrides, TiN, TiNbN and TiCN, as coatings for biomedical applications”, *Surface and Coatings Technology*, 203, Nr. 24, S. 3701 – 3707, 2009.
- [150] 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”, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 64, Nr. 1, S. 281 – 290, 2013.
- [151] V. R. Parameswaran, J.-P. Immarigeon, und D. Nagy, “Titanium nitride coating for aero engine compressor gas path components”, *Surface and Coatings Technology*, 52, Nr. 3, S. 251 – 260, 1992.
- [152] B. Karlsson, R. Shimshock, B. Seraphin, und J. Haygarth, “Optical properties of CVD-coated TiN, ZrN and HfN”, *Solar Energy Materials*, 7, Nr. 4, S. 401 – 411, 1983.
- [153] A. Mumtaz und W. H. Class, “Color of titanium nitride prepared by reactive dc magnetron sputtering”, *Journal of Vacuum Science and Technology*, 20, Nr. 3, S. 345 – 348, 1982.
- [154] 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”, *Surface and Coatings Technology*, 116-119, S. 296 – 301, 1999.
- [155] J. Wagner, C. Mitterer, M. Penoy, C. Michotte, W. Wallgram, und M. Kathrein, “The effect of deposition temperature on microstructure and properties of thermal CVD TiN coatings”, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 26, Nr. 2, S. 120 – 126, 2008.
- [156] R. Chowdhury, R. D. Vispute, K. Jagannadham, und J. Narayan, “Characteristics of titanium nitride films grown by pulsed laser deposition”, *Journal of Materials Research*, 11, Nr. 6, S. 1458 – 1469, 1996.

-
- [157] B. Major, W. Mróz, T. Wierzchoń, W. Waldhauser, J. Lackner, und R. Ebner, “Pulsed laser deposition of advanced titanium nitride thin layers”, *Surface and Coatings Technology*, 180-181, S. 580 – 584, 2004.
- [158] 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”, *Journal of Applied Physics*, 92, Nr. 8, S. 4255 – 4260, 2002.
- [159] D. M. Sanders und A. Anders, “Review of cathodic arc deposition technology at the start of the new millennium”, *Surface and Coatings Technology*, 133-134, S. 78 – 90, 2000.
- [160] I. G. Brown, “Cathodic ARC Deposition of Films”, *Annual Review of Materials Science*, 28, Nr. 1, S. 243 – 269, 1998.
- [161] D. Arias, Y. Arango, und A. Devia, “Study of TiN and ZrN thin films grown by cathodic arc technique”, *Applied Surface Science*, 253, Nr. 4, S. 1683 – 1690, 2006.
- [162] J. Coad, P. Warrington, R. Newbery, und M. Jacobs, “Titanium nitride coatings by sputter ion plating”, *Materials & Design*, 6, Nr. 4, S. 190 – 195, 1985.
- [163] J. Molarius, A. Korhonen, E. Harju, und R. Lappalainen, “Comparison of cutting performance of ion-plated NbN, ZrN, TiN and (Ti, Al)N coatings”, *Surface and Coatings Technology*, 33, S. 117 – 132, 1987.
- [164] 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*, 415, Nr. 1, S. 151 – 159, 2002.
- [165] I. Petrov, P. B. Barna, L. Hultman, und J. E. Greene, “Microstructural evolution during film growth”, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 21, Nr. 5, S. 117 – 128, 2003.
- [166] U. Helmersson, M. Lattemann, J. Alami, J. Bohlmark, A. Ehasarian, und J. Gudmundsson, “High power impulse magnetron sputtering discharges and

- thin film growth: A brief review”, *Proceedings, Annual Technical Conference - Society of Vacuum Coaters*, S. 458 – 464, 2005.
- [167] D. Ochs, “HIPIMS Power for Improved Thin Film Coatings”, *Vakuum in Forschung und Praxis*, 20, Nr. 4, S. 34 – 38, 2008.
- [168] Q. Luo, S. Yang, und K. Cooke, “Hybrid HIPIMS and DC magnetron sputtering deposition of TiN coatings: Deposition rate, structure and tribological properties”, *Surface and Coatings Technology*, 236, S. 13 – 21, 2013.
- [169] A. Kimura, H. Hasegawa, K. Yamada, und T. Suzuki, “Metastable $Ti_{1-x}Al_xN$ films with different Al content”, *Journal of Materials Science Letters*, 19, Nr. 7, S. 601 – 602, 2000.
- [170] 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*, 195, Nr. 1, S. 99 – 110, 1991.
- [171] 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 Materialia*, 60, Nr. 5, S. 2091 – 2096, 2012.
- [172] G. E. Spriggs, *13.2 Raw materials used in the production of hard materials: Datasheet from Landolt-Börnstein - Group VIII Advanced Materials and Technologies*. Volume 2A2: “Powder Metallurgy Data. Refractory, Hard and Intermetallic Materials” in SpringerMaterials, P. Beiss, R. Ruthardt and H. Warlimont, Berlin, Heidelberg: Springer, 2002.
- [173] K. Andersen, E. Bienk, K. Schweitz, H. Reitz, J. Chevallier, P. Kringhøj, und J. Böttiger, “Deposition, microstructure and mechanical and tribological properties of magnetron sputtered TiN/TiAlN multilayers”, *Surface and Coatings Technology*, 123, Nr. 2, S. 219 – 226, 2000.
- [174] G. Greczynski, J. Lu, M. Johansson, J. Jensen, I. Petrov, J. Greene, und L. Hultman, “Role of Ti^{n+} and Al^{n+} ion irradiation ($n=1, 2$) during $Ti_{1-x}Al_xN$ alloy film growth in a hybrid HIPIMS/magnetron mode”, *Surface and Coatings Technology*, 206, Nr. 19, S. 4202 – 4211, 2012.

- [175] G. Greczynski, J. Lu, J. Jensen, I. Petrov, J. Greene, S. Bolz, W. Kölker, C. Schiffers, O. Lemmer, und L. Hultman, “Strain-free, single-phase metastable $\text{Ti}_{0.38}\text{Al}_{0.62}\text{N}$ alloys with high hardness: metal-ion energy vs. momentum effects during film growth by hybrid high-power pulsed/dc magnetron cosputtering”, *Thin Solid Films*, 556, S. 87 – 98, 2014.
- [176] H. Holleck, “Designing advanced coatings for wear protection”, *Surface Engineering*, 7, Nr. 2, S. 137 – 144, 1991.
- [177] H. Holleck und V. Schier, “Multilayer pvd coatings for wear protection”, *Surface and Coatings Technology*, 76-77, S. 328 – 336, 1995.
- [178] C. Subramanian und K. Strafford, “Review of multicomponent and multilayer coatings for tribological applications”, *Wear*, 165, Nr. 1, S. 85 – 95, 1993.
- [179] I. J. Smith, W. D. Münz, L. A. Donohue, I. Petrov, und J. E. Greene, “Improved $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ PVD Coatings for Dry High Speed Cutting Operations”, *Surface Engineering*, 14, Nr. 1, S. 37 – 42, 1998.
- [180] L. Donohue, D. Lewis, W.-D. Münz, M. Stack, S. Lyon, H.-W. Wang, und D. Rafaja, “The influence of low concentrations of chromium and yttrium on the oxidation behaviour, residual stress and corrosion performance of TiAlN hard coatings on steel substrates”, *Vacuum*, 55, Nr. 2, S. 109 – 114, 1999.
- [181] O. Knotek, A. Barimani, B. Bosserhoff, und F. Löffler, “Structure and properties of magnetron-sputtered TiVN coatings”, *Thin Solid Films*, 193-194, S. 557 – 564, 1990.
- [182] O. Knotek, M. Böhmer, T. Leyendecker, und F. Jungblut, “The structure and composition of Ti-Zr-N , Ti-Al-Zr-N and Ti-Al-V-N coatings”, *Materials Science and Engineering: A*, 105-106, S. 481 – 488, 1988.
- [183] I. Grimberg, V. Zhitomirsky, R. Boxman, S. Goldsmith, und B. Weiss, “Multicomponent Ti-Zr-N and Ti-Nb-N coatings deposited by vacuum arc”, *Surface and Coatings Technology*, 108-109, S. 154 – 159, 1998.
- [184] 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”, *Journal of Materials Science*, 47, Nr. 8, S. 3522 – 3528, 2012.
- [185] G. Abadias, L. 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*, 538, S. 56 – 70, 2013.
- [186] R. Rachbauer, A. Blutmager, D. Holec, und P. Mayrhofer, “Effect of Hf on structure and age hardening of Ti-Al-N thin films”, *Surface and Coatings Technology*, 206, Nr. 10, S. 2667 – 2672, 2012.
- [187] 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”, *Journal of Applied Physics*, 113, Nr. 11, S. 113510 – (1–8), 2013.
- [188] F. Vaz, L. Rebouta, M. Andritschky, M. da Silva, und J. Soares, “Oxidation resistance of (Ti, Al, Si)N coatings in air”, *Surface and Coatings Technology*, 98, Nr. 1, S. 912 – 917, 1998.
- [189] F. Vaz, L. Rebouta, S. Ramos, M. da Silva, und J. Soares, “Physical, structural and mechanical characterization of $Ti_{1-x}Si_xN_y$ films”, *Surface and Coatings Technology*, 108-109, S. 236 – 240, 1998.
- [190] S. Carvalho, F. Vaz, L. Rebouta, D. Schneider, A. Cavaleiro, und E. Alves, “Elastic properties of (Ti,Al,Si)N nanocomposite films”, *Surface and Coatings Technology*, 142-144, S. 110 – 116, 2001.
- [191] P. Hovsepian, D. Lewis, und W.-D. Münz, “Recent progress in large scale manufacturing of multilayer/superlattice hard coatings”, *Surface and Coatings Technology*, 133-134, S. 166 – 175, 2000.
- [192] C. Ziebert und S. Ulrich, “Hard multilayer coatings containing TiN and/or ZrN: A review and recent progress in their nanoscale characterization”, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 24, Nr. 3, S. 554 – 583, 2006.
- [193] J. Longbottom und J. Lanham, “Cutting temperature measurement while machining - a review”, *Aircraft Engineering and Aerospace Technology*, 77, Nr. 2, S. 122 – 130, 2005.

- [194] L. Perring, J. J. Kuntz, F. Bussy, und J. C. Gachon, “Heat capacity measurements by differential scanning calorimetry in the pd-pb, pd-sn and pd-in systems”, *Thermochimica Acta - THERMOCHIM ACTA*, 366, S. 31 – 36, 2001.
- [195] B. Thompson, “IV. An inquiry concerning the source of the heat which is excited by friction”, *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, 88, S. 80 – 102, 1798.
- [196] A. Schmidt und J. Roubik, “Distribution of heat generated in drilling”, *Transactions of the American Society of Mechanical Engineers*, 71, S. 242 – 252, 1949.
- [197] 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”, *Tribology International*, 34, Nr. 10, S. 653 – 682, 2001.
- [198] N. Abukhshim, P. Mativenga, und M. Sheikh, “Heat generation and temperature prediction in metal cutting: A review and implications for high speed machining”, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 46, Nr. 7, S. 782 – 800, 2006.
- [199] M. Davies, T. Ueda, R. M’Saoubi, B. Mullany, und A. Cooke, “On The Measurement of Temperature in Material Removal Processes”, *CIRP Annals*, 56, Nr. 2, S. 581 – 604, 2007.
- [200] A. Goyal, S. Dhiman, S. Kumar, und R. Sharma, “A Study of Experimental Temperature Measuring Techniques used in Metal Cutting”, *Jordan Journal of Mechanical and Industrial Engineering*, 8, S. 82 – 93, 2014.
- [201] P. H. C. R. J. Goldstein und H. D. Chiang, *Measurement of temperature and heat transfer*. Handbook of Heat Transfer, W. M. Rohsenow, J.P. Hartnett and Y. I. Cho, New York: McGraw Hill, 3. Aufl., 1998.
- [202] V. Schulze, J. Michna, J. Schneider, und P. Gumbsch, “Modelling of cutting induced surface phase transformations considering friction effects”, *Procedia Engineering*, 19, S. 331 – 336, 2011. 1st CIRP Conference on Surface Integrity (CSI).

- [203] V. Schulze, F. Zanger, J. Michna, und F. Lang, “3d-fe-modelling of the drilling process - prediction of phase transformations at the surface layer”, *Procedia CIRP*, 8, S. 33 – 38, 2013.
- [204] V. Schulze, F. Zanger, N. Boev, J. Michna, U. Maas, C. Faltin, J. Schneider, und P. Bollig, “Fe-simulation of machining induced phase transformations considering friction as a function of temperature and sliding speed and detailed modeling of the heat transport”, *Advanced Engineering Materials*, 16, Nr. 2, S. 137 – 141, 2014.
- [205] P. Bollig, C. Faltin, R. Schießl, J. Schneider, U. Maas, und V. Schulze, “Considering the influence of minimum quantity lubrication for modelling changes in temperature, forces and phase transformations during machining”, *Procedia CIRP*, 31, S. 142 – 147, 2015. 15th CIRP Conference on Modelling of Machining Operations (15th CMMO).
- [206] S. N. Melkote, W. Grzesik, J. Outeiro, J. Rech, V. Schulze, H. Attia, P.-J. Arrazola, R. M’Saoubi, und C. Saldana, “Advances in material and friction data for modelling of metal machining”, *CIRP Annals*, 66, Nr. 2, S. 731 – 754, 2017.
- [207] F. Ambrosy, F. Zanger, V. Schulze, und I. Jawahir, “An experimental study of cryogenic machining on nanocrystalline surface layer generation”, *Procedia CIRP*, 13, S. 169 – 174, 2014. 2nd CIRP Conference on Surface Integrity (CSI).
- [208] W. Rowe, S. Black, B. Mills, H. Qi, und M. Morgan, “Experimental Investigation of Heat Transfer in Grinding”, *CIRP Annals*, 44, Nr. 1, S. 329 – 332, 1995.
- [209] R. Dewes, E. Ng, K. Chua, P. Newton, und D. Aspinwall, “Temperature measurement when high speed machining hardened mould/die steel”, *Journal of Materials Processing Technology*, 92-93, S. 293 – 301, 1999.
- [210] C. Ramirez, G. Poulachon, F. Rossi, und R. M’Saoubi, “Tool wear monitoring and hole surface quality during cfrp drilling”, *Procedia CIRP*, 13, S. 163 – 168, 2014. 2nd CIRP Conference on Surface Integrity (CSI).

- [211] M. Rizal, J. A. Ghani, M. Z. Nuawi, und C. H. C. Haron, “An embedded multi-sensor system on the rotating dynamometer for real-time condition monitoring in milling”, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 95, Nr. 1, S. 811 – 823, 2018.
- [212] U. Heisel, M. Storchak, P. Eberhard, und T. Gaugele, “Experimental studies for verification of thermal effects in cutting”, *Production Engineering*, 5, Nr. 5, S. 507 – 515, 2011.
- [213] H. Shore, “Thermoelectric measurement of cutting tool temperatures”, *Journal of the Washington Academy of Sciences*, 15, Nr. 5, S. 85 – 88, 1925.
- [214] K. Gottwein, “Measurement of the temperatures in the turning of steels”, *Maschinenbau*, 4, S. 1129 – 1135, 1925.
- [215] E. G. Herbert, “The Measurement of Cutting Temperatures”, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*, 110, Nr. 1, S. 289 – 329, 1926.
- [216] G. Arndt und R. Brown, “On the temperature distribution in orthogonal machining”, *International Journal of Machine Tool Design and Research*, 7, Nr. 1, S. 39 – 53, 1967.
- [217] X. Tian, F. E. Kennedy, J. J. Deacutis, und A. K. Henning, “The Development and Use of Thin Film Thermocouples for Contact Temperature Measurement”, *Tribology Transactions*, 35, Nr. 3, S. 491 – 499, 1992.
- [218] A. Basti, T. Obikawa, und J. Shinozuka, “Tools with built-in thin film thermocouple sensors for monitoring cutting temperature”, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 47, Nr. 5, S. 793 – 798, 2007.
- [219] P. Wright und E. Trent, “Metallographic Methods of Determining Temperature Gradients in Cutting Tools”, *Journal of the Iron and Steel Institute (London)*, 211, S. 364 – 368, 1973.
- [220] S. Kato, K. Yamaguchi, Y. Watanabe, und Y. Hiraiwa, “Measurement of Temperature Distribution Within Tool Using Powders of Constant Melting Point”, *ASME Journal of Engineering for Industry*, 98, Nr. 2, S. 607 – 613, 1976.

- [221] S. Kato und H. Fujii, “PVD Film Method for Measuring the Temperature Distribution in Cutting Tools”, *ASME Journal of Engineering for Industry*, 118, Nr. 1, S. 117 – 122, 1996.
- [222] H. Schallbroch und M. Lang, “Messung der Schnitttemperatur mittels Temperaturanzeigender Farbanstriche”, *VDI-Zeitschrift*, 87, Nr. 1-2, S. 15– 19, 1943.
- [223] R. Ivester, E. Whitenton, und L. Deshayes, “Comparison of measurements and simulations for machining of aluminum”, *Transactions of the North American Manufacturing Research Institute of SME*, 33, S. 429 – 436, 01 2005.
- [224] G. Boothroyd, “Photographic technique for the determination of metal cutting temperatures”, *British Journal of Applied Physics*, 12, Nr. 5, S. 238 – 242, 1961.
- [225] I. Administration, E. P. G. A. M. Group, und G. Boothroyd, “Temperatures in Orthogonal Metal Cutting”, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*, 177, Nr. 1, S. 789 – 810, 1963.
- [226] S. Jeelani, “Measurement of temperature distribution in machining using IR photography”, *Wear*, 68, Nr. 2, S. 191 – 202, 1981.
- [227] J. P. Feist, A. L. Heyes, und S. Seefelt, “Thermographic phosphor thermometry for film cooling studies in gas turbine combustors”, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part A: Journal of Power and Energy*, 217, Nr. 2, S. 193 – 200, 2003.
- [228] R. Teti, K. Jemielniak, G. O’Donnell, und D. Dornfeld, “Advanced monitoring of machining operations”, *CIRP Annals*, 59, Nr. 2, S. 717 – 739, 2010.
- [229] M. Malekian, S. S. Park, und M. B. Jun, “Tool wear monitoring of micro-milling operations”, *Journal of Materials Processing Technology*, 209, Nr. 10, S. 4903 – 4914, 2009.

- [230] A. Attanasio, M. Gelfi, C. Giardini, und C. Remino, “Minimal quantity lubrication in turning: Effect on tool wear”, *Wear*, 260, Nr. 3, S. 333 – 338, 2006.
- [231] J. Jeon und S. Kim, “Optical flank wear monitoring of cutting tools by image processing”, *Wear*, 127, Nr. 2, S. 207 – 217, 1988.
- [232] G. Lunde und P. Anderson, “A study of the wear processes on cemented carbide cutting tool by a radioactive tracer technique”, *International Journal of Machine Tool Design and Research*, 10, Nr. 1, S. 79 – 93, 1970.
- [233] N. Cook und K. Subramanian, “Micro-isotope tool wear sensor”, *Annals of CIRP*, 27, Nr. 1, S. 72 – 78, 1978.
- [234] N. Cook, “Tool wear sensors”, *Wear*, 62, Nr. 1, S. 49 – 57, 1980.
- [235] N. Cook und A. B. Lang, “Criticism of Radioactive Tool-Life Testing”, *Journal of Engineering for Industry*, 85, Nr. 4, S. 381 – 385, 1963.
- [236] A. Wilkinson, “Constriction-resistance concept applied to wear measurement of metal-cutting tools”, *Proceedings of the Institution of Electrical Engineers*, 118, Nr. 2, S. 381 – 386, 1971.
- [237] G. Boothroyd und W. A. Knight, *Fundamentals of machining and machine tools. Manufacturing engineering and materials processing ; 28*, New York [u.a.]: Dekker, 2. Aufl., 1989.
- [238] N. Constantinides und S. Bennett, “An investigation of methods for the on-line estimation of tool wear”, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 27, Nr. 2, S. 225 – 237, 1987.
- [239] S. Rangwala und D. Dornfeld, “Integration of sensors via neural networks for detection of tool wear states”, *American Society of Mechanical Engineers, Production Engineering Division (Publication) PED*, 25, S. 109 – 120, 1987.
- [240] S. Rangwala und D. Dornfeld, “Sensor Integration Using Neural Networks for Intelligent Tool Condition Monitoring”, *Journal of Engineering for Industry*, 112, Nr. 3, S. 219 – 228, 1990.

- [241] T. Özel und Y. Karpaz, “Predictive modeling of surface roughness and tool wear in hard turning using regression and neural networks”, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 45, Nr. 4, S. 467 – 479, 2005.
- [242] Y. Liao, D. Stephenson, und J. Ni, “A multifeature approach to tool wear estimation using 3D workpiece surface texture parameters”, *Journal of Manufacturing Science and Engineering, Transactions of the ASME*, 132, Nr. 6, S. 610081 – 610087, 2010.
- [243] Z. R. Wang, Y. F. Zou, und F. Zhang, “A machine vision approach to tool wear monitoring based on the image of workpiece surface texture”, *Materials Processing Technologies*, 154-155, S. 412 – 416, 2011.
- [244] J. I. El Gomayel und K. D. Bregger, “On-Line Tool Wear Sensing for Turning Operations”, *Journal of Engineering for Industry*, 108, Nr. 1, S. 44 – 47, 1986.
- [245] T. Stöferle und B. Bellmann, *Continuous Measuring of Flank Wear*. Proceedings of the Sixteenth International Machine Tool Design and Research Conference, F. Koenigsberger and S. A. Tobias, London: Macmillan Education UK, 1976.
- [246] S. Choudhury, V. Jain, und C. R. Rao, “On-line monitoring of tool wear in turning using a neural network”, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 39, Nr. 3, S. 489 – 504, 1999.
- [247] S. Jetley und A. Gollajesse, “Measuring tool wear using magnetism,”, *Japan-USA Symposium Flexible Automation - A Pacific Rim Conference, July 11-18, Kobe, Japan*, S. 345 – 347, 1994.
- [248] B. Denkena und H. K. Tönshoff, *Spanen: Grundlagen*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2011.
- [249] H. Engqvist, S. Jacobson, und N. Axén, “A model for the hardness of cemented carbides”, *Wear*, 252, Nr. 5, S. 384 – 393, 2002.
- [250] C. Fernandes und A. Senos, “Cemented carbide phase diagrams: A review”, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 29, Nr. 4, S. 405 – 418, 2011.

- [251] R. Kieffer und F. Benesovsky, *Hartmetalle*. Wien [u.a.]: Springer, 1965.
- [252] S. Ulrich, “Vorlesungsunterlagen - Aufbau und Eigenschaften verschleissfester Werkstoffe”, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2018.
- [253] Z. Z. Fang, X. Wang, T. Ryu, K. S. Hwang, und H. Sohn, “Synthesis, sintering, and mechanical properties of nanocrystalline cemented tungsten carbide - A review”, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 27, Nr. 2, S. 288 – 299, 2009.
- [254] K. Frisk, L. Dumitrescu, M. Ekroth, B. Sunduman, B. Jansson, und O. Kruse, “Development of a database for cemented carbides: Thermodynamic modeling and experiments”, *Journal of Phase Equilibria*, 22, Nr. 6, S. 645 – 655, 2001.
- [255] P. Schwarzkopf, *Cemented carbides*. New York: Macmillan, 1960.
- [256] Sandvik, “Cemented carbide grade property data”, <https://www.hyperion.sandvik.com/en/products/cemented-carbide/metal-cutting-saw-tips/cemented-carbide-grade-property-data/>, entnommen am: 29.07.2018.
- [257] P. Hidnert, “Thermal expansion of cemented tungsten carbide”, *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, 18, Nr. 1, S. 47 – 52, 1937.
- [258] A. M. Gadalla und W. Tsai, “Electrical Discharge Machining of Tungsten Carbide-Cobalt Composites”, *Journal of the American Ceramic Society*, 72, Nr. 8, S. 1396 – 1401, 1989.
- [259] M. V. Frandsen und W. S. Williams, “Thermal Conductivity and Electrical Resistivity of Cemented Transition-Metal Carbides at Low Temperatures”, *Journal of the American Ceramic Society*, 74, Nr. 6, S. 1411 – 1416, 1991.
- [260] R. M. Bozorth, *Ferromagnetism*. An IEEE Press classic reissue, Hoboken, NJ: Wiley, 2003.
- [261] A. Chamberod, P. Villemain, und J. Pauleve, “Magnetic anisotropy and ordering in equiatomic FeCo alloy equilibrium state vs. temperature”, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 33, Nr. 3, S. 593 – 600, 1972.

- [262] 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”, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 33, Nr. 12, S. 1450 – 1459, 2000.
- [263] R. S. Sundar und S. C. Deevi, “Soft magnetic FeCo alloys: alloy development, processing, and properties”, *International Materials Reviews*, 50, Nr. 3, S. 157 – 192, 2005.
- [264] C. Kuhrt und L. Schultz, “Formation and magnetic properties of nanocrystalline mechanically alloyed Fe-Co”, *Journal of Applied Physics*, 71, Nr. 4, S. 1896 – 1900, 1992.
- [265] T. Sourmail, “Near equiatomic FeCo alloys: Constitution, mechanical and magnetic properties”, *Progress in Materials Science*, 50, Nr. 7, S. 816 – 880, 2005.
- [266] I. Ohnuma, H. Enoki, O. Ikeda, R. Kainuma, H. Ohtani, B. Sundman, und K. Ishida, “Phase equilibria in the Fe-Co binary system”, *Acta Materialia*, 50, Nr. 2, S. 379 – 393, 2002.
- [267] T. Nishizawa und K. Ishida, *Binary alloy phase diagrams*. T. B. Massalski, H. Okamoto, P. R. Subramanian und L. Kacprzak, Materials Park, Ohio: ASM International, 1990.
- [268] P. Eckerlin und H. Kandler, *Structure Data of Elements and Intermetallic Phases · CeHg - CoFeS: Datasheet from Landolt-Börnstein - Group III Condensed Matter*. Volume 6: “Structure Data of Elements and Intermetallic Phases” in SpringerMaterials, K.-H. Hellwege und A. M. Hellwege, Berlin, Heidelberg: Springer, 1971.
- [269] G. Couderchon und J. Tiers, “Some aspects of magnetic properties of Ni-Fe and Co-Fe alloys”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 26, Nr. 1, S. 196 – 214, 1982.
- [270] P. Franke und D. Neuschütz, *Binary systems. Part 2: Elements and Binary Systems from B-C to Cr-Zr*. Volume 19B2: Phase Diagrams, Phase Transition Data, Integral and Partial Quantities of Alloys, Landolt-Börnstein - Group IV Physical Chemistry, Berlin, Heidelberg: Springer, 2004.

- [271] G. K. White, “Thermal expansion of magnetic metals at low temperatures”, *Proceedings of the Physical Society*, 86, Nr. 1, S. 159 – 169, 1965.
- [272] A. I. C. Persiano und R. D. Rawlings, “Effect of niobium additions on the structure and magnetic properties of equiatomic iron-cobalt alloys”, *Journal of Materials Science*, 26, Nr. 15, S. 4026 – 4032, 1991.
- [273] H. F. McMurdie, M. C. Morris, E. H. Evans, B. Paretzkin, W. Wong-Ng, Y. Zhang, und C. R. Hubbard, “Standard X-Ray Diffraction Powder Patterns from The JCPDS Research Associateship”, *Powder Diffraction*, 2, Nr. 1, S. 41 – 52, 1987.
- [274] E. Rudy, “The crystal structures of Hf_3N_2 and Hf_4N_3 ”, *Metallurgical and Materials Transactions B*, 1, Nr. 5, S. 1249 – 1252, 1970.
- [275] P. Villars und L. D. Calvert, *Pearsons handbook of crystallographic data for intermetallic phases*. W. B. Pearson, Materials Park, Ohio: American Society for Metals, 2. Aufl., 1991.
- [276] F. W. Glaser, D. Moskowitz, und B. Post, “A Study of Some Binary Hafnium Compounds”, *JOM*, 5, Nr. 9, S. 1119 – 1120, 1953.
- [277] B. C. Schulz, S. DiPietro, C. Weinberger, und G. B. Thompson, “Phase transformations and microstructural features in hafnium nitrides”, *Journal of the European Ceramic Society*, 37, Nr. 15, S. 4532 – 4538, 2017.
- [278] P. R. S. T. B. Massalski, H. Okamoto und L. Kacprzak, *Binary alloy phase diagrams*. Materials Park, Ohio: ASM International, 2. Aufl., 1990.
- [279] C. Ponticaud, A. Guillou, und P. Lefort, “Direct gaseous nitridation of the Ti-6Al-4V alloy by nitrogen”, *Physical Chemistry Chemical Physics*, 2, Nr. 8, S. 1709v–v1715, 2000.
- [280] B. Holmberg, “Structural studies on the titanium-nitrogen system”, *Acta Chemica Scandinavica*, 16, Nr. 5, S. 1255 – 1261, 192.
- [281] G. Lobier und J.-P. Macron, “Structure of a new phase of titanium subnitride Ti_2N ”, *Comptes Rendus Hebdomadaires des Seances de L’Academie des Sciences Serie C*, 268, Nr. 12, S. 1132 – 1135, 1969.

- [282] A. 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 Chemica Scandinavica*, 29a, Nr. 5, S. 563 – 564, 1975.
- [283] C. Vahlas, B. D. Ladouce, P. Chevalier, C. Bernard, und L. Vandembulcke, "A thermodynamic evaluation of the Ti-N system", *Thermochimica Acta*, 180, S. 23 – 37, 1991.
- [284] Y. S. Han, K. B. Kalmykov, S. F. Dunaev, und A. I. Zaitsev, "Solid-state phase equilibria in the Titanium-Aluminum-Nitrogen system", *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, 25, Nr. 5, S. 427 – 436, 2004.
- [285] V. Raghavan, "Al-N-Ti (Aluminum-Nitrogen-Titanium)", *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, 27, Nr. 2, S. 159 – 162, 2006.
- [286] M. W. Barsoum, T. El-Raghy, und A. Procopio, "Characterization of Ti_4AlN_3 ", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 31, Nr. 2, S. 333 – 337, 2000.
- [287] J. Schuster und J. Bauer, "The ternary system titanium-aluminum-nitrogen", *Journal of Solid State Chemistry*, 53, Nr. 2, S. 260 – 265, 1984.
- [288] H. Holleck, "Metastable coatings - Prediction of composition and structure", *Surface and Coatings Technology*, 36, Nr. 1, S. 151 – 159, 1988.
- [289] H. Holleck, "Neue Entwicklung bei PVD-Hartstoffbeschichtungen", *Metall*, 43, Nr. 7, S. 614 – 624, 1989.
- [290] V. Tomashik und P. Perrot, *Al-N-Ti (Aluminium - Nitrogen - Titanium): Datasheet from Landolt-Börnstein - Group IV Physical Chemistry*. Volume 11A3: "Light Metal Systems. Part 3" in SpringerMaterials, G. Effenberg and S. Ilyenko, Berlin, Heidelberg: Springer, 2005.
- [291] H. A. Jehn, S. Hofmann, V. Rückborn, und W. Münz, "Morphology and properties of sputtered (Ti,Al)N layers on high speed steel substrates as a function of deposition temperature and sputtering atmosphere", *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 4, Nr. 6, S. 2701 – 2705, 1986.

- [292] H. Jehn, S. Hofmann, und W.-D. Münz, “(Ti,Al)N Coatings - An Example of 'Ternary' Nitride Hard Coatings.”, *Metall*, 42, Nr. 7, S. 658 – 669, 1988.
- [293] L. Hultman, G. Håkansson, U. Wahlström, J.-E. Sundgren, I. Petrov, F. Adibi, und J. 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*, 205, Nr. 2, S. 153 – 164, 1991.
- [294] Y. Tanaka, T. M. Gür, 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”, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 10, Nr. 4, S. 1749 – 1756, 1992.
- [295] Y. Tanaka, T. M. Gür, M. Kelly, S. B. Hagstrom, und T. Ikeda, “Structure and properties of $(Ti_{1-x}Al_x)N$ films prepared by reactive sputtering”, *Thin Solid Films*, 228, Nr. 1, S. 238 – 241, 1993.
- [296] U. Wahlström, L. Hultman, J.-E. Sundgren, F. Adibi, I. Petrov, und J. Greene, “Crystal growth and microstructure of polycrystalline $Ti_{1-x}Al_xN$ alloy films deposited by ultra-high-vacuum dual-target magnetron sputtering”, *Thin Solid Films*, 235, Nr. 1, S. 62 – 70, 1993.
- [297] Y. Chim, X. Ding, X. Zeng, und S. Zhang, “Oxidation resistance of TiN, CrN, TiAlN and CrAlN coatings deposited by lateral rotating cathode arc”, *Thin Solid Films*, 517, Nr. 17, S. 4845 – 4849, 2009.
- [298] 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”, *Applied Physics Letters*, 83, Nr. 10, S. 2049 – 2051, 2003.
- [299] A. Hörling, L. Hultman, M. Odén, J. Sjöln, und L. Karlsson, “Thermal stability of arc evaporated high aluminum-content $Ti_{1-x}Al_xN$ thin films”, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 20, Nr. 5, S. 1815 – 1823, 2002.
- [300] P. H. Mayrhofer, D. Music, und J. M. Schneider, “Ab initio calculated binodal and spinodal of cubic $Ti_{1-x}Al_xN$ ”, *Applied Physics Letters*, 88, Nr. 7, S. 071922 – (1–3), 2006.

- [301] E.-Y. Yun, W.-J. Lee, Q. M. Wang, und S.-H. Kwon, “Electrical and Corrosion Properties of Titanium Aluminum Nitride Thin Films Prepared by Plasma-Enhanced Atomic Layer Deposition”, *Journal of Materials Science & Technology*, 33, Nr. 3, S. 295 – 299, 2017.
- [302] M. Samani, X. Ding, N. Khosravian, B. Amin-Ahmadi, Y. Yi, G. Chen, E. Neyts, A. Bogaerts, und B. Tay, “Thermal conductivity of titanium nitride/titanium aluminum nitride multilayer coatings deposited by lateral rotating cathode arc”, *Thin Solid Films*, 578, S. 133 – 138, 2015.
- [303] S. Sridharan, H. Nowotny, und S. F. Wayne, “Investigations within the quaternary system titanium-nickel-aluminium-carbon”, *Monatshefte für Chemie / Chemical Monthly*, 114, Nr. 2, S. 127 – 135, 1983.
- [304] W. Jeitschko, H. Nowotny, und F. Benesovsky, “Ti₂AlN, eine stickstoffhaltige H-Phase”, *Monatshefte für Chemie und verwandte Teile anderer Wissenschaften*, 94, Nr. 6, S. 1198 – 1200, 1963.
- [305] I. Petrov, E. Mojab, F. Adibi, J. E. Greene, L. Hultman, und J. Sundgren, “Interfacial reactions in epitaxial Al/Ti_{1-x}Al_xN (0 ≤ x ≤ 0.2) model diffusion-barrier structures”, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 11, Nr. 1, S. 11 – 17, 1993.
- [306] D.-Y. Wang, C.-L. Chang, K.-W. Wong, Y.-W. Li, und W.-Y. Ho, “Improvement of the interfacial integrity of (Ti,Al)N hard coatings deposited on high speed steel cutting tools”, *Surface and Coatings Technology*, 120-121, S. 388 – 394, 1999.
- [307] J. F. Shackelford und W. Alexander, *CRC materials science and engineering handbook*. Boca Raton, Fla. [u.a.]: CRC Press, 3. Aufl., 2001.
- [308] S. Schnurre, J. Gröbner, und R. Schmid-Fetzer, “Thermodynamics and phase stability in the Si-O system”, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 336, Nr. 1, S. 1 – 25, 2004.
- [309] Heraeus, “Eigenschaften von Quarzglas”, https://www.heraeus.com/en/hqs/fused_silica_quartz_knowledge_base/properties/properties.aspx, entnommen am: 29.07.2018.

- [310] H. Tada, A. E. Kumpel, R. E. Lathrop, J. B. Slanina, P. Nieva, P. Zavracky, I. N. Miaoulis, und P. Y. Wong, “Thermal expansion coefficient of polycrystalline silicon and silicon dioxide thin films at high temperatures”, *Journal of Applied Physics*, 87, Nr. 9, S. 4189 – 4193, 2000.
- [311] E. Kobeda und E. A. Irene, “A measurement of intrinsic SiO₂ film stress resulting from low temperature thermal oxidation of Si”, *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics Processing and Phenomena*, 4, Nr. 3, S. 720 – 722, 1986.
- [312] Corning, “HPFS Fused Silica Standard Grade”, <http://www.valleydesign.com/Datasheets/Corning-Fused-Silica-7980.pdf>, entnommen am: 29.07.2018.
- [313] H. Haken und H. C. Wolf, *Atom- und Quantenphysik: Einf hrung in die experimentellen und theoretischen Grundlagen*. Berlin, Heidelberg, New York: Springer, 8.,aktualisierte und erweiterte Aufl., 2004.
- [314] L. Zitzler, *Rasterkraftmikroskopie in fluider Umgebung*. Dissertation, Universitt Ulm, Ulm, 2005.
- [315] D. S. Perloff, “Four-point sheet resistance correction factors for thin rectangular samples”, *Solid-State Electronics*, 20, Nr. 8, S. 681 – 687, 1977.
- [316] J. L. Kerr, “Xliii. on rotation of the plane of polarization by reflection from the pole of a magnet”, *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, 3, Nr. 19, S. 321 – 343, 1877.
- [317] T. Kuschel, “Aufbau einer Apparatur zur Messung des magnetooptischen KERR-EFFEKTS”, Master’s thesis, Universitt Osnabrck, Osnabrck, 2007.
- [318] M. Freiser, “A survey of magneto optic effects”, *IEEE Transactions on Magnetics*, 4, Nr. 2, S. 152 – 161, 1968.
- [319] W. Reim und J. Schoenes, “Chapter 2 Magneto-optical spectroscopy of f-electron systems”, in *Handbook of Ferromagnetic Materials*, 5 of *Handbook of Ferromagnetic Materials*, S. 133 – 236, Elsevier, 1990.

- [320] J. D. Jackson, *Klassische Elektrodynamik*. De Gruyter Studium, Berlin [u.a.]: De Gruyter, 5., überarb. Aufl., 2014.
- [321] C. Thede, *Berührungsloser Temperatur- und Verschleißsensor für magnetisch funktionalisierte Hartstoffschichten*. Dissertation, Christian-Albrechts-Universität zu Kiel, Kiel, 2016.
- [322] H. R. Kirchmayr, “Permanent magnets and hard magnetic materials”, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 29, Nr. 11, S. 2763 – 2778, 1996.
- [323] D. E. Speliotis, G. Bate, J. K. Alstad, und J. R. Morrison, “Hard Magnetic Films of Iron, Cobalt, and Nickel”, *Journal of Applied Physics*, 36, Nr. 3, S. 972 – 974, 1965.
- [324] S. Sun und C. B. Murray, “Synthesis of monodisperse cobalt nanocrystals and their assembly into magnetic superlattices (invited)”, *Journal of Applied Physics*, 85, Nr. 8, S. 4325 – 4330, 1999.
- [325] D. R. H. Lide, Aufl., *CRC handbook of chemistry and physics. A ready-reference book of chemical and physical Data*. Boca Raton, Fla. [u.a.]: CRC Press, 92. Aufl., 2011.
- [326] H. Chang, J. Tsay, Y. C Hung, W. Y Chan, W. B Su, C.-S. Chang, und Y. D Yao, “Investigation of magnetic properties and microstructure of ultrathin co films grown on si(111)-7 x 7 surface”, *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 11, Nr. 3, S. 2696 – 2699, 2011.
- [327] F. Häring, U. Wiedwald, T. Häberle, L. Han, A. Plettl, B. Koslowski, und P. Ziemann, “Geometry-induced spin-ice structures prepared by self-organization on the nanoscale”, *Nanotechnology*, 24, Nr. 5, S. 055305 – (1–6), 2013.
- [328] J. Musil, J. Vlček, und P. Zeman, “Hard amorphous nanocomposite coatings with oxidation resistance above 1000Å°c”, *Advances in Applied Ceramics*, 107, Nr. 3, S. 148 – 154, 2008.
- [329] Z. P. Lu, C. T. Liu, J. R. Thompson, und W. D. Porter, “Structural amorphous steels”, *Phys. Rev. Lett.*, 92, S. 245503 – (1–4), Jun 2004.

-
- [330] J. Vlček, Š. Potocký, J. Cížek, J. Houška, M. Kormunda, P. Zeman, V. Perina, J. Zemek, Y. Setsuhara, und S. Konuma, “Reactive magnetron sputtering of hard si-b-c-n films with a high-temperature oxidation resistance”, *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 23, Nr. 6, S. 1513 – 1522, 2005.
- [331] H. A. Samra, A. Kumar, J. Xia, T. Staedler, und X. Jiang, “Development of a new generation of amorphous hard coatings based on the si-b-c-n-o system for applications in extreme conditions”, *Surface and Coatings Technology*, 223, S. 52 – 67, 2013.
- [332] Q. Jiang, H.-N. Yang, und G.-C. Wang, “Effect of interface roughness on hysteresis loops of ultrathin Co films from 2 to 30 ML on Cu(001) surfaces”, *Surface Science*, 373, Nr. 2, S. 181 – 194, 1997.
- [333] S. J. Steinmüller, C. A. F. Vaz, V. Ström, C. Moutafis, D. H. Y. Tse, C. M. Gürtler, M. Kläui, J. A. C. Bland, und Z. Cui, “Effect of substrate roughness on the magnetic properties of thin fcc co films”, *Physical Review B*, 76, S. 054429 – (1–8), 2007.
- [334] L. Néel, “Magnetisme - Sur un probleme de magnetostatique relatif a des couches minces ferromagnetiques”, *Comptes Rendus Hebdomadaires des Seances de L'Academie des Sciences*, 255, Nr. 14, S. 1545, 1962.
- [335] L. Néel, “Magnetisme - Sur un nouveau mode de couplage entre les animantations de deux couches minces ferromagnetiques”, *Comptes Rendus Hebdomadaires des Seances de L'Academie des Sciences*, 255, Nr. 15, S. 1676, 1962.
- [336] S. H. Crandall, N. C. Dahl, und T. J. Lardner, *An Introduction to the mechanics of solids*. New York: MacGraw-Hill, 2. Aufl., 1959.
- [337] W. H. Meiklejohn und C. P. Bean, “New Magnetic Anisotropy”, *Physical Review*, 105, Nr. 3, S. 904 – 913, 1957.
- [338] W. H. Meiklejohn und C. P. Bean, “New Magnetic Anisotropy”, *Physical Review*, 102, Nr. 5, S. 1413 – 1414, 1956.

- [339] G. Binasch, P. Grünberg, F. Saurenbach, und W. Zinn, “Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer exchange”, *Physical Review B*, 39, Nr. 7, S. 4828 – 4830, 1989.
- [340] M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. N. Van Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuzet, A. Friederich, und J. Chazelas, “Giant Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices”, *Physical Review Letters*, 61, Nr. 21, S. 2472 – 2475, 1988.
- [341] M. Julliere, “Tunneling between ferromagnetic films”, *Physics Letters A*, 54, Nr. 3, S. 225 – 226, 1975.
- [342] P. Bruno, Y. Suzuki, und C. Chappert, “Magneto-optical Kerr effect in a paramagnetic overlayer on a ferromagnetic substrate: A spin-polarized quantum size effect”, *Physical Review B*, 53, Nr. 14, S. 9214 – 9220, 1996.

Publikationen

Im Rahmen dieser Arbeit wurden die Ergebnisse in Form von Artikel in ISI-Referierten Journalen publiziert. Darüber hinaus wurden die Ergebnisse auf nationalen und internationalen Konferenzen in Form von Postern und Vorträgen präsentiert. Eine Liste der Publikationen die im Zusammenhang mit dieser Arbeit entstanden sind, wird im Folgenden aufgetragen.

ISI-referierte Publikationen:

S. Beirle, K. Seemann, H. Leiste , S. Ulrich, „Non-Contact High-Frequency Measurements of Mechanically Loaded Ferromagnetic Thin Films: A New Approach for Torque Sensors“, submitted, 2019.

K. Seemann, S. Beirle, C. Thede, V. Schier, E. Quandt, „Contactless monitoring of temperature change in cutting inserts by application of hard coatings and ferromagnetic film sensor phases“, submitted, 2019.

A. Seidenstücker, S. Beirle, F. Enderle, P. Ziemann, O. Marti, A. Plettl, „Nanoporous silicon nitride-based membranes of controlled pore size, shape and areal density: Fabrication as well as electrophoretic and molecular filtering characterization“, Beilstein Journal of Nanotechnology, 9, S. 1390 - 1398, 2018.

S. Beirle, K. Seemann, H. Leiste , S. Ulrich, „Ferromagnetic Film - Substrate Decoupling for Sensor Applications“, Advanced Engineering Materials, 19, Nr. 12, S. 1700397-(1 - 9), 2017.

K. Seemann, S. Beirle, , H. Leiste, „Natural ferromagnetic resonance damping optimisation in thin Fe-Co-Zr-N/Ti-Al-N films with in-plane uniaxial anisotropy“, Journal of Physics D: Applied Physics, 50, Nr. 40, S. 405001-(1 - 7), 2017.

K. Seemann, S. Beirle, , H. Leiste, „On the in-plane uniaxial anisotropy formation by using Fe-Co-Zr-N films: A theoretical and experimental investigation“, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 413, S. 115 - 120, 2016.

Vorträge:

S. Beirle, K. Seemann, H. Leiste , S. Ulrich, „Hochfrequenzeigenschaften von weichen ferromagnetischen Schichten auf Hartmetallsubstraten - Ein Ansatz für Sensoranwendungen“, 20. Arbeitstagung Angewandte Oberflächenanalytik (AOFA 20), Kaiserslautern, 3. bis 5. September 2018.

S. Beirle, K. Seemann, H. Leiste , S. Ulrich, „High-Frequency Properties of Soft Ferromagnetic Films on Cemented Carbide Substrates - An Approach for Sensor Applications“, 45th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films (ICMCTF), San Diego, 23. bis 27. April 2018.

S. Beirle, K. Seemann , H. Leiste, „Influence of WC-Co on the High-Frequency Properties of Soft Ferromagnetic Fe-Co-Hf-N Films Used for Sensor Application“, DPG-Frühjahrstagung der Sektion Kondensierte Materie, Berlin, 11. bis 16. März 2018.

S. Beirle, K. Seemann , H. Leiste, „Soft ferromagnetic Fe-Co-Hf-N films with in-plane uniaxial anisotropy on WC-Co substrates used as a sensor system for cutting tools“, 3rd Intelligent Materials 2017, Kiel, 07. bis 09. Juni 2017.

Niklas Wolff, Philipp Jordt, Andriy Lotnky, Viola Duppel, Stefan Beirle, Bridget M. Murphy , Lorenz Kienle, „Nanostructure of multifunctional and ultra-thin Fe-Co/TiN (period $\Lambda \approx 2,3$ nm) multilayer thin films“, 19th International Microscopy Congress (IMC19), Sydney, 9. bis 14. September 2018.

K. Seemann, S. Beirle , H. Leiste, „Investigation and impact of the uniaxial anisotropy formation on the magnetisation dynamics in Fe-Co-Zr-N nanocomposite films for temperature sensor applications“, 11th European Magnetic Sensors and

Actuators Conference (EMSA), Turin, 12. bis 15. Juli 2016.

Poster:

S. Beirle, K. Seemann , H. Leiste, „Decoupling Soft Ferromagnetic Fe-Co-Hf-N Films from WC-Co Substrates for Sensor Applications“, 2017 IEEE International Magnetism Conference (INTERMAG), Dublin, 24. bis 28. April 2017.

S. Beirle, K. Seemann , H. Leiste, „Decoupling ferromagnetic properties of Fe-Co-Hf-N films with in-plane uniaxial anisotropy from ferromagnetic WC-Co substrates used as a sensor system for cutting tools“, 11th European Magnetic Sensors and Actuators Conference (EMSA), Turin, 12. bis 15. Juli 2016.

Eidesstattliche Versicherung

Bei der eingereichten Dissertation zu dem Thema „Entwicklung eines ferromagnetischen Schichtsystems auf Hartmetallsubstraten für die Anwendung als Temperatur- und Kraftsensor“ handelt es sich um meine eigenständig erbrachte Leistung. Ich habe nur die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt und mich keiner unzulässigen Hilfe Dritter bedient. Insbesondere habe ich wörtlich oder sinngemäß aus anderen Werken übernommene Inhalte als solche kenntlich gemacht. Die Arbeit oder Teile davon habe ich bislang nicht an einer Hochschule des In- oder Auslands als Bestandteil einer Prüfungs- oder Qualifikationsleistung vorgelegt. Die Richtigkeit der vorstehenden Erklärungen bestätige ich. Die Bedeutung der eidesstattlichen Versicherung und die strafrechtlichen Folgen einer unrichtigen oder unvollständigen eidesstattlichen Versicherung sind mir bekannt.

Aalen, 25. Juni 2019

Ort, Datum

Stefan Beirle

Unterschrift