

**Forschungszentrum Karlsruhe**  
Technik und Umwelt

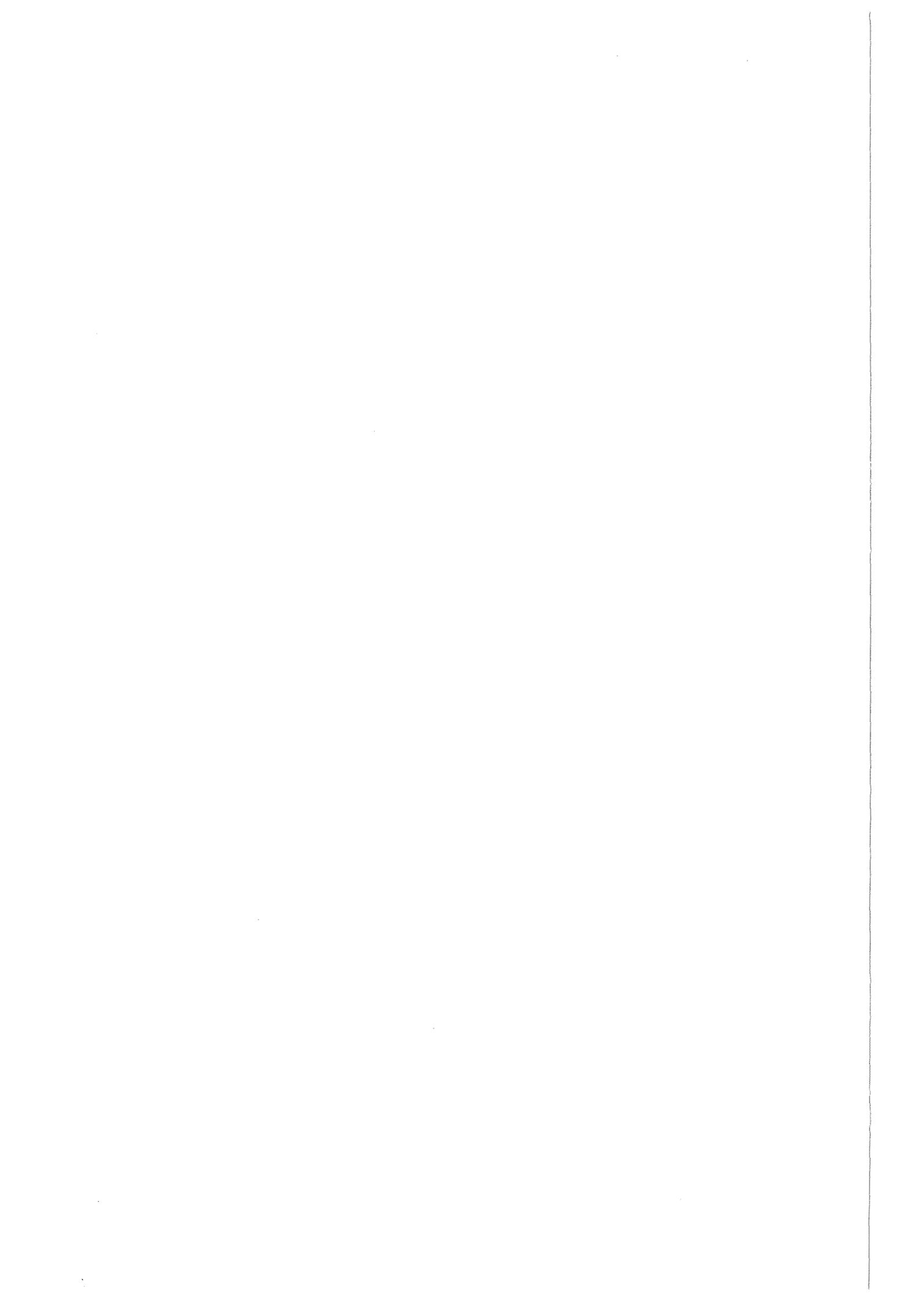
**Wissenschaftliche Berichte**  
FZKA 6364

**Herstellung,  
Charakterisierung  
und Optimierung  
hochmagnetostriktiver  
Viellagenschichten**

**A. Ludwig**  
Institut für Materialforschung

**September 1999**

---



**Forschungszentrum Karlsruhe**

**Technik und Umwelt**

**Wissenschaftliche Berichte**

**FZKA 6364**

**Herstellung, Charakterisierung  
und Optimierung  
hochmagnetostriktiver Viellagenschichten**

**Alfred Ludwig**

**Institut für Materialforschung**

**Von der Fakultät für Maschinenbau der Universität  
Karlsruhe (TH) genehmigte Dissertation**

**Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe**

**1999**

**Als Manuskript gedruckt**  
**Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor**

**Forschungszentrum Karlsruhe GmbH**  
**Postfach 3640, 76021 Karlsruhe**

**Mitglied der Hermann von Helmholtz-Gemeinschaft**  
**Deutscher Forschungszentren (HGF)**

**ISSN 0947-8620**

## Kurzfassung

Die Herstellung, Charakterisierung und Optimierung hochmagnetostriktiver Schichten, insbesondere von Viellagenschichten, die ihre Anwendung als Aktor- und Sensormaterialien in der Mikrosystemtechnik finden sollen, ist Gegenstand der vorliegenden Arbeit. Die Anforderungen an die optimierten Schichten sind eine hohe Magnetostriktion bzw. ein hoher magnetoelastischer Kopplungskoeffizient sowie eine geringe Sättigungs- und Koerzitivfeldstärke.

Mittels des Magnetronsputterverfahrens wurden einlagige Schichten wie  $Tb_{40}Fe_{60}$  und  $Sm_{40}Fe_{60}$  sowie Fe,  $Fe_{50}Co_{50}$ ,  $Fe_{67}Co_{18}B_{14}Si_1$  und  $Co_{80}B_{20}$  abgeschieden und durch eine Variation der Herstellungs- und Nachbehandlungsbedingungen optimiert. Auf dieser Grundlage wurden Viellagenschichten hergestellt, die aus alternierenden Lagen dieser hochmagnetostriktiven Seltenerdmetall-Übergangsmetall-Legierungen und ferromagnetischen Schichten mit einer hohen Magnetisierung bestehen. Durch den viellagigen Schichtaufbau soll eine Reduzierung der Sättigungsfeldstärke unter Beibehaltung einer hohen Magnetostriktion erreicht werden. Die Dicken der alternierenden Lagen wurden im Bereich zwischen 1 und 20 nm gewählt. Es zeigte sich, daß diese Lagendicken und das Lagendickenverhältnis einen wesentlichen Einfluß auf die mechanischen Eigenschaften sowie das magnetische und magnetostriktive Verhalten der Schichten haben. Weiterhin lassen sich durch Glühbehandlungen, insbesondere Magnetfeldglühungen, die Eigenschaften der Viellagenschichten gezielt einstellen.

Die besten Resultate für einlagige Schichten erhält man für TbFe-Schichten, die mit einer Leistung von 300 W mit der Hochfrequenzsputtermethode abgeschieden wurden. Diese Schichten zeigen bei einer externen Magnetfeldstärke  $\mu_0 H_{ext}$  von 0,6 T einen magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten von ca. -36 MPa. (7 nm TbFe / 9 nm FeCo)-Viellagenschichten, die bei 250 bis 280°C geglüht wurden, erreichen einen magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten von bis zu -27 MPa bei einer Sättigungsfeldstärke  $\mu_0 H_s$  von ca. 20 mT; die Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_c$  beträgt dabei etwa 2 mT. Etwas niedrigere Koerzitiv- und Sättigungsfeldstärken zeigen (TbFe/FeCoBSi)-Viellagenschichten, allerdings muß dabei auch eine Reduzierung des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten in Kauf genommen werden. Generell haben optimierte Viellagenschichten im Vergleich zu einlagigen Schichten ein deutlich günstigeres magnetostriktives Verhalten.

Darüber hinaus wurde das Auftreten weiterer Effekte, wie Magnetowiderstandseffekt und  $\Delta E$ -Effekt, bei Viellagenschichten nachgewiesen.

Um potentielle Anwendungen magnetostriktiver dünner Schichten aufzuzeigen, werden Demonstratoren wie eine Mikropumpe, ein linearer und ein rotierender Ultraschallmotor sowie ein Drehmomentsensor vorgestellt.

## **Fabrication, characterisation and optimisation of giant magnetostrictive multilayer films**

### **Abstract**

The topic of this thesis is the fabrication, characterisation and optimisation of giant magnetostrictive thin films, especially multilayer films, which shall be used as materials for actuators and sensors in the field of microsystem technologies. The optimised films should have giant magnetostriction or magnetoelastic coupling coefficients and a low saturation and coercive field.

Single layer films like  $Tb_{40}Fe_{60}$  and  $Sm_{40}Fe_{60}$  as well as Fe,  $Fe_{50}Co_{50}$ ,  $Fe_{67}Co_{18}B_{14}Si_1$  and  $Co_{80}B_{20}$  were deposited using magnetron sputtering. These films were optimised by varying their fabrication and post-deposition treatment parameters. Basing on this, multilayer films were deposited which consist of alternating layers of giant magnetostrictive rare earth-transition metal films and high saturation magnetisation ferromagnetic films. The idea is to achieve a decrease of the saturation field by a multilayer design, while the magnetostriction remains very high. The thickness of the alternating layers was varied between 1 and 20 nm. As a result it became evident that the layer thicknesses and their ratios have a strong influence on the mechanical, magnetic and magnetostrictive properties of the multilayer films. Furthermore these properties of the multilayers can be adjusted by annealing, especially annealing in a magnetic field.

For single layer films the best results were obtained for TbFe-films rf-sputtered with 300 W. These films show a magnetoelastic coupling coefficient of -36 MPa at an external field  $\mu_0 H_{ext} = 0,6$  T. (7 nm TbFe / 9 nm FeCo)-multilayers, which were annealed between 250 and 280°C, show a magnetoelastic coupling coefficient of about -27 MPa with a saturation field  $\mu_0 H_S$  of 20 mT and coercive field  $\mu_0 H_C$  of 2 mT. Lower values of the coercive and the saturation field can be achieved with (TbFe/FeCoBSi)-multilayers, but the value of the magnetoelastic coupling coefficient is lowered at the same time. Generally, the multilayer films show a better magnetostrictive behavior if one compares them with single layer films.

Furthermore it was shown that the magnetoresistance and the  $\Delta E$ -effect can be measured in the multilayer films.

As examples of applications of magnetostrictive thin films demonstrators like a micropump, a linear and a rotating ultrasonic motor and a torque sensor are presented.

---

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>  <b>EINLEITUNG UND AUFGABENSTELLUNG</b></b> .....	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>  <b>LITERATURÜBERSICHT</b></b> .....	<b>4</b>
2.1	<b>  THEORETISCHE GRUNDLAGEN</b> .....	<b>4</b>
2.1.1	<i>Freie Energie magnetischer Materialien</i> .....	4
2.1.2	<i>Magnetische Hysterese</i> .....	8
2.1.3	<i>Magnetostriktion</i> .....	11
2.2	<b>  MAGNETOSTRIKTIVE WERKSTOFFE</b> .....	<b>15</b>
2.2.1	<i>Einphasige Werkstoffe</i> .....	15
2.2.2	<i>Viellagenschichten</i> .....	26
2.3	<b>  ANWENDUNGSFELDER MAGNETOSTRIKTIVER MATERIALIEN</b> .....	<b>31</b>
2.3.1	<i>Kompaktmaterialien</i> .....	31
2.3.2	<i>Materialien in Dünnschichtform</i> .....	34
<b>3</b>	<b>  <b>EXPERIMENTELLE METHODEN</b></b> .....	<b>39</b>
3.1	<b>  HERSTELLUNG MAGNETOSTRIKTIVER SCHICHT-SUBSTRAT-VERBUNDE</b> .....	<b>39</b>
3.1.1	<i>Substrate</i> .....	39
3.1.2	<i>Magnetronspultern ein- und viellagiger Schichten</i> .....	40
3.1.2.1	Sputterprozeß .....	40
3.1.2.2	Sputteranlage .....	42
3.1.2.3	Herstellung von Targets und einlagigen Schichten .....	43
3.1.2.4	Herstellung von Viellagenschichten .....	44
3.1.3	<i>Glühbehandlung</i> .....	45
3.2	<b>  SCHICHTCHARAKTERISIERUNG</b> .....	<b>45</b>
3.2.1	<i>Bestimmung des Schichtaufbaus</i> .....	45
3.2.1.1	Schichtdicke.....	45
3.2.1.2	Chemische Zusammensetzung .....	45
3.2.1.3	Struktur.....	46
3.2.2	<i>Messung magnetischer Eigenschaften</i> .....	47
3.2.2.1	Magnetisierung.....	47
3.2.2.2	Domänenstruktur .....	48
3.2.2.3	Magnetostriktion .....	49
3.2.2.4	Magnetowiderstand .....	50
3.2.3	<i>Messung mechanischer Eigenschaften</i> .....	51
3.2.3.1	Schichteigenspannungen.....	51
3.2.3.2	Elastizitätsmodul und $\Delta E$ -Effekt .....	52
3.2.3.3	Frequenzabhängiges Verhalten von Schicht-Substrat-Verbunden .....	55

<b>4</b>	<b>ERGEBNISSE</b> .....	<b>56</b>
4.1	EINLAGENSCHICHTEN.....	56
4.1.1	<i>Hochmagnetostruktive Schichten auf Seltenerdmetall-Übergangsmetallbasis</i> .....	56
4.1.1.1	Zusammensetzung, Struktur und mechanische Eigenschaften.....	56
4.1.1.2	Magnetisierung.....	59
4.1.1.3	Domänenstruktur.....	60
4.1.1.4	Magnetostraktion.....	61
4.1.1.5	Magnetowiderstand.....	66
4.1.2	<i>Ferromagnetische Schichten</i> .....	66
4.1.2.1	Zusammensetzung, Struktur und mechanische Eigenschaften.....	67
4.1.2.2	Magnetisierung.....	69
4.1.2.3	Domänenstruktur.....	72
4.1.2.4	Magnetostraktion.....	73
4.1.2.5	Magnetowiderstand.....	76
4.2	VIELLAGENSCHICHTEN.....	77
4.2.1	<i>Theorie hochmagnetostruktiver Viellagenschichten</i> .....	77
4.2.2	<i>Zusammensetzung, Struktur und mechanische Eigenschaften</i> .....	82
4.2.3	<i>Magnetisierung</i> .....	97
4.2.4	<i>Domänenstruktur</i> .....	104
4.2.5	<i>Magnetostraktion</i> .....	112
4.2.6	<i><math>\Delta E</math>-Effekt</i> .....	121
4.2.7	<i>Magnetowiderstand</i> .....	123
4.3	LASERUNTERSTÜTZTE MIKROSTRUKTURIERUNG VON AKTOR- UND SENSOR-KOMPONENTEN....	124
4.4	KRÄFTE UND AUSLENKUNGEN VON SCHICHT-SUBSTRAT-VERBUNDEN.....	128
<b>5</b>	<b>DISKUSSION</b> .....	<b>131</b>
5.1	EIN- UND VIELLAGIGE SCHICHTEN.....	131
5.2	DEMONSTRATOREN.....	138
5.2.1	<i>Mikropumpe</i> .....	138
5.2.2	<i>Magnetostruktive Motoren</i> .....	141
5.2.3	<i>Drehmomentsensor</i> .....	143
<b>6</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK</b> .....	<b>145</b>
<b>7</b>	<b>LITERATURVERZEICHNIS</b> .....	<b>148</b>
<b>8</b>	<b>VERZEICHNIS DER SYMBOLE UND ABKÜRZUNGEN</b> .....	<b>154</b>

## 1 Einleitung und Aufgabenstellung

Die Mikrosystemtechnik (MST) versucht einen Beitrag zum allgemeinen technologischen Fortschritt zu leisten, indem sie neuartige Systeme entwickelt, deren Abmessungen im Mikrometerbereich liegen und sich durch einen hohen Grad der Integration unterschiedlicher Funktionen auszeichnen. Dabei bedient sie sich Konzepten und Technologien der Mikroelektronik, wie der Strukturierung durch photolithographische Prozesse und der parallelen Fertigung vieler identischer Strukturen auf einem Substrat. Vollständige Mikrosysteme bestehen aus Aktor- und Sensorelementen sowie Komponenten der Mikroelektronik und der Aufbau- und Verbindungstechnik. Von zentraler Bedeutung für eine erfolgreiche Realisierung von Mikroaktor- und -sensorelementen für Mikrosysteme sind spezielle, für den durch die Anwendung bestimmten Bereich optimierte Werkstoffe. Gegenstand der vorliegenden Arbeit ist daher die Herstellung, Charakterisierung und Optimierung ein- und viellagiger magnetostriktiver dünner Schichten, die aufgrund ihrer besonderen physikalischen Eigenschaften die Grundlage für eine Entwicklung vor allem von Mikroaktoren, aber auch von Mikrosensoren, darstellen.

Aktoren und Sensoren sind Bauelemente, die eine Energieform in eine andere bzw. die Signale wandeln. Im Falle der Aktoren kann die Eingangsgröße beispielsweise magnetische, elektrische oder thermische Energie sein, die Ausgangsgröße ist mechanische Energie. Bei Sensoren ist die bevorzugte Ausgangsgröße elektrisch. Die Energiewandlungsfunktion kann im Fall der Aktoren mit Hilfe von unterschiedlichen Funktionsprinzipien (elektrostatistisch, elektromagnetisch, pneumatisch etc.), die auch bei Makroaktoren Verwendung finden, ausgeführt werden. Allerdings ist es in der Mikrosystemtechnik wie auch in der Mikroelektronik vorteilhaft, eine möglichst hohe Integration von Funktionen und Komponenten zu erreichen. Das heißt, mit möglichst wenig Materialien und einem möglichst einfachen Aufbau der Strukturen die größte Wirkung zu erzielen.

Für derartige Aktor- und Sensorelemente sind besondere Materialien - sogenannte Funktionswerkstoffe oder "Smart Materials" - notwendig, die physikalische Effekte aufweisen, welche direkt als inhärente Werkstoffeigenschaft eine Energiewandlungsfunktion ermöglichen. Magnetostriktive Werkstoffe lassen sich dieser Materialklasse der Funktionswerkstoffe (Tabelle 1) zuordnen. Sie weisen sowohl einen direkten Effekt, die Magnetostriktion nach Joule, als auch einen Umkehreffekt, den sogenannten Villari-Effekt, auf. Sie erlauben daher, sowohl Aktor- als auch Sensorfunktionen auszuführen. Alternative Funktionswerkstoffe sind piezoelektrische Materialien und Formgedächtnislegierungen. Piezoelektrische Funktionswerkstoffe wie Bleizirkonattitanat (PZT) haben gegenüber magnetostriktiven Werkstoffen den Nachteil eines komplizierten Herstellungsprozesses, der die Integrierbarkeit in Mikrosysteme erschwert, ihre Vorteile sind dagegen ein geringer Energieverbrauch und niedrige Versorgungsspannungen, die

eine gute Kompatibilität zur Mikroelektronik gewährleisten. Formgedächtnismaterialien sind aufgrund der Temperaturabhängigkeit des Effektes nur für niedrige Arbeitsfrequenzen geeignet und erlauben keine Umkehrung des Effektes, allerdings können sehr große Kräfte und Dehnungen erreicht werden. Magnetostruktive Werkstoffe weisen gegenüber anderen Funktionswerkstoffen zusätzlich den besonderen Vorteil auf, daß sie über ein magnetisches Feld fernsteuerbar sind. Es stehen daher für die Realisierung von Mikroaktoren und -sensoren eine Reihe komplementärer Funktionswerkstoffe zur Verfügung, wobei die jeweiligen Vor- und Nachteile dieser Werkstoffe die Möglichkeit ihrer Anwendung bestimmen.<sup>1</sup> Die vorliegende Arbeit konzentriert sich auf die Optimierung magnetostruktiver Schichten.

Funktionswerkstoff	Physikalischer Effekt	Beispiel	Eingangsgröße	Ausgangsgröße	Frequenz	MST-Kompatibilität
Magnetostruktive Werkstoffe	Magnetostruktion	TbFe SmFe FeCo Ni	Magnetfeld	mech. Arbeit	hoch	gut
	Villari-Effekt (inverse Magnetostruktion)	Metglas <sup>2</sup> Ni	mech. Spannung	Permeabilitätsänderung	hoch	gut
Piezoelektrische Werkstoffe	Piezoeffekt	PZT, ZnO	elektr. Feld	mech. Arbeit	hoch	mittel
	Inverser Piezoeffekt	PZT, ZnO	mech. Spannung	Änderung des elektr. Feldes	hoch	mittel
Formgedächtniswerkstoffe	Formgedächtniseffekt	TiNi	Temperatur	mech. Arbeit	niedrig	gut

**Tabelle 1:** Übersicht über einige Funktionswerkstoffe, ihre physikalischen Effekte sowie ihre Ein- und Ausgangsgrößen.

Die Herstellung von Mikroaktoren und -sensoren, die auf Funktionswerkstoffen basieren, sollte zu den Technologien der Mikrotechnik kompatibel sein. Die in der vorliegenden Dissertation untersuchten Aktor- und Sensorstrukturen bestehen aus mikrostrukturierten Substraten, auf die dünne magnetostruktive Schichten durch das Verfahren der Kathodenzerstäubung<sup>3</sup> abgeschieden werden. Die Vorteile der Dünnschichttechnik - gegenüber anderen Verfahren zur Herstellung von Funktionswerkstoffen wie beispielsweise Melt-Spinning - sind eine Ermöglichung der Miniaturisierung von Strukturen und deren Integrierbarkeit in industrielle Prozesse (Batchprozesse). Dies sei am Beispiel eines magnetostruktiven Aktors erläutert. Wird

<sup>1</sup> Quandt und Holleck 1998

<sup>2</sup> Metglas ist eine Produktbezeichnung der Firma Allied Signal für spezielle amorphe Legierungen.

<sup>3</sup> Das Kathodenzerstäubungsverfahren wird im folgenden als "Sputtern" bezeichnet.

der Aktor mit einem magnetostriktiven amorphen Band aufgebaut, so muß dieses Band zuerst separat hergestellt und für jeden Aktor seriell fixiert werden. Daher wird dieser Prozeßschritt für sehr kleine Abmessungen immer schwieriger. Ist der Funktionswerkstoff hingegen eine magnetostriktive Schicht, lassen sich diese zwei Prozeßschritte auf einen einzigen reduzieren. Darüber hinaus kann dieser Prozeß für mehrere Aktoren parallel ablaufen, da die Möglichkeit besteht, dünne Schichten photolithographisch zu strukturieren.

Während magnetostriktive Werkstoffe als Kompaktmaterialien in den letzten Jahren schon zahlreiche kommerzielle Anwendungen gefunden haben<sup>4</sup>, erfordert die Anwendung von magnetostriktiven Dünnschichten insbesondere im Bereich der Mikroaktorik noch eine Reihe grundlegender Forschungs- und Entwicklungsarbeiten. Die vorliegende Arbeit möchte hierzu einen Beitrag leisten.

Das Ziel der Arbeit ist daher, mit dem Sputterverfahren ein Material zu entwickeln, das sich durch eine sehr hohe Magnetostriktion auszeichnet. Weiterhin soll dieses Material eine niedrige magnetische und magnetostriktive Sättigungsfeldstärke besitzen, da in der Mikrosystemtechnik nur kleine Magnetfeldstärken zur Ansteuerung von Aktoren bereitgestellt werden können. Im Hinblick auf sensorische Anwendungen sollte das zu entwickelnde Material auch eine möglichst geringe Koerzitivfeldstärke besitzen. Es ist also eine möglichst weitreichende Kombination von hochmagnetostriktiven und weichmagnetischen Eigenschaften in einem Material anzustreben. Vorarbeiten<sup>5</sup> haben gezeigt, daß ein Material, das dem geschilderten Anforderungsprofil entsprechen könnte, keine einfache Legierungsschicht sein kann. Das hier zu entwickelnde Material soll vielmehr als Viellagenschicht aufgebaut werden: der Aufbau des Materials als Viellagenschicht führt zu einer Erweiterung der beeinflussbaren Parameter und kann daher die Verknüpfung auch gegenläufiger Anforderungen in ein und demselben Material ermöglichen. Darüber hinaus ist zu untersuchen, ob das herzustellende Material weitere physikalische Effekte aufweist, welche die eigentliche Aktorfunktion um Sensoreigenschaften erweitern kann. Schließlich sollen mögliche Anwendungen des optimierten Werkstoffes diskutiert werden.

---

<sup>4</sup> Vgl. z.B. Greenough et al. 1995

<sup>5</sup> Ludwig 1996

## 2 Literaturübersicht

Die in dieser Arbeit im Hinblick auf Anwendungen in der Mikroaktorik und -sensorik untersuchten magnetoelastischen Effekte in dünnen Schichten sind durch eine Verknüpfung von magnetischen und mechanischen Erscheinungen gekennzeichnet. Daher werden nachfolgend die relevanten magnetischen Effekte und ihre Abhängigkeit von mechanischen Größen dargestellt. Weiterhin wird der Stand der Technik auf dem Gebiet magnetostriktiver Werkstoffe erläutert. Schließlich werden Anwendungen magnetostriktiver Materialien vorgestellt.

### 2.1 Theoretische Grundlagen

Die Arbeit folgt in diesem Kapitel zum Teil Standardwerken über die Grundlagen des Magnetismus und der Magnetostriktion.<sup>6</sup>

#### 2.1.1 Freie Energie magnetischer Materialien

Das Verhalten eines magnetischen Materials im Magnetfeld, das heißt sein Magnetisierungsprozeß, ist durch das Streben nach der Minimierung seiner freien Energie  $E_{tot}$  bestimmt und kann, wenn die notwendigen Parameter bekannt sind, berechnet werden.

Die freie Energie  $E_{tot}$  eines magnetischen Materials setzt sich nach Formel (1) aus dem Volumenintegral über die magnetostatische Energiedichte  $E_H$ , die Austauschenergiedichte  $E_A$ , die Streufeldenergiedichte  $E_S$ , die Anisotropieenergiedichte  $E_K$  und die magnetoelastische Energiedichte  $E_{me}$  zusammen:

$$E_{tot} = \int [E_H + E_A + E_S + E_K + E_{me}] dV \quad (1)$$

Die Wechselwirkung des Materials mit einem äußeren Magnetfeld  $H_{ext}$  wird durch die magnetostatische Energiedichte beschrieben:

$$E_H = -H_{ext} J \cos \theta \quad (2)$$

Diese Energie wird minimal, wenn das externe Magnetfeld  $H_{ext}$  und die magnetische Polarisation  $J = \mu_0 M$  parallel liegen, das heißt der Winkel  $\theta$  zwischen  $H_{ext}$  und  $J$  gegen Null geht;  $\mu_0$  bezeichnet die Permeabilitätskonstante des Vakuums.

---

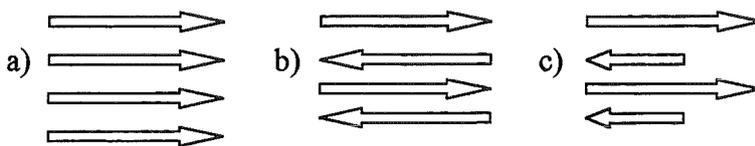
<sup>6</sup> Vgl. z.B. Bozorth 1968, Chikazumi 1978, Handrich und Kobe 1980, Jiles 1991, Kronmüller und Lambeck 1992, McCurrie 1994, Trémolet de Lacheisserie 1993

Austauschwechselwirkungen, wie die intraatomare Austauschwechselwirkung bei Übergangsmetallen oder die indirekte Austauschwechselwirkung bei Seltenerdmetallen, bewirken eine Gleichgewichtsausrichtung der magnetischen Momente zueinander. Für kubische Systeme läßt sich die Austauschenergiedichte wie folgt beschreiben:

$$E_A = A \sum_{i=1}^3 (\nabla \alpha_i)^2 \quad (3)$$

wobei A die Austauschkonstante und  $\alpha_i$  die Richtungskosinusse der Spinvektoren bezüglich der Gleichgewichtsausrichtung bezeichnet.

Bei paralleler Ausrichtung der Momente spricht man von ferromagnetischer Ordnung (z.B. Fe, Co, Ni), bei antiparalleler Ausrichtung von antiferromagnetischer Ordnung (z.B. NiO). Wenn die antiparallel ausgerichteten Momente unterschiedlich groß sind, wird dies als ferrimagnetische Ordnung (z.B. Ferrite, TbFe) bezeichnet (Abbildung 1). Darüber hinaus gibt es weitere geordnete Spinstrukturen, wie spiralförmige, verkantete, sperimagnetische und asperomagnetische.<sup>7</sup>



**Abbildung 1:** Die Ausrichtung der magnetischen Momente bestimmt die magnetische Ordnung: a) ferromagnetische Ordnung, b) antiferromagnetische Ordnung, c) ferrimagnetische Ordnung.

Die magnetische Anisotropie beschreibt eine bevorzugte Ausrichtung der magnetischen Momente in bestimmte Richtungen des Materials. Diese bevorzugten Richtungen werden auch als leichte Richtungen bezeichnet. Im entmagnetisierten Zustand liegt die Magnetisierung in der leichten Richtung. Die Anisotropieenergiedichte ist in der leichten Richtung minimal. Werden die magnetischen Momente um einen Winkel  $\theta$  aus der leichten Richtung gedreht, erhöht sich die Anisotropieenergiedichte. Die Gesamtanisotropie eines Materials setzt sich aus der Kristallanisotropie und induzierten Anisotropien zusammen. Für Materialien mit einer uniaxialen Anisotropie gilt:

$$E_K = K_{u1} \sin^2 \theta + K_{u2} \sin^4 \theta + \dots \quad (4)$$

wobei  $K_{u1,2}$  die Anisotropiekonstanten bezeichnen. Für kubische Kristalle gilt:

$$E_K = K_1 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \dots \quad (5)$$

wobei  $K_{1,2}$  die Anisotropiekonstanten und  $\alpha_{1,2,3}$  die Richtungskosinusse der Magnetisierung bezüglich der drei Achsen bezeichnen. Obwohl in amorphen Materialien keine Kristallanisotropie vorhanden ist, beobachtet man - neben der nicht

<sup>7</sup> Kronmüller und Lambeck 1992, S. 720ff

materialspezifischen Formanisotropie (siehe unten) - die folgenden Anisotropien. Spannungsinduzierte Anisotropien werden durch die Sättigungsmagnetostraktion  $\lambda_s$  des Materials und eine innere, inhomogene Spannungsverteilung im Material oder durch äußere Spannungen  $\sigma$  verursacht und erzeugen einen Anisotropieanteil, der durch

$$K_\sigma \propto \lambda_s \sigma \quad (6)$$

beschrieben wird. Innere Spannungen sind oft herstellungsbedingt und können durch eine Glühbehandlung reduziert werden. Durch Glühung von Materialien in einem Magnetfeld oder durch Anlegen eines Magnetfeldes während des Herstellungsprozesses kann eine richtungsgeordnete Paaranisotropie induziert werden. Üblicherweise wird dazu die Probe bis oberhalb ihrer Curietemperatur erhitzt. Beim Abkühlen im Magnetfeld richten sich benachbarte Atome in der induzierten Vorzugsrichtung aus. Es gilt in vielen Fällen zwischen der richtungsgeordneten Paaranisotropie  $K_o$  und der Magnetisierung  $M$  die Beziehung:

$$K_o \propto M^2 \quad (7)$$

Da in den meisten amorphen Legierungen die Magnetostraktion ungleich Null ist, erhält man Beiträge zur Gesamtanisotropie sowohl von der magnetostriktiven Anisotropie als auch von der Ordnungsanisotropie. Daher ist es möglich, durch geeignete Herstellungs- und Nachbehandlungsbedingungen eine uniaxiale Anisotropie in amorphen Materialien einzustellen. Das Anisotropiefeld  $H_A$  ist das Magnetfeld, welches benötigt wird, um die Magnetisierung aus der leichten Richtung um  $90^\circ$  in die schwere Richtung zu drehen. Für Materialien mit uniaxialer Anisotropie, wie hexagonales Co, gilt:

$$H_A = \frac{2K}{\mu_0 M_s} \quad (8)$$

wobei  $K$  die Anisotropiekonstante,  $M_s$  die Sättigungsmagnetisierung und  $\mu_0$  die Permeabilitätskonstante des Vakuums bezeichnen.

Die Streufeldenergiedichte

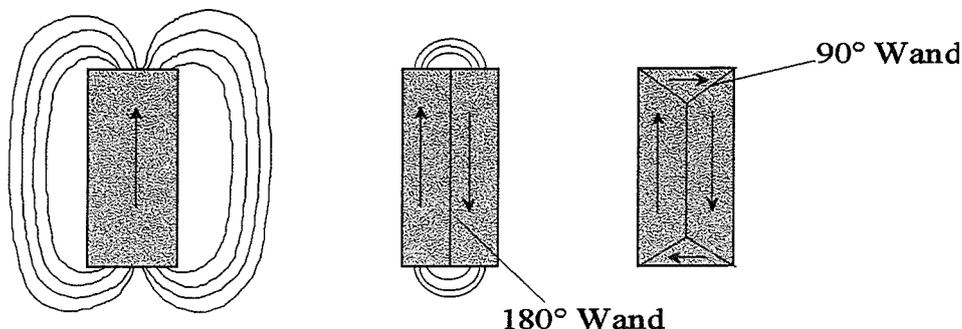
$$E_s = -\frac{1}{2} H_{ST} J \quad (9)$$

mit dem Streufeld

$$H_{ST} = -NM \quad (10)$$

wobei  $N$  der entmagnetisierende Faktor ist und  $M$  die Magnetisierung der Probe bedeutet, führt zur Formanisotropie und zur Bildung von magnetischen Domänen. Eine Domäne ist ein Bereich des Materials, in dem alle magnetischen Momente parallel liegen. Der Domänenbildungsprozeß ist in Abbildung 2 dargestellt. Ein Eindomänen-Teilchen besitzt ein weitreichendes Streufeld. Das dargestellte Teilchen teilt sich in zwei Domänen auf, wenn die Reduzierung der Streufeldenergie größer ist als die Energie, die

zur Bildung einer Domänenwand aufzubringen ist. Eine weitere Reduzierung des Streufeldes wird durch die Bildung komplizierterer Domänenstrukturen ermöglicht. Im dargestellten Beispiel verschwindet das Streufeld durch die Bildung von Domänen, die durch 90°-Domänenwände getrennt sind.



**Abbildung 2:** Schematische Darstellung zur Minimierung der Streufeldenergie durch Domänenbildung. Die Domänen sind durch 180°- bzw. 90°-Wände getrennt.

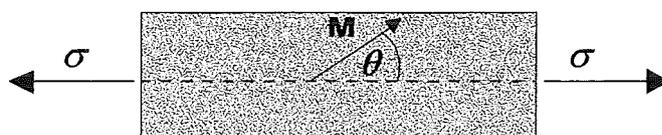
Es wird zwischen Bloch- und Néel-Domänenwänden unterschieden. In der Domänenwand findet eine kontinuierliche Rotation der magnetischen Momente statt. Néel-Domänenwände treten vor allem bei sehr dünnen Schichten auf, da bei ihnen im Gegensatz zu den Blochwänden keine magnetischen Momente aus der Schichtebene zeigen. Die Domänenwandbreite  $\delta$  läßt sich bei Kenntnis der Austauschkonstante  $A$  und der Anisotropiekonstanten  $K$  berechnen:

$$\delta = \pi \sqrt{\frac{A}{K}} \quad (11)$$

Die magnetoelastische Energiedichte für isotrope Ferromagnete

$$E_{me} = -\frac{3}{2} \lambda_s \sigma \cos^2 \theta \quad (12)$$

mit der Sättigungsmagnetostraktion  $\lambda_s$  und der äußeren mechanischen Spannung  $\sigma$  beschreibt die Wechselwirkung der magnetischen Momente mit inneren oder äußeren Spannungen. Dabei wird mit  $\theta$  der Winkel zwischen der Spannungsachse und der Magnetisierungsrichtung bezeichnet. Für positiv magnetostruktive Materialien unter Zugspannungen bedeutet dies, daß sich die Momente in Richtung der Spannungsachse orientieren. Druckspannungen bewirken eine Orientierung senkrecht zur Spannungsachse.



**Abbildung 3:** Schematische Darstellung der magnetoelastischen Wechselwirkung.

Das Verhältnis der magnetoelastischen Energie  $E_{me}$  zur Gesamtenergie  $E_{tot}$  wird durch den magnetomechanischen Kopplungskoeffizienten  $k_{33}$  ausgedrückt. Dieser ist wie folgt definiert<sup>8</sup>:

$$k_{33} = E_{me} / E_{tot} \quad (13)$$

Sowohl für sensorische als auch für aktorische Anwendungen sollte  $k_{33}$  gegen den Grenzwert Eins gehen.

### 2.1.2 Magnetische Hysterese

Das Verhalten eines magnetischen Materials in einem variablen Magnetfeld ist durch seine Hysterese gekennzeichnet. In Abbildung 4 ist ein Teil einer Hystereseschleife dargestellt. Geht man von einem vollständig entmagnetisierten Material aus, führt eine Erhöhung des externen Magnetfeldes zur Ausrichtung der magnetischen Momente durch Wandverschiebungs- und Rotationsprozesse. Dies führt zu einer Magnetisierung  $M$  des Materials. Die Magnetisierung des Materials steigt weiter an, bis die Sättigungsmagnetisierung  $M_S$  erreicht wird. Dieser Teil der Magnetisierungskurve wird Neukurve genannt. Wird die äußere Magnetfeldstärke von der Sättigungsfeldstärke ausgehend reduziert, folgt die Magnetisierung nicht der Neukurve, da Wandverschiebungsprozesse zum Teil irreversibel durch sogenannte Barkhausensprünge ablaufen. Der Wert der Magnetisierung des Materials bei einer auf Null reduzierten äußeren Magnetfeldstärke wird als Remanenzmagnetisierung  $M_R$  bezeichnet. Um die Magnetisierung des Materials auf Null zu reduzieren, muß die Koerzitivfeldstärke  $H_C$  aufgebracht werden. Je nach Größe der Koerzitivfeldstärke unterscheidet man zwischen hartmagnetischen ( $H_C > 1000$  A/m) und weichmagnetischen Materialien ( $H_C < 1000$  A/m).

Weiterhin zeichnen sich weichmagnetische Werkstoffe durch hohe Permeabilitätswerte aus. Die Permeabilität  $\mu$  ist das Verhältnis der Induktion  $B$  zur Feldstärke  $H$ , wobei die magnetische Induktion  $B$  wie folgt definiert ist:

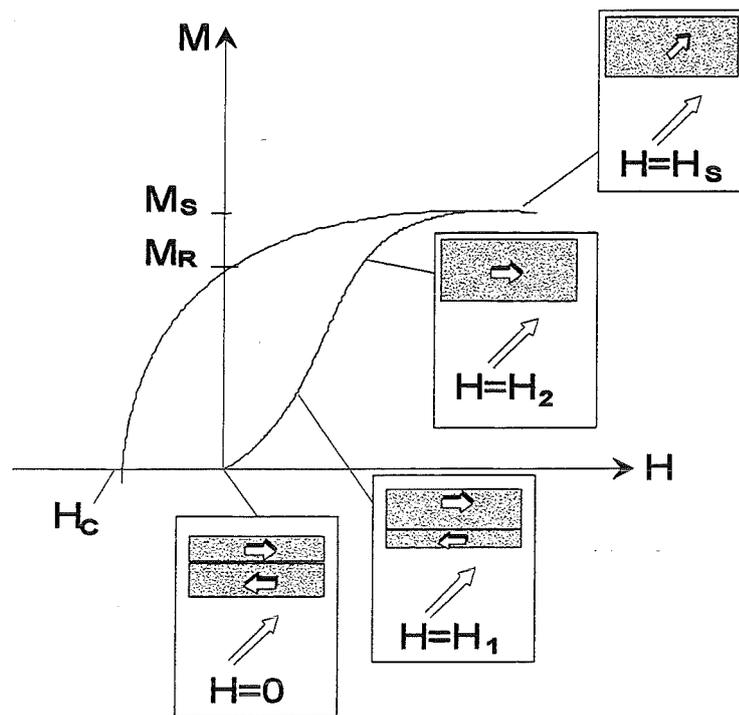
$$B = \mu_0(H + M) = \mu_0 H + J \quad (14)$$

$\mu_0$  bezeichnet die Permeabilität des Vakuums,  $J$  die magnetische Polarisierung. Die Permeabilität  $\mu$  kann über folgende Beziehung in die Suszeptibilität  $\chi$  umgerechnet werden:

$$\chi = \mu - 1 \quad (15)$$

---

<sup>8</sup> Hinz und Voigt 1989, S. 100



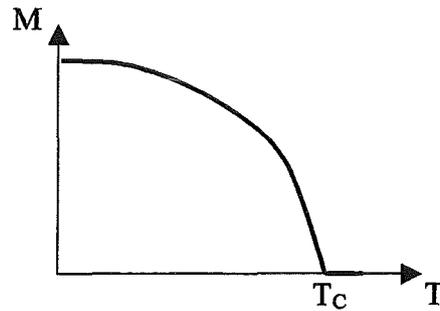
**Abbildung 4:** Darstellung von Magnetisierungsprozessen in der Neukurve und einem Teil der Hystereseschleife. In den Kästen sind magnetische Domänen, ihre Magnetisierungsvektoren und die Richtung und Stärke des äußeren Magnetfeldes dargestellt ( $H_s > H_2 > H_1$ ).<sup>9</sup>

Es wird zwischen strukturabhängigen und -unabhängigen intrinsischen Eigenschaften magnetischer Materialien unterschieden.<sup>10</sup> Zu den ersten gehören Größen wie Permeabilität  $\mu$ , Koerzitivfeldstärke  $H_c$ , Hystereseverlust  $W_h$ , zu den zweiten beispielsweise die Sättigungsmagnetisierung  $M_s$ , Curietemperatur  $T_c$ , Sättigungsmagnetostraktion  $\lambda_s$  und die Kristallanisotropie  $K$ . Strukturabhängige Eigenschaften können durch Herstellungs- und Nachbehandlungsprozesse optimiert werden.

Die durch die Austauschwechselwirkung verursachte Ausrichtung der magnetischen Momente ist ein Ordnungszustand, der bis zu einer Grenztemperatur, der sogenannten Curietemperatur  $T_c$ , bestehen bleibt. Die Magnetisierung eines ferromagnetischen Materials ist beim absoluten Nullpunkt maximal und sinkt mit zunehmender Temperatur. Diese Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung ist in Abbildung 5 schematisch dargestellt.

<sup>9</sup> Vgl. McCurrie 1994, S. 3

<sup>10</sup> Bozorth 1968, S. 14



**Abbildung 5:** Schematische Darstellung der Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung. Die Magnetisierung ist bei  $T = 0$  K maximal und verschwindet bei  $T_C$ .

Die bisherige Darstellung des Teilkapitels behandelte das Verhalten magnetischer Materialien bei quasistatischen Magnetisierungsprozessen. Bei Wechselfeldern sind die Magnetisierungsprozesse durch eine Veränderung der Form der Hystereseschleife, meist einer Verbreiterung, und durch eine Grenzfrequenz, bei der die Permeabilität des Materials drastisch sinkt, gekennzeichnet. Mit steigender Frequenz erhöhen sich die Ummagnetisierungsverluste, die proportional zur Fläche der Hystereseschleife sind. Die Grenzfrequenz wird einerseits durch die vom Wechselfeld induzierten Wirbelströme bestimmt (Wirbelstromgrenzfrequenz), andererseits durch Spinrelaxationsprozesse (gyromagnetische Grenzfrequenz). Für die Wirbelstromgrenzfrequenz  $f_w$  gilt:<sup>11</sup>

$$f_w = \frac{4\rho}{\pi\mu_0\mu_i d^2} \quad (16)$$

wobei  $\rho$  den spezifischen elektrischen Widerstand,  $\mu_0$  die Permeabilität des Vakuums,  $\mu_i$  die Anfangspermeabilität und  $d$  die Dicke der Schicht bezeichnen. Daraus folgt für die Optimierung von Materialien, die bei hohen Frequenzen eingesetzt werden sollen, daß ihr spezifischer Widerstand  $\rho$  möglichst hoch sein muß, während die Permeabilitätswerte eher niedrig sein sollten.

<sup>11</sup> Boll 1990, S. 107

### 2.1.3 Magnetostriktion

Unter Magnetostriktion versteht man die magnetfeldabhängige elastische Änderung der Gestalt oder des Volumens eines Materials. Diese Änderung kann im Fall der Volumenmagnetostriktion bei unveränderter Gestalt erfolgen. Erfolgt eine Änderung der Gestalt bei konstantem Volumen, spricht man von Gestalts- oder auch Joule-Magnetostriktion. Die magnetostriktive Längenänderung  $dl$  bezogen auf die Länge  $l$  der Probe wird als Magnetostriktion  $\lambda$  bezeichnet:

$$\lambda = \frac{dl}{l} \quad (17)$$

Es wird zwischen positiv und negativ magnetostriktiven Materialien unterschieden: während erstere sich bei Anlegen eines Magnetfeldes in der Richtung des angelegten Magnetfeldes verlängern, verkürzen sich letztere. Prinzipiell weisen alle Werkstoffe eine Magnetostriktion auf. Beispiele für technisch nutzbare positiv magnetostriktive Materialien sind TbFe und FeCo, für negativ magnetostriktive Materialien seien als Beispiele SmFe und Ni genannt. Weichmagnetische Legierungen zeigen Magnetostriktionen zwischen  $-35 \times 10^{-6}$  und  $130 \times 10^{-6}$ . Bei Seltenerdmetall-Legierungen können Magnetostriktionswerte bis  $2,5 \times 10^{-3}$  erreicht werden.<sup>12</sup> Die Seltenerdmetalle Tb und Dy zeigen bei cryogenen Temperaturen Magnetostriktionswerte bis zu  $10^{-2}$ .<sup>13</sup> Die Ursachen der Magnetostriktion liegen in der Spin-Bahn-Kopplung. Es findet eine Wechselwirkung zwischen dem Kristallfeld und anisotropen Ladungsverteilungen, wie bei den 4f-Orbitalen der Seltenerdmetalle, in einer Weise statt, daß die Gesamtenergie minimiert wird. Über die Spin-Bahn-Kopplung müssen die Spins der Elektronen dieser Orientierung folgen. Ändert sich die Ausrichtung der Spins durch ein äußeres Magnetfeld, müssen die Orbitale ebenfalls eine neue Lage einnehmen, um die Gesamtenergie zu minimieren.

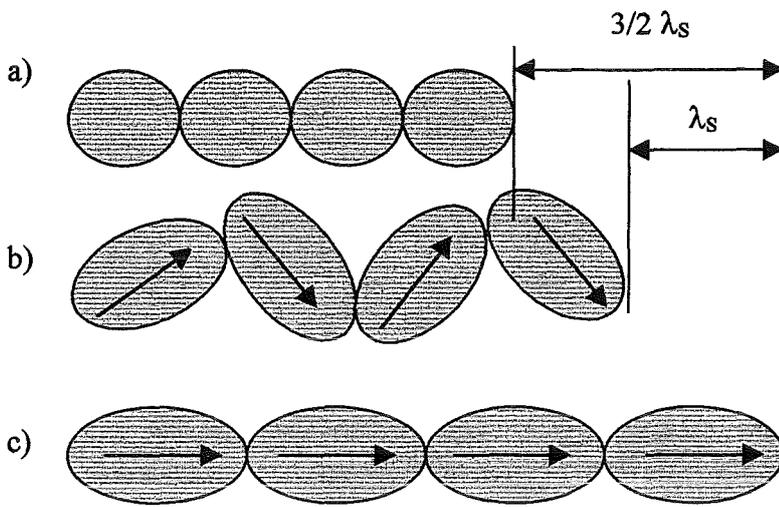
Ein makroskopisches Modell der Magnetostriktion<sup>14</sup> isotroper Festkörper ist in Abbildung 6 dargestellt. Vom paramagnetischen Zustand ausgehend, kommt es beim Unterschreiten der Curietemperatur  $T_C$  zur ferromagnetischen Ordnung und damit zur Bildung von Domänen. Die im paramagnetischen Zustand kreisförmig dargestellten Werkstoffbereiche verformen sich aufgrund der spontanen Magnetisierung zu Ellipsoiden. Dies führt zu einer spontanen Magnetostriktion. Da isotropes Werkstoffverhalten vorausgesetzt wird, kann man annehmen, daß alle Domänenrichtungen mit gleicher Wahrscheinlichkeit vorhanden sind und alle Dehnungen gleichberechtigt sind. Es kommt also zu einer gestaltsinvarianten Dimensionsänderung. Die feldinduzierte Magnetostriktion resultiert aus der Ausrichtung der magnetischen Momente in den

<sup>12</sup> Clark 1980, S. 551

<sup>13</sup> Quandt und Clark 1998

<sup>14</sup> Jiles 1991, S. 98ff

spontan magnetisierten Domänen in Richtung eines von außen angelegten Magnetfeldes.



**Abbildung 6:** Makroskopisches Modell der Magnetostraktion: a) paramagnetischer Zustand, b) ferromagnetischer Zustand, c) Zustand bei angelegtem magnetischen Sättigungsfeld. Die Pfeile symbolisieren die Richtung der magnetischen Momente.

In den meisten Fällen kann kein isotropes Werkstoffverhalten vorausgesetzt werden. So ist die Magnetostraktion in kubischen Materialien in den unterschiedlichen Kristallachsen verschieden. Für polykristalline, untexturierte, kubische Materialien gilt<sup>15</sup>:

$$\lambda_s = \frac{2}{5} \lambda_{100} + \frac{3}{5} \lambda_{111} \quad (18)$$

wobei  $\lambda_{100}$  und  $\lambda_{111}$  die Sättigungsmagnetostraktion der (100) bzw. (111) Richtung bezeichnen.

In Tabelle 2 sind charakteristische Verläufe der magnetostriktiven bzw. der magnetischen Hysterese für den Magnetostriktions- und den Villari-Effekt (Umkehrereffekt der Magnetostraktion) jeweils für positiv und negativ magnetostriktive Werkstoffe dargestellt. Bei einem positiv magnetostriktiven Material kommt es beim Anlegen eines magnetischen Feldes in der Schichtebene parallel zur Magnetfeldrichtung zu einer Verlängerung der Probe; diese Dehnung wird mit  $\lambda_{\parallel}$  bezeichnet. In der Richtung senkrecht zum Magnetfeld dagegen verkürzt sich die Probe, diese Dehnung wird mit  $\lambda_{\perp}$  bezeichnet. Bei isotropen Materialien ist  $\lambda_{\perp} = -0,5 \lambda_{\parallel}$ . Bei negativ magnetostriktiven Materialien verkürzt sich die Probe parallel zu dem in der Schichtebene angelegten Magnetfeld, das heißt,  $\lambda_{\parallel}$  hat ein negatives Vorzeichen. Bei Materialien mit einer

<sup>15</sup> Jiles 1991, S. 103

isotropen leichten Ebene ist  $\lambda_{\perp} = -\lambda_{\parallel}$ .<sup>16</sup> Zur Bestimmung der Sättigungsmagnetostraktion müssen Messungen der Magnetostraktion sowohl parallel als auch senkrecht in der Schichtebene erfolgen, da in der Regel weder die Anisotropie des Materials bekannt ist, noch ein ideal entmagnetisierter Zustand angenommen werden kann. Die Sättigungsmagnetostraktion ergibt sich dann aus:

$$\lambda_s = \frac{2}{3}(\lambda_{\parallel} - \lambda_{\perp}) \quad (19)$$

Für polykristalline Proben, deren Momente vollständig ausgerichtet sind und bei der die Richtung des äußeren Magnetfeldes senkrecht zur Richtung der Momente steht, läßt sich ein formelmäßiger Zusammenhang zwischen dem Verlauf der Magnetostraktion und dem der Magnetisierung angeben:

$$\lambda = \frac{3}{2}\lambda_s\left(\frac{M}{M_s}\right)^2 \quad (20)$$

Ein Beispiel für ein solches Material ist TbDyFe unter hohem Druck; der Magnetisierungsprozeß resultiert unter diesen Bedingungen nur aus der Rotation der magnetischen Momente.

Beim inversen magnetostriktiven Effekt, dem Villari-Effekt (vgl. Tabelle 2), kommt es bei positiv magnetostriktiven Materialien unter Zugspannung zu einer Erhöhung der Permeabilität wenn die Meßrichtung in der Spannungsachse liegt, da die Zugspannung die Momente in die Spannungsachse dreht. Bei Druckspannungen und gleicher Meßrichtung sinkt die Permeabilität  $\mu_r$ . Wiederum ist bei negativer Magnetostraktion das Verhalten genau umgekehrt. Dieses Verhalten wird durch Formel 21 für ein weichmagnetisches, negativ magnetostriktives Material durch

$$\mu_r = \frac{J_s^2}{3\mu_0\lambda_s\sigma} = \frac{J_s^2}{3\mu_0\lambda_s E} \frac{1}{\varepsilon} \quad (21)$$

beschrieben, wobei  $J_s$  die Sättigungspolarisation,  $\mu_0$  die Permeabilitätskonstante des Vakuums,  $\lambda_s$  die Sättigungsmagnetostraktion,  $\sigma$  die mechanische Spannung,  $E$  den Elastizitätsmodul und  $\varepsilon$  die Dehnung bezeichnen.<sup>17</sup>

Die Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls magnetischer Materialien von der Magnetisierung wird als  $\Delta E$ -Effekt bezeichnet. Die Ursache dieses Effektes ist die magnetostriktive Dehnung. Dieser zusätzliche Dehnungsbeitrag zur normalen elastischen Dehnung nach dem Hooke'schen Gesetz, läßt den gemessenen Elastizitätsmodul  $E$  im Vergleich zum Elastizitätsmodul in der magnetischen Sättigung  $E_{\text{Sat}}$

<sup>16</sup> Schatz et al. 1994

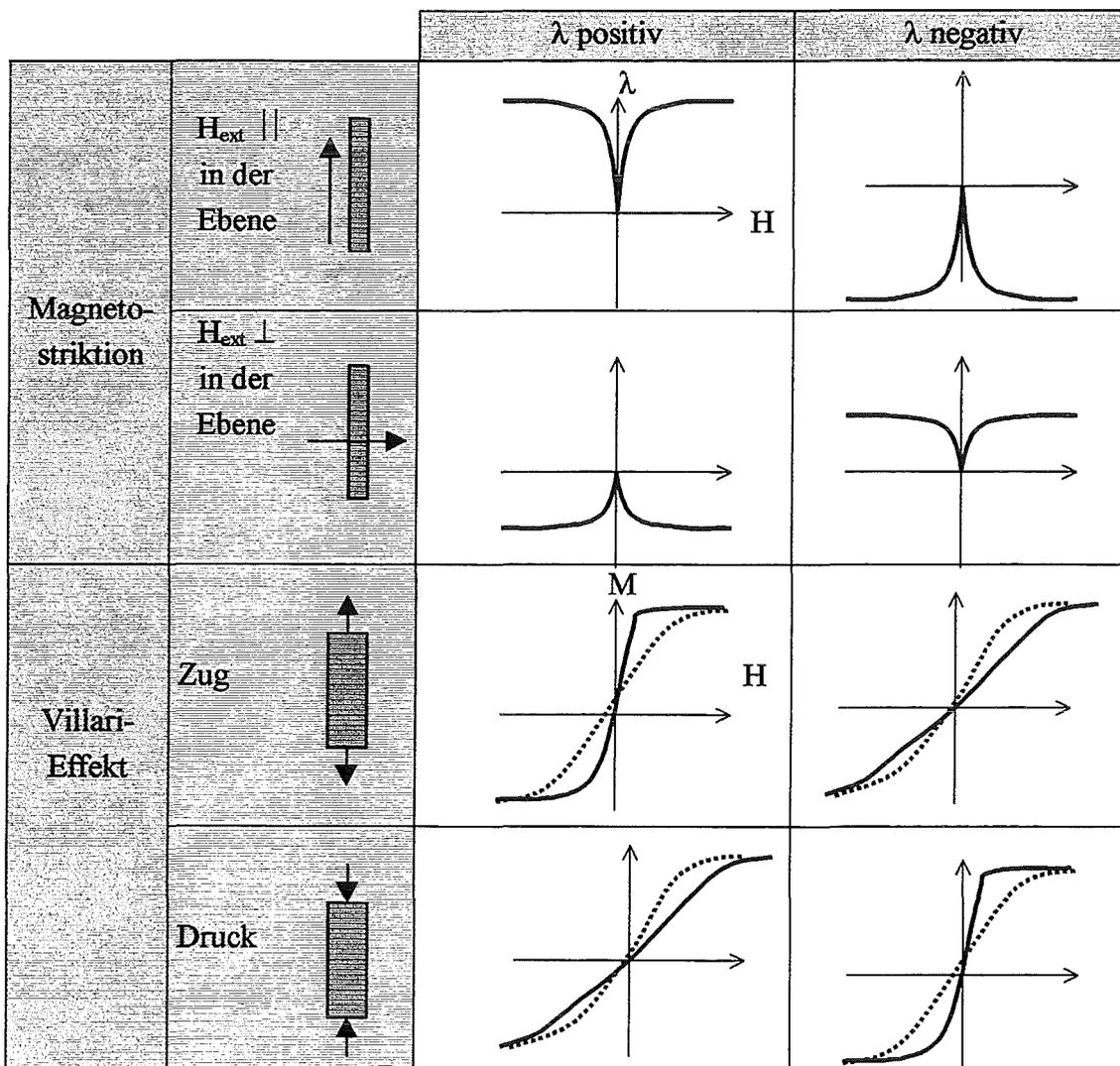
<sup>17</sup> Hinz und Voigt 1989, S. 100

geringer erscheinen. Es gilt:  $\Delta E = E_{\text{Sat}} - E$ . Der  $\Delta E$ -Effekt ist für weichmagnetische Materialien bei kleinen Magnetfeldstärken besonders groß, wenn die Sättigungsmagnetostraktion  $\lambda_s$  und die Anfangssuszeptibilität  $\chi_i$  hoch ist:<sup>18</sup>

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{9 \chi_i \lambda_s^2 E}{5 \mu_0 M_s^2} \quad (22)$$

Zwischen dem magnetomechanischen Kopplungskoeffizienten  $k_{33}$  (vgl. Formel 13) und dem  $\Delta E$ -Effekt besteht folgende Beziehung:<sup>19</sup>

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{k_{33}}{1 - (k_{33})^2} \quad (23)$$



**Tabelle 2:** Die Auswirkungen der Magnetostriktion und des Villari-Effektes auf magnetostriktive und magnetische Hystereseschleifen für positiv und negativ magnetostriktive Materialien.

<sup>18</sup> Trémolet de Lacheisserie 1993, S. 237

<sup>19</sup> Hinz und Voigt 1989, S.102

## 2.2 Magnetostruktive Werkstoffe

In diesem Kapitel soll der Stand der Technik im Bereich von Werkstoffen - vor allem dünner Schichten - die einen magnetoelastischen Effekt aufweisen, diskutiert werden. Es wird zwischen klassischen magnetostruktiven Materialien und Materialien mit sehr hoher Magnetostruktion, den Seltenerdmetall-Übergangsmetall-Legierungen, unterschieden. Aufgrund der besonderen Eigenschaften dünner Schichten ist deren Magnetostruktion in manchen Fällen geringer als die vergleichbarer Kompaktmateriallegierungen. Die Materialentwicklung im Bereich von Seltenerdmetall-Übergangsmetall-Legierungen zielt vor allem auf die Anwendung im Bereich der Mikroaktorik. Die Anforderungen an das Material sind daher eine hohe Magnetostruktion, um große Auslenkungen oder Kräfte zu erhalten, kombiniert mit weichmagnetischem Verhalten, um die für die Anregung eines Aktors erforderliche Magnetfeldstärke möglichst klein zu halten.

### 2.2.1 Einphasige Werkstoffe

Wichtige magnetostruktive Materialien sind Fe, Co, Ni und FeCo. Neben diesen kristallinen Materialien mit zum Teil sehr hohen Magnetisierungswerten spielen amorphe Schichten auf der Basis von  $(\text{Fe,Co})_{80}(\text{B,Si,C})_{20}$  eine große Rolle, da sie sehr hohe Permeabilitäten aufweisen. Seltenerdmetall-Übergangsmetall-Legierungen, wie TbFe, TbDyFe und SmFe weisen die höchsten Magnetostruktionswerte bei Raumtemperatur auf. Tabelle 3 gibt einen Überblick über die wichtigsten Materialdaten magnetostruktiver Werkstoffe.

	$\lambda_s / 10^{-6}$	$\mu_0 M_s /$ T	$H_C /$ (A/m)	$\mu_{\max}$	K / (kJ/m <sup>3</sup> )	$k_{33}$	E / GPa	$\Delta E/E /$ %	$T_c / ^\circ\text{C}$
Fe	-9 <sup>a</sup>	2,16 <sup>a</sup>	100 <sup>a</sup>	6000 <sup>a</sup>	45 <sup>a</sup>		211 <sup>i</sup>		770 <sup>a</sup>
Co	-50 <sup>a</sup>	1,8 <sup>a</sup>	1000 <sup>a</sup>	250 <sup>a</sup>	400 <sup>a</sup>		211 <sup>i</sup>		1130 <sup>a</sup>
Ni	-34 <sup>a</sup>	0,61 <sup>a</sup>	150 <sup>a</sup>	2500 <sup>a</sup>	4 <sup>a</sup>	0,31 <sup>d</sup>	210 <sup>e</sup>		360 <sup>a</sup>
Fe <sub>50</sub> Co <sub>50</sub>	70 <sup>e</sup>	2,46 <sup>b</sup>	160 <sup>b</sup>	6000 <sup>b</sup>		0,35 <sup>d</sup>	230 <sup>e</sup>		980 <sup>c</sup>
Fe <sub>66</sub> Co <sub>18</sub> B <sub>15</sub> Si <sub>1</sub>	35 <sup>i</sup>	1,8 <sup>b</sup>		400000 <sup>b</sup>		0,71 <sup>f</sup>	110 <sup>i</sup>		415 <sup>i</sup>
Fe <sub>81,5</sub> B <sub>13,5</sub> Si <sub>3,5</sub> C <sub>2</sub>	30 <sup>c</sup>	1,61 <sup>c</sup>	3,2 <sup>c</sup>	300000 <sup>c</sup>		0,97 <sup>f</sup>	110 <sup>i</sup>		370 <sup>c</sup>
Co <sub>80</sub> B <sub>20</sub>	-4 <sup>h</sup>	1,14 <sup>h</sup>	7,3 <sup>h</sup>						
TbFe <sub>2</sub>	1753 <sup>d</sup>	1,1 <sup>c</sup>			-7600 <sup>d</sup>	0,35 <sup>d</sup>	76 <sup>j</sup>	57 <sup>j</sup>	425 <sup>c</sup>
a-TbFe	308 <sup>d</sup>								
TbDyFe	1100 <sup>c</sup>	1 <sup>c</sup>			60 <sup>g</sup>	0,74 <sup>d</sup>	43 <sup>k</sup>	151,2 <sup>k</sup>	380 <sup>c</sup>
SmFe <sub>2</sub>	-1560 <sup>d</sup>					0,35 <sup>d</sup>	43 <sup>j</sup>	66,7 <sup>j</sup>	403 <sup>a</sup>

**Tabelle 3:** Materialdaten magnetoelastischer Werkstoffe. Die Werte in den Spalten stellen Maximal- ( $\lambda_s$ ,  $\mu_0 M_s$ ,  $\mu_{\max}$ ,  $k_{33}$ ,  $\Delta E/E$ ,  $T_c$ ) oder Minimalwerte ( $H_C$ , K) dar. Referenzen: a: Boll 1990, b: McCurrie 1994, c: Trémolet de Lacheisserie 1993, d: Clark 1980, e: Hinz und Voigt 1989, f: Modzelewski et al. 1981, g: Jiles und Thoenke 1991, h: O'Handley et al. 1976, i: <http://www.allied.com/metglas/magnetic/index.htm>, j: Klimker et al. 1985, k: Clark und Savage 1975, l: Goodfellow 1995.

Der Verlauf der Sättigungsmagnetisierung und der Sättigungsmagnetostraktion von FeCo-Legierungen in Abhängigkeit ihrer Zusammensetzung ist in Abbildung 7 nach Kurth und Schultz dargestellt.<sup>20</sup> Die Magnetisierung durchläuft ein Maximum von 2,43 T bei ca. 40 Atomprozent Co. Die maximale Magnetostraktion für Fe-Co Legierungen wird für die Zusammensetzung Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub> gemessen und beträgt nach Kurth und Schultz  $100 \times 10^{-6}$ . Abbildung 8 zeigt den Verlauf der Permeabilität und der Anisotropiekonstanten über der Zusammensetzung. Das Maximum der Permeabilität von 8000 liegt bei 50 Atomprozent Co. Die Anisotropiekonstante geht bei 42,5 Atomprozent Co durch Null. Die Magnetostraktion einer Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub>-Legierung ist in Abbildung 9 dargestellt. Der im Vergleich zu Abbildung 7 niedrigere Sättigungswert der Magnetostraktion läßt sich durch unterschiedliche Herstellungs- und Nachbehandlungsmethoden erklären. Durch Magnetfeldglühen von Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub> läßt sich die Form der magnetischen Hystereseschleife von rund zu rechteckig umwandeln.<sup>21</sup> Eine Legierung der Zusammensetzung Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub> zeigt Maximalwerte bei der Magnetostraktion und der Permeabilität. Weiterhin weist sie eine sehr hohe Magnetisierung und eine geringe Anisotropiekonstante auf. Daher ist diese Legierung sehr gut für aktorische Anwendungen geeignet.

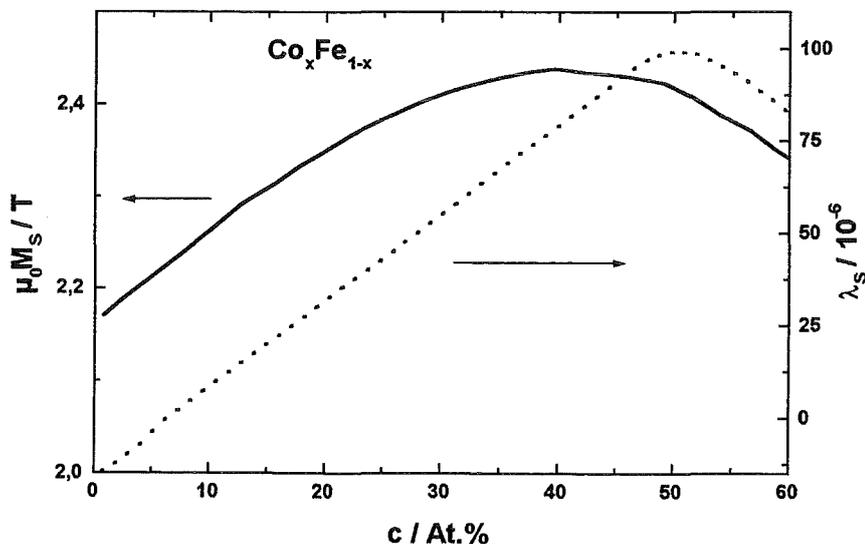


Abbildung 7: Magnetische Sättigungspolarisation und Magnetostraktion von  $\text{Co}_x\text{Fe}_{1-x}$ -Legierungen als Funktion der chemischen Zusammensetzung.<sup>22</sup>

<sup>20</sup> Kurth und Schultz 1992

<sup>21</sup> Boll 1990, S. 30

<sup>22</sup> Kurth und Schultz 1992

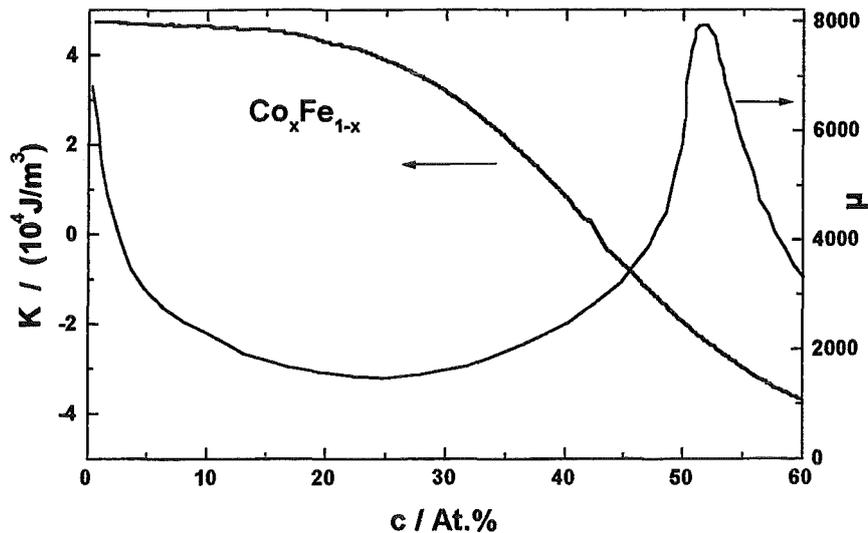


Abbildung 8: Permeabilität und Anisotropie von  $\text{Co}_x\text{Fe}_{1-x}$ -Legierungen als Funktion der chemischen Zusammensetzung.<sup>23</sup>

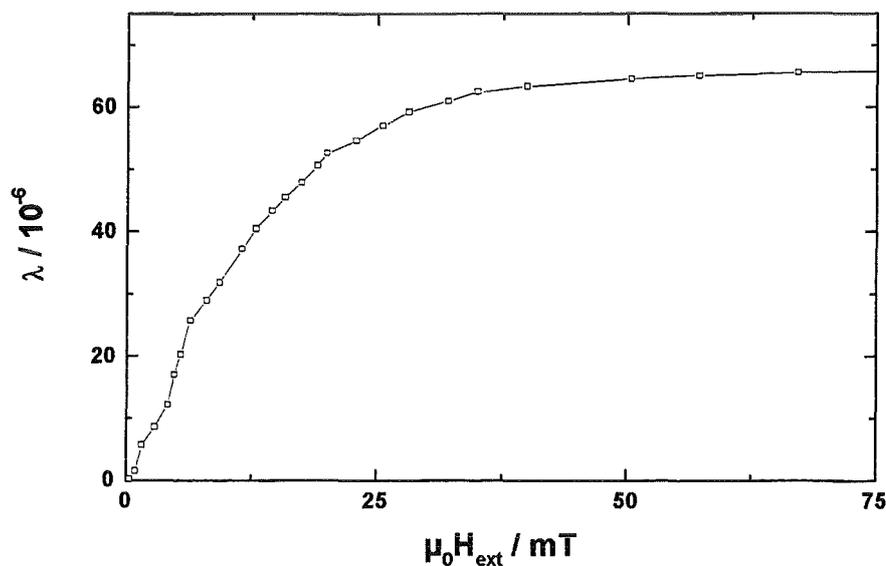


Abbildung 9: Magnetostraktion einer  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Legierung, die sintermetallurgisch hergestellt wurde.<sup>24</sup>

Magnetostraktionskurven amorpher Schichten auf der Basis von  $(\text{Fe},\text{Co})_{80}(\text{B},\text{Si},\text{C})_{20}$  sind in Abbildung 10 am Beispiel zweier Schichten aus Metglas 2605 S2 ( $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ ) dargestellt. Die amorphen Schichten haben sehr kleine Sättigungsfeldstärken  $\mu_0 H_S < 2$  mT. Die Unterschiede in der Magnetostraktion ergeben sich aus unterschiedlichen Herstellungs- und Nachbehandlungsmethoden.

<sup>23</sup> Kurth und Schultz 1992, Bozorth 1968

<sup>24</sup> Bozorth 1968, S. 663

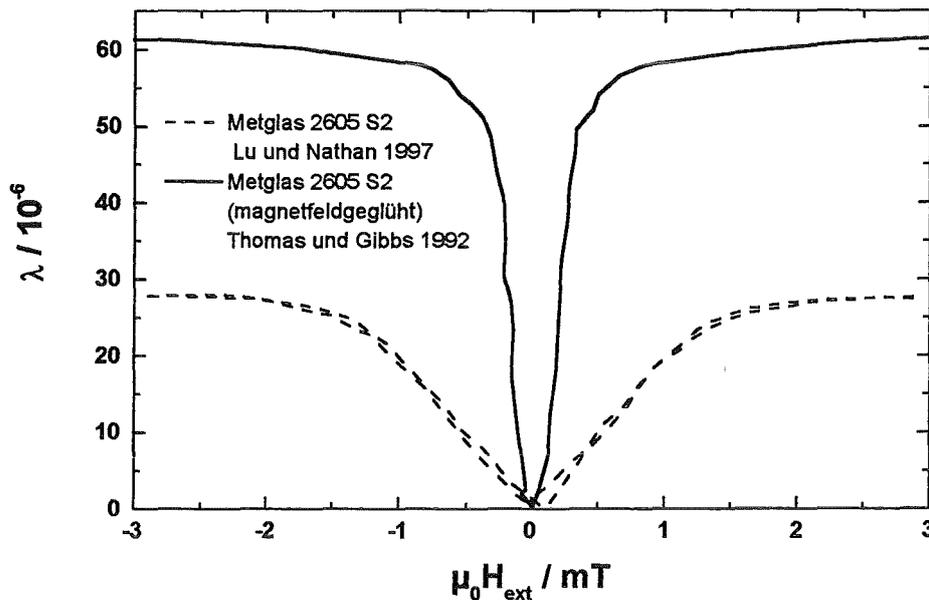


Abbildung 10: Magnetostraktion amorpher Metglas 2605 S2 Schichten ( $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ ).

Seltenerdmetall-Fe-Legierungen weisen bei Raumtemperatur sehr hohe Magnetostraktionswerte auf.<sup>25</sup> Die Gründe hierfür sind die 4f-Orbitale der Seltenerdmetalle, die zu einer hohen Magnetostraktion führen, und die starken Austauschwechselwirkungen zwischen den Eisen- und Seltenerdmetallmomenten, welche die Ordnungstemperatur der Legierung über die Raumtemperatur anheben. Allerdings zeigen diese Legierungen eine hohe Anisotropie, die eine Anwendung in der Mikrotechnik erschwert. Daher wurden unterschiedliche Konzepte verfolgt, die Anisotropie zu reduzieren. Bei kristallinen Legierungen verschwindet die Anisotropiekonstante zweiter Ordnung, wenn eine kubische Kristallstruktur vorhanden ist. Dies ist bei den Laves-Phasen (Seltenerdmetall- $\text{Fe}_2$ ), wie bei  $\text{TbFe}_2$ , der Fall. Weiterhin kann in dieser Legierung durch eine partielle Substitution von Tb durch Dy die Anisotropiekonstante vierter Ordnung minimiert werden.<sup>26</sup> Geht man von kristallinen Legierungen zu amorphen Legierungen über, verschwindet die Kristallanisotropie. Dies führt zu einer deutlichen Reduzierung der Koerzitivfeldstärke. Nachteile der amorphen Legierungen sind allerdings in den meisten Fällen eine verminderte Curietemperatur und eine reduzierte Magnetostraktion. Eine Ausnahme bilden amorphe Tb-Co-Schichten. Diese weisen eine höhere Curietemperatur auf als die vergleichbaren kristallinen Schichten.<sup>27</sup> Abbildung 11 vergleicht die Magnetostraktion einer amorphen und einer kristallinen TbDyFe-Schicht: die kristalline Schicht erreicht zwar bei hohen Magnetfeldstärken höhere Magnetostraktionswerte als die amorphe, jedoch besitzt sie eine sehr hohe Koerzitivfeldstärke und damit kein weichmagnetisches Verhalten.

<sup>25</sup> Clark 1980, S. 533f

<sup>26</sup> Clark 1980, S. 561ff

<sup>27</sup> Handrich und Kobe 1980, S.133

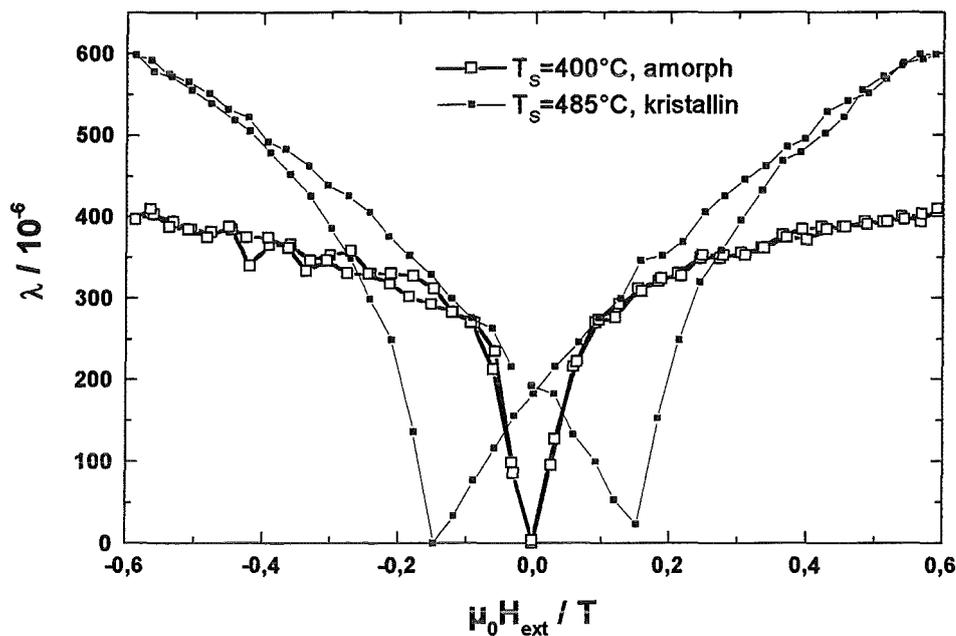
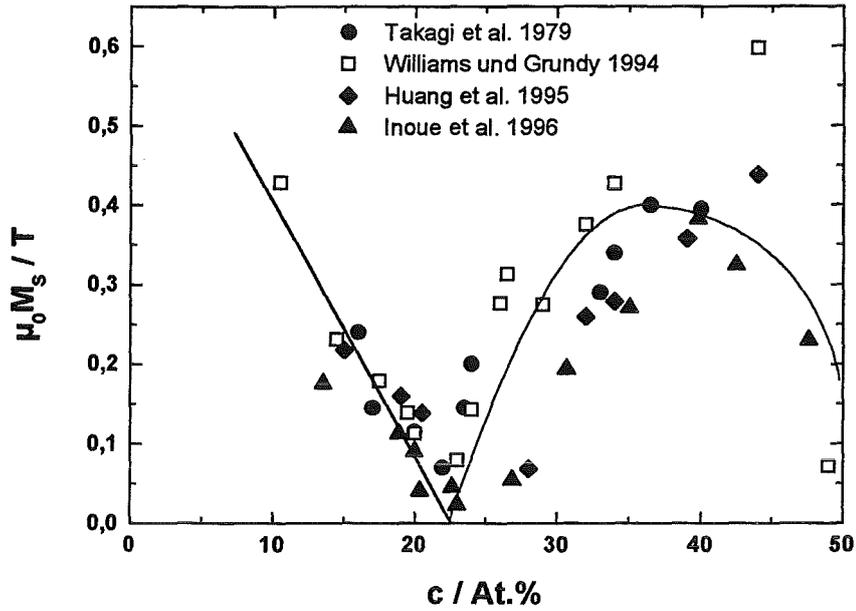


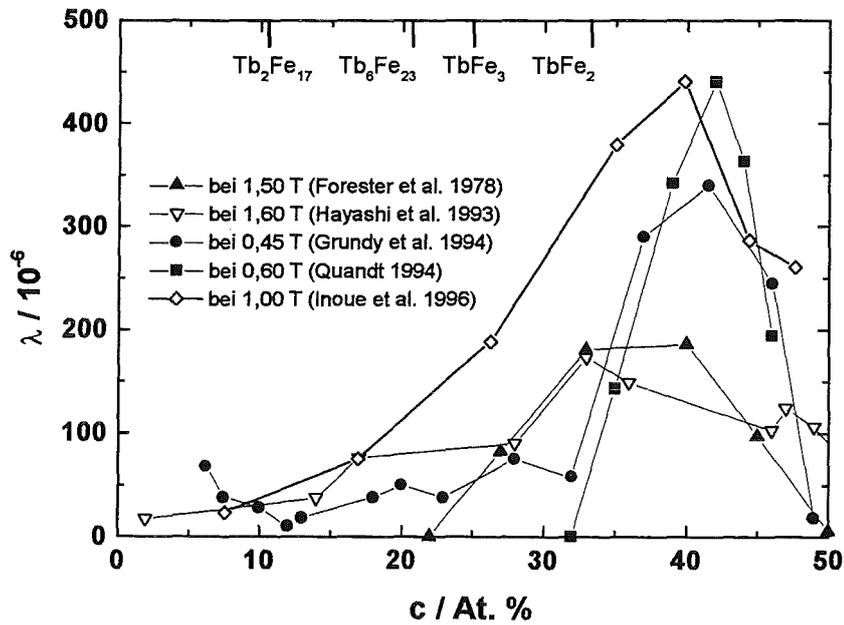
Abbildung 11: Magnetostraktion amorpher und kristalliner TbDyFe-Schichten.<sup>28</sup>

Der Einfluß der chemischen Zusammensetzung auf die Magnetisierung und die Magnetostraktion von  $\text{Tb}_x\text{Fe}_{1-x}$ -Schichten ist in Abbildung 12 und Abbildung 13 für den Bereich Null bis 50 Atomprozent Terbium dargestellt. Der Verlauf der magnetischen Sättigungspolarisation  $\mu_0 M_S$  zeigt ein lokales Maximum von 0,4 T bei 40 Atomprozent Terbium. Analog zu den Magnetisierungswerten besteht ein Maximum der Magnetostraktion bei 40 Atomprozent Terbium. Da TbFe-Schichten eine ferrimagnetische Ordnung besitzen, weisen sie eine Zusammensetzung auf (ca. 22 Atomprozent Tb), bei der sich die magnetischen Momente der Tb- und Fe-Untergitter kompensieren, so daß die Gesamtmagnetisierung Null ist. Diese Zusammensetzung wird als Kompensationszusammensetzung bezeichnet. Abbildung 14 macht deutlich, daß im Bereich der Kompensationszusammensetzung die Koerzitivfeldstärke stark ansteigt. Der Verlauf der Curietemperatur über der Zusammensetzung ist in Abbildung 15 dargestellt. Die maximale Curietemperatur von 420 K wird für  $\text{Tb}_{30}\text{Fe}_{70}$  erreicht.

<sup>28</sup> Speliotis et al. 1997



**Abbildung 12:** Abhängigkeit der magnetischen Polarisation von  $Tb_xFe_{1-x}$ -Schichten von der chemischen Zusammensetzung. Es besteht ein Maximum der Magnetisierung bei etwa 40 Atomprozent Terbium.



**Abbildung 13:** Abhängigkeit der Magnetostraktion von  $Tb_xFe_{1-x}$ -Schichten von der chemischen Zusammensetzung. Es besteht ein Maximum der Magnetostraktion bei etwa 40 Atomprozent Terbium.<sup>29</sup>

<sup>29</sup> Quandt und Clark 1998

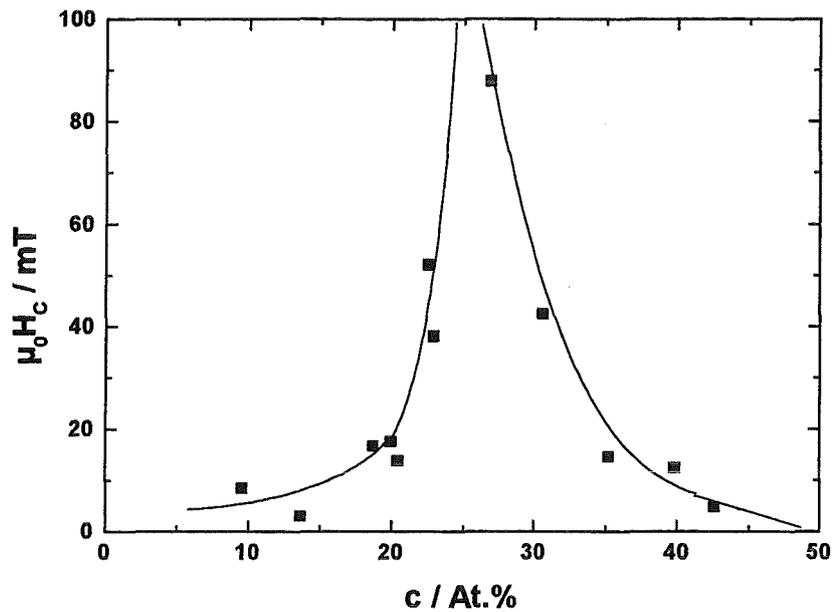


Abbildung 14: Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke von  $Tb_xFe_{1-x}$ -Schichten von der chemischen Zusammensetzung.<sup>30</sup>

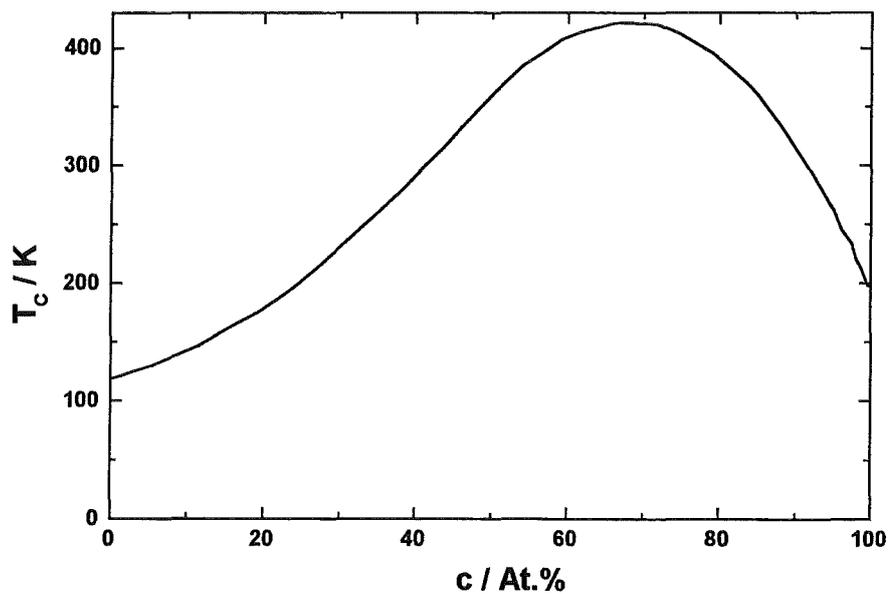


Abbildung 15: Abhängigkeit der Curietemperatur von  $Tb_{1-x}Fe_x$ -Schichten von der chemischen Zusammensetzung.<sup>31</sup>

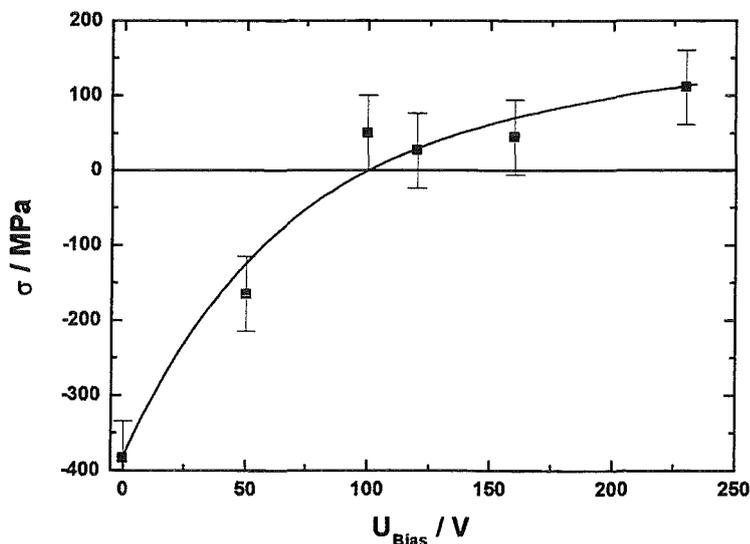
Der Einfluß von Eigenspannungen auf das magnetostriktive Verhalten ist aufgrund der magnetoelastischen Wechselwirkung von entscheidender Bedeutung. Eigenspannungen entstehen während des Schichtherstellungsprozesses und durch unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten von Schicht und Substrat. Durch die Wahl von

<sup>30</sup> Inoue et al. 1996

<sup>31</sup> Hansen et al. 1989

Sputterbedingungen wie Druck, Temperatur, Leistung und insbesondere der Biasspannung, läßt sich die Eigenspannung der Schicht kontrollieren (Abbildung 16). In Abbildung 17 sind Magnetostruktionskurven von  $(\text{Tb}_{0,3}\text{Dy}_{0,7})_{0,4}\text{Fe}_{0,6}$ -Schichten, die mit unterschiedlichen Biasspannungen gesputtert wurden, dargestellt.<sup>32</sup> Bis zu einer Biasspannung von 120 V zeigen die Schichten einen schwachen Anstieg der Magnetostriktion mit der Magnetfeldstärke, da sie unter Druckspannung stehen und damit die leichte Richtung aus der Ebene zeigt, (vgl. Formel 12). Durch weiteres Erhöhen der Biasspannung auf 160 V erreicht man, daß die Schicht unter Zugspannung steht und die leichte Richtung nun in der Schichtebene liegt (leichte Ebene); dies bewirkt einen steileren Anstieg der Magnetostriktion bei kleinen Magnetfeldstärken.

Schatz et al. vergleichen die Magnetisierungsprozesse unterschiedlicher TbDyFe-Schichten, welche die leichte Richtung in der Ebene haben, bzw. eine senkrechte Anisotropie besitzen.<sup>33</sup> Bei Schichten mit einer leichten Ebene besteht der Magnetisierungsprozeß aus zwei Teilen: zuerst erreicht die Magnetisierung durch Bewegung von  $180^\circ$ -Domänenwänden 50% ihres Sättigungswertes, ohne daß die Magnetostriktion ansteigt. Anschließend kommt es zur Rotation der Momente in die Richtung des angelegten Feldes, was mit einem steilen Anstieg der Magnetostriktion verbunden ist. Bei Schichten mit senkrechter Anisotropie steigt die Magnetostriktion schon bei kleinen Magnetisierungswerten an, da der Magnetisierungsprozeß nur aus der Rotation der Momente in die Schichtebene besteht.



**Abbildung 16:** Abhängigkeit der Schichteigenspannungen von der Biasspannung für  $(\text{Tb}_{0,3}\text{Dy}_{0,7})_{0,4}\text{Fe}_{0,6}$ -Schichten. Ab ca. 100 V Biasspannung gehen die Schichten vom Druck- in den Zugspannungsbereich über.<sup>34</sup>

<sup>32</sup> Quandt et al. 1994

<sup>33</sup> Schatz et al. 1994

<sup>34</sup> Quandt und Seemann 1996

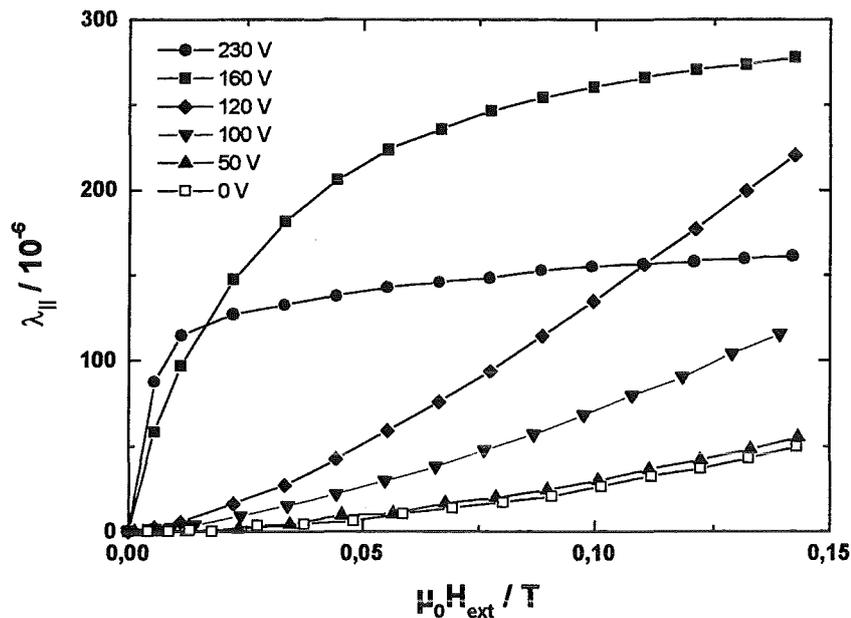


Abbildung 17: Abhängigkeit der Magnetostraktion (parallele Messung) von der Biasspannung für  $(\text{Tb}_{0,3}\text{Dy}_{0,7})_{0,4}\text{Fe}_{0,6}$ -Schichten.<sup>35</sup>

Der Einfluß von Glühbehandlungen auf die magnetischen und magnetostriktiven Eigenschaften von TbFe-Schichten wird in einer Publikation von Inoue et al.<sup>36</sup> folgendermaßen beschrieben: eine Glühbehandlung bis zu 300°C führt zu einer Verbesserung der Niedrigfeldmagnetostraktion. Allerdings steigt die Koerzitivfeldstärke dabei an. Für das Verhalten der Schicht nach der Glühung wird eine Spannungs-erniedrigung bzw. Nanokristallisation verantwortlich gemacht.

Abbildung 18 zeigt den Verlauf der Magnetostraktion über der äußeren Magnetfeldstärke für verschiedene optimierte amorphe TbFe-Schichten. Die Unterschiede in der Magnetostraktion der einzelnen Schichten erklären sich durch unterschiedliche Herstellungs- und Nachbehandlungsbedingungen. Für einen objektiven Vergleich der Schichten kommt erschwerend hinzu, daß die meisten Autoren den Elastizitätsmodul der Schicht, der zur Berechnung der Magnetostraktion gebraucht wird, nicht angeben.

<sup>35</sup> Quandt et al. 1994

<sup>36</sup> Inoue et al. 1996

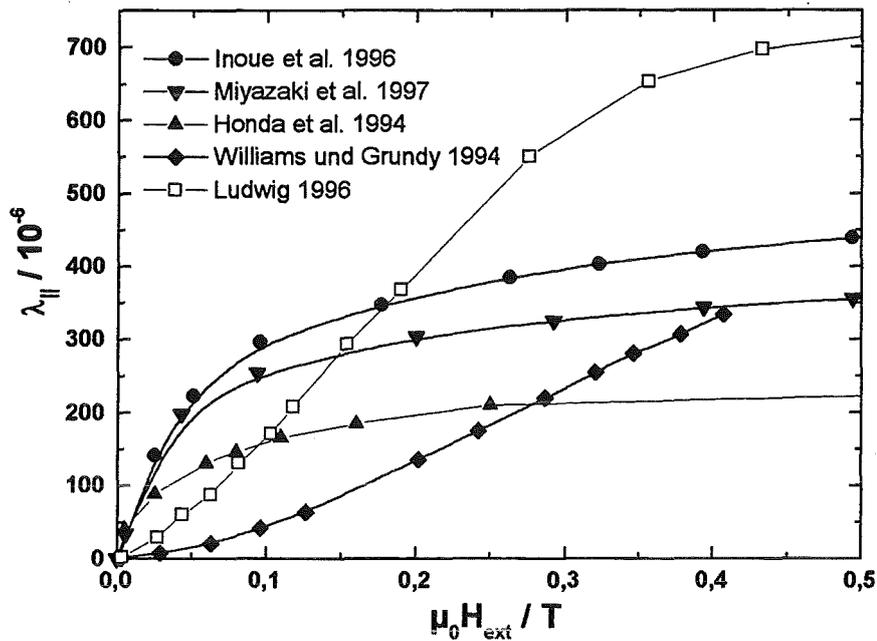


Abbildung 18: Magnetostraktion amorpher TbFe-Schichten.

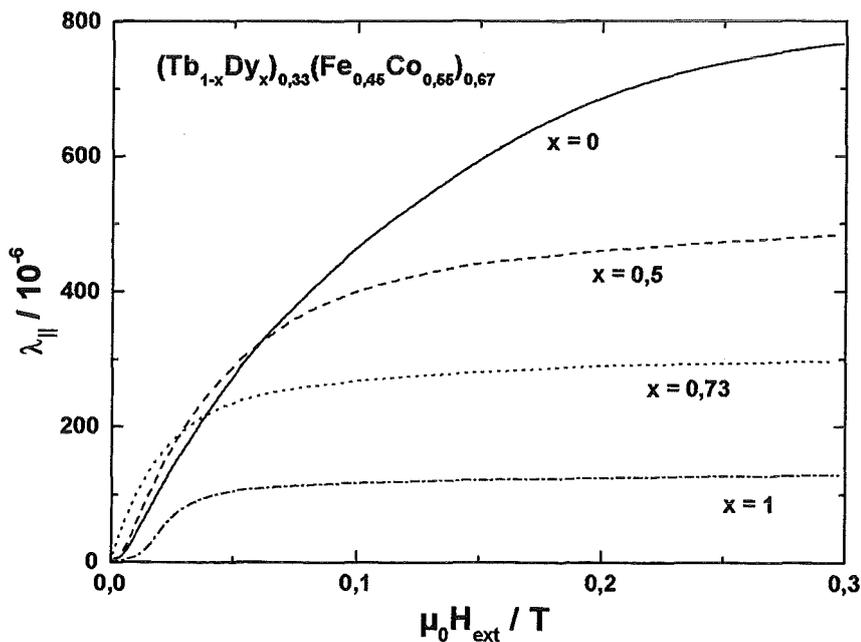


Abbildung 19: Magnetostraktion von amorphen  $(\text{Tb}_{1-x}\text{Dy}_x)_{0,33}(\text{Fe}_{0,45}\text{Co}_{0,55})_{0,67}$ -Schichten nach einer Magnetfeldglühung bei  $250^\circ\text{C}$ .<sup>37</sup>

Magnetostruktive Schichten im System  $(\text{Tb}_{1-x}\text{Dy}_x)_{0,33}(\text{Fe}_{0,45}\text{Co}_{0,55})_{0,67}$  wurden von Duc et al. untersucht. In Abbildung 19 sind die Magnetostruktionskurven für unterschiedliche Dy-Anteile dargestellt. Die größten Magnetostruktionswerte werden ohne Zulegieren von Dy erreicht. Die größte magnetostruktive Suszeptibilität wird für einen Dy-Anteil

<sup>37</sup> Duc et al. 1996

von 0,73 erreicht. Diese Schichten wurden in einem Magnetfeld bei 250°C gegläht. Die Magnetfeldglühung führt zu einer gut definierten uniaxialen Anisotropie in der Ebene. Im Bereich der Seltenerdmetall-Übergangsmetall-Legierungen, die eine negative Magnetostriktion aufweisen, sind Legierungen auf der Basis Sm-Fe-Co-B von zentraler Bedeutung. Abbildung 20 zeigt die Magnetostriktionskurven unterschiedlicher amorpher  $\text{Sm}_x\text{Fe}_{99,4-x}\text{B}_{0,6}$ -Schichten im Vergleich zu einer  $\text{Sm}_{40}\text{Fe}_{60}$ -Schicht. Die Schicht mit einem Samariumanteil von 36,8 Atomprozent erzielt zur Zeit die höchsten Magnetostriktionswerte. Allerdings geben die Autoren an, daß die Magnetostriktion mit einem angenommenen Elastizitätsmodul von 39 GPa berechnet wurde: das heißt, falls der tatsächliche Elastizitätsmodul der Schicht höher ist als angenommen, sinken die Magnetostriktionswerte.<sup>38</sup> Die Magnetostriktion der  $\text{Sm}_{40}\text{Fe}_{60}$ -Schicht wurde mit einem Elastizitätsmodul von 50 GPa berechnet.

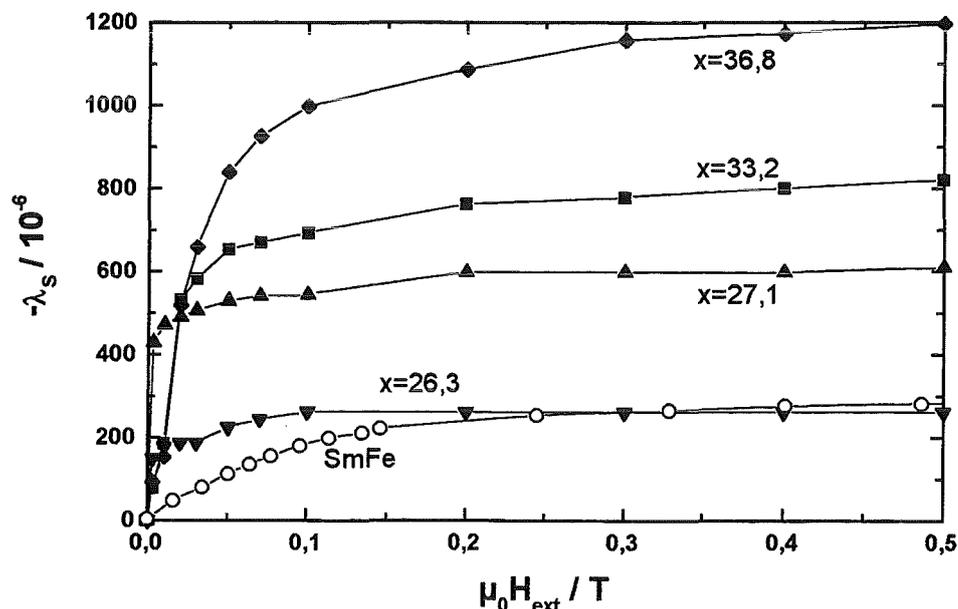


Abbildung 20: Verlauf der Sättigungsmagnetostriktionen unterschiedlicher  $\text{Sm}_x\text{Fe}_{99,4-x}\text{B}_{0,6}$ -Schichten<sup>39</sup> und Magnetostriktion (parallele Messung) einer  $\text{Sm}_{40}\text{Fe}_{60}$ -Schicht<sup>40</sup>.

<sup>38</sup> Lim et al. 1998

<sup>39</sup> Lim et al. 1998

<sup>40</sup> Seemann 1997, S. 99

### 2.2.2 Viellagenschichten

Im Bereich magnetischer Viellagenschichten besteht weltweit eine große Forschungsaktivität. Diese konzentriert sich vor allem auf die Bereiche GMR-Schichten<sup>41</sup> und Schichten mit senkrechter Anisotropie für die magnetooptische Aufzeichnung<sup>42</sup>. Im folgenden sollen vor allem Viellagenschichten für Anwendungen in der Mikroaktorik und -sensorik vorgestellt werden. Neben Veröffentlichungen zu Schichten, in denen eine hohe Magnetostriktion erwünscht ist, finden sich auch wissenschaftliche Arbeiten, deren Ziel es ist, durch einen speziellen Viellagenaufbau die Magnetostriktion auf Null zu reduzieren. Viellagenschichten, die aus Seltenerd- und Übergangsmetallen bestehen, werden hergestellt, um spezielle magnetische Phänomene zu untersuchen. Einige dieser Schichten werden hier vorgestellt, da in ihnen magnetische Prozesse ablaufen, die auch in den in der vorliegenden Arbeit untersuchten Schichten auftreten.

In ionenstrahlgesputterten (Fe/CoNbZr)- und (Fe/Co)-Viellagenschichten wurden von Dirne et al.<sup>43</sup> Abhängigkeiten der Magnetostriktion von der Modulationslänge,  $L_M = d_A + d_B$ , untersucht; wobei  $d_A$  und  $d_B$  die Dicken der Schichten A und B bezeichnen. Die Lagendicken wurden zwischen 1 und 40 nm variiert. Obwohl anzunehmen ist, daß die Viellagenschichten negative Magnetostriktion zeigen, ergeben sich vor allem für Viellagenschichten mit einer großen Anzahl von Grenzflächen positive Magnetostriktionwerte, was auf die Bildung von Fe-Co Interdiffusionslagen zurückzuführen sei. Die Autoren schlagen zur Bestimmung der Magnetostriktion bzw. des Interdiffusionszonenanteils der Dicke  $d_x$  an der Gesamtmagnetostriktion derartiger Viellagenschichten folgende Formel vor:

$$\lambda_s = \frac{\lambda_{Fe}(d_{Fe} - d_x) + \lambda_{Co}(d_{Co} - d_x) + 2\lambda_x d_x}{d_{Fe} + d_{Co}} \quad (24)$$

Setzt man die bekannten Werte für die Lagen A und B in die Formel ein, erhält man eine Geradengleichung. Die Magnetostriktionsmeßdaten werden über der inversen Modulationslänge aufgetragen. Gibt es einen Beitrag der Interdiffusionszone zur Gesamtmagnetostriktion, kann dieser aus der Steigung einer linearen Näherung an die Meßpunkte bestimmt werden. Die Autoren erhalten für (Fe/Co)-Viellagenschichten eine Interdiffusionszone von 1 nm bzw. 1,65 nm, wobei der größere Wert an Schichten, die mit zusätzlichem Ionenbombardement hergestellt wurden, bestimmt wurde.

Lafford et al.<sup>44</sup> berichten über (FeCo/Ag)-Viellagenschichten als Materialien für Spannungssensoren und Aktorelemente, da mit diesem Schichtsystem eine hohe

<sup>41</sup> engl.: giant magnetoresistance, vgl. z.B. Grünberg 1995

<sup>42</sup> Vgl. z.B. Tsunshima 1996

<sup>43</sup> Dirne et al. 1990

<sup>44</sup> Lafford, Gibbs, Zuberek, Shearwood 1994, Lafford, Gibbs, Shearwood 1994

Magnetostraktion, verbunden mit weichmagnetischem Verhalten, erreicht werden soll. Das nichtmagnetische Edelmetall Silber wurde als Zwischenlagenmaterial gewählt, da es mit Fe und Co nicht mischbar ist. Es soll im Viellagenaufbau zur Reduzierung der Koerzitivfeldstärke und durch Grenzflächeneffekte zur Erhöhung der Magnetostraktion führen. Die Schichten wurden mit dem HF-Magnetronsputterverfahren auf Polyimidsubstrate aufgebracht. Die Lagendicke der FeCo-Schichten wurde zwischen 2 und 15 nm variiert, die Ag-Lagendicke zwischen 0,5 und 10 nm. Es wurden 25 bis 50 Doppellagen abgeschieden. Die Magnetostraktionswerte wurden mit der SAMR-Methode<sup>45</sup> bestimmt und liegen über denen einer einlagigen Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub> Vergleichsschicht ( $\lambda_s = 40 \times 10^{-6}$ ). Allerdings konnte mit der SAMR-Methode nicht die Sättigungsfeldstärke erreicht werden, was den für FeCo sehr niedrigen Wert der Sättigungsmagnetostraktion erklären kann. Die Viellagenschicht (12 nm FeCo/ 2 nm Ag) x 50<sup>46</sup> erreicht Magnetostraktionswerte von  $83 \times 10^{-6}$ . Die Koerzitivfeldstärke der Viellagenschichten ist deutlich niedriger als in der Vergleichsschicht: 600 nm FeCo:  $H_C=6900$  A/m, (12 nm FeCo/ 2 nm Ag) x 50:  $H_C=340$  A/m. Die Autoren erklären die Verminderung der Koerzitivfeldstärke durch die Unterbrechung des Filmwachstums durch die Ag-Lagen und die Besonderheiten der Grenzfläche Ag/FeCo. Dieser Punkt wird nicht eindeutig geklärt, es ist auch zu beachten, daß Ag-Schichten mit einer Lagendicke kleiner als 5 nm nicht mehr durchgängig sind. Glühbehandlungen zeigen bei den Viellagenschichten keine eindeutigen Effekte. Untersuchungen an (Co<sub>50</sub>Fe<sub>50</sub>/Cu)- und (Co<sub>24</sub>Fe<sub>75,4</sub>/Ag)-Viellagenschichten führten zu vergleichbaren Ergebnissen.

Für Sensoranwendungen, die Schichten mit einer hohen Magnetostraktion und einem geringen Anisotropiefeld erfordern, wurden von Rengarajan et al. magnetrongesputterte (Co<sub>50</sub>Fe<sub>50</sub>/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)-Viellagenschichtsysteme vorgeschlagen.<sup>47</sup> Die Idee besteht darin, das weichmagnetische Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> als Startschicht zu benutzen und im Viellagenaufbau Diffusionseffekte an den Grenzflächen auszunutzen, um eine hohe Magnetisierung und Beiträge einer Grenzflächenmagnetostraktion zu erhalten. Die FeCo-Lagendicken wurden zwischen 5,2 nm und 126 nm variiert, die NiFe-Lagendicke wurde mit 5 nm konstant gehalten. Die Lagenzahl wurde so gewählt, daß die Gesamtdicke des FeCo jeweils bei 126 nm lag. Die Untersuchung ergab, daß an den Grenzflächen Diffusionsprozesse stattfinden, die durch Bildung einer neuen Phase zu einer Erhöhung der Magnetisierung im Vergleich zu einem Mittelwertmodell führen. Mit zunehmender Lagenzahl sinken sowohl das Anisotropiefeld als auch die Koerzitivfeldstärke, während die Magnetostraktion und die magnetostriktive Suszeptibilität ansteigen. Es ist zu berücksichtigen, daß bei dieser Untersuchung mit zunehmender Lagenzahl nicht nur die

<sup>45</sup> Small-Angle Magnetization Rotation, vgl. z.B. Narita 1980

<sup>46</sup> In der Bezeichnung ( $x_1$  nm Material A /  $x_2$  nm Material B) x n für Viellagenschichten bedeutet n die Anzahl der Doppellagen.

<sup>47</sup> Rengarajan et al. 1997

Anzahl der Grenzflächen steigt, sondern auch die Lagendicke des FeCo sinkt, was ebenso zu einer Änderung der magnetischen Eigenschaften führen kann. Eine (5,2 nm  $\text{Co}_{50}\text{Fe}_{50}$  / 5 nm  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ ) x 25 Viellagenschicht zeigt eine Magnetostriktion von  $58 \times 10^{-6}$ , eine Koerzitivfeldstärke von 2,5 Oe und ein Anisotropiefeld von 30 Oe. Shan und Sellmyer<sup>48</sup> erläutern in einem Übersichtsartikel zahlreiche Publikationen zum Thema (Dy/Fe)-, (Dy/Co)- und (Tb/Fe)-Viellagenschichtsysteme. Die Arbeiten in diesen Systemen zielen auf die Untersuchung von Grenzflächenphänomenen in Viellagenschichtsystemen und auf Anwendungen im Bereich der magnetooptischen Speicherung. Einige Autoren untersuchen das Vorhandensein einer Austauschwechselwirkung in Bilagenschichten wie (TbFe/Fe)<sup>49</sup>, (TbFe/NiFe)<sup>50</sup> und (TbFe/NiFeMo)<sup>51</sup>. Da Fe-Schichten durch die Formanisotropie die Magnetisierung in der Ebene haben, amorphe TbFe-Schichten aber eine senkrechte Anisotropie, könnte man annehmen, daß durch die senkrechte Orientierung der Momente keine Austauschwechselwirkung stattfindet. Jedoch wird in den oben genannten Systemen eine Austauschwechselwirkung gefunden. Dies ist auf eine veränderte Ausrichtung der Magnetisierung in der Viellagenschicht zurückzuführen. Dohnomae et al. beschreiben den Magnetisierungsprozeß in einem (Fe/GdFe/Fe)-Schichtsystem.<sup>52</sup> Die Fe und GdFe-Lagen koppeln aufgrund der Austauschwechselwirkung der Fe-Spins in den Fe- und GdFe-Lagen antiparallel. Die Magnetisierungskurve des Schichtsystems weist daher zwei Sättigungsbereiche auf. Die erste Sättigung wird bei Feldstärken, die kleiner als eine kritische Feldstärke  $H_{SF}$  sind, erreicht, wobei die resultierenden magnetischen Momente der GdFe-Lagen entgegen der Richtung des äußeren Feldes stehen. Wird die Feldstärke über  $H_{SF}$  erhöht, kommt es zu einer Drehung der magnetischen Momente in den GdFe-Lagen in die Richtung des angelegten Feldes. Am Anfang der Drehung stehen die Momente in der Mitte der GdFe-Lage am nächsten zu der angelegten Feldrichtung, während an den Grenzflächen die Ausrichtung antiparallel bleibt. Mit der vollständigen Ausrichtung der Momente in den Fe- und GdFe-Lagen in die Feldrichtung, wird die zweite Sättigung erreicht.

Givord et al. berichten über mehrlagige Seltenerdmetall-Übergangsmetall-Schichten, sogenannte "Sandwichschichten", wie beispielweise (Y-Co/Gd-Co/Y-Co) oder (Tb-Co/Nd-Co/Tb-Co).<sup>53</sup> In den Schichten, die aus austauschgekoppelten Lagen mit einer typischen Dicke von jeweils 100 nm bestehen, tritt ein spezieller Typ einer Domänenwand auf, welcher sich über die gesamte Grenzfläche ausdehnt. Die Domänenwand bildet sich, weil in den unterschiedlichen Lagen die Ummagnetisierung

---

<sup>48</sup> Shan und Sellmyer 1996

<sup>49</sup> Marinero et al. 1988

<sup>50</sup> Seredkin et al. 1983

<sup>51</sup> Hellmann et al. 1987

<sup>52</sup> Dohnomae et al. 1991

<sup>53</sup> Givord et al. 1996

nicht bei der gleichen Koerzitivfeldstärke beginnt. Wenn also die magnetisch "weichere" Lage bereits ummagnetisiert ist, die angrenzende Lage jedoch nicht, muß es zur Ausbildung einer Domänenwand kommen, die sich über die gesamte Grenzfläche erstreckt. Diese spezielle Domänenwand verursacht komplizierte Magnetisierungsprozesse und kann zu sehr hohen Suszeptibilitäten und zu Magnetostruktionsanomalien führen.

Ein durch das Hochfrequenz-Magnetronsputterverfahren hergestelltes Dreilagensystem ( $\text{Tb}_{40}\text{Fe}_{60}/\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}/\text{Tb}_{40}\text{Fe}_{60}$ ) wurde von Igari et al.<sup>54</sup> untersucht. Der Schichtaufbau soll die Eigenschaften hohe Magnetostruktion und weichmagnetisches Verhalten verknüpfen. Dazu wurden die Lagendicken nach folgender Formel gewählt:  $d=2d_{\text{TbFe}}+d_{\text{FeB}}=1\mu\text{m}$ . Die FeB-Lagendicke wurde zwischen 100 nm und 600 nm variiert. Die Ergebnisse sind in Abbildung 21 dargestellt. Mit zunehmender Lagendicke des FeB sinkt der Betrag des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten  $b$  (vgl. Kapitel 3.2.2.3). Der Verlauf des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten entspricht dem einer TbFe-Schicht. Die Magnetisierung des Dreilagensystems steigt mit zunehmender Dicke der FeB-Lagen, während die Koerzitivfeldstärke von 100,5 Oe (TbFe) auf 6 Oe (bei einer FeB-Lagendicke von 600 nm) sinkt. Die Autoren erreichen durch den strukturellen Aufbau des Systems ein magnetisch weiches Verhalten, die erhoffte Erhöhung der magnetostruktiven Suszeptibilität wird indes nicht beobachtet. Als Grund hierfür nennen die Autoren Anteile einer senkrechten Magnetisierung in den TbFe-Lagen, die eine hohe magnetostruktive Suszeptibilität verhindere.

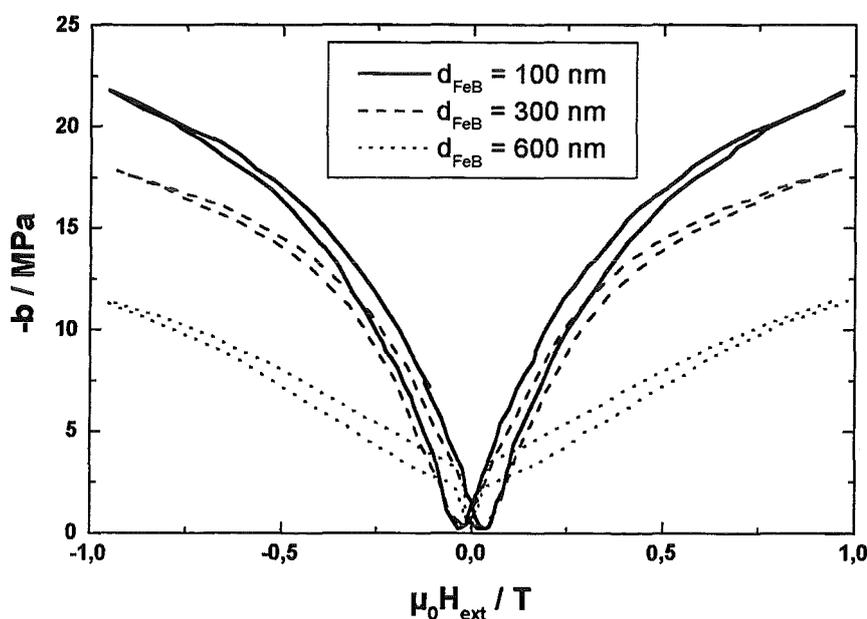


Abbildung 21: Verlauf des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten über der äußeren Magnetfeldstärke für (TbFe/FeB/TbFe)-Schichten mit unterschiedlichen Lagendicken.

<sup>54</sup> Igari et al. 1995

Shima et al. untersuchten hochfrequenzgesputterte (TbFeB/SmFeB) x 10-Viellagenschichten, um zu überprüfen, ob an den Grenzflächen die Spannung und Dehnung effektiv übertragen wird.<sup>55</sup> Die Lagendicken wurden dazu jeweils zwischen 10 und 90 nm variiert. Mit zunehmender SmFeB Lagendicke sinkt die Magnetostriktion der Viellagenschicht und ist ab 60% SmFeB negativ. Die Autoren entwickeln ein einfaches Modell zur Bestimmung der Magnetostriktion von Viellagenschichten:

$$\lambda_{AB} = \frac{\lambda_A E_A (1 - \nu_B) d_A + \lambda_B E_B (1 - \nu_A) d_B}{E_A (1 - \nu_B) d_A + E_B (1 - \nu_A) d_B} \quad (25)$$

Ein Vergleich der Meßdaten mit Formel (25) ergibt eine gute Übereinstimmung im Vergleich zu einer linearen Mischungsregel. Die Magnetostriktion dieser Viellagenschichten ist danach stark abhängig vom Elastizitätsmodul  $E$ , der Poissonzahl  $\nu$  und der Lagendicke  $d$ . Weiterhin finden die Autoren ein Minimum der Koerzitivfeldstärke von 80 Oe für eine (20 nm SmFeB/ 80 nm TbFeB) x 10 Viellagenschicht, während die Magnetisierung der Viellagenschichten einer linearen Mischungsregel folgt.

Viellagenschichten für hochfrequente Anwendungen (im Bereich 1 MHz bis 10 GHz) bestehen aus Lagen einer magnetischen Schicht und Zwischenlagen aus einem elektrisch isolierenden Material. Beispiele hierfür sind die Systeme (CoFe/SiO<sub>2</sub>)<sup>56</sup>, (CoZrNb/SiO<sub>2</sub>)<sup>57</sup>, (NiFe/SiO<sub>2</sub>)<sup>58</sup>, (Fe/SiO<sub>2</sub>) und ((Fe/SiO<sub>2</sub>)/SiO<sub>2</sub>)<sup>59</sup>. Abbildung 22 zeigt den Realteil der komplexen Permeabilität einiger dieser Viellagenschichten als Funktion der Frequenz im Vergleich zu einer einlagigen Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>-Schicht<sup>60</sup>. Charakteristisch ist das Auftreten einer Grenzfrequenz, die durch den elektrischen Widerstand und die Permeabilität der Schichten, aber auch durch ihre Dicke bestimmt wird.

---

<sup>55</sup> Shima et al. 1997

<sup>56</sup> Senda und Ishii 1994

<sup>57</sup> Senda und Ishii 1993

<sup>58</sup> Senda et al. 1993

<sup>59</sup> Senda 1992

<sup>60</sup> Boll 1990, S. 68

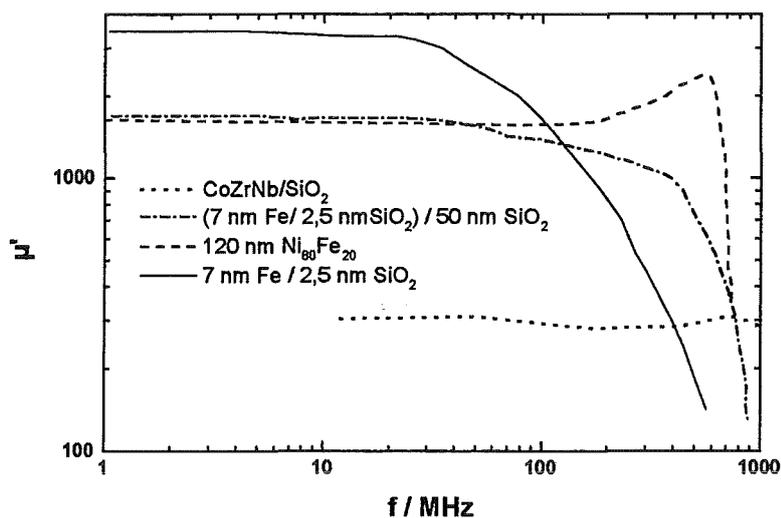


Abbildung 22: Realteil der komplexen Permeabilität als Funktion der Frequenz für ein- und viellagige Schichten.

### 2.3 Anwendungsfelder magnetostriktiver Materialien

Im folgenden werden Anwendungen magnetostriktiver Materialien sowohl in Form kompakter Materialien als auch dünner Schichten vorgestellt.

#### 2.3.1 Kompaktmaterialien

Als Kompaktmaterialien werden in dieser Arbeit Werkstoffe bezeichnet, deren Abmessungen im Gegensatz zu dünnen Schichten in allen Dimensionen über  $50\ \mu\text{m}$  liegen. Überdies werden Anwendungen amorpher Bänder, die durch das "melt-spinning" Verfahren hergestellt werden, aufgezeigt.

Im Bereich magnetostriktiver Aktoren findet vor allem die unter dem Handelsnamen Terfenol-D bekannte, hochmagnetostriktive Legierung  $(\text{Tb}_{0,3}\text{Dy}_{0,7})\text{Fe}_2$ <sup>61</sup>, Verwendung. Diese Legierung zeigt eine statische Magnetostriktion  $\lambda$  von bis zu  $2000 \times 10^{-6}$ , bzw.  $\lambda_{\text{dyn}} = 3500 \times 10^{-6}$  bei dynamischer Anregung.<sup>62</sup> Sie besitzt eine hohe Energiedichte von 14 bis  $25\ \text{kJ/m}^3$ . Es können mit diesem Material hohe Kräfte erzeugt und schnelle Bewegungen ausgeführt werden. So erreicht man mit einem zylindrischen Aktor der Länge 300 mm und des Durchmessers 14 mm eine Auslenkung von  $250\ \mu\text{m}$  und eine Kraft von 3,5 kN.<sup>63</sup> Ein typischer Aktor, Abbildung 23 a), besteht aus einem Terfenol-D-Stab, der zylindrisch von einer anregenden Spule und einem Permanentmagneten zur

<sup>61</sup> Clark 1980

<sup>62</sup> Clayessen et al. 1994

<sup>63</sup> Greenough et al. 1995, S. 200

Erzeugung eines Biasmagnetfeldes umgeben ist. Weiterhin ist der Terfenol-D-Stab mechanisch vorgespannt, um ein möglichst günstiges Aktorverhalten zu erzielen. Die Herstellung von Terfenol-D-Stäben erfolgt entweder mit dem Zonenschmelzverfahren oder einem modifizierten Bridgmanverfahren.<sup>64</sup> Hauptanwendungsfelder für derartige Aktoren finden sich im Bereich von Sonaren, mechanischen Aktoren und der Schock- und Vibrationskontrolle.<sup>65</sup> Terfenol-D ist für die Herstellung von Sonaren interessant, da im Bereich niedriger Frequenzen Vorteile gegenüber Sonaren mit piezoelektrischem Erregungsprinzip erzielt werden. Mechanische Aktoren wie lineare und rotierende magnetostruktive Mikromotoren sind aus der Literatur bekannt und zeigen Vorteile im Bereich der erzielbaren Haltekräfte, der Drehmomente und der Positioniergenauigkeit. Der Kiesewettermotor, der nach dem sogenannten Inchwormprinzip arbeitet, erzeugt eine Kraft von 1 kN.<sup>66</sup> Vorteilhaft ist die Erzeugung hoher Drehmomente bei kleinen Drehgeschwindigkeiten im Falle von rotierenden Motoren.<sup>67</sup> Weiterhin finden sich Aktoren zur Einspritzung von Treibstoffen und für Ventilanwendungen. Im Bereich der aktiven Vibrationskontrolle sollen magnetostruktive Aktoren Vorteile im Bereich niedriger Frequenzen erzielen. Seit kurzem sind auch Anwendungen von Terfenol-D im Bereich von Ultraschalltransducern bekannt.<sup>68</sup> Weiterhin wurde Terfenol zur Herstellung von Magnetometern benutzt oder auch, um mit Hilfe des inversen Effektes als elektrischer Generator zu arbeiten. Probleme im Bereich der vorgestellten Aktoren sind die hohen Materialkosten der Seltenerdmetalle, der relativ komplizierte Aufbau der Aktoren und das spröde Materialverhalten. Die gegenwärtige Forschung ist bestrebt, diese Probleme zu überwinden.

Für cryogene Anwendungen wie Ventile für flüssiges Helium oder Mikropositioniereinheiten für Satellitenoptiken sind TbDy-Legierungen von großem Interesse, da sie bei den gegebenen tiefen Arbeitstemperaturen ihre optimalen Aktoreigenschaften zeigen. Die Kombination von magnetostruktiven Tieftemperaturaktoren und Hochtemperatursupraleitern für die Erzeugung der benötigten Magnetfelder ist ein vielversprechender Ansatz für eine effektive Tieftemperaturaktorkonstruktion.<sup>69</sup>

---

<sup>64</sup> Weisensel et al. 1998

<sup>65</sup> Greenough et al. 1995, S. 200ff

<sup>66</sup> Kiesewetter 1988

<sup>67</sup> Vranish et al. 1991

<sup>68</sup> Weisensel et al. 1998

<sup>69</sup> Dooley et al. 1998



### 2.3.2 Materialien in Dünnschichtform

Im Gegensatz zu Aktoren und Sensoren, die auf magnetoelastischen Kompaktmaterialien aufbauen, sind im Bereich der Dünnschichtaktoren und -sensoren nur wenige Anwendungen bekannt. Bei der Mehrzahl der vorgestellten Beispiele handelt es sich um erste Demonstratoren im Labormaßstab.

Einfache magnetostruktive Dünnschichtaktoren basieren auf Schicht-Substrat-Verbunden in der Biegebalkengeometrie.<sup>74</sup> Diese Aktoren könnten beispielsweise Bewegungen ausführen, um Lichtstrahlung abzulenken, oder Kräfte ausüben, um eine Schaltfunktion zu ermöglichen. Flik et al.<sup>75</sup> beschreiben einen mit Siliziummikromechanik hergestellten Aktor (Abbildung 24 a), der durch die magnetostruktive Auslenkung eines einseitig beschichteten Biegebalkens einen Flüssigkeitsstrom von bis zu 500 ml/s schalten kann. Um den Aktor anzusteuern, ist ein Magnetfeld von 20 mT nötig, das von einer um den Fluidkanal gewickelten Spule erzeugt wird. Die Dicke der TbDyFe-Schicht beträgt 5 µm, die Abmessungen des Siliziumbalkens sind: Länge 2 mm, Breite 1 mm, Dicke 20 µm. Es läßt sich bei quasistatischer Anregung eine Auslenkung von 13 µm erreichen. Es wird eine Arbeitsfrequenz größer 1 kHz als möglich betrachtet. Aufbauend auf diesem Aktor, ließen sich auch hydraulisch angetriebene Membranventile herstellen.

Ein weiteres Anwendungsfeld stellen optische Aktoren da, etwa ein zweidimensionaler, kontaktlos angesteuerter, auf Biegebalkenaktoren basierender Aktor zur kontrollierten Ablenkung von Lichtstrahlen (Scanner).<sup>76</sup> Dieser soll durch zwei unterschiedlich orientierte Magnetfelder, die verschiedene Arbeitsfrequenzen besitzen, zu Biege- und Torsionsschwingungen angeregt werden (Abbildung 24 b).

Japanische Arbeitsgruppen schlagen magnetostruktive "Laufmaschinen" und auf diesen aufbauende mobile fernsteuerbare Mikroroboter vor.<sup>77</sup> Die in Abbildung 24 c) schematisch dargestellte Laufmaschine besteht aus einem 7,5 µm dicken Polyimidstreifen der Länge 16 mm und der Breite 4 mm. Dieser Streifen ist an beiden Enden abgeknickt, um "Beine" (Höhe 2,5 mm) zu erzeugen. Auf der Oberseite des Streifens befindet sich eine 1 µm dicke TbFe-Schicht, auf der Unterseite eine 1 µm dicke SmFe-Schicht. Bei einer Anregungsfrequenz von 200 Hz erreicht er eine Geschwindigkeit von 5 mm/s. Bei niedrigeren Frequenzen (30 bis 45 Hz) läuft die Maschine auch rückwärts. Im Bereich der Mikrofluidik weist eine magnetostruktive Mikropumpe - gegenüber Mikropumpen, die auf anderen Wirkprinzipien aufbauen - den Vorteil auf, daß sie durch ein Magnetfeld fernsteuerbar ist. In Abbildung 24 d) ist eine von Seemann

---

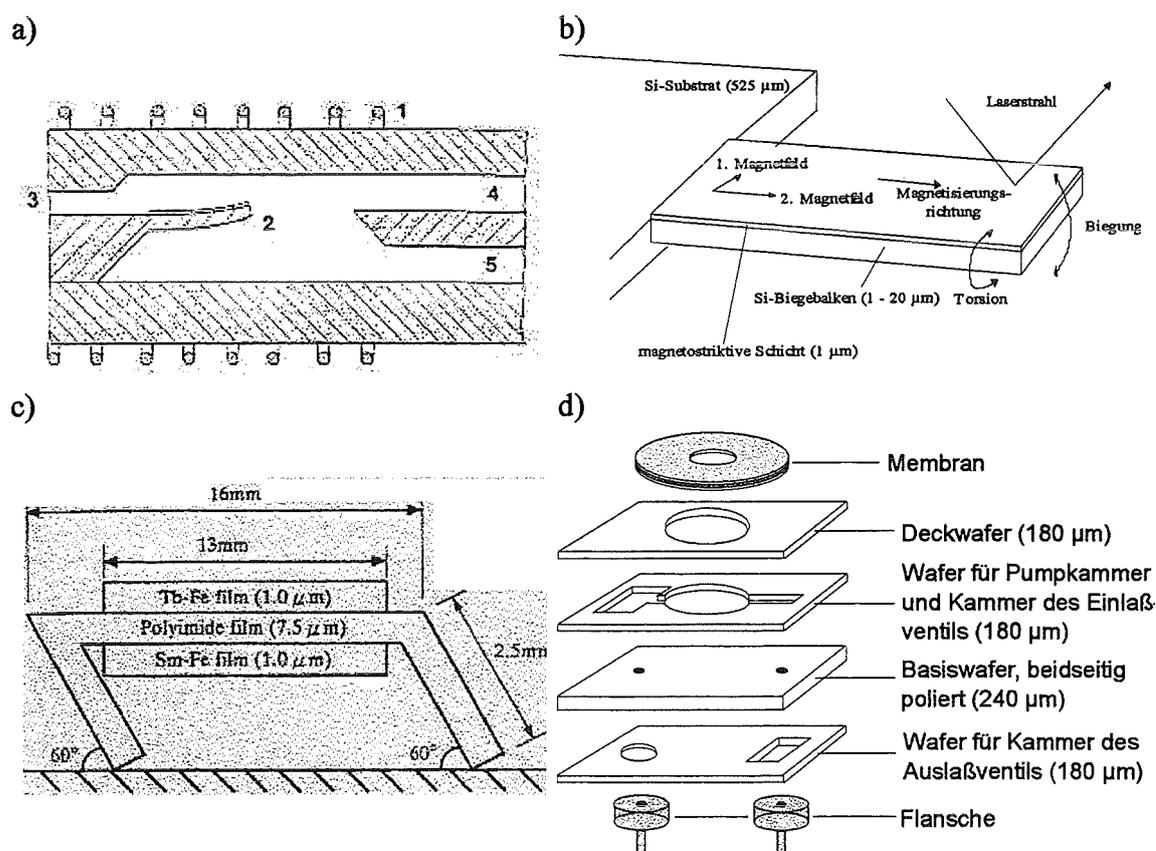
<sup>74</sup> Honda et al. 1994, Quandt et al. 1994

<sup>75</sup> Flik et al. 1994

<sup>76</sup> Orsier et al. 1996

<sup>77</sup> Arai und Honda 1996

entwickelte magnetostruktive Mikropumpe dargestellt.<sup>78</sup> Das aktive Element dieser Pumpe ist eine Siliziummembran, auf deren Vorderseite eine TbFe-Schicht und auf deren Rückseite eine SmFe-Schicht abgeschieden werden. Alle Teile der Pumpe, bis auf die Flansche, werden aus Siliziumwafern durch Laserschneiden hergestellt. Das Zusammenfügen der Pumpe erfolgt durch Kleben. Die Pumpe hat eine Breite von 17 mm und eine Länge von 25 mm, die Höhe beträgt ohne Flansche 0,8 mm. Die Pumpe erreicht bei einer Frequenz von 2 Hz eine Flußrate von 9,4  $\mu\text{l}/\text{min}$  und kann einen Druck von 1 mbar aufbauen.



**Abbildung 24:** Schematische Darstellung magnetostruktiver Aktoren: a) Flüssigkeitsschalter<sup>79</sup>, 1: Spule, 2: magnetostruktiver Biegebalken, 3: Einlaß, 4, 5: Auslaß, b) "Scanner"<sup>80</sup>, c) Laufmaschine<sup>81</sup>, d) Mikropumpe<sup>82</sup>.

<sup>78</sup> Seemann 1997, S. 119

<sup>79</sup> Flik et al. 1994

<sup>80</sup> Orsier et al. 1996

<sup>81</sup> Arai und Honda 1996

<sup>82</sup> Seemann 1997

Gibbs et al.<sup>83</sup> berichten über eine magnetostruktive Mikrostruktur für Sensoranwendungen im Bereich der Temperatur- oder Druckmessung (Abbildung 25 a). Eine mit anisotropen Siliziumätzen hergestellte Brückenstruktur ( $800 \mu\text{m} \times 70 \mu\text{m} \times 3 \mu\text{m}$ ) dient als Resonator. Die Resonanzfrequenz wird thermisch, durch einen gepulsten Laserstrahl, angeregt. Auf dem Resonator wird eine ( $6 \text{ nm FeCo} / 2 \text{ nm Ag}$ )  $\times 50$  Viellagenschicht abgeschieden. Diese Schicht besitzt eine Magnetostriktion von  $98 \times 10^{-6}$  und eine Koerzitivfeldstärke von  $500 \text{ A/m}$ . Die leichte Richtung liegt quer zur langen Balkenachse. Die Schwingungsfrequenz des Balkens wird optisch detektiert. Wird nun ein Magnetfeld entlang der langen Balkenachse angelegt, kommt es aufgrund des  $\Delta E$ -Effektes zu einer Änderung der Resonanzfrequenz der Struktur. Die Autoren sehen die Möglichkeit, einen derartigen stimmbaren Schwinger zu nutzen, um beispielsweise Drift oder Temperatureffekte berührungslos durch ein Magnetfeld zu kompensieren. In einer weiteren Publikation gibt Gibbs<sup>84</sup> mögliche Anwendungen von magnetostruktiven Schichten an: Selbsttestmechanismen für Aktor- und Sensorstrukturen, berührungslose Auslesung - beispielsweise durch induktive Kopplung - von Drucksensoren und optische Magnetometrie.

Ein auf einem mikrostrukturierten Siliziumbiegebalken basierendes magnetostruktives Magnetometer wurde von Osiander et al. beschrieben (Abbildung 25 b).<sup>85</sup> Die magnetostruktive TbDyFe-Schicht wird durch Magnetronspütern hergestellt. Der Biegebalken hat eine Länge von  $450 \mu\text{m}$ , eine Breite von  $50 \mu\text{m}$  und eine Dicke von 1 bis  $3 \mu\text{m}$ . Der Biegebalken wird von einer Spulenordnung (Spulenabstand  $1 \text{ cm}$ ) in eine Resonanzfrequenz von etwa  $10 \text{ kHz}$  versetzt. Das zu messende äußere Magnetfeld verursacht eine Änderung der Auslenkung des Biegebalkens, die optisch detektiert wird. Der modulierte Laserstrahl einer Laserdiode wird am Balken reflektiert und auf einem PSD-Element mit Hilfe eines Lock-In Verstärkers ausgelesen. Die Autoren geben eine erzielbare Auflösung von  $1 \mu\text{T}$  an.

---

<sup>83</sup> Gibbs et al. 1996

<sup>84</sup> Gibbs 1995

<sup>85</sup> Osiander et al. 1996

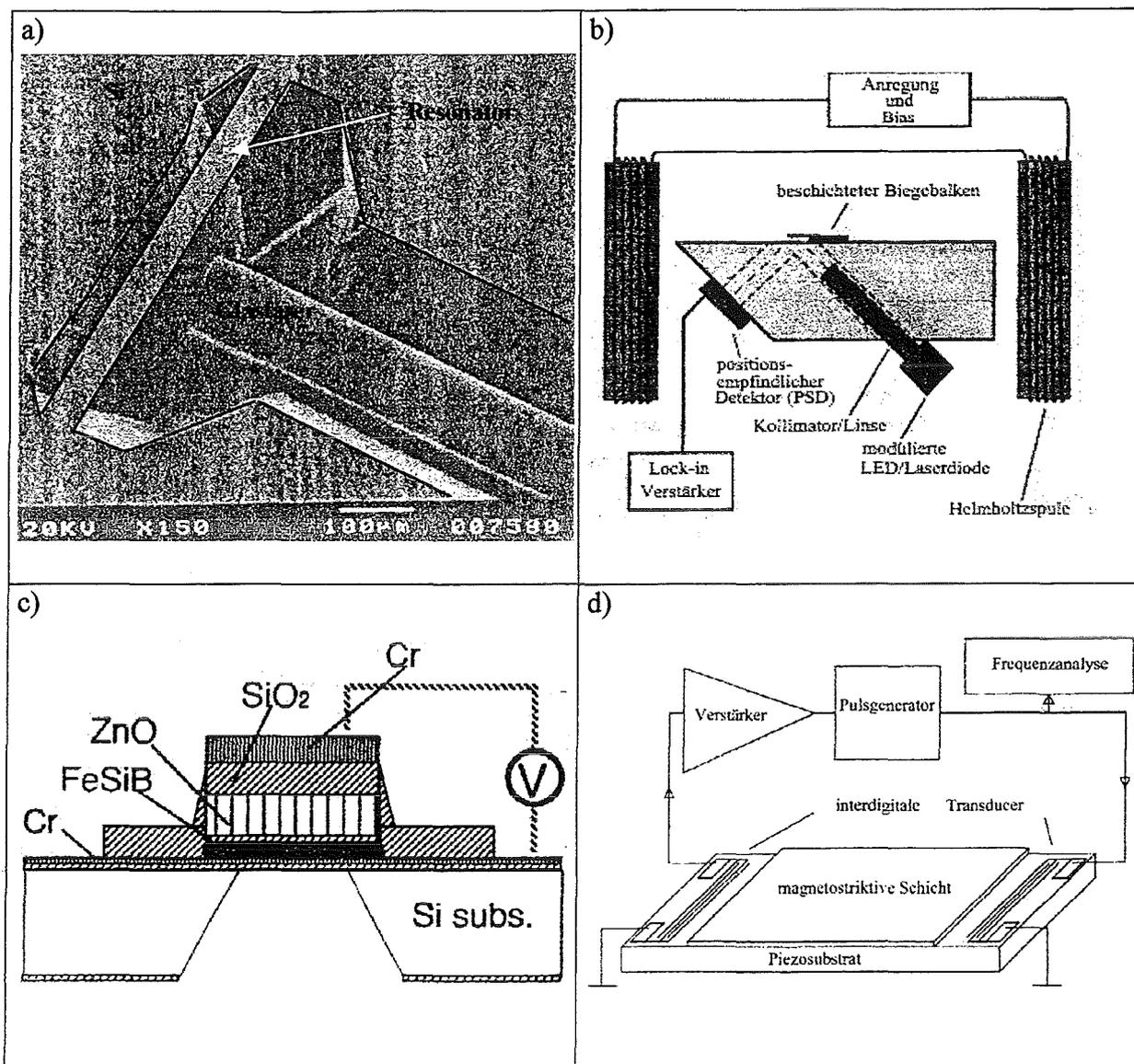


Abbildung 25: Schematische Darstellung magnetostriktiver Sensoren: a) Resonanter Sensor<sup>86</sup>, b) Magnetometer<sup>87</sup>, c) magnetostriktiv-piezoelektrischer Sensor<sup>88</sup>, d) magnetostriktives SAW-Bauteil<sup>89</sup>.

Ein neuer magnetostriktiver Sensor wurde von Arai et al. vorgeschlagen.<sup>90</sup> Das Konzept beruht auf der elastischen Kopplung zwischen dem piezoelektrischen und dem magnetostriktiven Effekt. Die Teststruktur (Abbildung 25 c) besteht aus einer mikro-mechanisch hergestellten Siliziummembran, auf die als Funktionsschichten eine piezoelektrische ZnO-Schicht und eine magnetostriktive FeSiB-Schicht abgeschieden werden. Die Funktionsschichten werden durch eine SiO<sub>2</sub>-Schicht elektrisch voneinander

<sup>86</sup> Gibbs et al. 1996

<sup>87</sup> Osiander et al. 1996

<sup>88</sup> Arai et al. 1995

<sup>89</sup> Koeninger et al. 1994

<sup>90</sup> Arai et al. 1995

isoliert und durch Cr-Schichten elektrisch kontaktiert. Bei Anlegen eines Magnetfeldes kommt es aufgrund der magnetostruktiven Dehnung der FeSiB-Schicht zur Erzeugung eines elektrischen Signals durch die mitgedehnte piezoelektrische Schicht. Die Autoren sehen Vorteile dieser Struktur in ihrem einfachen Aufbau, da keine Spule benötigt wird, in der hohen Effizienz und dem großen Ausgangssignal. Anwendungen einer magnetostruktiven FeSiB-Schicht auf einem PZT-Substrat als spannungskontrollierter variabler Induktor werden von Arai et al. vorgesehen.<sup>91</sup> Eine 4 µm dicke amorphe Fe<sub>77</sub>Si<sub>11</sub>B<sub>12</sub>-Schicht wird durch Magnetronspütern auf einem gekühlten 150 µm dicken PZT-Substrat abgeschieden. Als Elektroden dienen einerseits eine Au-Schicht auf der Substratrückseite und andererseits die magnetostruktive Schicht selbst. Durch das Anlegen einer elektrischen Spannung an das PZT-Substrat kommt es zur Dehnung der magnetostruktiven Schicht. Diese ändert aufgrund des inversen magnetostruktiven Effektes ihre magnetischen Eigenschaften. Die Autoren finden eine deutliche Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke und der Permeabilität vom angelegten elektrischen Feld. Neben der Anwendung als variabler Induktor besteht die Möglichkeit, die Struktur als Servomechanismus zu nutzen, wobei Bewegungen durch die piezoelektrische Schicht erzeugt werden, die durch die magnetostruktive Schicht detektiert werden.

Eine weitere Anwendung der Kombination piezoelektrischer und magnetostruktiver Materialien stellen magnetisch stimbare SAW-Bauteile dar (Abbildung 25 d).<sup>92,93</sup> Da die SAW-Bauteile nach ihrer Fertigstellung eine feste Frequenz besitzen, jedoch der Bedarf besteht, diese Frequenz zu verändern, wird versucht, durch die Anwendung magnetoelastischer dünner Schichten, die auf das SAW-Element abgeschieden werden, eine solche Abstimmbarkeit zu schaffen. Dazu muß die Schicht mechanisch gut an das SAW-Element koppeln, um ihre durch magnetoelastische Effekte veränderte Steifigkeit an das Element zu übertragen. Anwendungsbeispiele sind stimbare Verzögerungsstrecken (delay lines), Signalkonverter und Filter.<sup>94</sup> Als magnetostruktive Schichten wurden beispielsweise Fe-B Legierungen, aber auch TbDyFe verwendet. Die Schichten sollten eine große magnetostruktive Suszeptibilität und ein weichmagnetisches Verhalten besitzen, um schon mit kleinen Magnetfeldstärken eine große Änderung der Frequenz des SAW-Bauteiles erreichen zu können.

---

<sup>91</sup> Arai et al. 1994

<sup>92</sup> engl.: surface acoustic wave, akustische Oberflächenwelle

<sup>93</sup> Webb et al. 1979

<sup>94</sup> Koeninger et al. 1994

### 3 Experimentelle Methoden

Nachfolgend werden die in der vorliegenden Arbeit angewandten Verfahren und Methoden zur Herstellung und Charakterisierung magnetostriktiver Schichten und Schicht-Substrat-Verbunde vorgestellt.

#### 3.1 Herstellung magnetostriktiver Schicht-Substrat-Verbunde

Die Abscheidung magnetostriktiver Schichten auf Substrate erfolgt durch das Magnetronsputterverfahren. Das Magnetronsputtern zeichnet sich gegenüber anderen Beschichtungsverfahren durch mehrere Vorteile aus, wie hohe Beschichtungsraten, eine hohe Energie der Teilchen, die Unabhängigkeit vom Dampfdruck der Materialien und niedrige Prozeßtemperaturen. Nach der Beschichtung kann eine Glühbehandlung der Schichten notwendig sein, um mechanische und magnetische Eigenschaften der Schichten einzustellen und damit zu optimieren.

##### 3.1.1 Substrate

Als Substratmaterial wurde vor allem Silizium, aber auch Molybdän, Titan, Glas und Polyimid verwendet. Wenn im Text nicht anders vermerkt, befinden sich alle Schichten auf Si (100) Substraten. Im Falle von Molybdän, Titan und Polyimid wurden die Substrate aus Folien unterschiedlicher Dicke (10 bis 100µm) mittels einer Schneidemaschine herausgetrennt. Die Glassubstrate lagen in der gewünschten Geometrie vor. Die Probenabmessungen ergaben sich aus den Anforderungen der Meßmethoden. Typische Probenabmessungen waren 20 x 2 mm und 9,5 mm x 4 mm. Bei den Siliziumsubstraten diente das Laserschneiden zur Herstellung einfacher Biegebalken- oder Membranaktoren. Aus Si (100) Wafern wurden mit einem Nd:YAG Laser der Wellenlänge  $\lambda = 1064$  nm Proben herausgetrennt. Die Dicke der Wafer lag zwischen 100 und 525 µm. Die Pulslänge betrug beim Laserschneiden 0,2 ms, bei einer mittleren Laserleistung von 3 - 5 W. Das durch den Laser aufgeschmolzene Silizium wird durch einen Argongasfluß (4 - 8 bar) entfernt. Es können Bearbeitungsgeschwindigkeiten bis zu 6 mm/s erreicht werden. Die Verfahrensparameter sind dahingehend zu optimieren, Ablagerungen von wiedererstartem Si und Oxidationsprozesse in der hitzebeeinflussten Zone zu verhindern. Die minimal erreichbaren Strukturgrößen werden durch den Durchmesser des Laserstrahls und die Eigenschaften des bearbeiteten Materials bestimmt und betragen für Si ca. 20 µm.<sup>95</sup>

<sup>95</sup> W. Pflöging, private Mitteilung, 1999

### 3.1.2 Magnetronspütern ein- und viellagiger Schichten

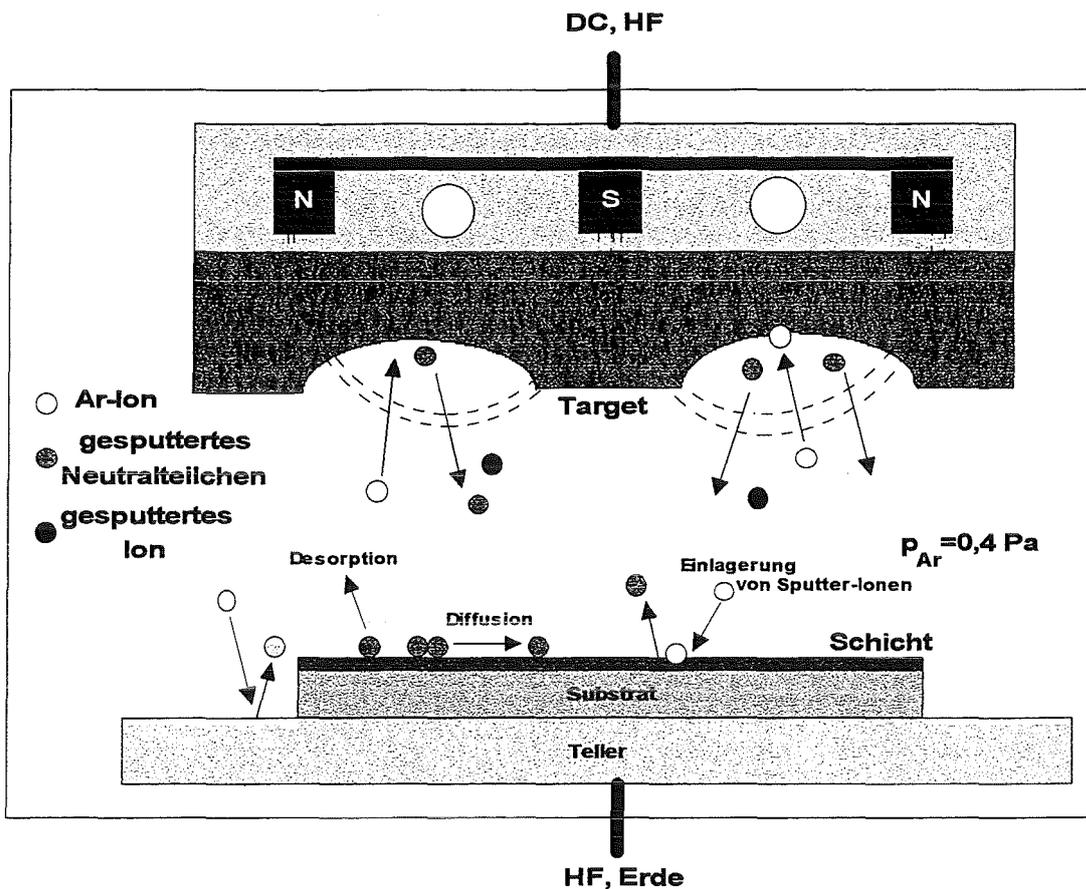
#### 3.1.2.1 Sputterprozeß

Das Sputtern oder auch Kathodenzerstäuben genannte Verfahren zur Herstellung dünner Schichten zählt zu den physikalischen Abscheideverfahren aus der Dampfphase, kurz PVD-Verfahren<sup>96</sup>. Weitere PVD-Verfahren sind beispielsweise das Aufdampfen, das Ionenplattieren, das Arc-Verdampfen und die Laserablation. Sowohl die PVD-Verfahren, als auch die "Chemical Vapor Deposition", kurz CVD-Verfahren, und das elektrolytische Abscheiden sind Methoden der Schichtherstellung, die auf einer atomaren Abscheidung beruhen.

Beim Sputtern wird in einer Vakuumkammer zwischen einer Kathode und einer Anode ein Hochspannungsfeld (Gleichspannung: DC oder hochfrequente Wechselspannung: HF) angelegt. Das zu zerstäubende Material dient als Kathode, diese wird im allgemeinen Sprachgebrauch als Target bezeichnet. Die Substrate werden als Anode gepolt. Wird nun ein Gas - bei nichtreaktivem Sputtern Edelgase wie Ar, beim reaktiven Sputtern beispielsweise Ar-Gasgemische mit hohem Anteil von O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub> oder H<sub>2</sub> - in die Kammer eingelassen, zündet, falls die Zündbedingungen erfüllt sind, ein Plasma. Die positiven Ar-Ionen werden durch ein Hochspannungsfeld auf das Target beschleunigt und schlagen aus dessen Oberfläche unterschiedlich geladene Teilchen heraus. Wie Abbildung 26 verdeutlicht, können die Ionen aber auch reflektiert oder implantiert werden. Weiterhin werden auch Sekundärelektronen und Photonen emittiert. Die herausgeschlagenen Teilchen kondensieren auf der Substratoberfläche. Das Filmwachstum auf der Substratoberfläche findet statt, indem die nicht wieder desorbierenden Teilchen, beispielsweise an Stufen oder Atomansammlungen, angelagert werden. Je nach der Energie der Teilchen oder auch der Temperatur des Substrates diffundieren die ankommenden Teilchen auf der Substratoberfläche in unterschiedlichem Maße (Abbildung 26). Um die Beschichtungsrate beim Sputtern zu erhöhen, wird oft mit Magnetron-Sputteranlagen gearbeitet. Bei diesen erzeugt ein hinter dem Target angebrachter Permanentmagnet ein inhomogenes Magnetfeld über der Targetoberfläche. Dieses Magnetfeld zwingt Elektronen aus dem Plasma auf Spiralbahnen. Der dadurch längere Weg der Elektronen erhöht die Wahrscheinlichkeit des Stoßes mit neutralen Gasatomen und dadurch der Erzeugung neuer Ionen, was eine Erhöhung der Sputterrate bedeutet. Eine inhomogene Verteilung der Ionendichte an der Targetoberfläche führt zur Bildung eines Erosionsgrabens am Target (Abbildung 26).

---

<sup>96</sup> engl.: physical vapor deposition



**Abbildung 26:** Schematische Darstellung des Sputterverfahrens. Zwischen Target und Substrat brennt ein Plasma, die auf das Target einfallenden Ionen schlagen Teilchen aus der Targetoberfläche. Am Target bildet sich ein Erosionsgraben. Es finden Teilchenwechselwirkungen mit der Substratoberfläche statt. Schichtwachstumsprozesse an der Substratoberfläche sind von der Art des Schichtmaterials, des Substrates und der Temperatur abhängig.

Neben dem oben beschriebenen Gleichstromsputtern (DC-Sputtern) ist auch eine Hochfrequenz-Sputtermethode (HF-Sputtern<sup>97</sup>) gebräuchlich. Die HF-Sputtermethode wird vor allem zur Zerstäubung von dielektrischen oder magnetischen Materialien verwendet, da aufgrund der hochfrequenten (z.B. 13,56 MHz) Einkopplung der Spannung das Target ein Nichtleiter sein kann. Um die Einkopplung zu regeln, sind spezielle Anpassungsnetzwerke notwendig. Das Verfahren zeichnet sich durch einen hohen Ionisationsgrad des Sputtergases aus, der durch die hochfrequent oszillierenden Elektronen erreicht wird.<sup>98</sup> Mittels des Hochfrequenzätzverfahrens kann eine Reinigung der Substrate vor dem Sputtern stattfinden, indem auf das Substrat hin beschleunigte Ionen die Substratoberfläche abtragen. Das negative Potential der Substrate wird durch die Hochfrequenz induziert.

<sup>97</sup> Oft auch als RF-Sputtern bezeichnet, von englisch: radio frequency.

<sup>98</sup> Shah 1995

Beim Bias-Sputtern werden die Substrate auf ein negatives Potential bezüglich des Plasmas gelegt: durch eine negative Spannung (DC), oder wie beim Ätzen durch ein Hochfrequenzpotential. Dadurch wird ein Ionenbombardement durch positive Ionen herbeigeführt. Dieses kann Auswirkungen auf die Reinheit, die Schichtstruktur und auf Schichteigenschaften wie Eigenspannungen haben.

Die Mikrostruktur gesputterter Schichten kann durch Strukturzonenmodelle wie das von Thornton erweiterte Dreizonenmodell von Movchan und Demchishin beschrieben werden.<sup>99</sup> Trägt man über dem Verhältnis von Substrattemperatur zu Schmelztemperatur und dem Inertgasdruck verschiedene Zonen auf, erhält man folgende Aussagen: von niedrigen Temperaturverhältnissen zu höheren gehend, ist das Wachstum der Schicht nacheinander von Abschattungseffekten und unzureichender Oberflächendiffusion, erhöhter Oberflächendiffusion bis zu Wachstum durch Volumendiffusion bestimmt. Ebenso nimmt die Dichte und Haftfestigkeit der Schichten in diesem Sinne zu. Ein steigender Inertgasdruck verschiebt die Zonenübergänge zu höheren Temperaturbereichen. Das Sputtern zeichnet sich gegenüber dem PVD-Verfahren thermisches Verdampfen durch höhere Energie der auf dem Substrat auftreffenden Teilchen aus (10 bis 100fach). Dies führt auch zu einer besseren Schichthaftung. Ebenso ist es vorteilhaft, daß das für die Beschichtung ausgewählte Material nicht in die flüssige Phase überführt werden muß, das heißt, es können auch hochschmelzende Materialien wie Wolfram oder Keramiken für Beschichtungen benutzt werden. Gegenüber CVD-Verfahren ist das Sputtern ein Verfahren, welches die Substrate thermisch weniger belastet. Die Verfahrenstemperatur liegt bei den in dieser Arbeit durchgeführten Experimenten bei 100°C bis 150°C. Weiterhin können beim Sputterverfahren fast alle Materialien eingesetzt werden, da im Gegensatz zu den CVD-Verfahren die Ausgangsmaterialien nicht in der Gasphase benötigt werden.

### 3.1.2.2 Sputteranlage

Die in der vorliegenden Arbeit verwendete Sputteranlage basiert auf dem Modell Z 550 der Firma Leybold-Heraeus, an der diverse Modifikationen vorgenommen wurden (Abbildung 27). Der erreichbare Enddruck der Anlage beträgt etwa  $1 \times 10^{-7}$  mbar. Es kann mit bis zu vier Targets gleichzeitig gearbeitet werden, wobei Targets des Durchmessers 75 mm bzw. 150 mm benutzt werden können. Für die elektrische Versorgung der Targets stehen drei DC- sowie zwei HF-Spannungsversorgungen zur Verfügung. Der Abstand zwischen Target und Substrat beträgt maximal 50 mm. Die Substrate, deren maximale Abmessungen kleiner als die des Targets sein sollten, können vor der Beschichtung durch Hochfrequenzätzen gereinigt werden. Die Targets werden durch Freisputtern gegen eine Blende gesäubert. Es können unterschiedliche

---

<sup>99</sup> Thornton 1977

drehbare Blenden (Sektoren-, Lochblenden) benutzt werden. Die Anlage besitzt eine hochfrequenztaugliche Heizung für Glühtemperaturen bis zu 600°C.

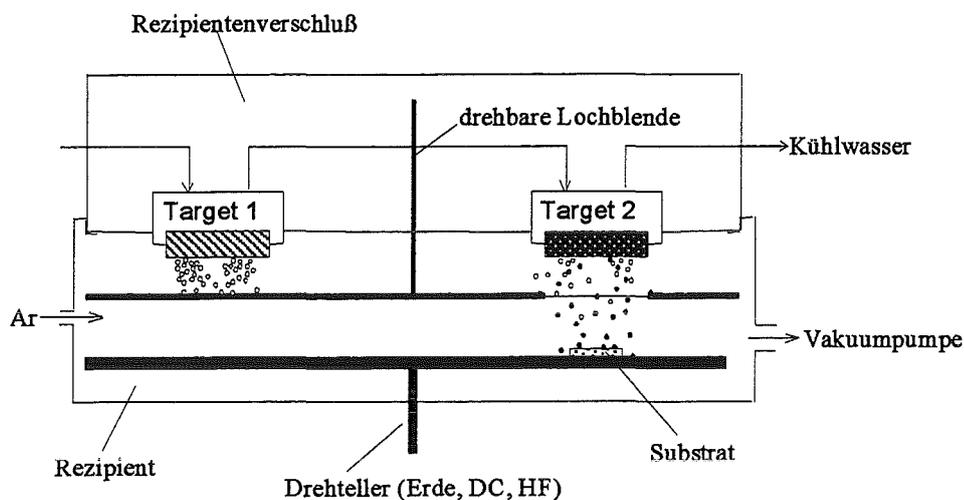


Abbildung 27: Schematische Darstellung der Sputteranlage.

### 3.1.2.3 Herstellung von Targets und einlagigen Schichten

Zur Herstellung magnetostriktiver dünner Schichten einer bestimmten chemischen Zusammensetzung mit dem Magnetronsputterverfahren müssen die Ausgangsmaterialien in Form von sogenannten Element- oder Legierungstargets vorliegen. Diese wurden entweder, wie im Fall von Seltenerdmetall-Übergangsmetall-Legierungen, von Zulieferern gekauft oder wie folgt sintermetallurgisch hergestellt. Die Ausgangsstoffe sind Pulver der benötigten Elemente. Diese werden entsprechend der gewünschten Zusammensetzung des Targets eingewogen und gründlich (8 h) durchmischt. Dieses Gemisch wird in eine Kohlenstoffmatritze gegeben und in einer Heißpresse gesintert. Der Druck beträgt dabei ca. 23 MPa. Bei der Herstellung eines  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Targets betrug die Sintertemperatur ca. 930°C, bei der eines  $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{18}\text{B}_{14}\text{Si}_1$ -Targets 950°C. Die gesinterte Scheibe (Durchmesser 80 mm, Dicke 6 bis 10 mm) wird anschließend auf das gewünschte Maß erodiert und mit leitfähigem Klebstoff auf einem Kupferhalter befestigt.

Die Herstellung einlagiger Schichten erfolgte mit folgenden Sputterparametern. Als Sputtergas wurde Argon 6N genutzt, der Ar-Partialdruck betrug  $4 \times 10^{-3}$  mbar. Bei der Herstellung von TbFe-Schichten mit dem DC-Sputterverfahren wurde die Leistung zwischen 100 und 500 W variiert, die Biasspannung zwischen 0 und 400 V. Die Leistung beim HF-Sputtern von TbFe-Schichten wurde zwischen 100 und 500 W variiert. Die Herstellung ferromagnetischer Schichten wie FeCo, FeCoBSi, CoB erfolgte mit dem HF-Sputterverfahren, die Leistung lag dabei zwischen 100 und 400 W.

Typische Beschichtungsraten lagen bei der Herstellung von Seltenerdmetall-Übergangsmetallschichten im Bereich von 1,5 bis 3 nm/s. Für ferromagnetische Targets ergaben sich im Bereich der genannten Sputterleistungen Beschichtungsraten von 0,3 bis 1 nm/s.

#### 3.1.2.4 Herstellung von Viellagenschichten

Zur reproduzierbaren Herstellung von hochmagnetostriktiven Viellagenschichten war es notwendig, den Sputterprozeß an der vorhandenen Anlage zu optimieren. Es wurde eine SPS-Viellagensteuerung konzipiert, mit der bis zu vier Targets gleichzeitig für die Herstellung von Viellagenschichten benutzt werden können. Die Steuerung regelt die Teller- und Blendenbewegung im "stop-and-go-mode". Die Substrate befinden sich auf einer festgelegten Tellerposition, die Steuerung fährt die Substrate in einer vor dem Beschichtungsvorgang zu wählenden Reihenfolge unter die Targets. Dabei verhält es sich so, daß die Öffnung der Lochblende vor den Substraten an der gewünschten Position ankommt. Die vorgegebene Beschichtungszeit läuft vom Zeitpunkt der Ankunft der Substrate unter dem Target ab. Die gesamte Verweilzeit der Substrate unter dem jeweiligen Target bestimmt die Dicke der Lage. Um die Homogenität und Kontrollierbarkeit sowohl der Gesamt- als auch der Einzellagendicken zu verbessern, muß die mit der Steuerung nicht erfaßte Zeit, während die Substrate bereits beschichtet werden, minimiert werden. Dies wird durch eine Maximierung der Drehgeschwindigkeit des Tellers sowie durch eine optimierte Blendenform erreicht.

Um die in Kapitel 1 genannten Anforderungen an magnetostriktive Aktorschichten zu erreichen, wurden Viellagenschichten hergestellt und untersucht, wobei für die hochmagnetostriktiven Lagen bei den positiv magnetostriktiven Materialien  $Tb_{40}Fe_{60}$  als Lagenmaterial gewählt wurde. Als Zwischenlagenmaterial wurden Schichtmaterialien mit hoher Sättigungsmagnetisierung wie Fe,  $Fe_{50}Co_{50}$  und  $Fe_{67}Co_{18}B_{14}Si_1$  benutzt. Bei den negativ magnetostriktiven Materialien wurde  $Sm_{40}Fe_{60}$  als hochmagnetostriktive Legierung gewählt, kristallines Ni bzw. amorphes  $Co_{80}B_{20}$  als Zwischenlagenmaterial. Als Sputtergas wurde Argon 6N genutzt, der Ar-Partialdruck betrug  $4 \times 10^{-3}$  mbar. Typische Sputterparameter bei der Herstellung der Viellagenschichten waren 150 W, 220 V Bias bei den TbFe-Lagen, bzw. 150 W, 100 V Bias bei den SmFe-Lagen. Die FeCo bzw. FeCoBSi Zwischenlagen wurden mit der HF-Sputtermethode mit einer Leistung von 200 bzw. 350 W abgeschieden, CoB mit 250 W.

Eine aus 7 nm dicken  $Tb_{40}Fe_{60}$ - und 9 nm dicken  $Fe_{50}Co_{50}$ -Lagen bestehende Viellagenschicht mit insgesamt 141 Lagen wird im Text als  $(7 \text{ nm TbFe} / 9 \text{ nm FeCo}) \times 70$  Viellagenschicht bezeichnet, wobei in dieser Bezeichnung die Anzahl der Doppellagen angegeben wird. Die 141. Lage ist eine weitere Lage des ferromagnetischen Materials und soll die Seltenerdmetall-Lagen vor Oxidation schützen. Die Anzahl der alternierenden Lagen wurde zwischen 2 und 1000 variiert.

### 3.1.3 Glühbehandlung

Die Wärmebehandlung der Schichten kann entweder in-situ während der Beschichtung oder nachträglich in einem Ofen unter Vakuum erfolgen. Bei nachträglichen Glühbehandlungen lag der Basisdruck bei  $< 10^{-6}$  mbar. Die Proben wurden in Titanblechschiffchen, die als Sauerstoffgetter wirken, in den Ofen eingebracht. Weiterhin konnten die Schichten in einer anderen Vakuumapparatur unter der Einwirkung eines äußeren Magnetfeldes bis zu einer Magnetfeldstärke von  $\mu_0 H_{\text{ext}} < 0,5$  T geglüht werden.

## 3.2 Schichtcharakterisierung

### 3.2.1 Bestimmung des Schichtaufbaus

#### 3.2.1.1 Schichtdicke

Zur Messung der Schichtdicke wird ein Teilbereich des Substrates abgedeckt, um nach der Beschichtung eine Stufe zu erhalten. Diese Stufe wurde mit einem Profilometer der Firma Tencor (P10 Long Scan Profiler) ausgemessen. Das Meßverfahren beruht auf dem Abtasten der zu messenden Oberfläche mit einer Nadel. Aus der gemessenen Schichtdicke und der Sputterzeit wird die Sputterrate errechnet. Fehler können bei der Bestimmung der Schichtdicke aus der inhomogenen Schichtdickenverteilung beim Magnetronspütern resultieren. Es sollte daher das für weitere Untersuchungen zu verwendende Substrat direkt zur Schichtdickenbestimmung herangezogen werden. Die gemessenen Schichtdicken lagen zwischen 100 nm und 30  $\mu\text{m}$ , typische Schichtdicken lagen zwischen 1 und 2  $\mu\text{m}$ .

#### 3.2.1.2 Chemische Zusammensetzung

Zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung von Schichten wurden folgende Analyseverfahren benutzt: Elektronenstrahl-Mikroanalyse (Mikrosonde) und Auger-Elektronen-Spektroskopie. Bei der Mikrosonde wird ein Elektronenstrahl auf eine Probe gerichtet. Dadurch werden Elektronen aus inneren Schalen emittiert, worauf Elektronen aus äußeren Schalen die entstandenen Lücken wieder besetzen. Dabei entsteht eine elementspezifische Röntgenstrahlung. Diese wird an einem Spektrometerelement gebeugt und mit einem Röntgenstrahlendetektor gemessen (wellenlängendispersiv). Die Informationstiefe ist von der Energie des Elektronenstrahls abhängig und beträgt ca. 1  $\mu\text{m}$ . Die zu untersuchenden Schichten sollten daher dicker sein als die Eindringtiefe des Elektronenstrahls.

Die Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES), verbunden mit in-situ Ionensputtern, erlaubt die Erstellung von Tiefenprofilen der chemischen Zusammensetzung einer Schicht. Bei der AES-Methode wird eine Probe mit Elektronen, deren Energie im kV-Bereich liegt, beschossen. Dadurch lösen sich Elektronen aus den inneren Schalen der Probenatome. Die so entstandenen Lücken werden mit Elektronen aus höheren Schalen aufgefüllt. Die dabei entstehende Energie wird auf dritte Elektronen - die sogenannten Auger-Elektronen - übertragen, die dadurch emittieren. Die Informationstiefe dieses Verfahrens ist durch die Austrittstiefe der Auger-Elektronen gegeben und beträgt wenige Nanometer. Die Messung erfaßt die kinetische Energie der pro Sekunde emittierten Auger-Elektronen. Die so erhaltenen Spektren ergeben nach Vergleich mit Referenzdaten Aussagen über die in der Probe enthaltenen Atomsorten und deren Konzentration. In der vorliegenden Arbeit wurden an einer Anlage der Firma Perkin Elmer (Typ: PHI 600 Auger Scanning Multiprobe) AES-Tiefenprofile hergestellt, indem Xenon-Ionen auf die rotierende Probe beschleunigt werden. Es muß bei der Erstellung von Tiefenprofilen darauf geachtet werden, daß durch das Sputtern zum Abtragen der Schicht auch Veränderungen der Schichteigenschaften verursacht werden können.

### 3.2.1.3 Struktur

Röntgenbeugungsanalysen an dünnen Schichten ergeben Aussagen über die kristalline oder amorphe Struktur des untersuchten Materials. Weiterhin können aus dem Röntgenspektrum Informationen über Kristallitgrößen, auftretende Phasen und deren Orientierungen gewonnen werden. Dazu wird in einem Röntgendiffraktometer (Firma Seifert) Röntgenstrahlung (hier: Cu-K $\alpha$ , Wellenlänge  $\lambda = 0,154$  nm) auf eine Probe gerichtet. Die gebeugte Strahlung wird von einem Zählrohr detektiert.

Die Rasterelektronenmikroskopie (REM) ermöglicht die Anfertigung kontrastreicher Bilder mit großer Tiefenschärfe und hoher Auflösung (< 20 nm). Ein Elektronenstrahl, dessen Durchmesser etwa 10 nm beträgt, wird über die Oberfläche der zu untersuchenden Probe geführt. Aus der Intensität der aus der Probe austretenden Sekundärelektronen ergibt sich zeilenweise ein Bild. Bei nichtleitenden Proben müssen diese vor dem Einbau in das REM mit einem leitfähigen Material beschichtet werden, um Aufladungseffekte zu vermeiden.

Bei der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) werden dünne Proben (< 100 nm) des zu untersuchenden Materials mit Elektronen durchstrahlt. Es können Hell- und Dunkelfeldaufnahmen gemacht werden. Beugungsbilder erlauben Aussagen über die Kristallinität der Probe: Punkte bei Einkristallen, scharfe Ringe bei Polykristallen und diffuse Ringe bei amorphen Proben. Bei der hochauflösenden Transmissionselektronenmikroskopie erreicht man eine Auflösung von ca. 0,2 nm. Für Viellagenschichten war es notwendig, Querschnittspräparate anzufertigen, um die Grenzflächen

zwischen den einzelnen Lagen und zwischen dem Substrat und der Schicht untersuchen zu können. Die Herstellung der Querschnittspräparate erfolgte in mehreren Schritten: zuerst wurden die zu untersuchenden Schichten auf ihren Substraten durch Brechen oder mit besonderen Ultraschallschneidegeräten auf ein bestimmtes Maß gebracht. Die Proben wurden Schicht auf Schicht zusammengeklebt und in eine zylinderförmige Probenhalterung eingeklebt. Diese wurde nach der Aushärtung des Klebers mit einer Diamantsäge in ca. 200 µm dicke Scheiben zersägt. Die Scheiben wurden durch beidseitiges Schleifen auf ca. 100 µm abgedünnt. Anschließend wurden in die Scheiben mit einem speziellen Gerät (Gatan Dimple Grinder) beidseitig Gruben eingebracht, um in der Probenmitte eine Dicke von ca. 20 µm zu erhalten. Die weitere Dünnung der Proben auf eine durchstrahlbare Dicke erfolgte in einem Ionenätzgerät.

### **3.2.2 Messung magnetischer Eigenschaften**

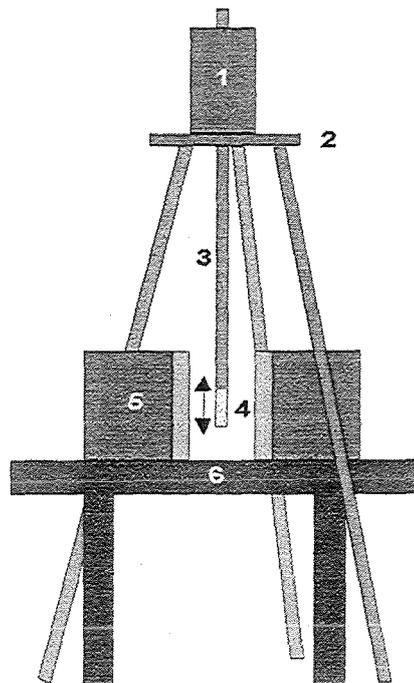
#### **3.2.2.1 Magnetisierung**

Ein Vibrationsmagnetometer (VSM<sup>100</sup>) diente zur Messung der Magnetisierung der Schichten. Der in dieser Arbeit verwendete Aufbau (vgl. Abbildung 28) besteht aus einem Elektromagneten zur Erzeugung des externen Magnetfeldes, das mit einer Hallsonde ausgelesen wird. Zwischen den Polschuhen des Magneten befindet sich der zu untersuchende Schicht-Substrat-Verbund in einem Plastik-Probenhalter. Der Probenhalter kann parallel oder senkrecht zum Magnetfeld ausgerichtet werden und wird über einen Antrieb zum Schwingen gebracht. Das von der schwingenden Probe, die durch das stationäre Magnetfeld magnetisiert wird, ausgehende magnetische Feld wird von Aufnehmerspulen erfaßt und über einen Vorverstärker an einen Lock-In-Verstärker gegeben. Die von der externen Magnetfeldstärke abhängige Magnetisierung der Probe wird aus der zuvor gemessenen Empfindlichkeit des Meßaufbaus - hierzu erfolgen Leermessungen und Messungen mit einer Eichprobe - und dem aus der Schichtdicke und der Fläche der Probe berechneten Volumen bestimmt.

Zur Bestimmung der Anisotropie in der Ebene steht ein Probenhalter zur Verfügung, in dem die Probe gedreht werden kann. Mit einem weiteren Probenhalter kann qualitativ der Einfluß von Zugspannungen auf die magnetische Hysterese bestimmt werden.

---

<sup>100</sup> engl.: vibrating sample magnetometer



**Abbildung 28:** Schematische Darstellung des Vibrationsmagnetometers: 1 Antrieb, 2 Gestell, ohne Verbindung zum Steintisch, 3 justierbare Probenhalterstange, 4 Probenhalter, 5 Elektromagnet mit Polschuhen und Aufnehmerspulen, 6 Steintisch auf Schwingungsdämpfern.

### 3.2.2.2 Domänenstruktur

Magnetische Domänen bzw. deren Wände können mit Methoden wie dem Bitter-Verfahren, der Kerr-Mikroskopie und der magnetischen Kraft-Mikroskopie (MFM<sup>101</sup>) sichtbar gemacht werden. In der vorliegenden Arbeit wurde vorwiegend die Interferenzkontrast-Kolloid-Methode<sup>102</sup> angewandt. Diese Untersuchungsmethode stellt eine Verbesserung des Bitter-Verfahrens dar. Ein Ferrofluid wird auf die Probe aufgetragen. Durch das Streufeld an der Oberfläche des magnetischen Körpers werden die Partikel des Ferrofluids ausgerichtet und dadurch die magnetische Struktur der Probe sichtbar gemacht. Zur Erzielung einer hohen Auflösung wird dieses magnetische Oberflächenmikrofeld mit einem Nomarski-Interferometer untersucht. Da sowohl die MFM- als auch die Interferenzkontrast-Kolloid-Methode am Institut nicht zur Verfügung standen, wurden diese Untersuchungen in Zusammenarbeit mit Prof. Dr. H.D. Chopra, Buffalo State University, USA und Prof. Dr. M. Wuttig, University of Maryland, USA, realisiert.

<sup>101</sup> engl.: magnetic force microscopy

<sup>102</sup> Chopra et al. 1998

### 3.2.2.3 Magnetostriktion

Die Messung der Magnetostriktion dünner Schichten erfolgte nach einem von Kloholm<sup>103</sup> eingeführten Meßprinzip. In der vorliegenden Arbeit wurde die magnetfeldabhängige Auslenkung eines einseitig eingespannten Biegebalkens, der auf einer Seite beschichtet ist, optisch detektiert. Der magnetoelastische Kopplungskoeffizient  $b$  ergibt sich aus:<sup>104</sup>

$$b = -\frac{\alpha d_s^2 E_s}{l_s d_f 6(1 + \nu_s)} \quad (26)$$

wobei  $\alpha$  den von der Magnetostriktion abhängigen Auslenkungswinkel der Probe,  $l_s$  und  $d_s$  die Substratlänge und -dicke,  $E_s$  und  $\nu_s$  die elastischen Konstanten des Substrates und  $d_f$  die Filmdicke bezeichnen. Aus dem magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten  $b$  kann die Magnetostriktion  $\lambda$  berechnet werden, falls der Elastizitätsmodul  $E_F$  der dünnen Schicht bekannt ist:

$$\lambda = -b \frac{(1 + \nu_F)}{E_F} \quad (27)$$

Der magnetoelastische Sättigungs-Kopplungskoeffizient  $b_s$  ergibt sich aus:

$$b_s = \frac{2}{3}(b_{\parallel} - b_{\perp}) \quad (28)$$

Die Indizes  $\parallel$  bzw.  $\perp$  geben die Richtung des Magnetfeldes bei der Messung der Magnetostriktion an: parallel bzw. senkrecht in der Schichtebene.

In Abbildung 29 sind die in der vorliegenden Arbeit benutzten unterschiedlichen Meßstände zur Bestimmung der Magnetostriktion dargestellt. Alle Meßaufbauten befinden sich auf schwingungsgedämpften Tischen. Für Messungen im Feldbereich bis 0,6 T wird ein Elektromagnet genutzt; im Bereich kleiner Magnetfelder bis 80 mT wird eine Helmholtzspulenanordnung genutzt. Die Auslesung der Magnetfeldstärke erfolgt über eine Hallsonde. Der magnetostriktive Biegebalken kann in allen Meßständen so eingebaut werden, daß das Magnetfeld entweder parallel oder senkrecht in der Schichtebene verläuft. Ein Laserstrahl wird auf das freie Ende des Biegebalkens gerichtet. Die Position des reflektierten Strahls wird mit PSD-Detektoren<sup>105</sup> (Heimann, Hamamatsu) gemessen. Es gilt die Beziehung:

$$\Delta x = 2\alpha l \quad (29)$$

<sup>103</sup> Kloholm 1976

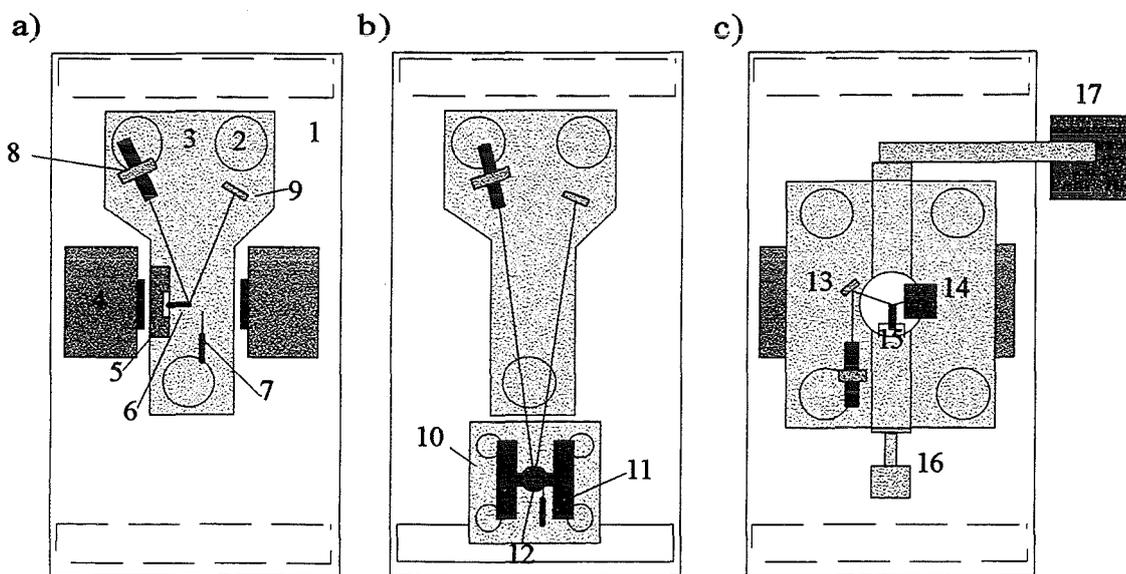
<sup>104</sup> Trémolet de Lacheisserie und Peuzin 1994

<sup>105</sup> von engl.: position sensitive device, optischer Positionssensor

wobei  $\Delta x$  die vom Laserstrahl auf dem PSD-Element zurückgelegte Strecke,  $\alpha$  den Auslenkungswinkel der Probe und  $l$  den Abstand zwischen der Probe und dem PSD-Element bezeichnet. Zwischen der Auslenkung  $z$  am Balkenende und dem Auslenkungswinkel  $\alpha$  gilt die Beziehung:

$$z = \frac{\alpha}{2} l_s \quad (30)$$

wobei  $l_s$  die Länge der Probe bezeichnet. Die Steuerung und Auslesung der Meßstände erfolgt über einen PC. Beim Meßstand zur Bestimmung der Temperaturabhängigkeit der Magnetostriktion befindet sich die eingespannte Probe in einer Vakuumapparatur. Die Probe wird durch eine Strahlungsheizung auf die gewünschte Temperatur gebracht. Diese wird mit einem Thermoelement kontrolliert.



**Abbildung 29:** Schematische Darstellung der Magnetostruktionsmeßstände: a) Elektromagnet zur Messung der Magnetostriktion bei großen äußeren Magnetfeldstärken b) Helmholtzspulenordnung zur Niedrigfeldmessung, c) Meßaufbau zur Messung der Magnetostriktion als Funktion der Temperatur. 1 Steintisch, 2 schwingungsgedämpfte Standbeine, 3 Grundplatte, 4 Elektromagnet mit variablen Polschuhen, 5 Halter für die eingespannte Probe, 6 Probe in der Einspannvorrichtung, 7 Hallsonde, 8 Laser, 9 PSD-Element, 10 schwingungsgedämpfte Grundplatte, 11 Helmholtzspulenordnung, 12 Probenhalter, 13 Umlenkspiegel, 14 PSD-Element, 15 Probe in der Einspannung, 16 Vakuumbauteile, 17 Pumpstand.

### 3.2.2.4 Magnetowiderstand

Der Magnetowiderstandseffekt, dessen Ursache in der Streuung von Leitungselektronen an den magnetischen Spinnmomenten der Atome liegt, äußert sich in einer Änderung des elektrischen Widerstandes eines magnetischen Materials im Magnetfeld. Die Widerstandsänderung  $\Delta\rho/\rho$  beträgt zwischen Bruchteilen eines Prozents bis ca. fünf

Prozent. Das Vorzeichen der Widerstandsänderung ist abhängig von der Orientierung des Magnetfeldes zum fließenden Strom: bei paralleler Ausrichtung ist sie bei den meisten Materialien positiv, bei senkrechter Ausrichtung negativ. Vergleichbar mit der Magnetostriktion ist der Magnetowiderstandseffekt unabhängig vom Vorzeichen des magnetischen Feldes, 180°-Domänenrotationen wirken sich nicht aus.<sup>106</sup>

Die Messung des Magnetowiderstandseffekts erfolgte mittels einer Vierpunktmessung. Vier äquidistante Nadeln kontaktieren die Probe. An den beiden äußeren Kontakten wird ein konstanter Strom  $I$  aufgeprägt, an den inneren Kontakten wird die an der Probe abfallende Spannung  $U$  gemessen. Wenn die Schicht dünn und ihre Dicke  $d_f$  bekannt ist, kann der spezifische Widerstand  $\rho$  nach Formel 31 berechnet werden:<sup>107</sup>

$$\rho = \frac{\pi U}{\ln 2 I} d_f \quad (31)$$

Mißt man den spezifischen Widerstand des zu untersuchenden Materials in einem variablen Magnetfeld, erhält man die Kennlinie des Magnetowiderstandseffekts.

### 3.2.3 Messung mechanischer Eigenschaften

#### 3.2.3.1 Schichteigenspannungen

Die Schichteigenspannung  $\sigma$  setzt sich aus intrinsischen Spannungen  $\sigma_{int}$  und thermischen Spannungen  $\sigma_{therm}$  zusammen:

$$\sigma = \sigma_{int} + \sigma_{therm} \quad (32)$$

Intrinsische Spannungen entstehen während der Beschichtung und können durch die Beschichtungsparameter beeinflusst werden. Nach einer Abkühlung von der Herstellungs- oder Glühtemperatur  $T_{GI}$  auf Raumtemperatur  $T_{RT}$  entstehen durch Unterschiede im thermischen Ausdehnungskoeffizienten zwischen Substrat ( $\alpha_s$ ) und Schicht ( $\alpha_f$ ) thermische Eigenspannungen:

$$\sigma_{therm} = (\alpha_f - \alpha_s)(T_{GI} - T_{RT})E_f \quad (33)$$

Experimentell wird die Schichteigenspannung  $\sigma$  aus der Differenz der Durchbiegung ( $\Delta x$ ) eines Substrates vor und nach der einseitigen Beschichtung bestimmt.

$$\sigma = \frac{4}{3} \frac{\Delta x E_s d_s^2}{(1 - \nu_s) d_f l_s^2} \quad (34)$$

<sup>106</sup> Bozorth 1968, S. 745

<sup>107</sup> Keithley 1998, S. 4-48

Dazu wurde ein Laserinterferometer der Firma UBM benutzt, das die Durchbiegung der Proben, hier lasergeschnittene Siliziumbalken, entlang deren langen Achse mißt. Aus der konvexen bzw. konkaven Krümmung des Substrates mit der Schicht auf der Oberseite ergibt sich, daß die Schicht unter Druck- bzw. Zugspannung steht.

Während der Glühung von Schicht-Substrat-Verbunden kommt es zu Eigenspannungsänderungen in den Schichten. Dies erfolgt durch atomare Umlagerungsprozesse, Entspannungsprozesse oder Kristallisation amorpher Schichten. Diese Spannungsänderungen wurden in einem speziellen Meßaufbau untersucht. Ein einseitig eingespannter Schicht-Substrat-Verbund wird über eine Strahlungsheizung im Hochvakuum erhitzt. Die aus den Bimetallspannungen zwischen Schicht und Substrat und den oben beschriebenen Spannungsänderungen resultierende Auslenkung des Biegebalkens wird optisch mit einem an der Probe reflektierten Laserstrahl detektiert (vgl. Abbildung 29 c).

### 3.2.3.2 Elastizitätsmodul und $\Delta E$ -Effekt

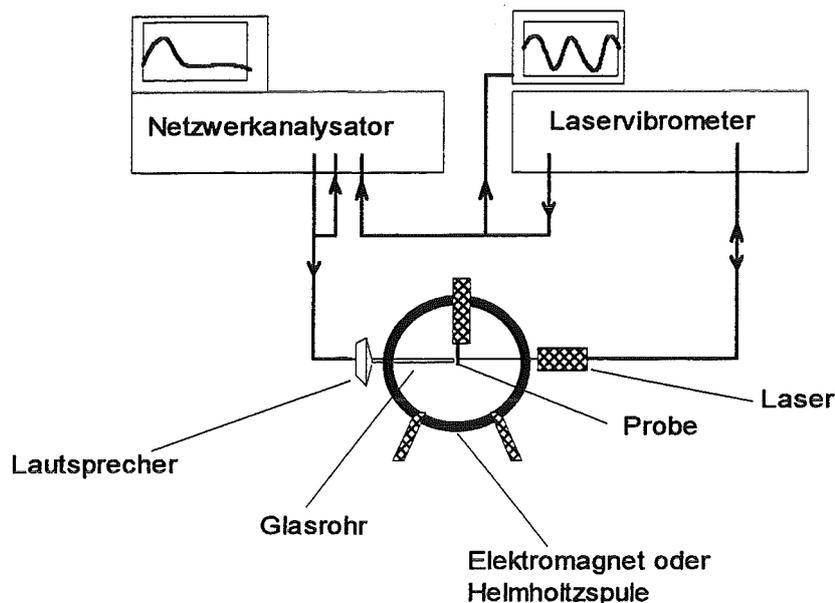
Die Messung des  $\Delta E$ -Effektes erfolgte durch eine Analyse des Frequenzspektrums eines akustisch angeregten, einseitig eingespannten und beschichteten Biegebalkens in Abhängigkeit eines äußeren Magnetfeldes (Abbildung 30). Ein Netzwerkanalysator (HP 4195 A) liefert in einem Frequenzband die Anregungsspannung für einen Lautsprecher. Gleichzeitig wird dieses Signal als Referenzsignal im Netzwerkanalysator genutzt. Die Schwingung des Biegebalkens wird über ein Laservibrometer (PI) erfaßt, welches das gemessene Signal an den Netzwerkanalysator liefert. Auf diese Weise können Resonanzfrequenzen des Schicht-Substrat-Verbundes untersucht werden.

Die Änderung der Eigenfrequenz im Magnetfeld ist mit der Änderung des Elastizitätsmodules der Schicht ( $\Delta E_f$ ) nach Formel (35)<sup>108</sup> verknüpft:

$$\Delta E_f = \frac{E_s d_s}{3d_f} \left[ \left( \frac{f_{r,H}}{f_{r,0}} \right)^2 - 1 \right] \quad (35)$$

wobei  $E_s$  und  $d_s$  den Elastizitätsmodul und die Dicke des Substrates,  $d_f$  die Schichtdicke,  $f_{r,0}$  und  $f_{r,H}$  die Frequenz des schwingenden Balkens ohne und mit angelegtem Magnetfeld bezeichnen.

<sup>108</sup> K.Mackay, private Mitteilung, 1998



**Abbildung 30:** Meßaufbau zur Bestimmung des  $\Delta E$ -Effektes. Das Frequenzspektrum eines akustisch angeregten Schwingers wird mit Hilfe eines Netzwerkanalysators und eines Laservibrometers aufgenommen. Aus der magnetfeldabhängigen Änderung der Resonanzfrequenz läßt sich der  $\Delta E$ -Effekt berechnen.

Zur Bestimmung von Absolutwerten des Elastizitätsmoduls dünner Schichten können verschiedene Verfahren verwendet werden. In der vorliegenden Arbeit wurde vorwiegend das Nanoindentationsverfahren benutzt (Abbildung 31).<sup>109</sup> Bei diesem Verfahren wird eine pyramidenförmige Indenterspitze in das zu prüfende Material gepreßt. Dabei wird die Last  $P$  und die Auslenkung  $w$  während des Be- und Entlastens aufgezeichnet. Der kombinierte Elastizitätsmodul von Indenter und Probe,  $E^*$ , ergibt sich aus:

$$E^* = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{dP}{dw} \frac{1}{\sqrt{A_p}} \quad (36)$$

wobei  $A_p$  die projizierte Kontaktfläche und  $dP/dw$  die Steigung der Last-Auslenkungskurve bei beginnender Entlastung bezeichnen.

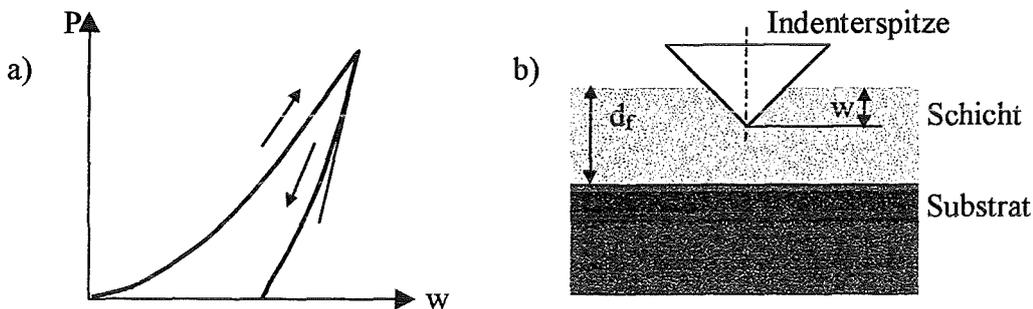
Der Elastizitätsmodul  $E$  der Probe errechnet sich aus:

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (37)$$

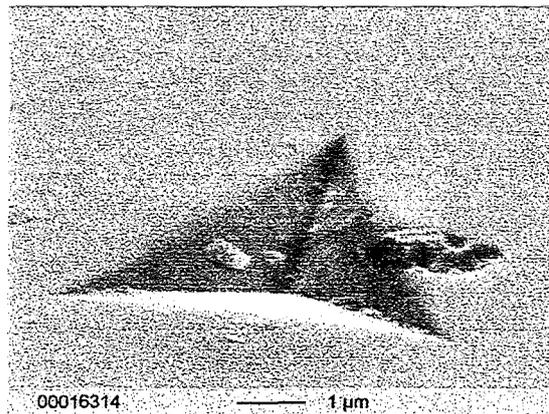
mit dem Indentermodul  $E_i$ , dem kombinierten Elastizitätsmodul von Indenter und Probe  $E^*$  und der Poissonzahl  $\nu$ . Wird ein Schicht-Substrat-Verbund mit dem Nanoindentationsverfahren untersucht, muß beachtet werden, daß der gemessene Elastizitätsmodul  $E$  eine komplexe Größe ist, die aus der lokalen, mittleren Reaktion des Substrates und der

<sup>109</sup> Mencik et al. 1996, Mencik et al. 1997

Schicht resultiert. Der gemessene Elastizitätsmodul kann zwischen dem Schichtelastizitätsmodul für sehr kleine Eindringtiefen bis zum Substratelastizitätsmodul für Eindringtiefen, die größer als die Schichtdicke sind, variieren. Um den tatsächlichen Elastizitätsmodul der Schicht zu erhalten, ist es nötig, eine Reihe von Messungen durchzuführen, bei denen die Eindringtiefe und die Last variiert werden. Dann werden die gemessenen Werte auf die Eindringtiefe Null extrapoliert. Es ist zu beachten, daß auch die Oberflächenbeschaffenheit, insbesondere die Rauigkeit der Probe, einen Einfluß auf die Genauigkeit der Meßwerte hat. Abbildung 32 zeigt die REM-Aufnahme eines Indentereindrucks in eine (TbFe/FeCoBSi)-Viellagenschicht.



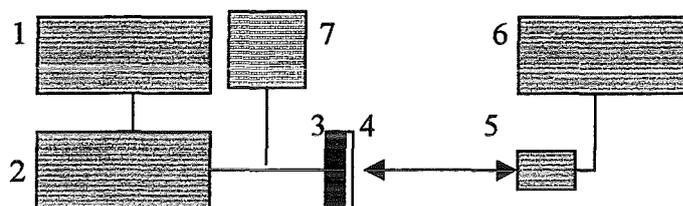
**Abbildung 31:** Nanoindentationsverfahren: a) Be- und Entlastungskurve. Die mit der Indenterspitze aufgebrachte Last  $P$  ist über dem Weg  $w$  aufgetragen. Die Steigung dieser Kurve bei beginnender Entlastung ist ein Maß für den Elastizitätsmodul des Schicht-Substrat-Verbundes; b) Die Indenterspitze dringt in eine Schicht der Dicke  $d_f$  ein. Dabei legt sie den Weg  $w$  zurück.



**Abbildung 32:** REM-Aufnahme der durch einen Indentereindruck entstandenen Vertiefung in einer (TbFe/FeCoBSi) x 70 Viellagenschicht.

### 3.2.3.3 Frequenzabhängiges Verhalten von Schicht-Substrat-Verbunden

Das frequenzabhängige Verhalten von Schicht-Substrat-Verbunden wurde mit dem in Abbildung 33 schematisch dargestellten Aufbau gemessen. Eine magnetostruktive Membran wird auf einer Halterung befestigt und in einen kleinen Elektromagneten zur Erzeugung radialer Wechselmagnetfelder eingebaut. Über einen Frequenzgenerator und einen Verstärker wird der Elektromagnet angesteuert. Zur Aufrechterhaltung einer konstanten Magnetfeldstärke bei steigender Frequenz ist es notwendig, die Ausgangsspannung am Frequenzgenerator nachzuregeln. Die frequenzabhängige Auslenkung der Membran wird über ein Laservibrometer ausgelesen.



**Abbildung 33:** Schematische Darstellung des Meßaufbaus zur Bestimmung des frequenzabhängigen Verhaltens magnetostruktiver Membranen: 1) Frequenzgenerator, 2) Verstärker, 3) Elektromagnet zur Erzeugung radialer Magnetfelder, 4) magnetostruktive Membran, 5) Laser, 6) Laservibrometer, 7) Oszilloskop.

## 4 Ergebnisse

### 4.1 Einlagenschichten

Im folgenden werden die Ergebnisse der Schichtentwicklung im Bereich einlagiger magnetischer Schichten dargestellt. Diese sollen einerseits als Grundlage für die Entwicklung von Viellagenschichten dienen, andererseits aber auch als einlagige Schichten optimale Werte erzielen. Damit dienen sie erstens als Beurteilungsmaßstab für die Viellagenschichten und können zweitens selbst für Anwendungen genutzt werden, falls die Anwendung keine Viellagenschicht erfordert oder erlaubt.

#### 4.1.1 Hochmagnetostruktive Schichten auf Seltenerdmetall-Übergangsmetallbasis

Die Entwicklung hochmagnetostruktiver einlagiger Schichten basiert auf den Seltenerdmetall-Übergangsmetall-Legierungen. In der vorliegenden Arbeit werden vor allem amorphe  $Tb_{40}Fe_{60}$ -Schichten untersucht. Die Schichten werden mit unterschiedlichen Leistungen abgeschieden: für Viellagenschichten werden relativ niedrige Abscheideraten benötigt. Eine Sputterleistung von 150 W und eine Biasspannung von 220 V führten bei einem TbFe-Target zu einer Beschichtungsrate von ca. 1,7 nm/s. Die genannten Beschichtungsparameter führen aber nicht unbedingt zu einem Optimum im magnetostruktiven Verhalten der einlagigen Schichten.

##### 4.1.1.1 Zusammensetzung, Struktur und mechanische Eigenschaften

Beim Magnetronsputterverfahren kann es zu Unterschieden zwischen der chemischen Zusammensetzung des Targetmaterials und der abgeschiedenen Schichten kommen. Die Schichten werden im folgenden mit ihrer Sollzusammensetzung bezeichnet.

Alle ohne zusätzliche Heizung abgeschiedenen  $Tb_{40}Fe_{60}$ -,  $(Tb_{30}Dy_{70})_{42}Fe_{58}$ - und  $Sm_{40}Fe_{60}$ -Schichten hatten eine amorphe Struktur. Abbildung 34 zeigt ein Röntgendiffraktogramm einer  $Tb_{40}Fe_{60}$ -Schicht (150 W, 220 V Bias,  $d = 1,6 \mu m$ ): es sind keine kristallinen Röntgenreflexe zu erkennen. Eine kristalline Struktur erscheint im Röntgendiffraktogramm erst nach einer Glühung der Schicht bei 500°C (Abbildung 35).

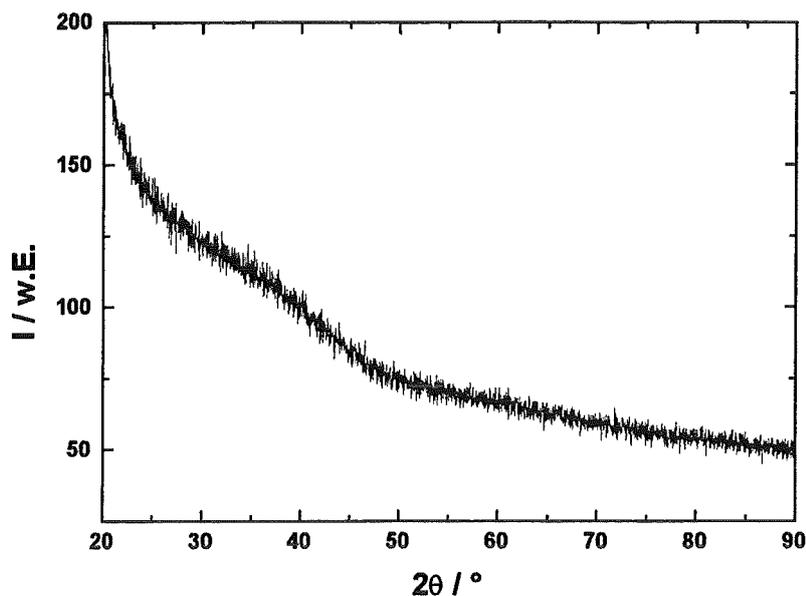


Abbildung 34: Röntgendiffraktogramm einer  $Tb_{40}Fe_{60}$ -Schicht (150 W, 220 V Bias,  $d = 1,6 \mu m$ ). Es sind keine Röntgenreflexe erkennbar.

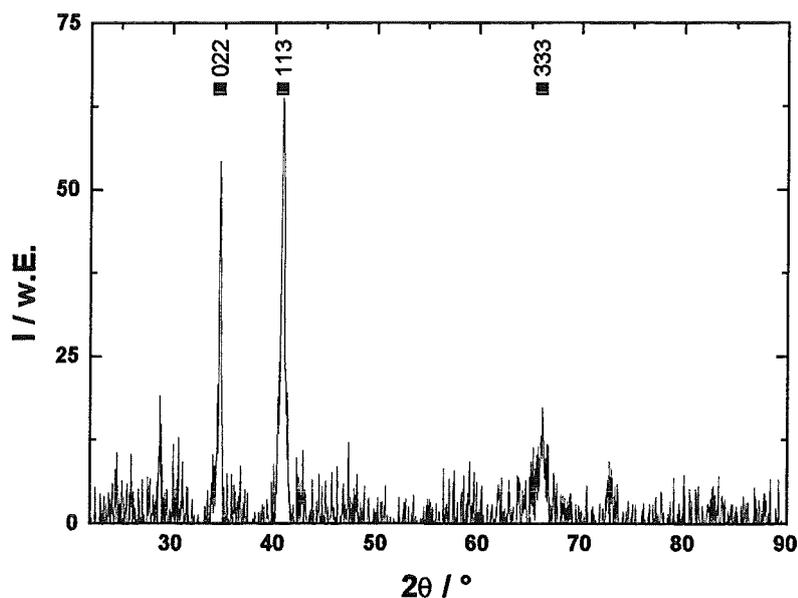
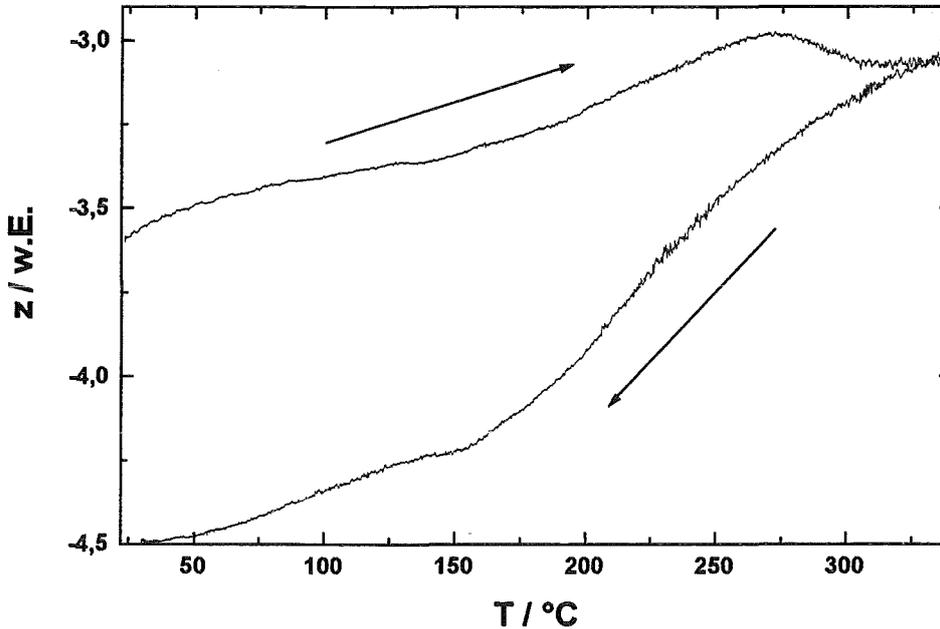


Abbildung 35: Röntgendiffraktogramm einer  $Tb_{40}Fe_{60}$ -Schicht (150 W, 220 V Bias,  $d = 1,6 \mu m$ ) nach einer Glühung bei  $500^{\circ}C$  (60 min). Es sind die Reflexe {022}, {113} und {333} von  $TbFe_2$  erkennbar.

Abbildung 36 zeigt die temperaturabhängige Auslenkung eines einseitig eingespannten Silizium-Biegebalkens, der auf der Oberseite mit  $Tb_{40}Fe_{60}$  beschichtet ist. Die Auslenkung kommt durch Bimetallspannungen, thermisch induzierte Entspannungseffekte und magnetostriktive Effekte zustande. Die Kurve ändert sowohl beim Aufheizen, als auch beim Abkühlen bei ca.  $150^{\circ}C$  ihre Steigung. Dieser Effekt kann durch den Übergang zwischen dem ferromagnetischem und dem paramagnetischem Zustand bei der Curietemperatur und der damit verbundenen Magnetostraktion erklärt werden. Bei  $275^{\circ}C$  durchläuft die Kurve einen Wendepunkt. Dies deutet darauf hin, daß

innere Spannungen des Materials abgebaut werden. Die Steigungen der Kurve sind beim Aufheizen und Abkühlen unterschiedlich, dieses Verhalten spricht ebenfalls für eine Änderung der Struktur der Schicht durch die Glühung.



**Abbildung 36:** Die temperaturabhängige Änderung der Auslenkung  $z$  eines  $Tb_{40}Fe_{60}$ -Siliziumsubstrat-Verbunds ( $TbFe$ : 150 W, 220 V Bias,  $d = 2,1 \mu m$ ,  $d_S = 200 \mu m$ ) beim Aufheizen auf ca.  $350^\circ C$  (Heizrate ca. 5 K/min) und anschließendem Abkühlen (Kühlrate ca. 5 K/min) auf Raumtemperatur. Während der Glühung war ein Magnetfeld von ca. 75 mT angelegt.

Auf Siliziumsubstrate abgeschiedene  $Tb_{40}Fe_{60}$ -Schichten (150 W, 220 V Bias) befinden sich nach der Herstellung unter Druckeigenstressungen der Größenordnung 150 MPa. Eine Änderung dieser Schichteigenstressungen kann durch eine Glühbehandlung erfolgen. Nach einer Glühung bei ca.  $250^\circ C$  (45 min) befinden sich die Schichten im Zugspannungszustand.

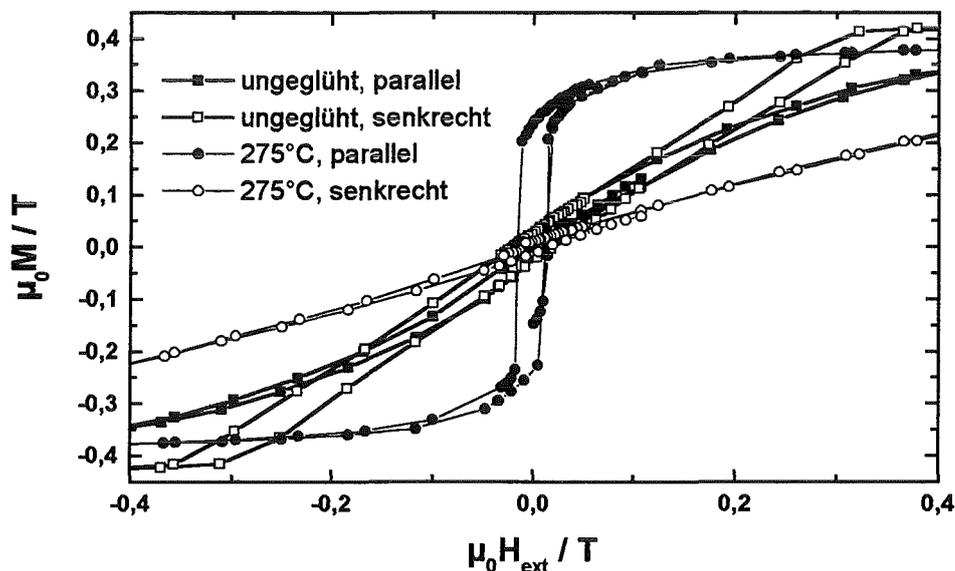
Aus Nanoindentationsversuchen ergeben sich die in Tabelle 4 aufgeführten elastischen Konstanten für unterschiedliche Seltenerdmetall-Übergangsmetall-Schichten. Für alle Schichten wird eine Querkontraktionszahl von 0,3 angenommen.

Schicht	$E_r$ / GPa
$Tb_{40}Fe_{60}$	60,8 bis 88,4
$(Tb_{30}Dy_{70})_{42}Fe_{58}$	67,6 bis 88,3
$Sm_{40}Fe_{60}$	54,6 bis 64,3

**Tabelle 4:** Aus Nanoindentationsversuchen ermittelte elastische Konstanten für unterschiedliche Seltenerdmetall-Übergangsmetallschichten ( $d = 2$  bis  $4 \mu m$ ) auf Si-Substraten.

#### 4.1.1.2 Magnetisierung

Bedingt durch ihre Struktur, haben amorphe  $Tb_{40}Fe_{60}$ -Schichten eine kleinere Sättigungsmagnetisierung als kristalline  $Tb_{40}Fe_{60}$ -Schichten. Die magnetischen Hysteresen einer ungeglühten und einer bei  $275^{\circ}C$  (15 min) geglühten  $Tb_{40}Fe_{60}$ -Schicht (150 W, 220 V Bias,  $d = 1,0 \mu m$ ) sind in Abbildung 37 dargestellt. Die Messungen erfolgen jeweils parallel bzw. senkrecht zur Schichtebene. Aus der Abbildung geht hervor, daß die ungeglühte Schicht eine senkrechte Anisotropie besitzt, während bei der geglühten Schicht die Magnetisierung in der Schichtebene liegt. Dies ist durch einen veränderten Spannungszustand in der Schicht nach der Glühung zu erklären. Die Glühung führt neben einer Steigerung der Permeabilität zu einer Erhöhung der Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_C$  von 9,4 mT auf 15,6 mT. Die Sättigungspolarisation dieser  $Tb_{40}Fe_{60}$ -Schichten liegt bei paralleler Messung zwischen 0,35 und 0,39 T.



**Abbildung 37:** Verlauf der magnetischen Polarisation einer  $Tb_{40}Fe_{60}$ -Schicht (150 W, 220 V Bias,  $d = 1,0 \mu m$ ) vor und nach einer Glühung bei  $275^{\circ}C$  (15 min). Die Messungen erfolgten parallel und senkrecht zur Schichtebene.

Abbildung 38 zeigt die magnetische Hysterese einer  $Sm_{40}Fe_{60}$ -Schicht (150 W, 100 V Bias,  $d = 2,2 \mu m$ ). Die Sättigungspolarisation beträgt 0,62 T, bei einer Sättigungsfeldstärke von  $\mu_0 H_S = 100$  mT. Die im Vergleich zu  $Tb_{40}Fe_{60}$ -Schichten höhere Sättigungspolarisation erklärt sich aus der parallelen Kopplung zwischen den magnetischen Momenten der Sm- und Fe-Atome. Die Schicht hat eine isotrope leichte Ebene, die Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_C$  beträgt bei paralleler Messung 13,5 mT.

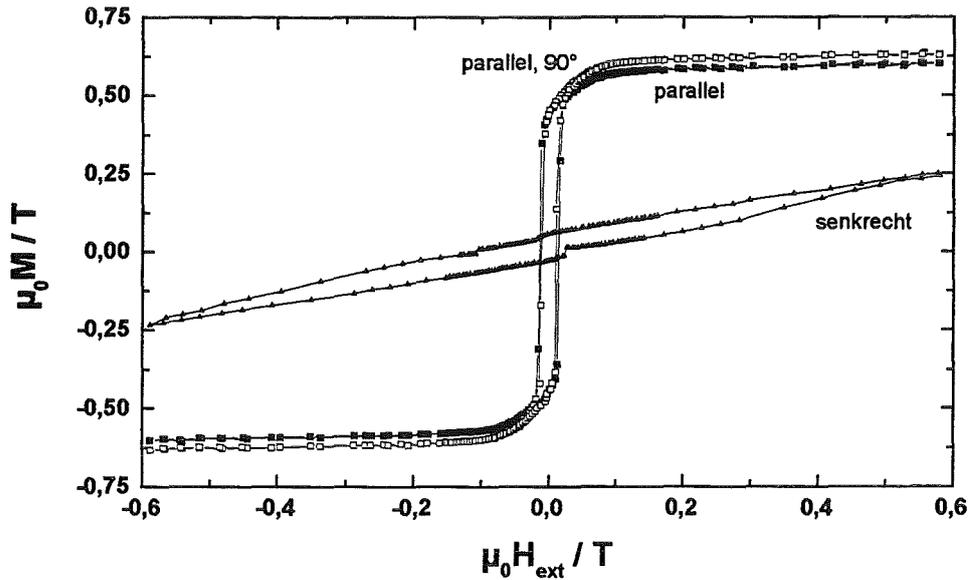
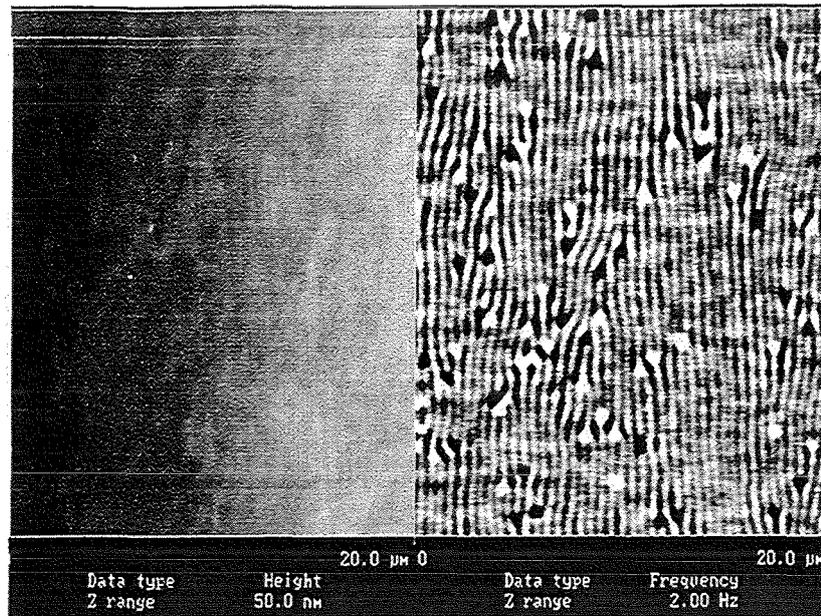


Abbildung 38: Magnetische Hysterese einer  $\text{Sm}_{40}\text{Fe}_{60}$ -Schicht (150 W, 100 V Bias,  $d = 2,2 \mu\text{m}$ ) für unterschiedliche Meßrichtungen.

#### 4.1.1.3 Domänenstruktur

Die Domänenstruktur einer  $\text{Tb}_{40}\text{Fe}_{60}$ -Schicht (150 W, 220 V Bias,  $d = 1,2 \mu\text{m}$ ) ist in Abbildung 39 dargestellt. Die Aufnahme an der vom Autor hergestellten Probe wurde freundlicherweise von Prof. Dr. M. Wuttig, University of Maryland, USA, mit der Methode der magnetischen Rasterkraftmikroskopie (MFM) erstellt. Links ist die Topographie der Probe zu erkennen, in diesem Fall eine sehr glatte Oberfläche, da der Film auf einem Siliziumwafer abgeschieden wurde. Rechts ist die magnetische Struktur der Probe zu erkennen. Die Domänen sind streifenförmig, diese Struktur ist typisch für Schichten mit einer senkrechten Anisotropie. Für  $\text{TbDyFe}$ -Schichten werden ähnliche Domänenstrukturen beobachtet.<sup>110</sup>

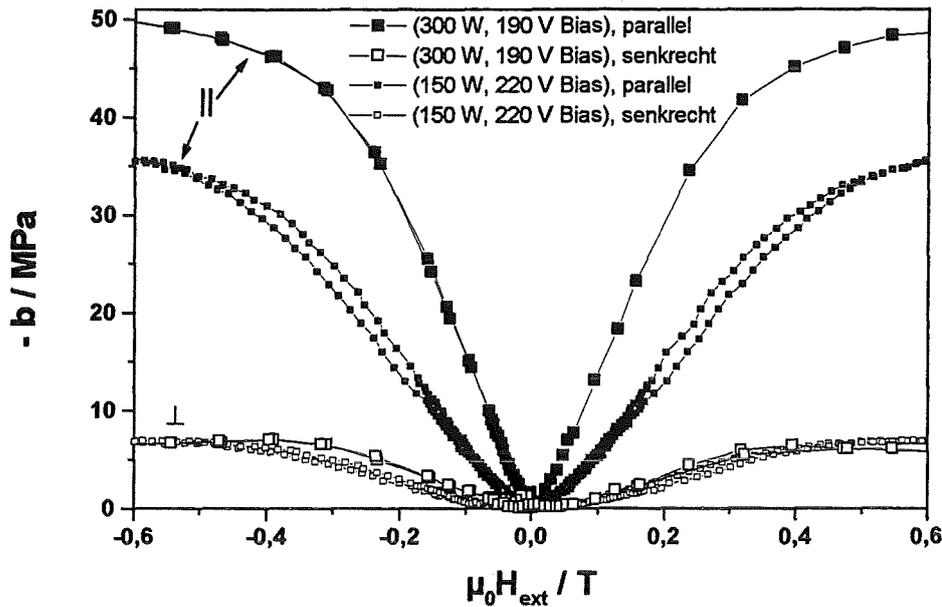


**Abbildung 39:** MFM-Aufnahme der Domänenstruktur einer Tb<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>-Schicht (150 W, 220 V Bias, d = 1,2 μm). Links Topographie, rechts magnetisches Bild.<sup>111</sup>

#### 4.1.1.4 Magnetostriktion

Im folgenden wird der Verlauf der Magnetostriktion bzw. des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten über der äußeren Magnetfeldstärke anhand unterschiedlicher Tb<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>-Schichten diskutiert. Abbildung 40 zeigt einen Vergleich der magnetostriktiven Hysterese von Tb<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>-Schichten, die mit (300 W, 190 V Bias) bzw. (150 W, 220 V Bias) hergestellt werden. Die mit 300 W Sputterleistung abgeschiedene Schicht zeigt bei paralleler Messung einen sehr hohen magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten von  $b = -50$  MPa, während die mit 150 W hergestellte Schicht lediglich -35 MPa erreicht. Die Form der magnetostriktiven Hysterese ist bei beiden Schichten ähnlich, nach einem Bereich, in dem der magnetoelastische Kopplungskoeffizient linear ansteigt, kommt es bei ca. 0,3 bis 0,4 T zu einem Abflachen der Kurve. Die Sättigung wird für beide Schichten erst bei Feldstärken  $\mu_0 H_{\text{ext}}$  größer als 0,6 T erreicht.

<sup>111</sup> Die MFM-Aufnahme wurde von Prof. Dr. M. Wuttig, University of Maryland, USA, erstellt.



**Abbildung 40:** Vergleich des magnetostriktiven Verhaltens einer mit (300 W, 190 V Bias,  $d = 2,8 \mu\text{m}$ ) und einer mit (150 W, 220 V Bias,  $d = 1 \mu\text{m}$ ) gesputterten  $\text{Tb}_{40}\text{Fe}_{60}$ -Schicht. Die Messungen erfolgten jeweils parallel und senkrecht in der Schichtebene.

Das magnetostriktive Verhalten einer mit der Hochfrequenzsputtermethode hergestellten  $\text{Tb}_{40}\text{Fe}_{60}$ -Schicht ist in Abbildung 41 dargestellt. Diese Schicht besitzt den höchsten in der vorliegenden Arbeit gemessenen magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten:  $b_s = -35,8 \text{ MPa}$  (bei  $\mu_0 H_{\text{ext}} = 0,6 \text{ T}$ ). Die Schicht ist durch einen steilen Anstieg der Magnetostriktion bei kleinen äußeren Magnetfeldstärken gekennzeichnet. Das magnetostriktive Verhalten einer  $\text{Sm}_{40}\text{Fe}_{60}$ -Schicht (150 W, 100 V Bias) ist in Abbildung 42 für Messungen parallel und senkrecht in der Schichtebene wiedergegeben. Da die Werte des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten in beiden Meßrichtungen mit  $19,5 \text{ MPa}$  gleich hoch sind, kann man auf eine isotrope leichte Ebene schließen. Die Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_C$  beträgt ca.  $13 \text{ mT}$ . Die Magnetostriktion mündet bei ca.  $0,2 \text{ T}$  in die Sättigung ein.

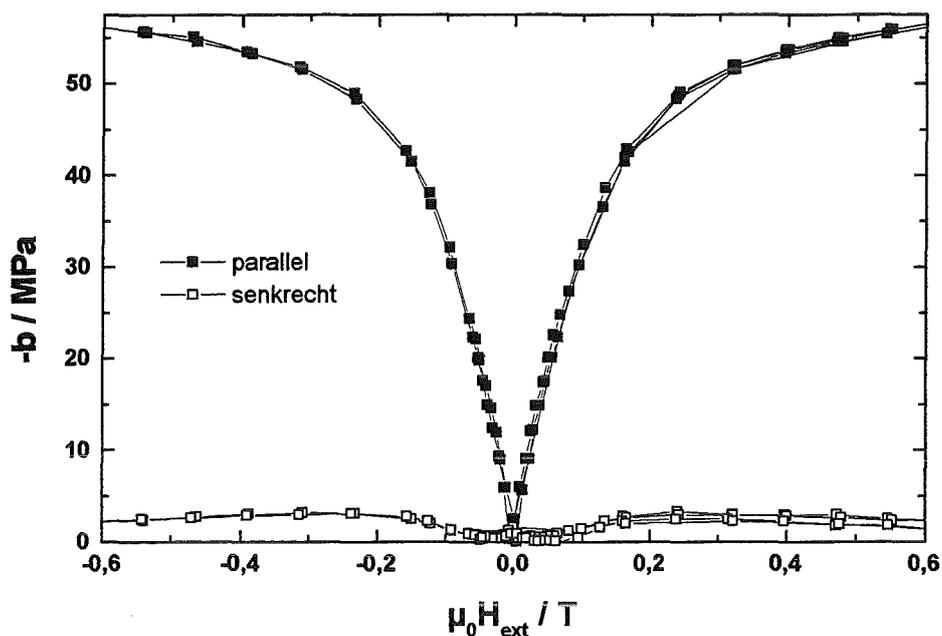


Abbildung 41: Verlauf des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten einer mit dem Hochfrequenzsputterverfahren hergestellten  $Tb_{40}Fe_{60}$ -Schicht (300 W HF,  $d = 4 \mu m$ ) in Abhängigkeit des externen Magnetfeldes. Die Messungen erfolgten parallel und senkrecht in der Schichtebene.

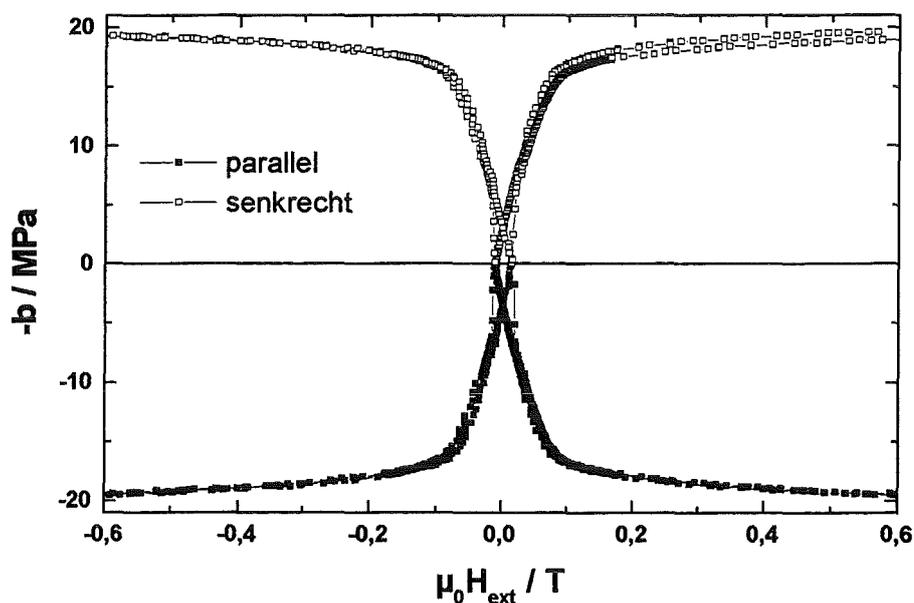


Abbildung 42: Verlauf des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten einer  $Sm_{40}Fe_{60}$ -Schicht (150 W, 100 V Bias,  $d = 2,2 \mu m$ ) für parallele und senkrechte Messungen in der Schichtebene.

Abbildung 43 zeigt das magnetostruktive Verhalten einer  $Tb_{40}Fe_{60}$ -Schicht (300 W, 190 V Bias) nach einer Glühung bei  $250^\circ C$  (45 min). In der Abbildung ist der aus den Meßwerten der parallelen und senkrechten Messung berechnete magnetoelastische Sättigungskopplungskoeffizient  $b_s$  über der äußeren Feldstärke aufgetragen. Das magnetostruktive Verhalten der geglühten Probe ist im Gegensatz zur ungeglühten

Schicht isotrop in der Ebene: der magnetoelastische Kopplungskoeffizient ist für beide Meßrichtungen gleich groß. Die Glühung führt weiterhin zu einer Erhöhung der Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_C$  der magnetostriktiven Schicht auf 15 mT. Der Verlauf des magnetoelastischen Sättigungskopplungskoeffizienten ist in zwei Bereiche aufgeteilt: erniedrigt man die Magnetfeldstärke  $\mu_0 H_{\text{ext}}$  von +80 mT ausgehend, sinkt der Wert des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten kontinuierlich bis auf Null beim Erreichen der Koerzitivfeldstärke. Bei einer weiteren Erniedrigung des Feldes kommt es zu einem sprunghaften Anstieg der Magnetostriktion. Bei ca. -20 mT geht die Kurve wieder in den Bereich der kontinuierlichen Änderung des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten über.

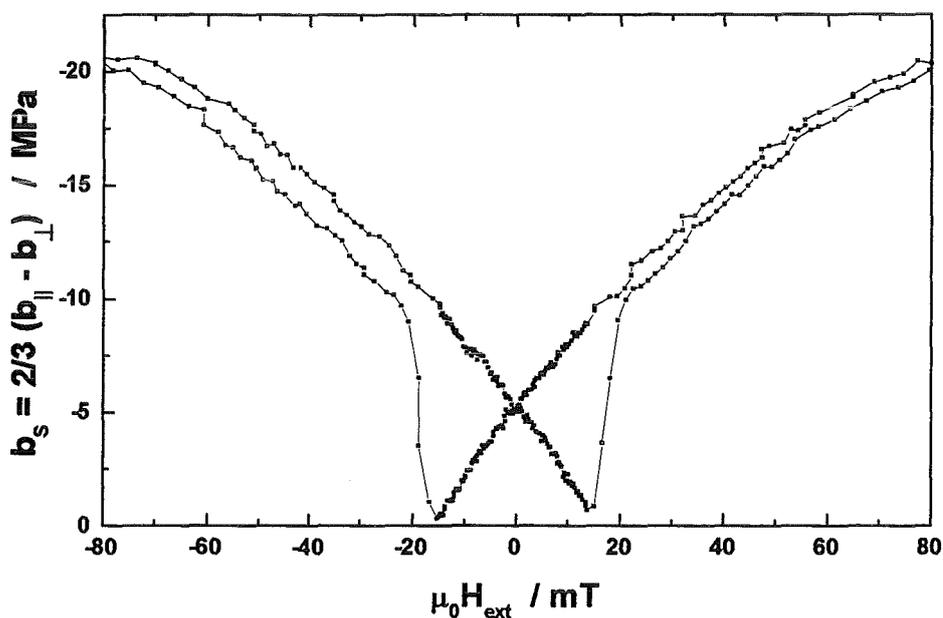


Abbildung 43: Verlauf des magnetoelastischen Sättigungskopplungskoeffizienten einer  $Tb_{40}Fe_{60}$ -Schicht (300 W, 190 V Bias,  $d = 1,1 \mu\text{m}$ ) nach einer Glühung bei  $250^\circ\text{C}$  (45 min).

Die Temperaturabhängigkeit der Magnetostriktion zeigt Abbildung 44 anhand der Magnetostriktionskurven einer  $Tb_{40}Fe_{60}$ -Schicht bei paralleler Messung. Die Werte der Magnetostriktion bei einer äußeren Feldstärke  $\mu_0 H_{\text{ext}} = 0,6 \text{ T}$  sind in Abbildung 45 als Funktion der Temperatur dargestellt. Von der Magnetostriktion bei Raumtemperatur ausgehend, sinkt sowohl der Sättigungswert der Magnetostriktion als auch die magnetostriktive Suzeptibilität mit zunehmender Temperatur. Während bei einer Temperatur von  $90^\circ\text{C}$  noch eine positive Magnetostriktion zu verzeichnen ist, hat die Magnetostriktion bei  $100^\circ\text{C}$  das Vorzeichen gewechselt. Daraus läßt sich schließen, daß die Curietemperatur der  $Tb_{40}Fe_{60}$ -Schicht überschritten wurde. Aus Abbildung 45 läßt sich eine Curietemperatur von ca.  $90^\circ\text{C}$  abschätzen. Da das Eisen, das in der Schicht zu einem hohen Anteil enthalten ist, eine sehr viel höhere Curietemperatur besitzt, ist es im ferromagnetischen Zustand und kann daher zu der beobachteten negativen Magnetostriktion führen. Wiederholt man dieses Experiment an der gleichen Schicht

nach einer Glühung bei 250°C (10 min), findet man den Vorzeichenwechsel bei einer höheren Temperatur, das heißt, die Glühung führt zu einer Erhöhung der Curietemperatur der Tb<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>-Schicht auf ca. 130°C.

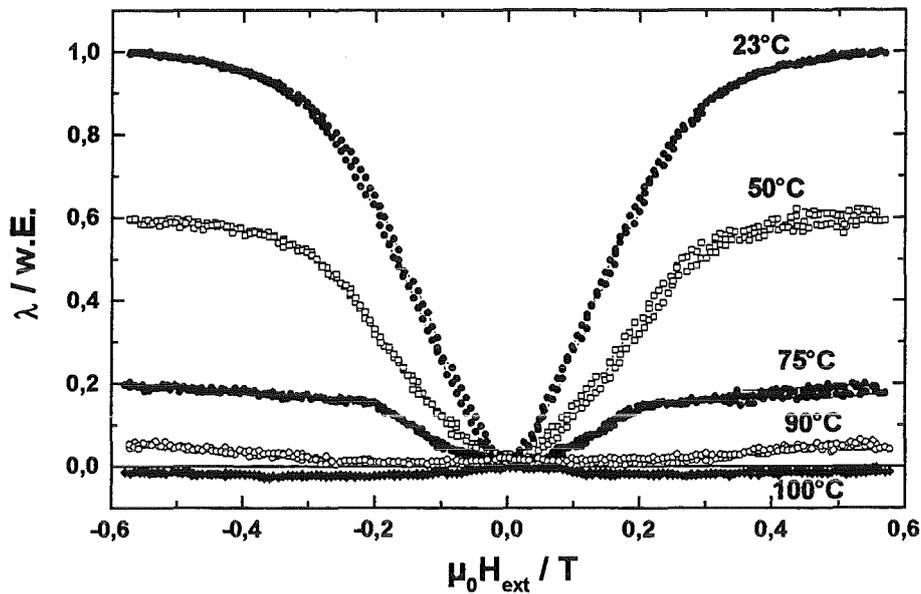


Abbildung 44: Magnetostriktion einer Tb<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>-Schicht (150 W, 220 V Bias, d = 3 μm) bei paralleler Messung in Abhängigkeit der Temperatur.

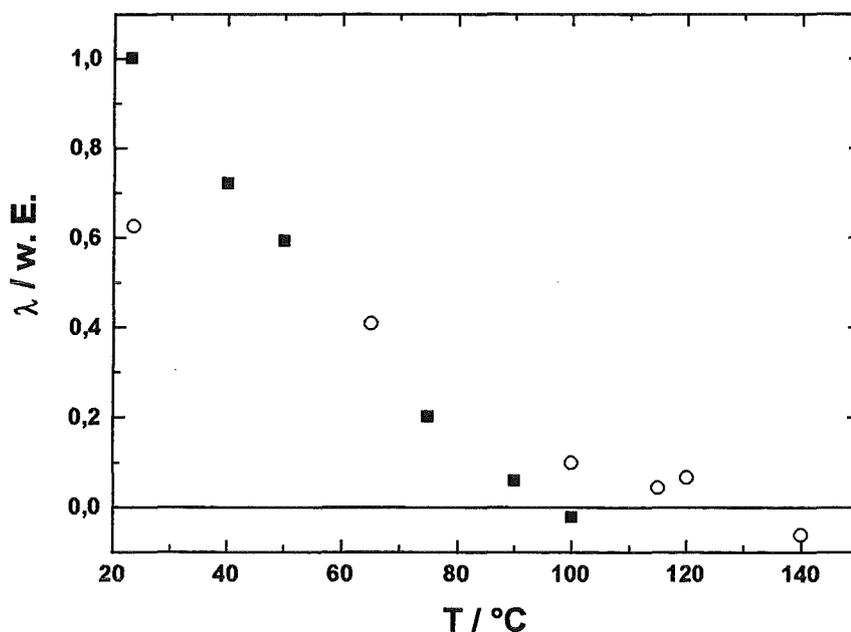


Abbildung 45: Temperaturabhängigkeit der Magnetostriktion einer Tb<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>-Schicht (150 W, 220 V Bias, d = 3 μm), parallele Messung. Aus dem Verlauf der Meßwerte kann die Curietemperatur T<sub>C</sub> abgeschätzt werden. Die gefüllten Quadrate stellen die erste Messung, die offenen Kreise die zweite Messung der Probe dar. Die Haltezeit betrug für jeden Meßpunkt ca. 30 min.

#### 4.1.1.5 Magnetowiderstand

Der Magnetowiderstandseffekt zweier unterschiedlicher  $Tb_{40}Fe_{60}$ -Schichten ist in Abbildung 46 dargestellt. Bei einer äußeren Magnetfeldstärke  $\mu_0 H_{ext}$  von 0,4 T beträgt die Größe des Effektes für beide Schichten ca. 0,15 %. Der Anstieg des Effektes bei kleinen Magnetfeldstärken ist bei der mit der Hochfrequenzsputtermethode hergestellten Schicht höher. Ebenso mündet diese Schicht früher in die Sättigung ein.

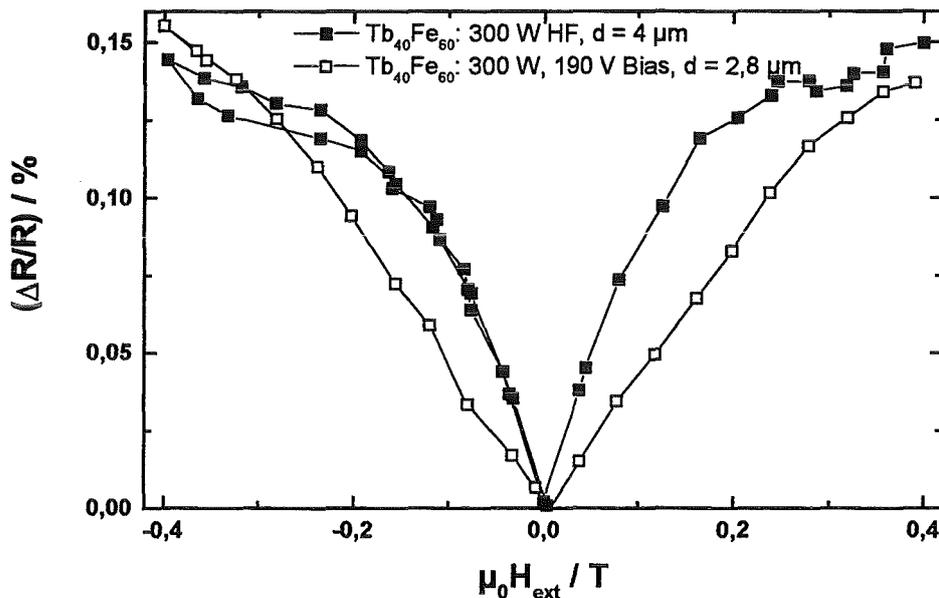


Abbildung 46: Magnetowiderstandseffekt zweier  $Tb_{40}Fe_{60}$ -Schichten, die mit unterschiedlichen Sputterbedingungen hergestellt wurden.<sup>112</sup>

#### 4.1.2 Ferromagnetische Schichten

Kristalline Schichten, die eine hohe Sättigungsmagnetisierung aufweisen, können im System Fe-Co hergestellt werden (vgl. Kapitel 2.2.1). Amorphe Schichten zeigen im allgemeinen ein "weichmagnetischeres" Verhalten als vergleichbare kristalline Schichten, da strukturell bedingt die Kristallanisotropie wegfällt. Allerdings läßt sich bei amorphen Legierungen nur eine geringere Sättigungsmagnetisierung erreichen als bei kristallinen Legierungen. Die hier untersuchten Legierungen sind  $Fe_{50}Co_{50}$ ,  $Fe_{67}Co_{18}B_{14}Si_1$ ,  $Co_{80}B_{20}$  und  $Co_{68}Fe_4Mn_1B_{12}Si_{15}$ .

<sup>112</sup> Die Messung des Magnetowiderstandseffektes an den beiden dargestellten Schichten, die vom Autor hergestellt wurden, wurde am Institut NCSR Demokritos, Athen, Griechenland, von Prof. Dr. D. Niarchos durchgeführt.

#### 4.1.2.1 Zusammensetzung, Struktur und mechanische Eigenschaften

Alle einlagigen Fe- und  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schichten wiesen nach der Herstellung eine kristalline Struktur auf. In Abbildung 47 ist das Röntgendiffraktogramm einer  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schicht dargestellt. Es ist eine Intensitätsspitze bei  $45^\circ$  zu sehen, die  $\{110\}$ -Ebenen zugeordnet werden kann.  $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{18}\text{B}_{14}\text{Si}_1$ -Schichten zeigen im Röntgendiffraktogramm ebenfalls Röntgenreflexe (Abbildung 48), obwohl dieses Material nach der Literatur amorph sein sollte. Diese Angaben beziehen sich jedoch auf durch das "melt-spinning"-Verfahren hergestellte amorphe Bänder. Beim Sputtern kommt es oft zu Unterschieden zwischen der Zusammensetzung des Targets und den daraus hergestellten Schichten (vgl. Tabelle 5). Ursachen hierfür sind beispielweise unterschiedliche Sputterraten der chemischen Elemente eines Legierungstargets, das Adsorptions- und Desorptionsverhalten sowie Rücksputtereffekte an der Substrat- bzw. Schichtoberfläche. In den  $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{18}\text{B}_{14}\text{Si}_1$ -Schichten ist der gemessene Anteil der Metalloide B und Si mit ca. 10% zu gering, um eine amorphe Struktur zu erhalten.

	Target	Schicht
<b>FeCo</b> (200 W HF, $d = 1,3 \mu\text{m}$ )	$\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$	$\text{Fe}_{48,9}\text{Co}_{51,1}$
<b>FeCoBSi</b> (350 W HF, $d = 1,2 \mu\text{m}$ )	$\text{Fe}_{67}\text{Co}_{18}\text{B}_{14}\text{Si}_1$	$\text{Fe}_{69,6}\text{Co}_{20,5}\text{B}_{9,6}\text{Si}_{0,3}$

Tabelle 5: Zusammensetzung von Targetmaterialien und daraus hergestellten Schichten.

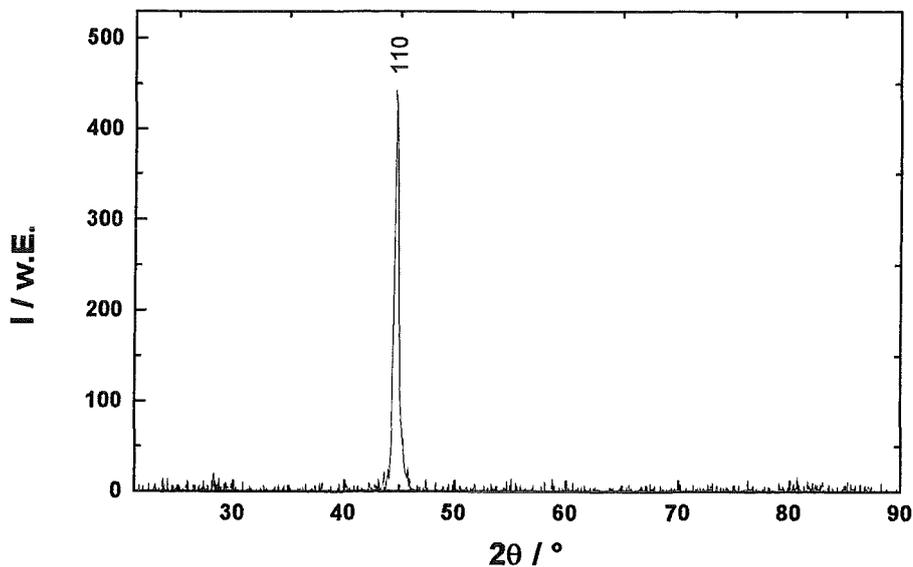
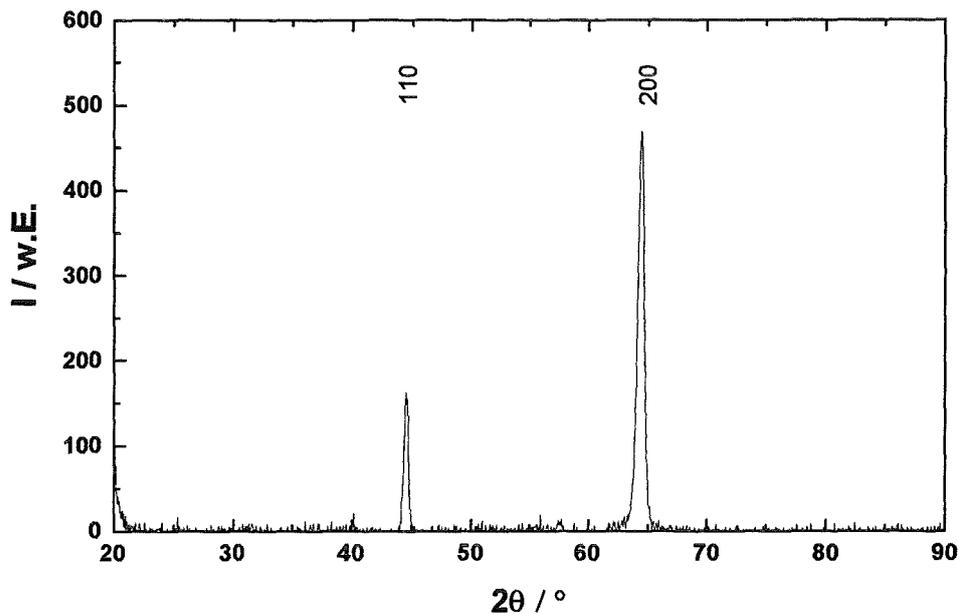
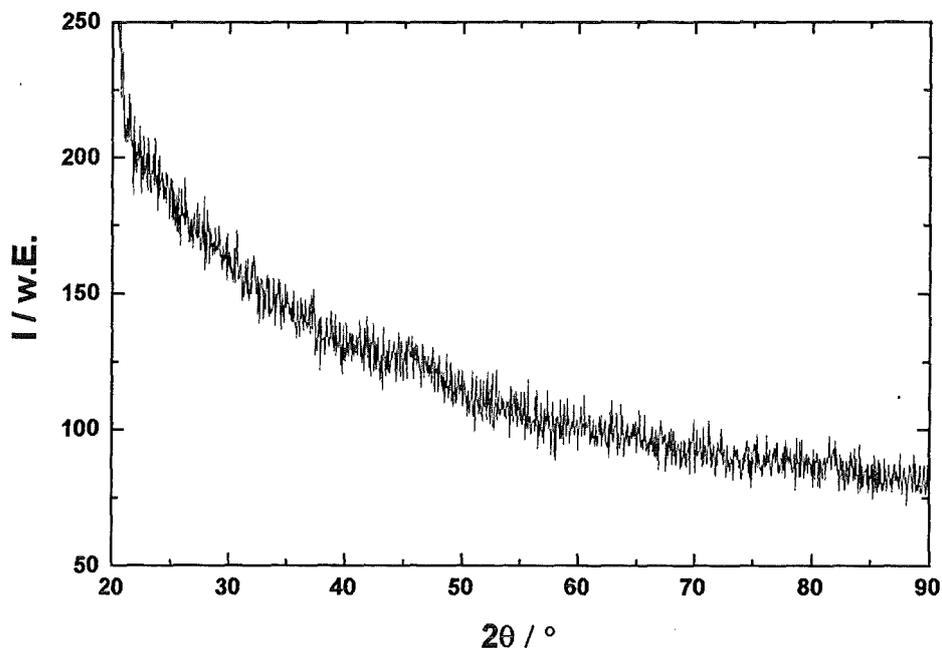


Abbildung 47: Röntgendiffraktogramm einer  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schicht (200 W HF,  $d = 0,8 \mu\text{m}$ ).



**Abbildung 48:** Röntgendiffraktogramm einer  $\text{Fe}_{57}\text{Co}_{18}\text{B}_{14}\text{Si}_1$ -Schicht (350 W HF,  $d = 1,2 \mu\text{m}$ ). Es sind zwei Röntgenreflexe erkennbar, die sich  $\alpha$ -Fe-Kristalliten zuordnen lassen.

Röntgenbeugungsuntersuchungen an  $\text{Co}_{80}\text{B}_{20}$ -Schichten ergeben, daß diese Schichten eine amorphe Struktur besitzen (Abbildung 49).



**Abbildung 49:** Röntgendiffraktogramm einer amorphen  $\text{Co}_{80}\text{B}_{20}$ -Schicht (350 W HF,  $d = 0,9 \mu\text{m}$ ). Es sind keine Röntgenreflexe vorhanden.

Die in diesem Kapitel besprochenen ferromagnetischen Schichten auf Si-Substraten können nach der Herstellung unter Druck- oder Zugeigenspannungen stehen. Dies ist von der Temperaturbelastung der Probe während des Sputtervorgangs abhängig.

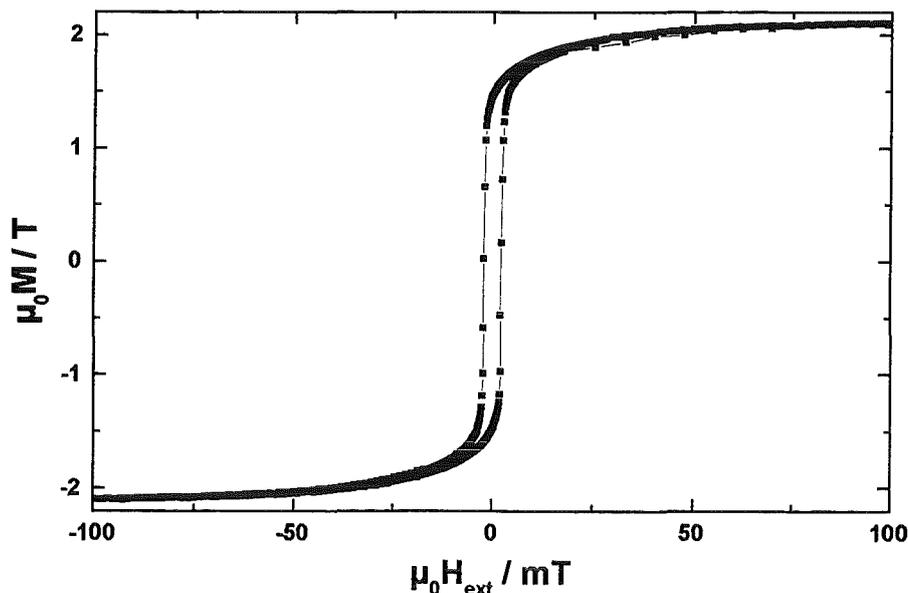
Tabelle 6 zeigt die mit dem Nanoindentationsverfahren gemessenen Werte des Elastizitätsmoduls von in der vorliegenden Arbeit hergestellten ferromagnetischen Schichten, die Querkontraktionszahl wird mit 0,3 angenommen.

Schicht	$E_T$ / GPa
Fe	261
Fe <sub>50</sub> Co <sub>50</sub>	280,7
Fe <sub>67</sub> Co <sub>18</sub> B <sub>14</sub> Si <sub>1</sub>	269,9

**Tabelle 6:** Elastische Konstanten ferromagnetischer Schichten (Dicke ca. 1  $\mu\text{m}$ ) auf Si-Substraten, die aus Nanoindentationsversuchen ermittelt wurden.

#### 4.1.2.2 Magnetisierung

Der Verlauf der magnetischen Polarisation über der äußeren Magnetfeldstärke ist für eine mit 150 W hochfrequenzgesputterte Fe-Schicht in Abbildung 50 dargestellt. Die Sättigungspolarisation der Schicht beträgt 2,1 T, bei einer Sättigungsfeldstärke  $\mu_0 H_S$  von ca. 70 mT. Die Schicht weist eine Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_C$  von 2 mT auf. Bei der Fe-Schicht, ebenso bei den weiteren hier untersuchten ferromagnetischen Schichten, liegt die leichte Magnetisierung in der Schichtebene. Die mit einer Hochfrequenzleistung von 200 W hergestellten Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub>-Schichten (Abbildung 51) zeigen eine Sättigungspolarisation von 2,3 T. Die Sättigungsfeldstärke  $\mu_0 H_S$  beträgt ca. 250 mT, die Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_C$  10,5 mT.



**Abbildung 50:** Magnetische Hysterese einer Fe-Schicht (150 W HF,  $d = 2,2 \mu\text{m}$ ), parallele Messung.

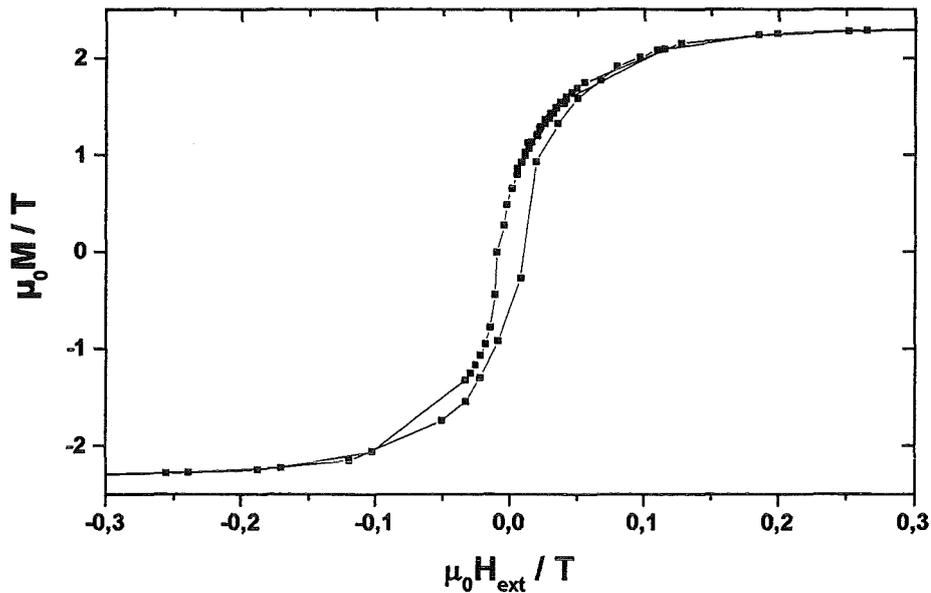


Abbildung 51: Magnetische Hysterese einer  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schicht (200 W HF,  $d = 1 \mu\text{m}$ ), parallele Messung.

Abbildung 52 zeigt den Verlauf der magnetischen Hysterese einer  $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{18}\text{B}_{14}\text{Si}_1$ -Schicht (350 W HF). Die Sättigungspolarisation von 1,9 T wird bei einer Sättigungsfeldstärke  $\mu_0 H_s$  von ca. 130 mT erreicht, die Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_C$  beträgt ca. 7 mT.

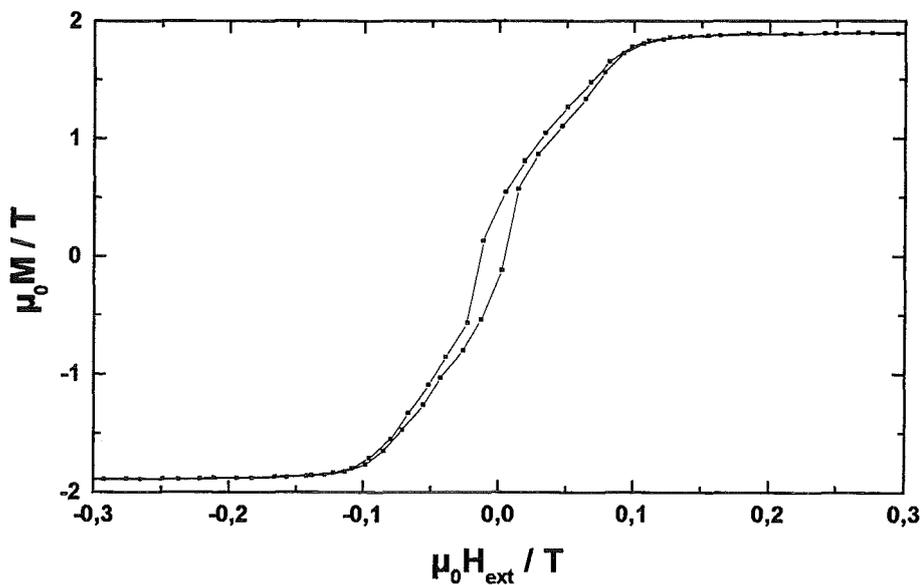


Abbildung 52: Magnetische Hysterese einer  $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{18}\text{B}_{14}\text{Si}_1$ -Schicht (350 W HF,  $d = 1,2 \mu\text{m}$ ), parallele Messung.

Der Verlauf der magnetischen Hysterese einer amorphen  $\text{Co}_{80}\text{B}_{20}$ -Schicht (200 W HF) ist in Abbildung 53 dargestellt. Die Schicht zeigt - im Vergleich zu den bisher untersuchten Schichten - ein sehr weichmagnetisches Verhalten: die Sättigungspolarisation beträgt ca. 1,0 T, bei einer Sättigungsfeldstärke von ca. 7,5 mT. Die Koerzitiv-

feldstärke  $\mu_0 H_C$  beträgt ca. 0,15 mT. Abbildung 54 zeigt den Einfluß einer äußeren mechanischen Spannung auf die Magnetisierungskurve einer  $\text{Co}_{80}\text{B}_{20}$ -Schicht (350 W HF). Durch die auf das negativ magnetostruktive Material einwirkende Zugspannung erhöht sich die Permeabilität in der Meßrichtung und die Sättigungsfeldstärke  $\mu_0 H_S$  wird auf 2 mT reduziert.

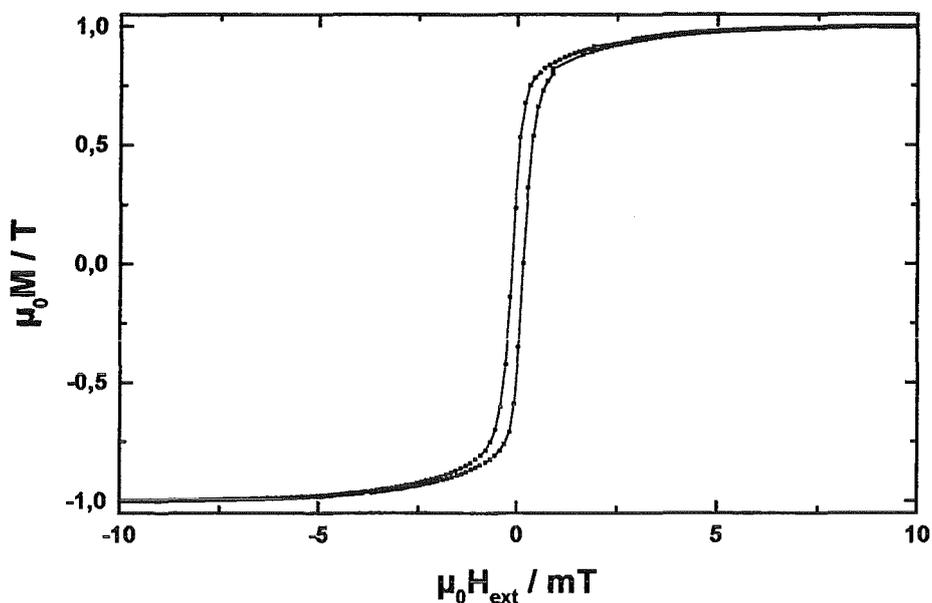


Abbildung 53: Verlauf der magnetischen Polarisation einer  $\text{Co}_{80}\text{B}_{20}$ -Schicht (200 W HF,  $d = 1,3 \mu\text{m}$ ) bei paralleler Messung.

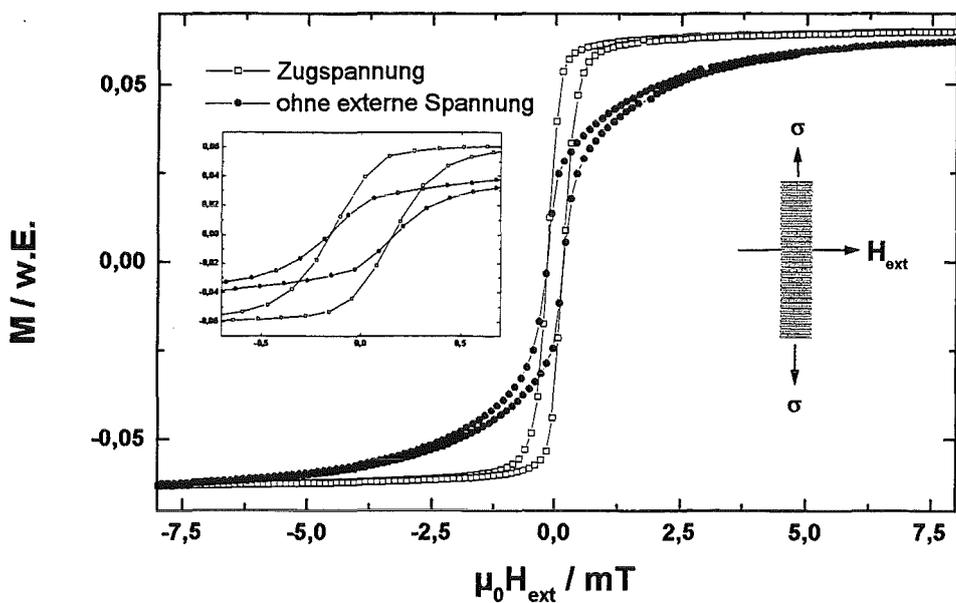
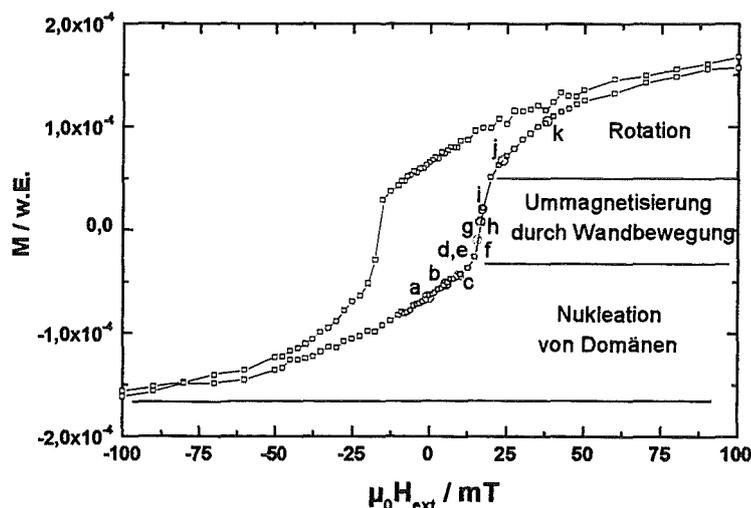


Abbildung 54: Abhängigkeit der Magnetisierung einer  $\text{Co}_{80}\text{B}_{20}$ -Schicht (350 W HF,  $d = 1 \mu\text{m}$ ) von einer äußeren mechanischen Spannung.

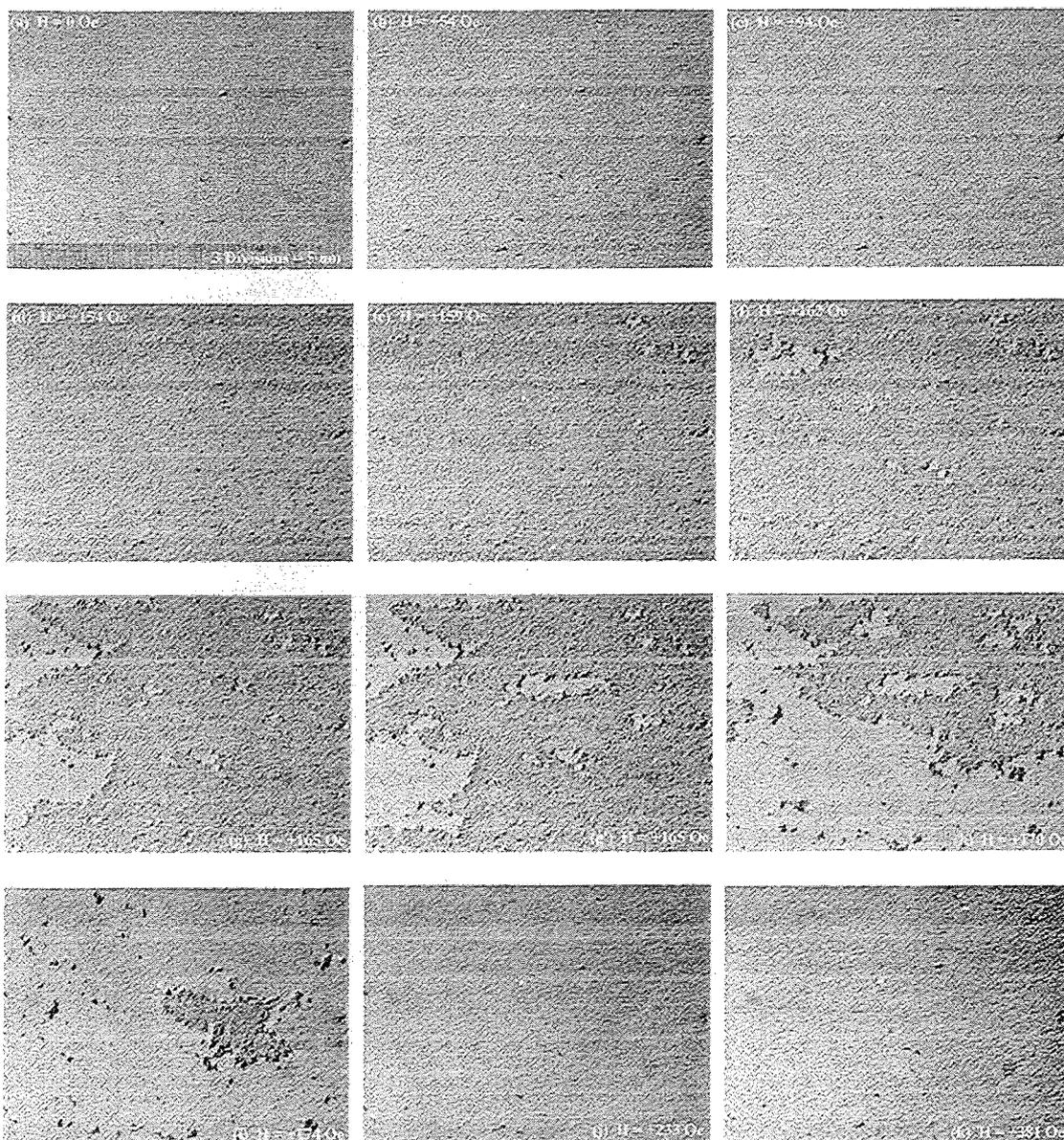
### 4.1.2.3 Domänenstruktur

Der in Abbildung 55 dargestellte Magnetisierungsprozeß einer  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schicht (200 W HF) kann in drei Bereiche unterteilt werden: die Nukleation von Domänen, das Wachstum der Domänen durch Wandbewegungen und die Rotation der magnetischen Momente in die Richtung des angelegten Feldes. Die Domänenstrukturen in Abbildung 56 (a-k) gehören zu den in Abbildung 55 markierten Punkten auf der Magnetisierungskurve.<sup>113</sup> Die Domänenstrukturen wurden, nachdem die Sättigung der Schicht bei negativen Magnetfeldstärken erreicht wurde, bei sinkenden äußeren Magnetfeldstärken aufgenommen (siehe Kapitel 3.2.2.2). Im ersten Bereich der Magnetisierungskurve wird bei sinkender externer Magnetfeldstärke der magnetische Zustand der Probe zunehmend heterogen. Dies zeigt sich an der zunehmenden Dichte der in Abbildung 56 (a-d) erkennbaren Wellenstrukturen. Die Magnetisierungsrichtung liegt senkrecht zur beobachteten Wellenfront. Da eine langreichweitige Periodizität nicht erkennbar ist, läßt sich schließen, daß der Magnetisierungsprozeß uneinheitlich abläuft. Eine Nukleation von Domänen wird bei einer Feldstärke von 15,9 mT beobachtet. Charakteristisch für die Domänen ist, daß sie von Domänenwänden umschlossen werden, deren Orientierung in allen Richtungen der Ebene liegen. Da die Domänenwände in einlagigen Schichten immer parallel zu der magnetisch leichten Richtung liegen, zeigt Abbildung 56 (e-i), daß die Anisotropie in der Schicht kurzreichweitig ist und von Ort zu Ort variiert. Das Wachstum der Domänen ist mit einer weiteren Nukleation neuer Domänen verbunden. Sobald die Wandbewegungsprozesse abgeschlossen sind, kommt es zu einer Rotation der magnetischen Momente in die Richtung des äußeren Feldes.



**Abbildung 55:** Magnetisierung einer 9 nm dicken  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schicht (200 W HF). Der Magnetisierungsprozeß läßt sich in drei Bereiche aufteilen. Die Buchstaben bezeichnen die Punkte auf der Hystereseschleife bei denen Domänenuntersuchungen vorgenommen wurden.

<sup>113</sup> Die Domänenuntersuchungen an den vom Autor hergestellten Schichten wurden von Prof. Dr. H. D. Chopra an der Buffalo State University in New York, USA durchgeführt.



**Abbildung 56:** Domänenstrukturen bei der Ummagnetisierung einer  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schicht (200 W HF,  $d = 9$  nm), vgl. Abbildung 55. Die Breite einer Aufnahme entspricht  $350 \mu\text{m}$ .

#### 4.1.2.4 Magnetostriktion

Magnetostriktive Hystereseschleifen von Fe-,  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ - und  $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{18}\text{B}_{14}\text{Si}_1$ -Schichten sind in den Abbildungen 57 bis 59 dargestellt. Die Fe-Schicht (150 W HF) zeigt negativ magnetostriktives Verhalten. Eine  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schicht (200 W HF) zeigt bei paralleler Messung einen magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten von ca.  $-20$  MPa bei einer Sättigungsfeldstärke  $\mu_0 H_S$  von ca. 280 mT. Die Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_C$  beträgt ca. 9 mT. Bei paralleler Messung wird von einer  $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{18}\text{B}_{14}\text{Si}_1$ -Schicht (350 W HF) ein magnetoelastischer Kopplungskoeffizient von  $-11,9$  MPa erreicht. Bei dieser Schicht beträgt die Sättigungsfeldstärke 160 mT. Die Koerzitivfeldstärke ist bei dieser Messung nicht auflösbar. Sowohl bei der  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schicht, als auch bei der  $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{18}\text{B}_{14}\text{Si}_1$ -

Schicht hat der magnetoelastische Kopplungskoeffizient bei paralleler und senkrechter Messung das gleiche Vorzeichen.

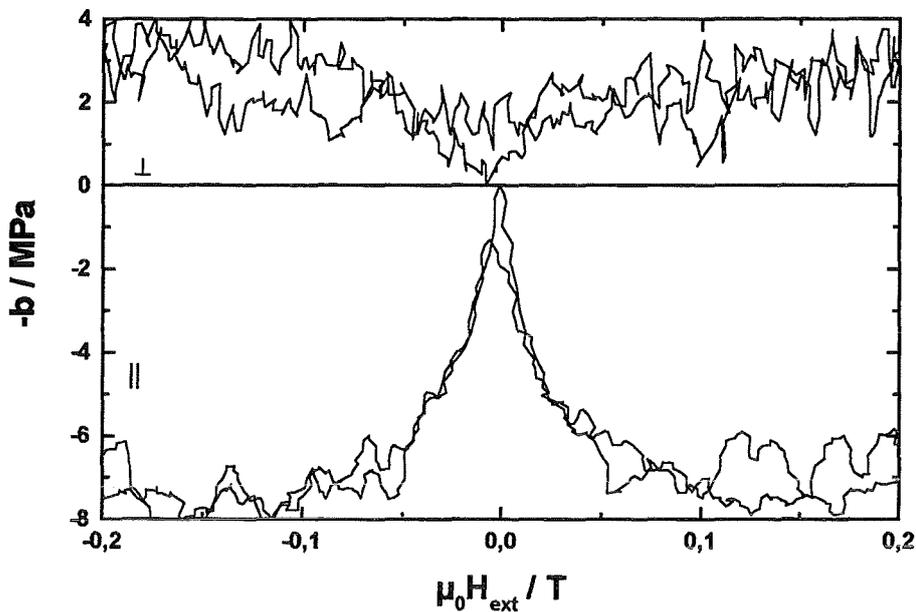


Abbildung 57: Verlauf des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten einer Fe-Schicht (150 W HF,  $d = 2,2 \mu\text{m}$ ) in Abhängigkeit der externen Magnetfeldstärke bei Messungen parallel und senkrecht in der Schichtebene.

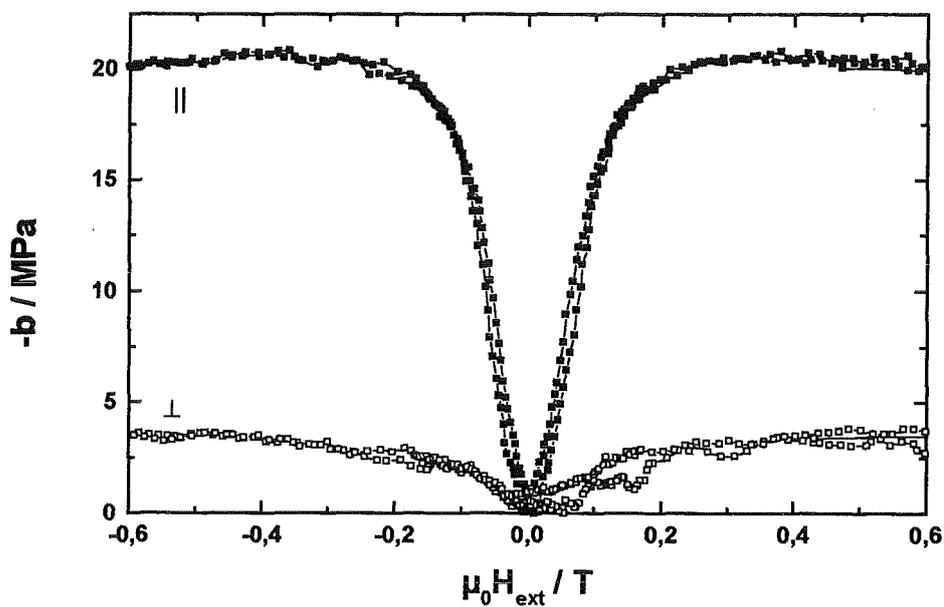
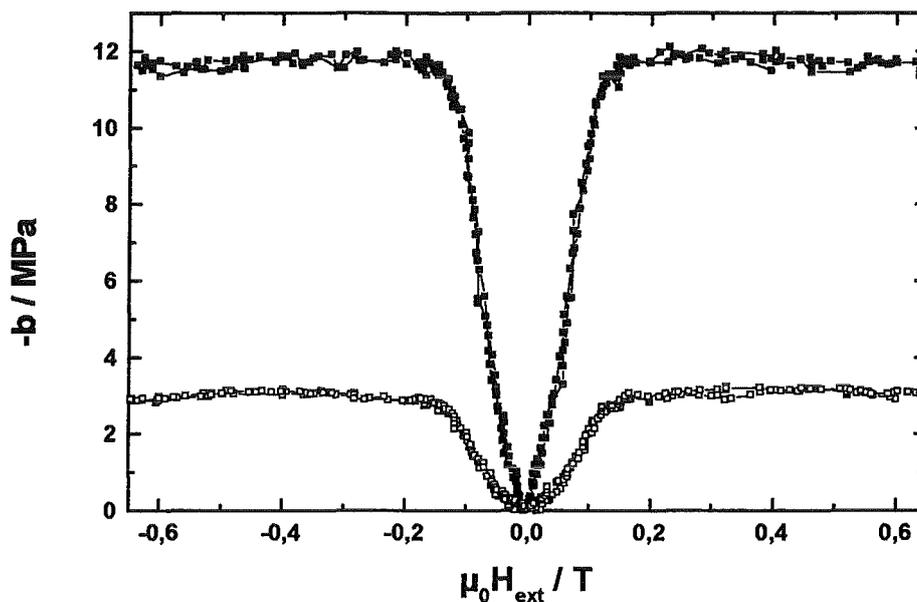
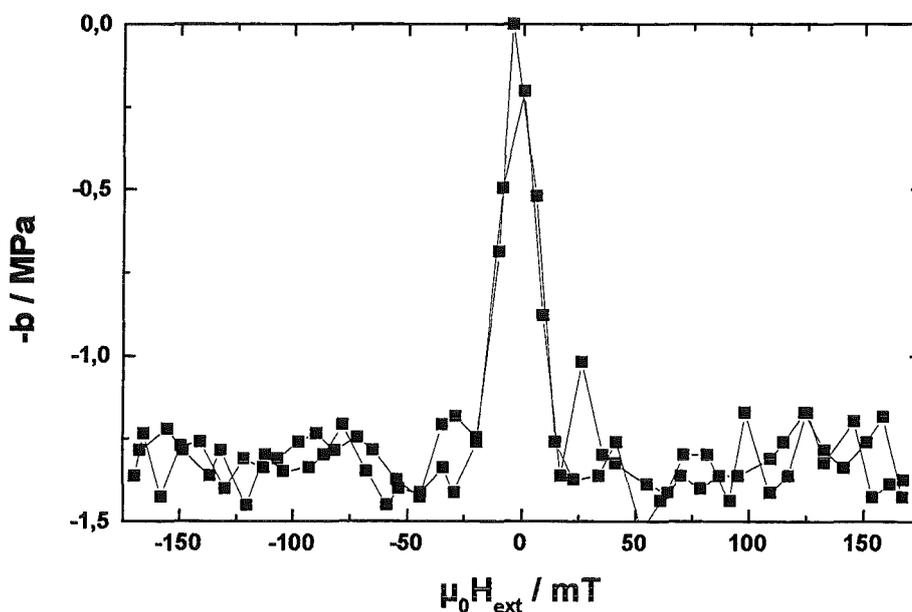


Abbildung 58: Verlauf des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten einer  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schicht (200 W HF,  $d = 1 \mu\text{m}$ ) in Abhängigkeit der externen Magnetfeldstärke bei Messungen parallel und senkrecht in der Schichtebene.



**Abbildung 59:** Verlauf des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten einer  $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{18}\text{B}_{14}\text{Si}_1$ -Schicht (350 W HF,  $d = 1,2 \mu\text{m}$ ). Das äußere Feld wurde parallel bzw. senkrecht in der Ebene angelegt.

$\text{Co}_{80}\text{B}_{20}$ -Schichten zeigen ein negativ magnetostriktives Verhalten. Wie Abbildung 60 verdeutlicht, beträgt der magnetoelastische Kopplungskoeffizient in paralleler Meßrichtung 1,3 MPa bei einer Sättigungsfeldstärke  $\mu_0 H_s$  von ca. 20 mT.



**Abbildung 60:** Verlauf des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten einer  $\text{Co}_{80}\text{B}_{20}$ -Schicht (200 W HF,  $d = 1,3 \mu\text{m}$ ) in Abhängigkeit der externen Magnetfeldstärke, parallele Messung.

Abbildung 61 zeigt die Temperaturabhängigkeit der Magnetostriktion einer  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schicht, die auf ein Molybdän-Substrat abgeschieden wurde. Bei einer Temperatur von  $500^\circ\text{C}$  sinkt die Magnetostriktion der Schicht auf den halben Wert, den sie bei

Raumtemperatur zeigte. Aus dem Verlauf der Meßwerte läßt sich schließen, daß die Curietemperatur der Schicht deutlich oberhalb von 600°C liegt. Der Literaturwert<sup>114</sup> beträgt ca. 980°C.

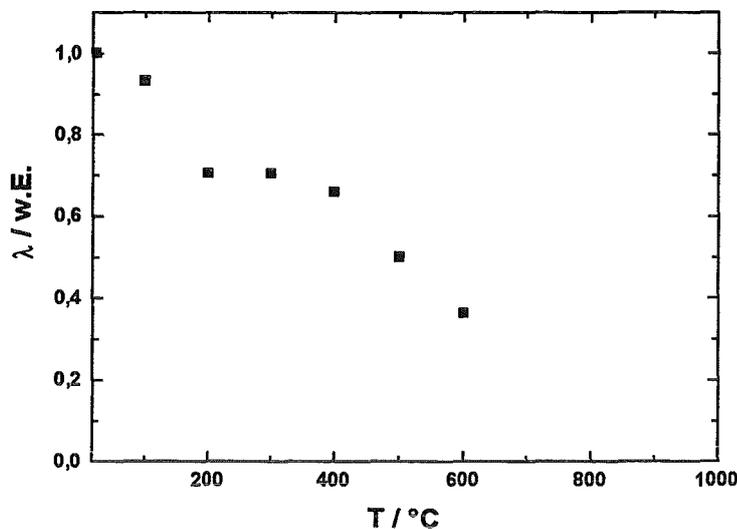
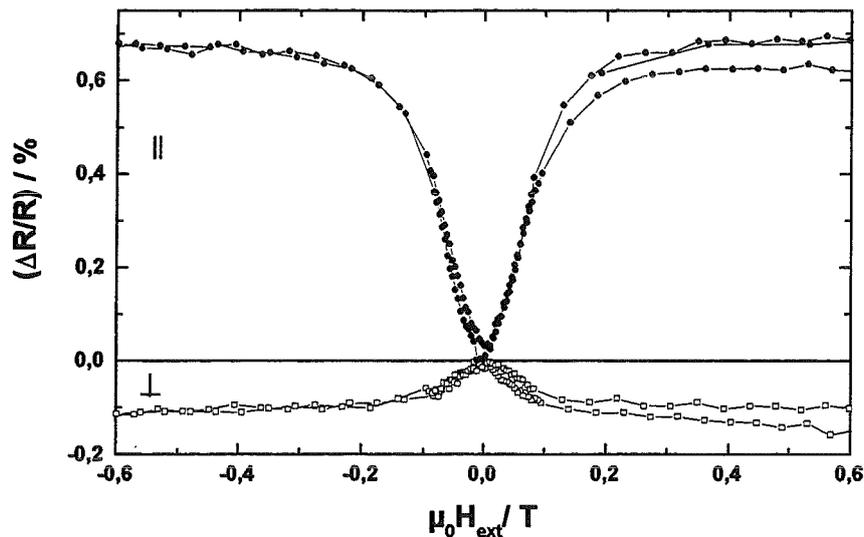


Abbildung 61: Temperaturabhängigkeit der Magnetostraktion einer  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schicht (200 W HF,  $d = 0,8 \mu\text{m}$ ) auf einem Molybdän-Substrat.

#### 4.1.2.5 Magnetowiderstand

Der anisotrope Magnetowiderstandseffekt einer  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schicht (200 W HF) ist in Abbildung 62 dargestellt. Die Widerstandsänderung beträgt bei paralleler Messung in der Sättigung ca. 0,67 %, bei senkrechter Messung ca. 0,11 %. Der Verlauf des Magnetowiderstandseffektes und der Magnetostraktion einer  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schicht (vgl. Abbildung 58) sind sehr ähnlich, jedoch ergibt sich bei der senkrechten Messung der beiden Effekte ein unterschiedliches Vorzeichen.

<sup>114</sup> Trémolet de Lacheisserie 1993



**Abbildung 62:** Magnetowiderstandseffekt einer  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schicht (200 W HF,  $d = 0,9 \mu\text{m}$ ), Messungen parallel und senkrecht in der Schichtebene.

## 4.2 Viellagenschichten

### 4.2.1 Theorie hochmagnetostriktiver Viellagenschichten

Das in der vorliegenden Arbeit verfolgte Entwicklungsziel ist, magnetostruktive Aktorschichten mit einem möglichst hohen magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten  $b_s$  zu erhalten, die gleichzeitig eine hohe magnetostruktive Suszeptibilität  $d\lambda/dH$ , eine geringe Sättigungsfeldstärke  $\mu_0 H_s$  und eine geringe Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_C$  erreichen. Wie aus der Literatur bekannt ist, kann eine Optimierung der gewünschten Eigenschaften bei einlagigen Schichten durch die in Kapitel 2.2.1 beschriebenen Verfahrensweisen erfolgen. Allerdings ist es für mikrotechnische Anwendungen notwendig, eine weitere Verbesserung der Materialeigenschaften zu erzielen. Um die Eigenschaften eines bereits optimierten Systems - hier einlagige magnetostruktive Schichten - weiter verbessern zu können, ist es notwendig, neue variable Größen in das System einzuführen. In dieser Dissertation wird vorgeschlagen, durch Herstellung von magnetostruktiven Viellagenschichten die unterschiedliche, jeweils optimierte einlagige Schichten enthalten, diese Systemerweiterung zu erreichen. Durch den Übergang von einfachen Legierungsschichten zu Viellagenschichtsystemen erhält man neue Parameter, wie die Art des Zwischenlagenmaterials, die Lagendicken, das Lagendickenverhältnis, die zur Optimierung des Systems genutzt werden können. Es ist zu erwarten, daß die Eigenschaften eines optimierten Viellagenschichtsystems die Eigenschaften seiner einzelnen Bestandteile übertreffen können. Weiterhin könnten aufgrund der Viellagenstruktur gänzlich neue Eigenschaften in Erscheinung treten. Ein

Beispiel für ein bereits erfolgreich entwickeltes magnetisches Viellagenschichtsystem sind GMR-Schichten.<sup>115</sup>

Bei den in Kapitel 2.2.1 beschriebenen hochmagnetostriktiven Seltenerdmetall-Übergangsmetall-Legierungen wurde eine Optimierung der magnetostriktiven Eigenschaften durch eine geeignete Wahl der chemischen Zusammensetzung und eine gezielte Einstellung der Mikrostruktur und des Eigenspannungszustandes erreicht. Eine weitere Reduzierung der Anisotropie in diesen amorphen Legierungen wird durch Ansätze wie die Dotierung der Legierungen mit Bor untersucht (vgl. S. 25).

Eine andere Möglichkeit der Optimierung des magnetostriktiven Verhaltens dünner Schichten ergibt sich aus der folgenden Formel (vgl. Formel 8):

$$H_s \propto \frac{2K}{M_s} \quad (38)$$

Danach führt die Erhöhung der Sättigungsmagnetisierung  $M_s$  eines magnetostriktiven Materials unter der Voraussetzung einer konstanten Anisotropie  $K$  zu einer Reduzierung des magnetischen Sättigungsfeldes  $H_s$ . Da bei Materialien wie TbFe die Sättigungsmagnetisierung (vgl. Abbildung 12) bei maximaler Magnetostriktion durch eine Veränderung der Stöchiometrie nicht erhöht werden kann, ist mit einphasigen amorphen Schichten des Systems TbFe der beschriebene Ansatz zur Reduzierung der Sättigungsfeldstärke magnetostriktiver Schichten nicht durchführbar. Daher sollen vielmehr Viellagenschichtsysteme hergestellt werden, die eine Optimierung nach dem in Formel 38 formulierten Ansatz erlauben.

Das zu optimierende Viellagenschichtsystem besteht aus alternierenden Lagen von hochmagnetostriktiven amorphen Seltenerdmetall-Übergangsmetall-Legierungen wie TbFe oder SmFe und weichmagnetischen Werkstoffen, die eine hohe Sättigungsmagnetisierung aufweisen. Weitere Anforderungen an das Zwischenlagenmaterial sind eine möglichst geringe Anisotropie bei gleichzeitig möglichst hoher Magnetostriktion. Für derartige Zwischenlagen kommen die in Kapitel 4.1.2 beschriebenen Werkstoffe in Frage. Für eine Reduzierung der Sättigungsfeldstärke  $H_s$  nach Formel 38 ist es notwendig, daß die Sättigungsmagnetisierung des Viellagenschichtsystems möglichst hoch ist. Die mittlere Magnetisierung eines Viellagenschichtsystems,  $M_{VL}$ , läßt sich, unter der Annahme einer linearen Mischungsregel, wie folgt beschreiben:

$$M_{VL} = \frac{|M_A d_A \pm M_B d_B|}{d_A + d_B} \quad (39)$$

mit der Magnetisierung der hochmagnetostriktiven Lagen  $M_A$  und der Zwischenlagen  $M_B$ , bzw. den Lagendicken  $d_A$  und  $d_B$ . Dabei wird weiterhin angenommen, daß an den Grenzflächen der Lagen keine Diffusionszone entsteht, die zu einer Veränderung der Magnetisierung der Viellagenschicht führen könnte. Bei paralleler magnetischer

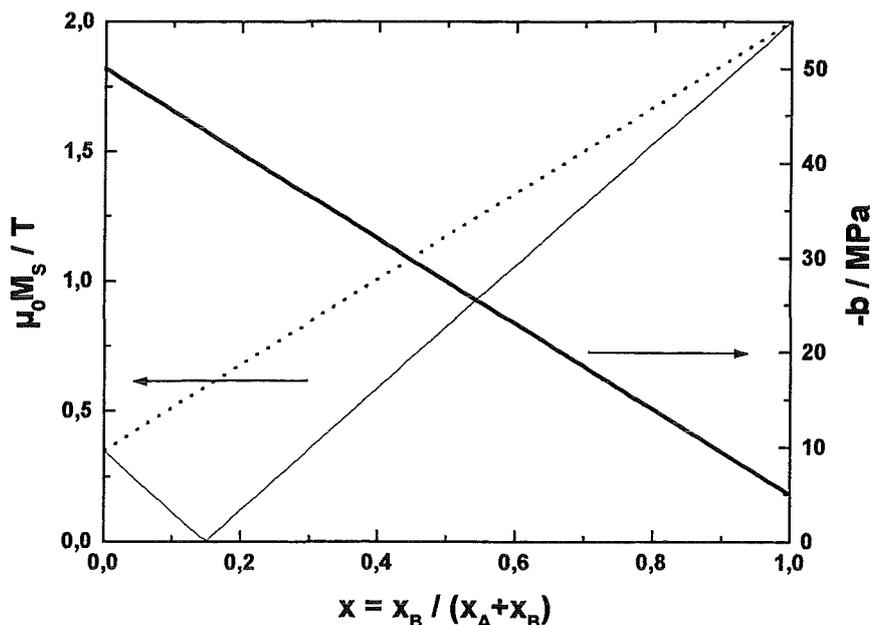
<sup>115</sup> Vgl. z.B. Grünberg 1995

Kopplung zwischen den beiden Lagenmaterialien addieren sich die Magnetisierungen in Formel 39, bei antiparalleler Kopplung müssen sie subtrahiert werden. Eine antiparallele Kopplung der magnetischen Momente der Schichten führt zu einem Kompensationslagendickenverhältnis, bei dem die mittlere Magnetisierung des Viellagenschichtsystems gegen Null geht. Der Verlauf der mittleren Magnetisierung  $M_{VL}$  ist für den Fall einer parallelen bzw. antiparallelen Kopplung eines Materials A mit hoher Magnetisierung und eines Materials B mit niedriger Magnetisierung in Abbildung 63 dargestellt.

Für ein Viellagenschichtsystem ergibt sich unter der Annahme einer linearen Mischungsregel ein mittlerer magnetoelastischer Kopplungskoeffizient  $b_{VL}$ :

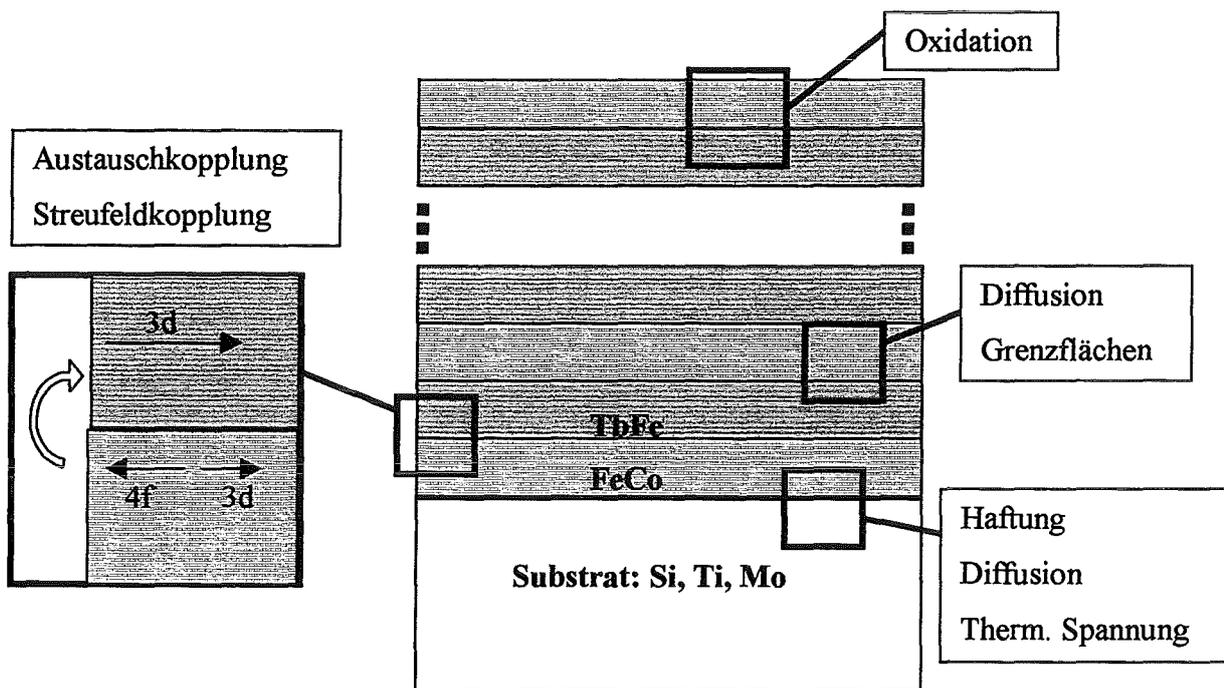
$$b_{VL} = \frac{b_A d_A + b_B d_B}{d_A + d_B} \quad (40)$$

wobei  $b_A$  und  $b_B$  die magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten der beiden Lagenmaterialien bezeichnen. Die Formel für den mittleren magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten  $b_{VL}$  berücksichtigt die unterschiedlichen Werte des Elastizitätsmoduls der Lagenmaterialien (vgl. Formel 27). Abbildung 63 zeigt eine graphische Darstellung der in den Formeln 39 und 40 ausgedrückten Abhängigkeiten für eine Schicht A mit einer niedrigen magnetischen Polarisation und einem hohen magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten (z.B. TbFe) und einer Schicht B mit einem niedrigen magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten und hoher magnetischer Polarisation (z.B. amorphe Legierung). Analog zu Formel 40 wird auch für die Anisotropie des Gesamtsystems eine lineare Mischungsregel angenommen.



**Abbildung 63:** Theoretischer Verlauf der Sättigungsmagnetisierung  $M_s$  und des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten  $b$  in Abhängigkeit des Lagendickenverhältnisses  $x$  einer Viellagenschicht.

In Abbildung 64 sind der Aufbau eines Viellagenschichtsystems und auftretende Problemfelder schematisch dargestellt. Das Viellagenschichtsystem besteht aus alternierend abgeschiedenen Lagen unterschiedlicher magnetischer Materialien auf einem Substrat. Dabei liegen die Dicken der alternierenden Lagen im Nanometerbereich. Die aus diesem Schichtaufbau resultierenden Problemfelder sind Grenzflächeneffekte und magnetische Kopplungsphänomene. Sowohl an der Grenzfläche zwischen dem Substrat und der dünnen Schicht als auch an den Grenzflächen zwischen den Lagen sind thermische Spannungen zu erwarten, die aus den unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Schichten sowie des Substrates entstehen. Die Haftung der Schicht auf dem Substrat ist von diesen Spannungen abhängig, aber auch vom Bindungstyp des Substrates bzw. des Schichtmaterials. An den Grenzflächen kann eine Diffusion von Elementen stattfinden, die zu einer Störung des viellagigen Schichtaufbaus führen kann. Vor allem an der Oberfläche sind Oxidationseffekte zu beachten. Zwischen den einzelnen magnetischen Lagen kommt es zu magnetischen Kopplungsphänomenen, wie Austauschkopplung und Streufeldkopplung. Weiterhin kann es zu einer Bildung von Domänenwänden an den Grenzflächen der Lagen kommen.



**Abbildung 64:** Aufbau eines Viellagenschichtsystems und Problemfelder.

Es ist anzunehmen, daß die magnetischen und magnetostriktiven Eigenschaften sowohl der einzelnen Lagen als auch des Gesamtsystems wesentlich von der Lagendicke der unterschiedlichen Materialien abhängen. Für die mittlere Magnetisierung und den magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten einer Viellagenschicht wurde dies bereits durch die Formeln 39 und 40 beschrieben. Es existieren neben diesen Abhängigkeiten, die durch Mischungsregeln zu beschreiben sind, weitere Beziehungen komplexerer Art.

So kann eine lineare Mischungsregel für die mittlere Magnetisierung einer Viellagenschicht nur angenommen werden, wenn es nicht zu einer Bildung von Domänenwänden an den Schichtgrenzflächen kommt, die den gewünschten kollektiven Magnetisierungsprozeß in der Viellagenschicht verhindern würde. Das heißt, die Lagendicken müssen kleiner sein als die Blochwanddicke. Weiterhin ist es für einen kollektiven Magnetisierungsprozeß notwendig, daß die alternierenden Lagen austauschgekoppelt sind. Für die Lagendicken bedeutet dies, daß sie kleiner sein müssen als die ferromagnetische Austauschlänge. Untere Grenzen der Lagendicke stellen Grenzdicken dar, die zu einer Degeneration des Lagenmaterials oder der Viellagenschicht führen: beispielsweise muß die Lagendicke größer als die Interdiffusionszone zwischen den Lagen sein; für sehr dünne Lagen kann es zu einer Veränderung des Lagenmaterials hinsichtlich seiner Kristallinität kommen. Weiterhin besteht ein in Abbildung 65 schematisch dargestellter Zusammenhang zwischen der Korngröße eines Materials und seiner Koerzitivfeldstärke: amorphe Materialien sind durch eine sehr geringe Koerzitivfeldstärke gekennzeichnet, da sie keine Beiträge der Kristallanisotropie zur Gesamtanisotropie haben. Bei nanokristallinen Materialien kommt es mit steigender Korngröße  $d_K$  zu einer Erhöhung der Koerzitivfeldstärke nach einem  $d_K^6$ -Gesetz.<sup>116</sup> Mikrokristalline Materialien zeigen eine mit zunehmender Korngröße wieder fallende Koerzitivfeldstärke. Die Erklärung für das weichmagnetische Verhalten nanokristalliner Legierungen liefert das Random-Anisotropy-Modell: durch eine wechselseitige Beeinflussung von Anisotropieenergie und der ferromagnetischen Austauschwechselwirkung kann es zu einer Ausmittelung von lokalen Anisotropien kommen.

$$K = \frac{K_1^4}{A^3} d_K^6 \quad (41)$$

Dieser Ausmittelungseffekt beginnt, sobald die Korngröße kleiner ist als die ferromagnetische Austauschlänge  $L_{ex}$ :

$$d_K \leq L_{ex} = \sqrt{\frac{A}{K_1}} \quad (42)$$

wobei  $A$  die Austauschkonstante bezeichnet. Falls in der Viellagenschicht kristalline Materialien verwendet werden, müssen die Lagendicken wiederum kleiner als die ferromagnetische Austauschlänge sein.

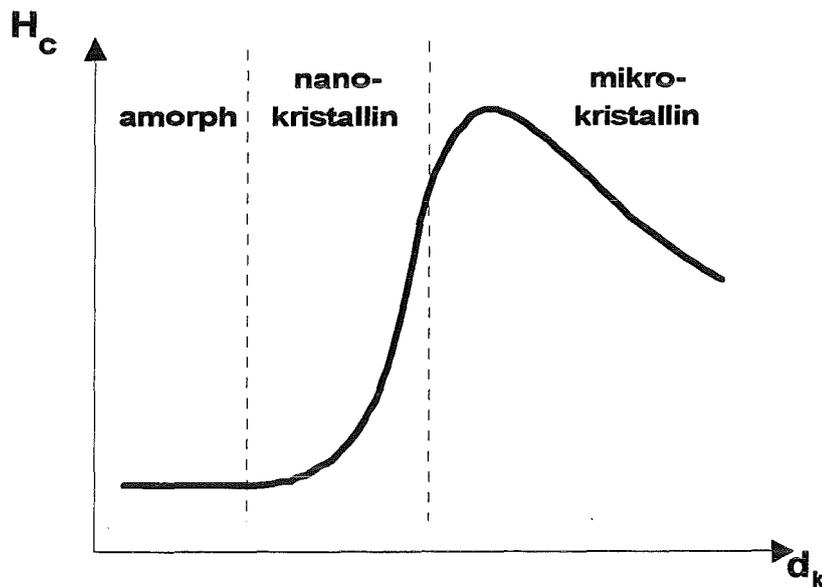
Zusammenfassend gilt für die zu wählende Dicke der alternierenden Lagen:

$$d_{diff} \ll d < \delta, L_{ex} \quad (43)$$

wobei  $d_{diff}$  die Dicke der Interdiffusionszone,  $d$  die Dicke einer Lage,  $\delta$  die Domänenwanddicke und  $L_{ex}$  die ferromagnetische Austauschlänge bezeichnen.

---

<sup>116</sup> Herzer 1991, S. 143



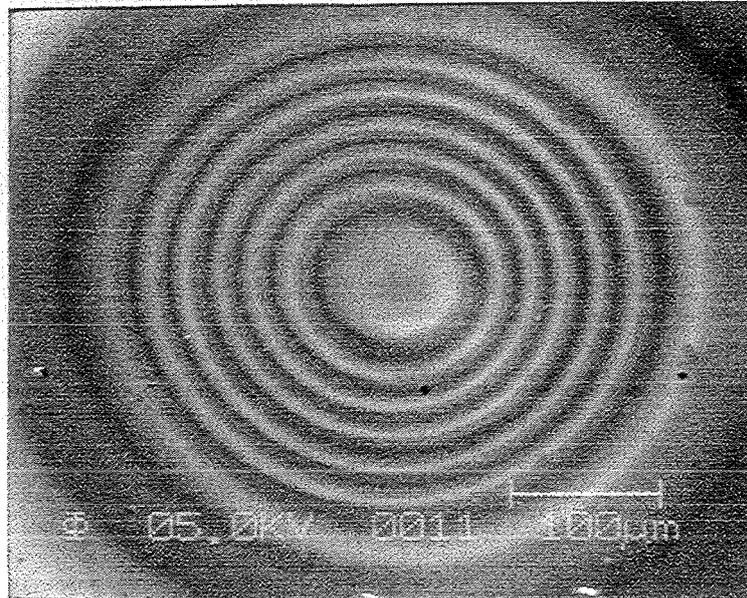
**Abbildung 65:** Zusammenhang zwischen Koerzitivfeldstärke  $H_c$  und Korngröße  $d_k$  eines magnetischen Materials.<sup>117</sup>

#### 4.2.2 Zusammensetzung, Struktur und mechanische Eigenschaften

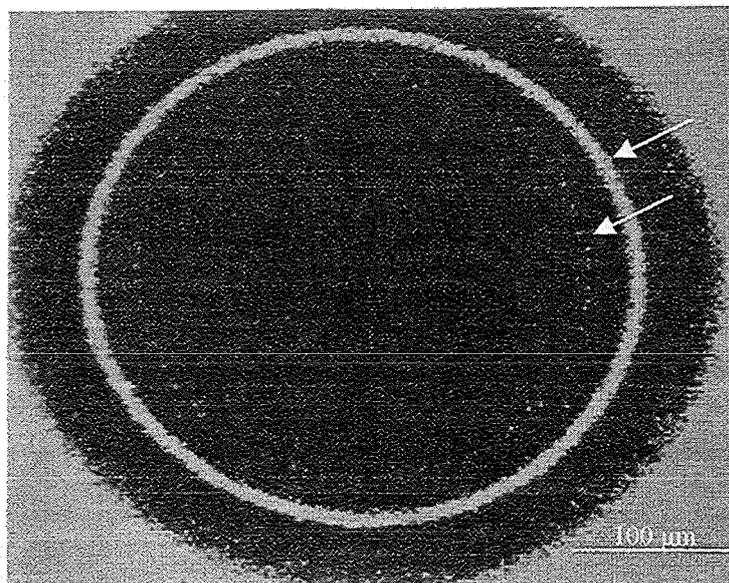
Die Struktur von Viellagenschichten wird von den unterschiedlichen Lagenmaterialien, den Sputterbedingungen und thermischen Nachbehandlungen bestimmt. AES-Tiefenprofile (vgl. Kapitel 3.2.1.2) erlauben Aussagen über die Viellagenstruktur und das Vorhandensein bzw. den Grad einer durch Diffusion verursachten Durchmischung der Lagen. Abbildung 66 zeigt eine in-situ Sekundärelektronenaufnahme eines durch das Sputtern auf die rotierende Probe entstandenen flachen Kraters in der Schichtoberfläche. Die alternierenden Lagen sind aufgrund des sehr flachen Einfallswinkels beim Sputtern sehr stark aufgefächert und daher anhand unterschiedlicher Graustufen, die aus den unterschiedlichen Sekundärelektronenkoeffizienten resultieren, erkennbar. Werden an solchen Sputterkratern AES-Elementverteilungsaufnahmen erstellt, erhält man sehr gute qualitative Aussagen über das Diffusionsverhalten unterschiedlicher Elemente in den Viellagenschichten. In Abbildung 67 ist die Verteilung des Sauerstoffs in einer (4,5 nm TbFe / 10 nm Fe) x 122 Viellagenschicht nach einer Glühung bei 480°C (15 min) erkennbar. Während der Sauerstoff bei der ungeglühten und der bei 275°C (15 min) geprüften Probe nur an der Oberfläche nachweisbar ist, zeigt die AES-Elementverteilungsaufnahme, daß die Glühung zu einer Oxidation der zwei obersten TbFe-Lagen führt. Abbildung 68 zeigt das dazugehörige AES-Tiefenprofil: das Tiefenprofil der ungeglühten Probe ist ein Nachweis des Viellagenaufbaus nach der Herstellung. Die

<sup>117</sup> Herzer 1991, S.143

Glühung bei 480°C führt neben der oben beschriebenen Oxidation der obersten Lagen zu einer Durchmischung der TbFe- und Fe-Lagen.



**Abbildung 66:** Sekundärelektronenaufnahme eines durch das Sputtern auf die rotierende Probe entstandenen Sputterkraters. Es sind terrassenförmig die alternierenden Lagen eines Viellagenschichtsystems zu erkennen.



**Abbildung 67:** AES-Elementverteilungsaufnahme (Sauerstoffsignal) des Sputterkraters einer geglühten (4,5 nm TbFe / 10 nm Fe) x 122 Viellagenschicht. Es sind die beiden ersten oxidierten TbFe-Lagen erkennbar (Pfeile).

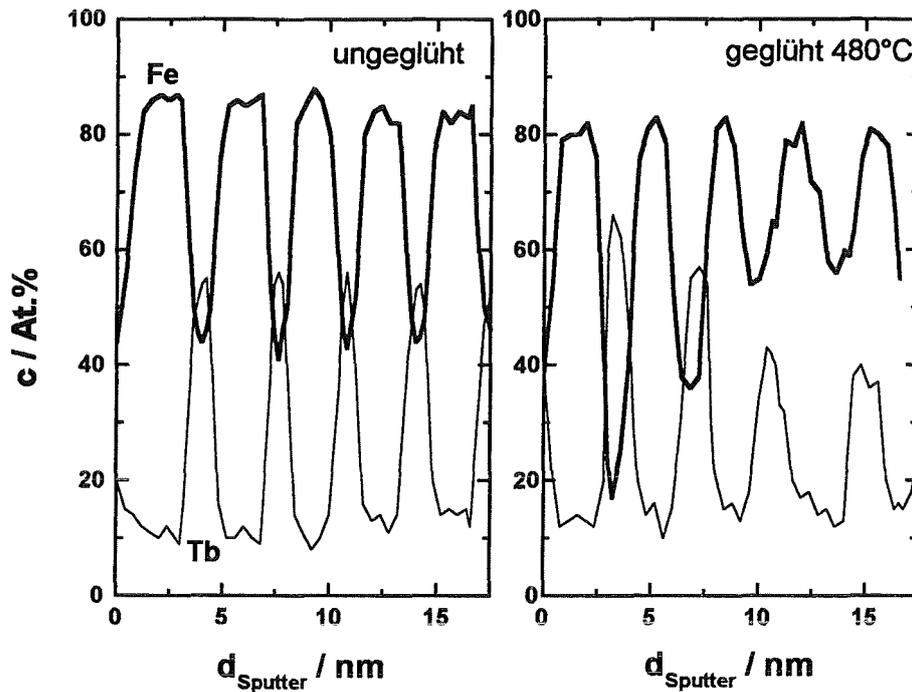
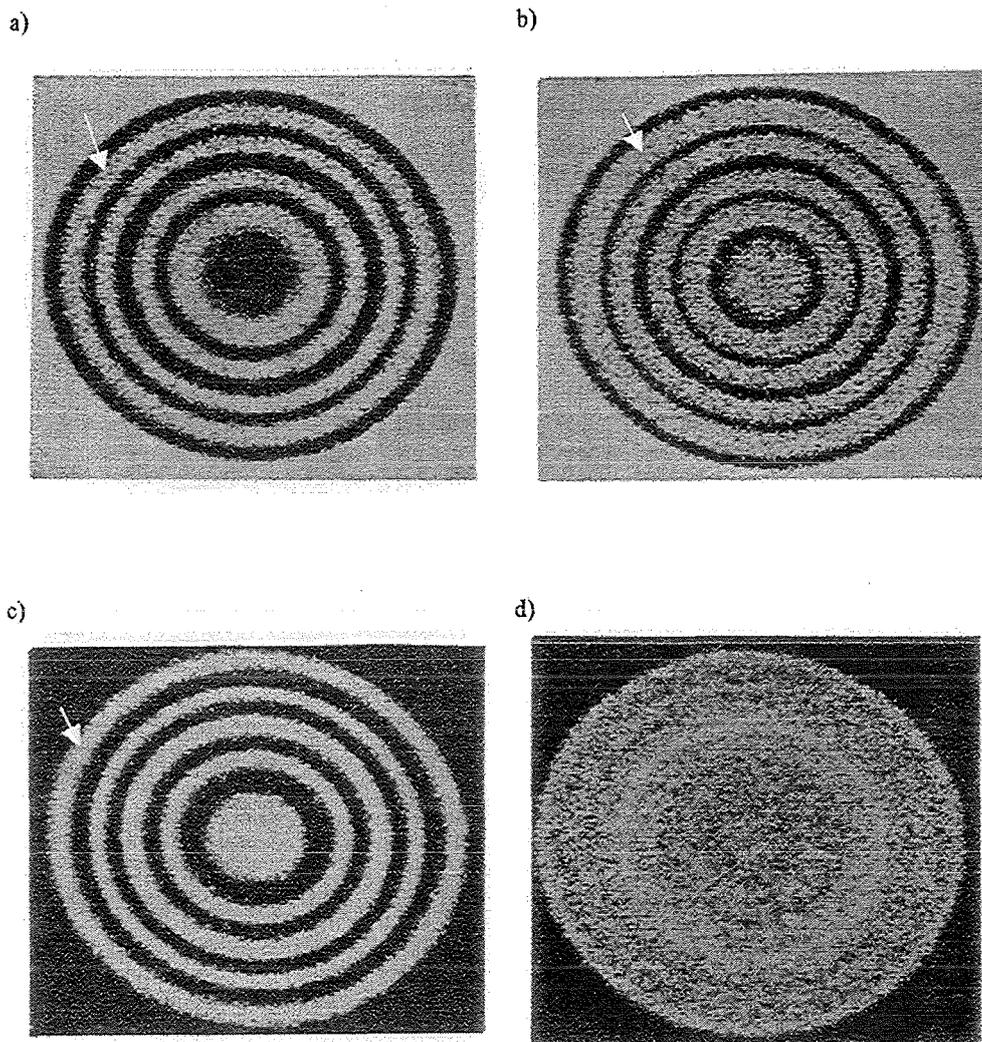


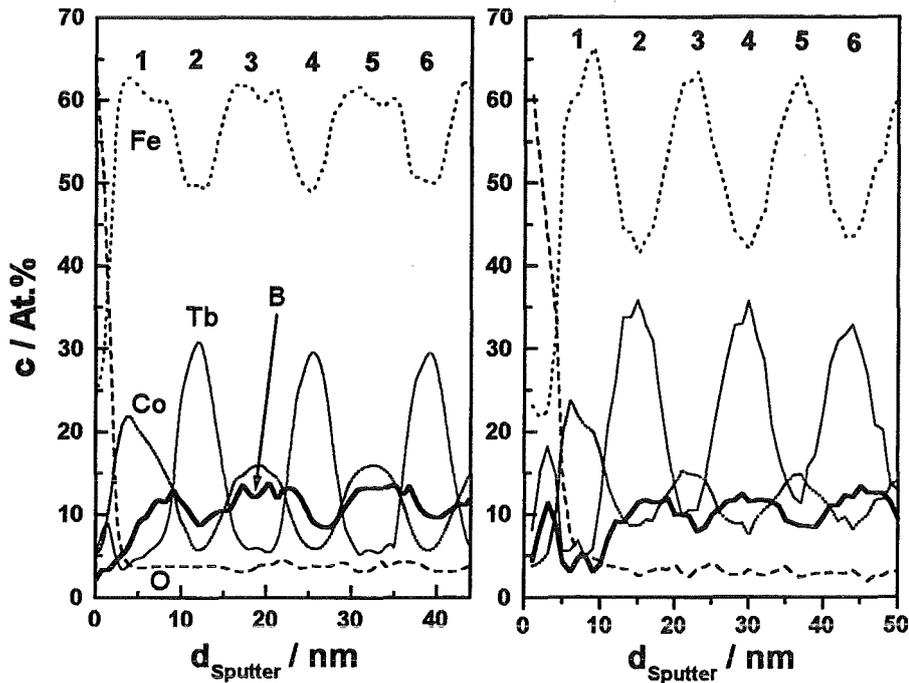
Abbildung 68: AES-Tiefenprofile einer (4,5 nm TbFe / 10 nm Fe) x 122 Viellagenschicht: links im ungeglühten Zustand nach der Herstellung, rechts nach einer Glühung bei 480°C (15 min).

Besonders deutlich ist die durch eine Glühung verursachte Diffusion von Co in einem (10 nm TbDyFe / 5 nm CoFeMnBSi) x 122 Viellagenschichtsystem: Abbildung 69 zeigt Elementverteilungsaufnahmen des Sputterkraters. Während im ungeglühten Zustand die Tb-, Dy- und Co-Signale einen regelmäßigen viellagigen Aufbau der Schicht erkennen lassen, kommt es, nachdem die Probe bei 450°C (15 min) geglüht wurde, zu einer deutlichen Diffusion des Co und damit zu einer weitgehenden Zerstörung des Viellagenaufbaus. Die Tb- und Dy-Signale zeigen, daß diese Elemente durch die Glühung nicht diffundieren.



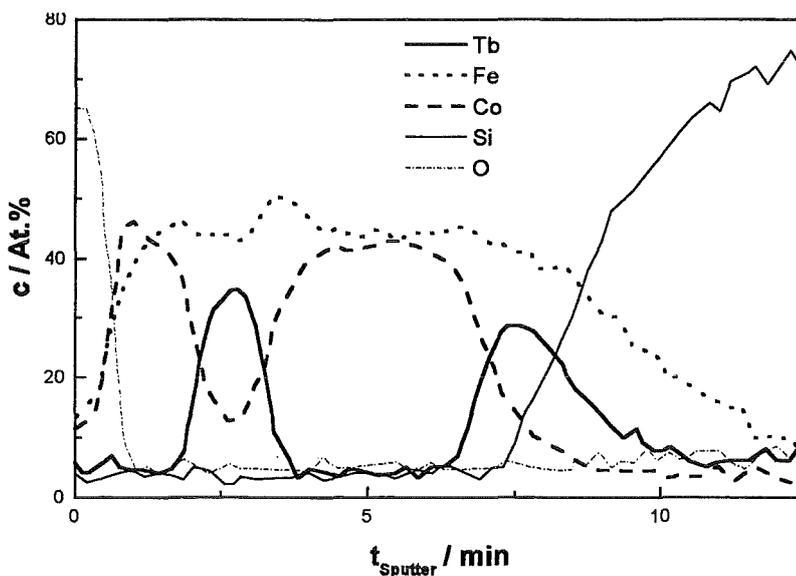
**Abbildung 69:** AES-Elementverteilungsaufnahme des Sputterkraters (Durchmesser ca. 500  $\mu\text{m}$ ) eines (10 nm TbDyFe / 5 nm CoFeMnBSi) x 122 Viellagenschichtsystems: a) (Tb, Dy)-Signal einer ungeglühten Probe, b) (Tb, Dy)-Signal einer geglähten Probe (450°C, 15 min), c) Co-Signal einer ungeglühten Probe, d) Co-Signal einer geglähten Probe (450°C, 15 min).

Abbildung 70 zeigt AES-Tiefenprofile einer (5 nm TbFe / 8 nm FeCoBSi) x 70 Viellagenschicht vor und nach einer Glühung bei 250°C (15 min). Die ungeglühte Schicht zeigt einen beinahe undurchmischten, viellagigen Schichtaufbau, bis auf die Ausnahme der B-Atome. Die Glühung bewirkt sowohl eine leichte Diffusion der Co-Atome als auch eine deutliche Verschiebung des Konzentrationsmaximums der B-Atome: dieses geht von den FeCoBSi-Lagen zu den TbFe-Lagen. Ein möglicher Grund hierfür kann eine chemische Triebkraft sein, die einer durch Diffusionstriebkräfte entstehenden Gleichverteilung der B-Atome entgegenwirkt. Eine Diffusion von Tb- und Fe-Atomen ist nicht nachzuweisen.



**Abbildung 70:** AES-Tiefenprofile einer (5 nm TbFe / 8 nm FeCoBSi) x 70 Viellagenschicht vor und nach einer Glühung bei 250°C (15 min). Das Konzentrationsmaximum der B-Atome verschiebt sich durch die Glühung von den FeCoBSi-Lagen zu den TbFe-Lagen.

Das AES-Tiefenprofil einer vierlagigen (7 nm TbFe / 9 nm FeCo)-Schicht (Abbildung 71) zeigt die Diffusion der Elemente an der Grenzfläche zwischen Substrat und Schicht. Da die erste Lage auf dem Siliziumsubstrat eine TbFe-Schicht ist, findet man vor allem eine Diffusion des Terbiums und des Eisens ins Silizium und umgekehrt. Das Tiefenprofil läßt weiterhin erkennen, daß aufgrund eines Fehlers im Prozeßablauf die zweite FeCo-Lage die doppelte nominelle Dicke hat.



**Abbildung 71:** AES-Tiefenprofil zur Bestimmung der Diffusionsprozesse zwischen Siliziumsubstrat und einer vierlagigen (7 nm TbFe / 9 nm FeCo)-Schicht.

Zur Klärung des amorphen oder kristallinen Zustandes der einzelnen Lagen in den Viellagenschichtsystemen wurden Röntgenbeugungsmethoden und Transmissionselektronenmikroskopie angewandt. Die Kristallinität der Fe- bzw. FeCo-Schichten in (TbFe/Fe)- bzw. (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten wird in Abbildung 72 und Abbildung 73 anhand ihrer Röntgendiffraktogramme deutlich. Im Röntgendiffraktogramm der (TbFe/Fe)-Viellagenschicht erscheint ein Röntgenreflex bei  $65^\circ$ , der Fe-{200}-Ebenen zugeordnet werden kann. Die Breite und Intensität des bei (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten auftretenden Röntgenreflexes ( $45^\circ$ ) der FeCo-{110}-Ebenen ist von der Lagendicke der FeCo-Schichten in der Viellagenschicht abhängig.

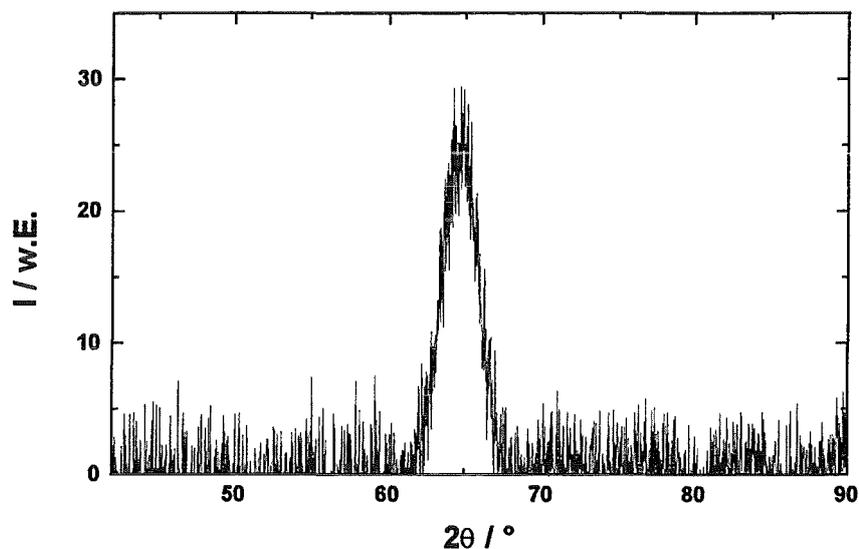


Abbildung 72: Röntgendiffraktogramm einer (7 nm TbFe / 8 nm Fe) x 70 Viellagenschicht.

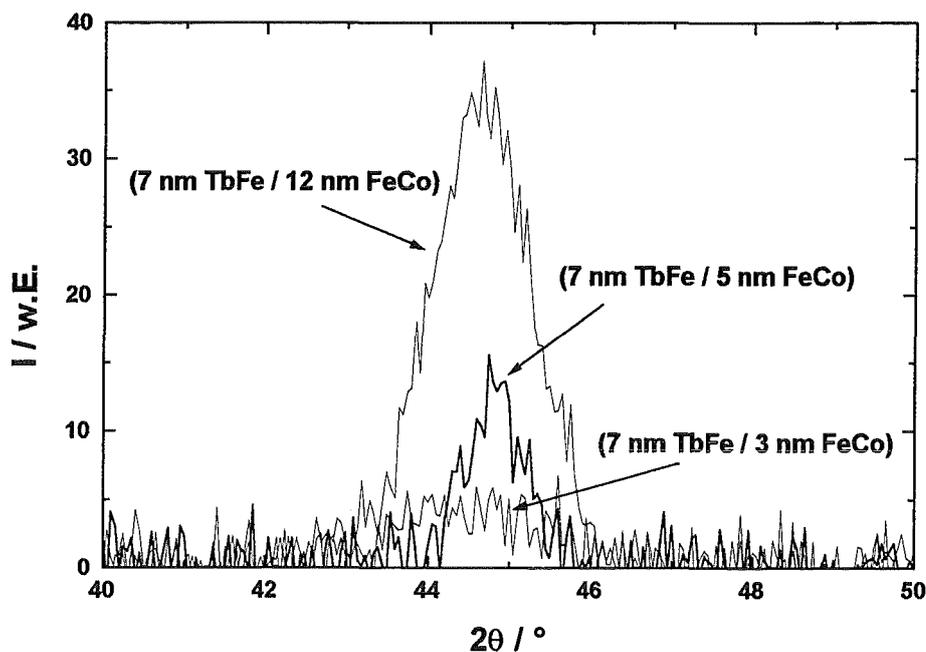
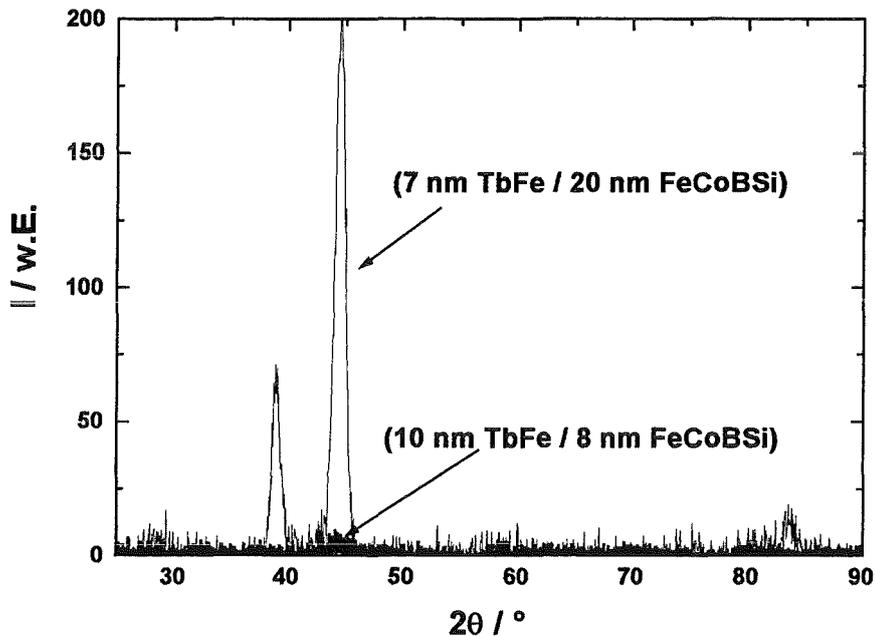
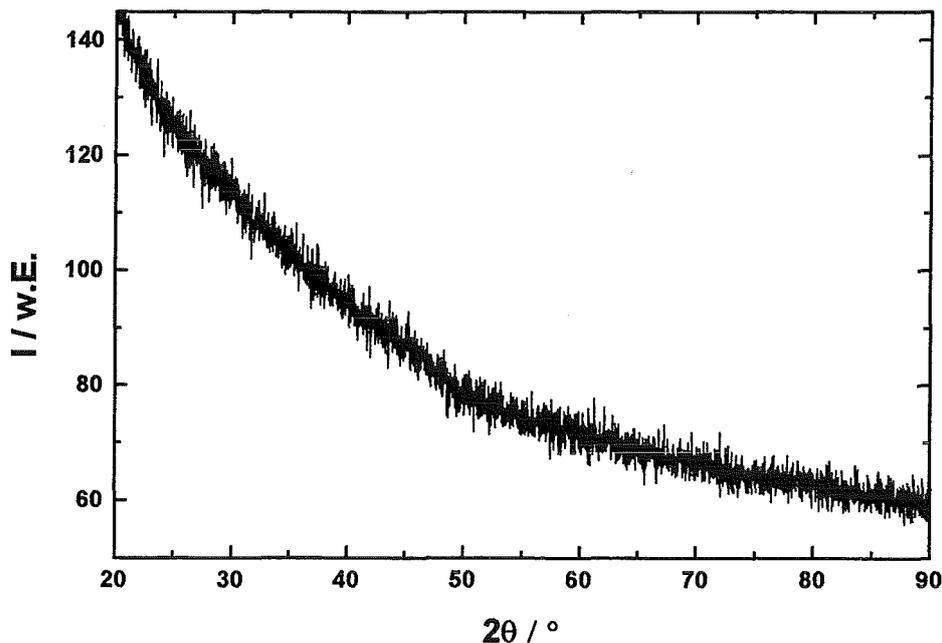


Abbildung 73: Röntgendiffraktogramme unterschiedlicher (7 nm TbFe / x nm FeCo) x 70 Viellagenschichten. Die FeCo-Lagendicke wirkt sich auf die Breite und Höhe des Röntgenreflexes aus.

Der Vergleich zweier unterschiedlicher (TbFe/FeCoBSi)-Viellagenschichten (Abbildung 74) zeigt, daß die Viellagenschicht mit 20 nm dicken FeCoBSi-Zwischenlagen eindeutig kristalline Lagen aufweist, während bei geringer Lagendicke des FeCoBSi der Röntgenreflex fast vollständig verschwindet. Abbildung 75 zeigt das Röntgendiffraktogramm einer (SmFe/CoB)-Viellagenschicht. Beide Lagen sind röntgenamorph, da keine Röntgenreflexe erkennbar sind.



**Abbildung 74:** Röntgendiffraktogramme unterschiedlicher (TbFe/FeCoBSi) x 70 Viellagenschichten. Bei der Viellagenschicht mit 20 nm dicken FeCoBSi-Lagen sind deutliche Röntgenreflexe zu beobachten.



**Abbildung 75:** Röntgendiffraktogramm einer (7 nm SmFe / 4 nm CoB) x 70 Viellagenschicht. Das Fehlen von Röntgenreflexen läßt auf eine amorphe Struktur der Viellagenschicht schließen.

Die Abbildungen 76 und 78 zeigen TEM-Aufnahmen ungeglühter (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten. Den Aufnahmen ist zu entnehmen, daß die ungeglühten Schichten eine hohe Lagenperiodizität besitzen, und die Grenzflächen zwischen den alternierenden Lagen glatt sind. Besonders in der hochauflösenden Aufnahme wird die Kristallinität der FeCo-Lagen und der amorphe Zustand der TbFe-Lagen deutlich. Resultierend aus dem Aufbau der Schicht, ist die Kristallitgröße in den FeCo-Lagen in Richtung der Normalen durch die Lagendicke begrenzt. Allerdings ist die laterale Ausdehnung der FeCo-Kristallite bis zu  $100\ \mu\text{m}$  groß. Abbildung 77 zeigt eine TEM-Aufnahme der sehr glatten Grenzfläche zwischen Siliziumsubstrat und den ersten Lagen einer Viellagenschicht.

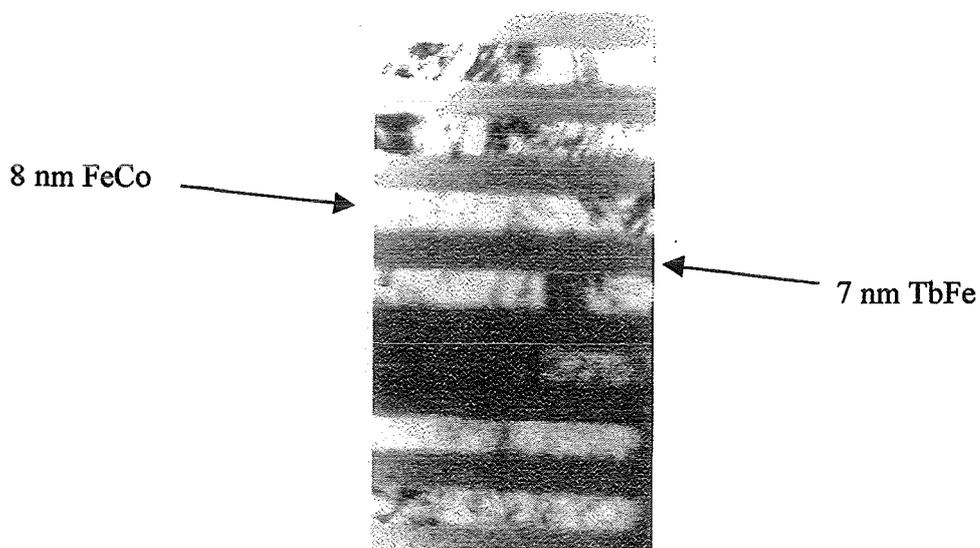


Abbildung 76: TEM-Übersichtsaufnahme einer (7 nm TbFe / 8 nm FeCo)-Viellagenschicht.

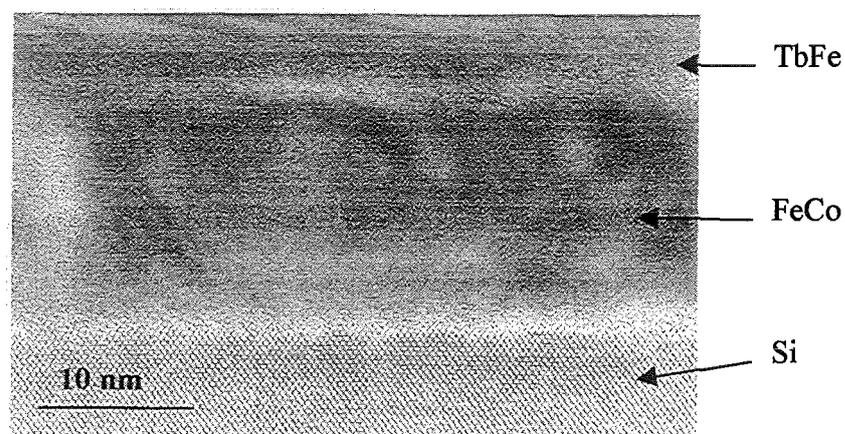
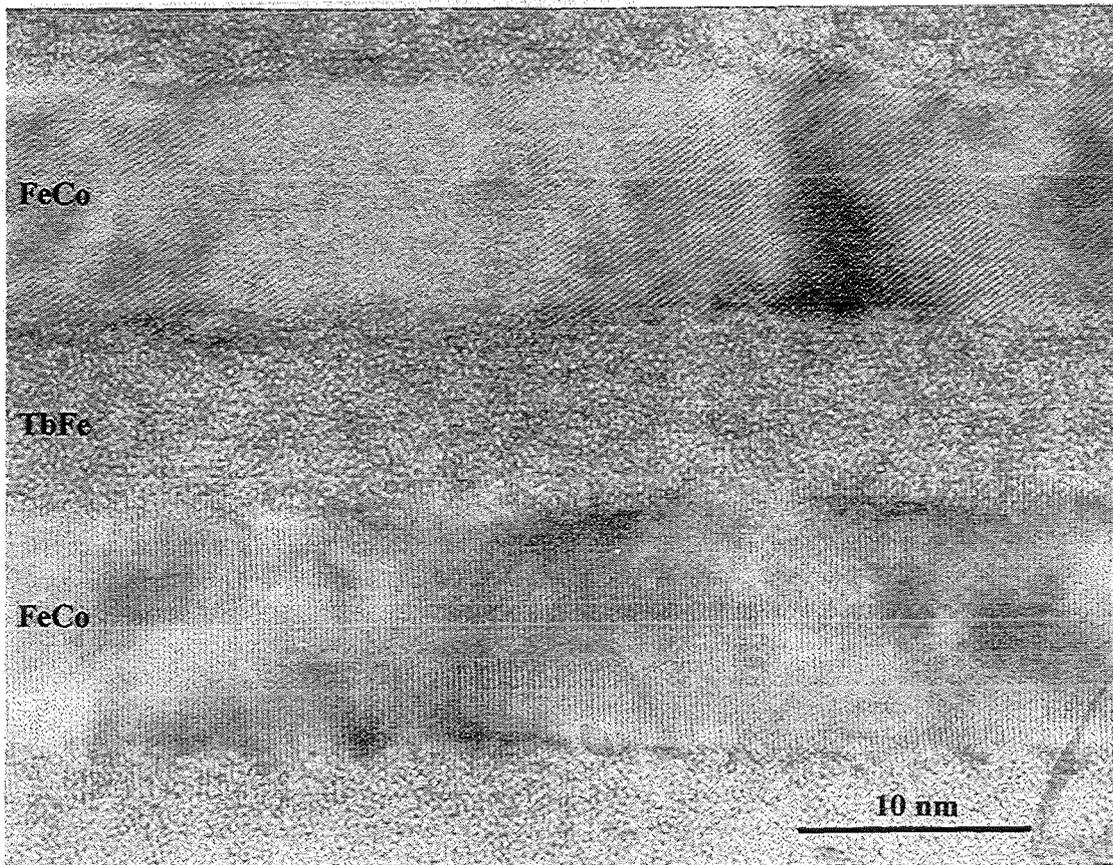


Abbildung 77: Hochauflösende TEM-Aufnahme der Grenzfläche zwischen Siliziumsubstrat und einer (TbFe/FeCo)-Viellagenschicht.

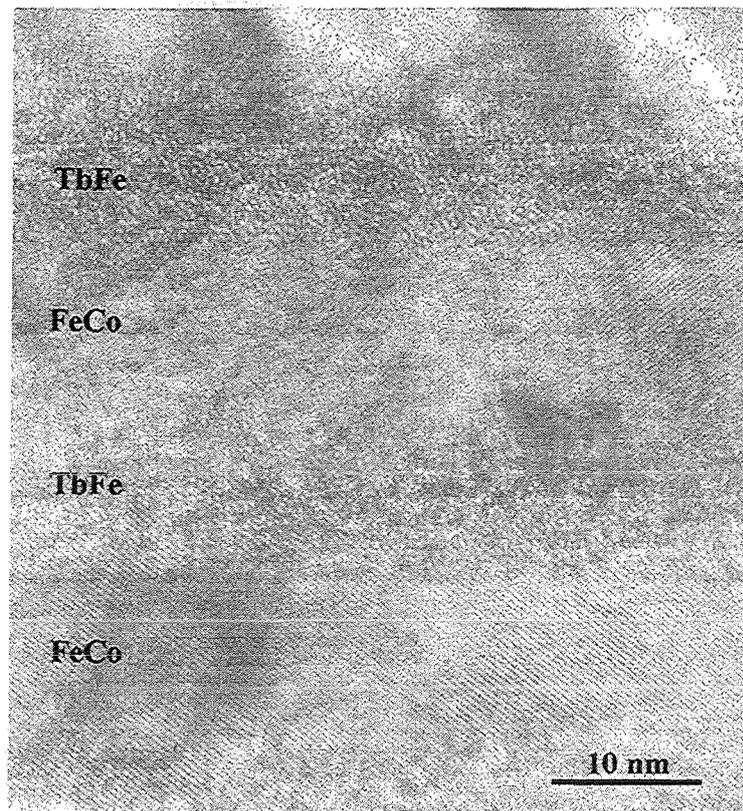


**Abbildung 78:** Hochauflösende TEM-Aufnahme einer ungeglühten (7 nm TbFe / 10 nm FeCo)-Viellagenschicht. Deutlich erkennbar sind die amorphen TbFe-Lagen und die kristalline Struktur der FeCo-Lagen.<sup>118</sup>

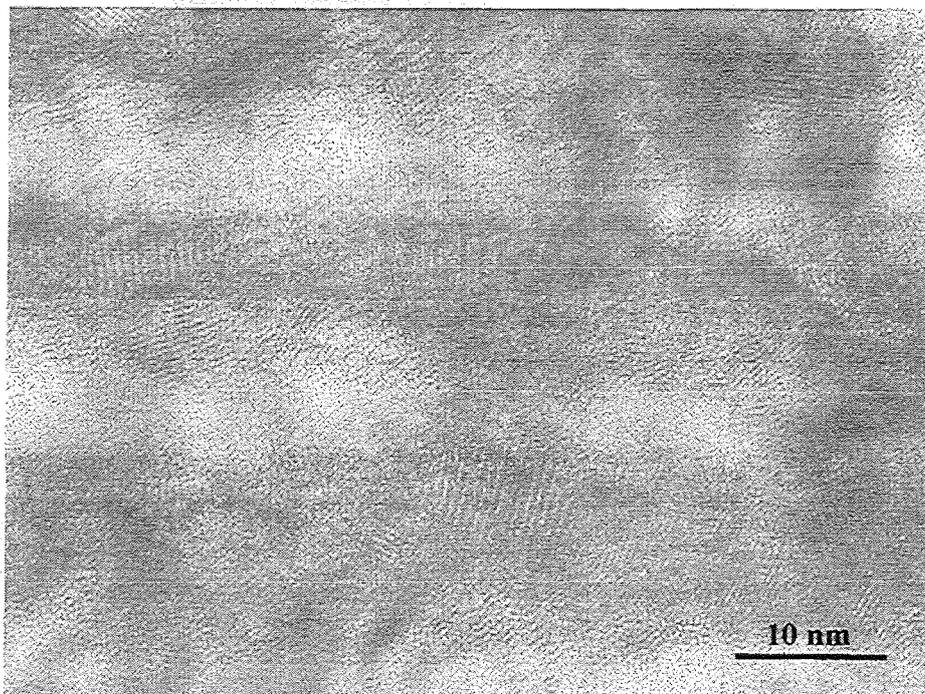
Der Einfluß einer Glühung bei 250°C verändert die Struktur der (7 nm TbFe / 10 nm FeCo)-Viellagenschicht (Abbildung 79). Die Grenzfläche zwischen den amorphen und kristallinen Lagen verliert an Schärfe. Ansätze einer Kristallisation in den TbFe-Lagen sind zu erkennen. Eine Glühung bei 450°C führt zu einer weitgehenden Kristallisation der ursprünglich amorphen TbFe-Lagen, wie in Abbildung 80 deutlich zu erkennen ist. Darüber hinaus ist erkennbar, daß durch die Glühung die hohe Periodizität des viellagigen Aufbaus zerstört wird.

---

<sup>118</sup> Die TEM-Aufnahmen in den Abbildungen 78 bis 80 wurden an den vom Autor hergestellten Proben von Dr. D. Lord, University of Salford, U.K., 1998 angefertigt. Der Autor konnte innerhalb eines TEM-Praktikums in Salford selbst Proben präparieren und Aufnahmen erstellen lassen.



**Abbildung 79:** TEM-Aufnahme einer bei 250°C (45 min) geglähten (7 nm TbFe / 10 nm FeCo)-Viellagenschicht. An den Lagengrenzflächen sind kristalline Bereiche innerhalb der TbFe-Lagen zu erkennen.



**Abbildung 80:** TEM-Aufnahme einer bei 450°C (45 min) geglähten (7 nm TbFe / 10 nm FeCo)-Viellagenschicht. Die ursprünglich amorphen TbFe-Lagen sind kristallisiert.

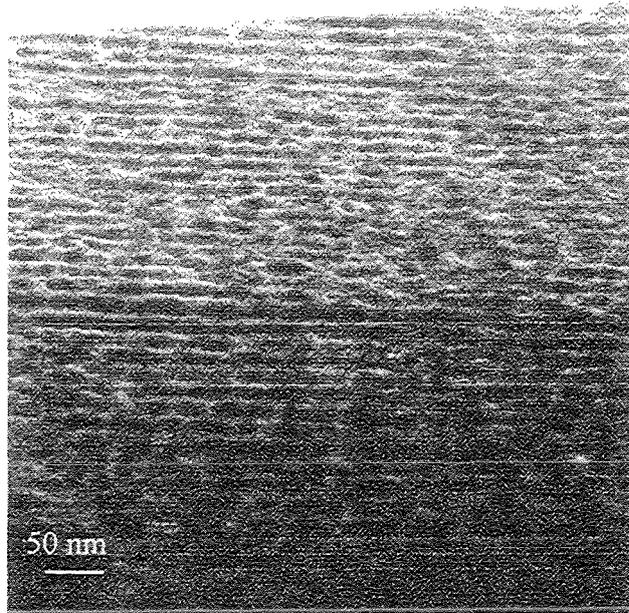


Abbildung 81: TEM-Aufnahme einer (7 nm TbFe / 20 nm FeCoBSi)-Viellagenschicht.

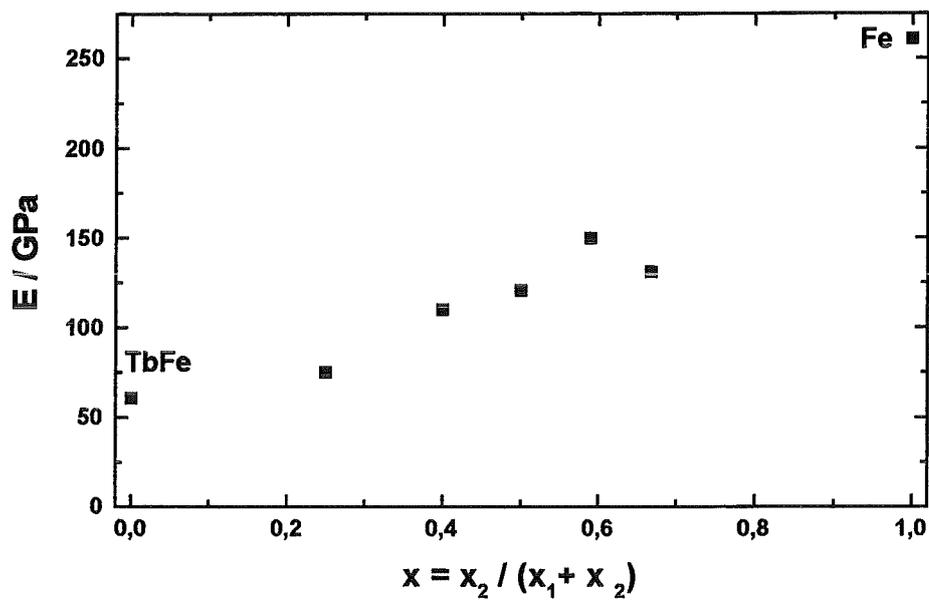
TEM-Aufnahmen<sup>119</sup> von (TbFe/FeCoBSi) x 70 Viellagenschichten mit sehr kleinen FeCoBSi-Lagendicken von ca. 1 nm zeigen, daß eine viellagige Struktur mit hoher Periodizität auch in diesem System erhalten werden kann. Die Schichten sind weitgehend amorph, allerdings treten stellenweise Kristallite mit einer Größe von ca. 15 nm auf, in der Beugung erscheint ein sehr schwacher Ring, der auf das Vorhandensein kristalliner Phasen in der Viellagenschicht hindeutet. Abbildung 81 zeigt eine TEM-Aufnahme einer (7 nm TbFe / 20 nm FeCoBSi)-Viellagenschicht. Im Vergleich zu den TEM-Aufnahmen der (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten und den oben beschriebenen (TbFe/FeCoBSi)-Viellagenschichten zeigt die (7 nm TbFe / 20 nm FeCoBSi)-Viellagenschicht weniger glatte Grenzflächen, so daß die Struktur dieser Schicht dem Übergang zwischen einer Viellagenstruktur und einem nanokristallinen Gefüge zugeordnet werden kann. Allerdings ist nicht auszuschließen, daß die Struktur der untersuchten (TbFe/FeCoBSi)-Viellagenschicht durch die TEM-Präparation verändert wurde.

Der mittlere Elastizitätsmodul von Viellagenschichten ist eine von deren Schichtdickenverhältnis abhängige Größe, da die einzelnen Lagen sehr unterschiedliche Elastizitätsmodulwerte besitzen können. Die aus Nanoindentationsversuchen gewonnenen Werte unterschiedlicher ein- und viellagiger Schichten werden in Abhängigkeit des Schichtdickenverhältnisses dargestellt, um zu klären, ob die Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls vom Schichtdickenverhältnis einer linearen oder

---

<sup>119</sup> TEM-Aufnahmen an den vom Autor hergestellten (TbFe/FeCoBSi)-Viellagenschichten mit sehr kleinen FeCoBSi-Lagendicken (0,8 bzw. 1,7 nm) wurden von Dr. D. Lord, University of Salford, U.K., 1999 erstellt.

inversen Mischungsregel zuzuordnen ist. Für (TbFe/Fe)-, (TbFe/FeCo)- und (TbFe/FeCoBSi)-Viellagenschichten (Abbildungen 82 bis 84) ergibt sich ein ähnlicher Verlauf. Die ferromagnetischen Zwischenlagen der untersuchten Viellagenschichten haben jeweils einen deutlich höheren Elastizitätsmodul als die TbFe-Lagen. Daher steigt der mittlere Elastizitätsmodul einer Viellagenschicht mit steigender Zwischenlagendicke.



**Abbildung 82:** Elastizitätsmodul von  $(x_1 = 4,5 \text{ nm TbFe} / x_2 \text{ nm Fe}) \times 122$  Viellagenschichten als Funktion des Schichtdickenverhältnisses  $x$ .

In den Abbildungen 83 und 84 sind Näherungen an die Meßwerte nach einer linearen bzw. inversen Mischungsregel eingetragen. Es zeigt sich, daß die Werte des Elastizitätsmoduls der unterschiedlichen Viellagenschichten in Abhängigkeit von ihrem Schichtdickenverhältnis gut durch eine inverse Mischungsregel berechnet werden können. Modellhaft läßt sich dieses Verhalten dadurch erklären, daß beim Nanoindentationsverfahren die einzelnen Lagen der untersuchten Viellagenschichten wie Federn in einer Reihenschaltung belastet werden.

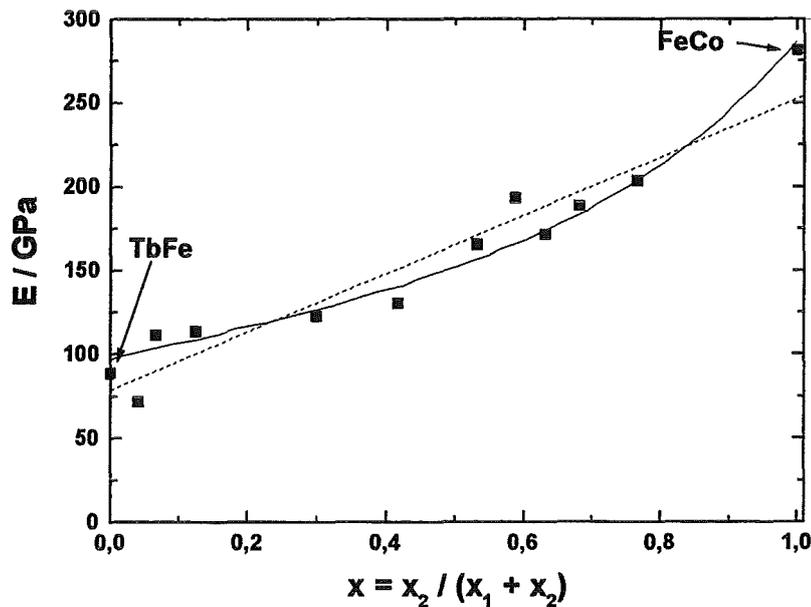


Abbildung 83: Elastizitätsmodul von ( $x_1$  nm TbFe /  $x_2$  nm FeCo)-Viellagenschichten als Funktion des Schichtdickenverhältnisses  $x$ . Die gestrichelte Linie ist eine Näherung an die Meßwerte nach der linearen Mischungsregel, die durchgezogene Linie nach der inversen Mischungsregel.

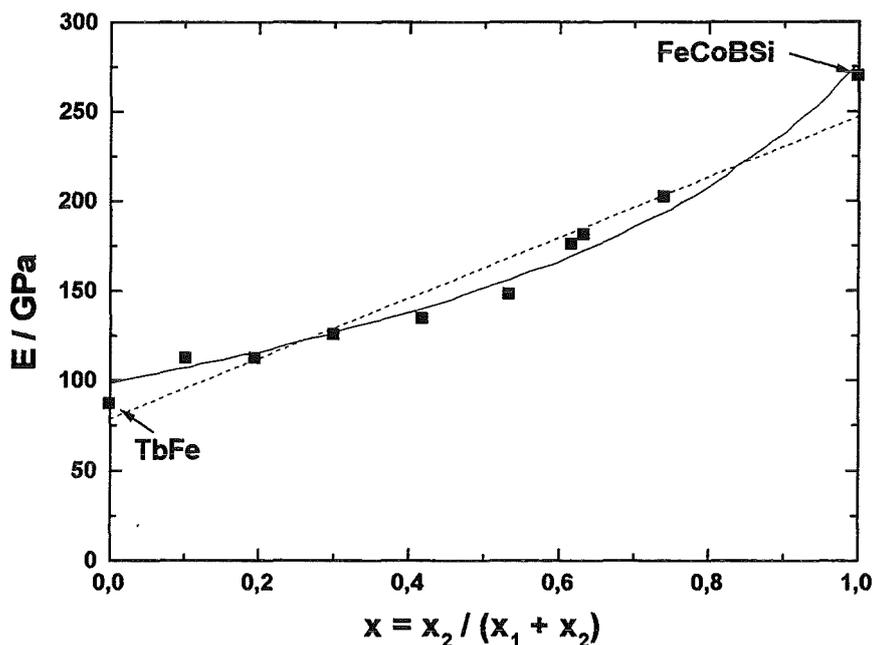
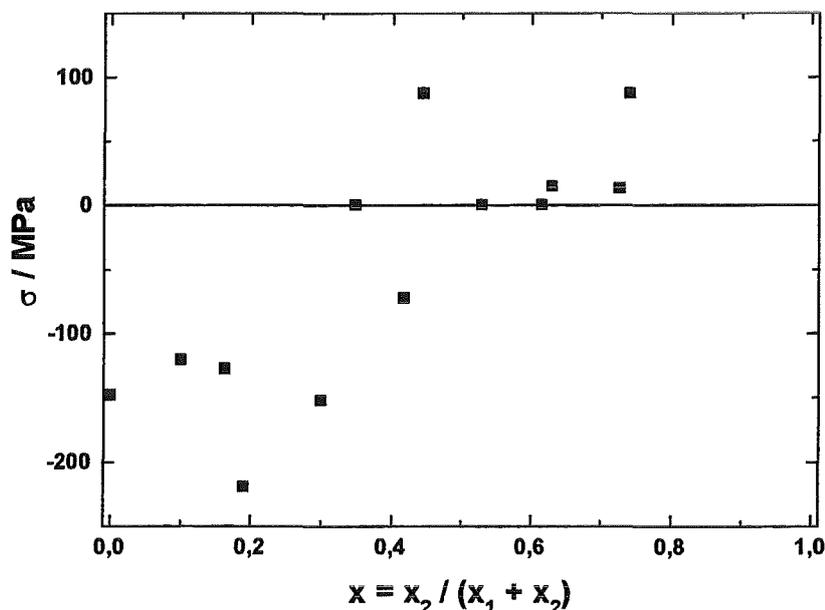


Abbildung 84: Elastizitätsmodul von ( $x_1$  nm TbFe /  $x_2$  nm FeCoSiB)-Viellagenschichten als Funktion des Schichtdickenverhältnisses  $x$ . Die gestrichelte Linie ist eine Näherung an die Meßwerte nach der linearen Mischungsregel, die durchgezogene Linie nach der inversen Mischungsregel.

Die Eigenspannungen von Viellagenschichten sind von den Herstellungsbedingungen, dem Lagendickenverhältnis (Abbildung 85), dem Substrat und der Temperatur und Dauer einer eventuellen Glühung abhängig. In Abbildung 86 ist die Abhängigkeit der bei Raumtemperatur gemessenen thermischen Eigenspannungen einer (7 nm TbFe / 9 nm FeCo)  $\times$  70 Viellagenschicht von der Glühetemperatur dargestellt. Nach der

Herstellung durch das Magnetronsputterverfahren, die bei einer Temperatur von ca. 100 bis 150°C erfolgt, steht die Schicht unter einer Druckeigenspannung von ca. 300 MPa. Nachfolgende Glühungen unterhalb der Herstellungstemperatur führen zu keiner Veränderung der Eigenspannung. Erhöht man die Glüh Temperatur, kommt es zu einer Verringerung der Druckeigenspannungen. Bei ca. 250°C befindet sich die Schicht in einem eigenspannungsfreien Zustand. Nach Glühungen bei höheren Temperaturen befindet sich die Schicht im Bereich der Zugeigenspannungen. Diese können so hoch werden, daß die Schicht durch Abplatzen versagt. Den Einfluß der Glühdauer auf die Schichteigenspannungen bei einer konstanten Glüh Temperatur von 250°C visualisiert Abbildung 87. Schon durch Glühzeiten von 15 min ist ein Vorzeichenwechsel der Eigenspannung erreichbar, während der Grenzwert der Schichteigenspannung erst nach sehr langen Glühzeiten erreicht wird. Die Glühzeit der Schichten betrug daher zwischen 15 und 60 Minuten.



**Abbildung 85:** Schichteigenspannungen von ( $x_1$  nm TbFe /  $x_2$  nm FeCoBSi) x 70 Viellagenschichten in Abhängigkeit des Lagendickenverhältnisses. Die Druckeigenspannungen sinken mit steigendem FeCoBSi-Anteil in der Viellagenschicht und gehen teilweise in einen nahezu spannungsfreien oder in den Zugspannungsbereich über.

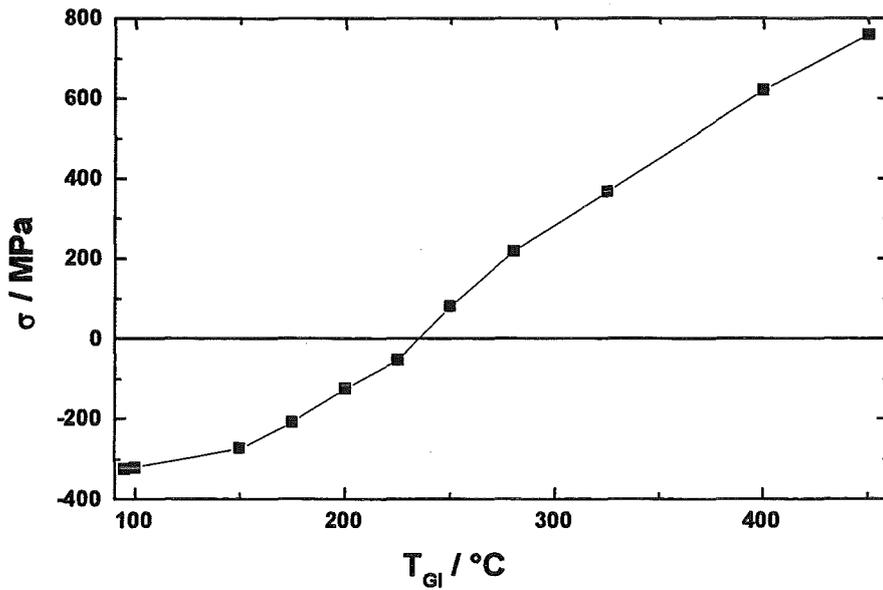


Abbildung 86: Abhängigkeit der bei Raumtemperatur gemessenen Eigenspannung einer (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 70 Viellagenschicht von der Glühzeit bei einer Glühzeit von 45 min.

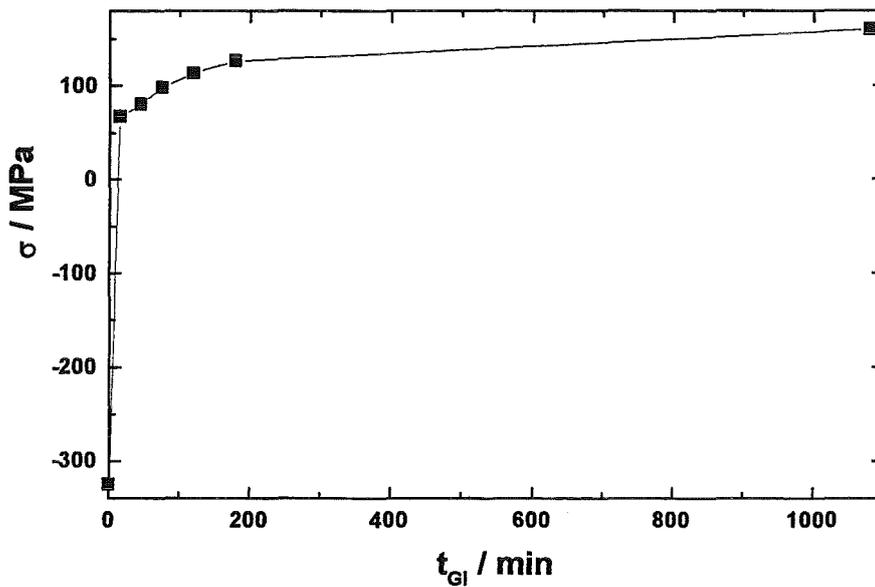
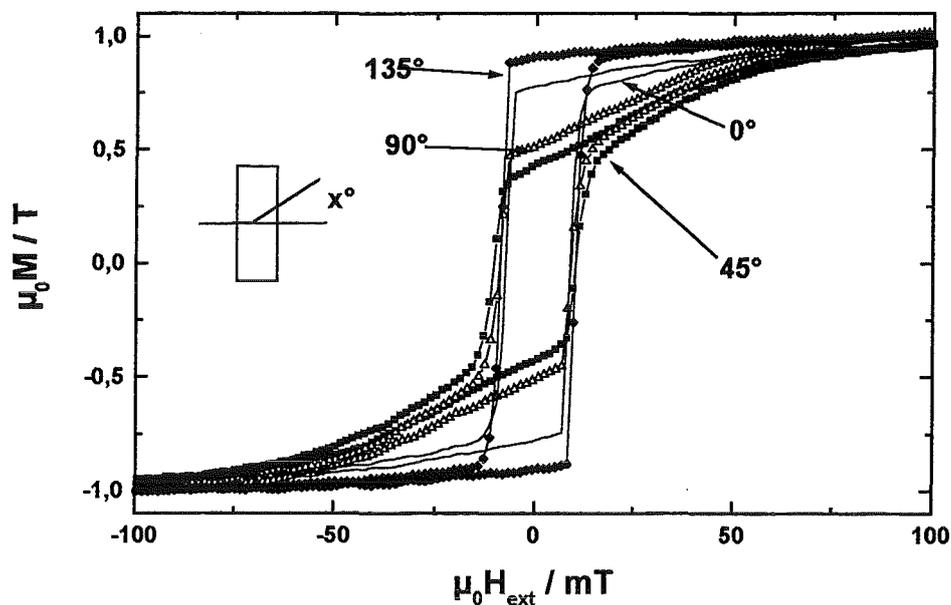


Abbildung 87: Abhängigkeit der Schichteigenspannung (bei Raumtemperatur) einer (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 70 Viellagenschicht von der Glühzeit bei einer konstanten Glühzeit von 250°C.

### 4.2.3 Magnetisierung

Die Magnetisierungsprozesse in Viellagenschichtsystemen wie (TbFe/FeCo) ergeben sich aus der Wechselwirkung zwischen den Magnetisierungsprozessen der ferri- bzw. ferromagnetischen Lagen. Diese Wechselwirkung, die sich beispielsweise auf die Bildung von Domänen auswirkt, hängt von der Dicke der einzelnen Lagen und dem Eigenspannungszustand der Schicht ab. Eine mit dem Vibrationsmagnetometer gemessene Magnetisierungskurve eines Viellagenschichtsystems stellt immer eine mittlere Magnetisierung des Gesamtsystems dar.

Magnetisierungsmessungen von (TbFe/FeCo)- und (TbFe/FeCoBSi)-Viellagenschichtsystemen sind in den Abbildungen 88 und 89 dargestellt. Die Messungen parallel und senkrecht zur Schichtebene ergeben, daß die magnetisch leichte Richtung in der Schichtebene liegt, wie es durch die Formanisotropie für dünne Schichten zu erwarten ist. In dieser Schichtebene besteht bei (TbFe/FeCo)-Schichten eine uniaxiale Anisotropie, während (TbFe/FeCoBSi)-Viellagenschichten keine Anisotropie in der Ebene aufweisen. Ein möglicher Grund für diesen Unterschied kann die unterschiedliche Mikrostruktur dieser Viellagenschichten sein, die jeweils zu anderen Spannungsverhältnissen an den Grenzflächen der Lagen führen kann. Diese Spannungsverhältnisse beeinflussen wiederum die magnetische Struktur der Viellagenschichten in der Schichtebene.



**Abbildung 88:** Anisotropie in der Ebene einer ungeglühten (7 nm TbFe / 9 nm FeCo)  $\times$  70 Viellagenschicht. Die Messungen der magnetischen Polarisierung erfolgten in der Schichtebene mit unterschiedlichen Winkeln zwischen der Probe und dem Magnetfeld.

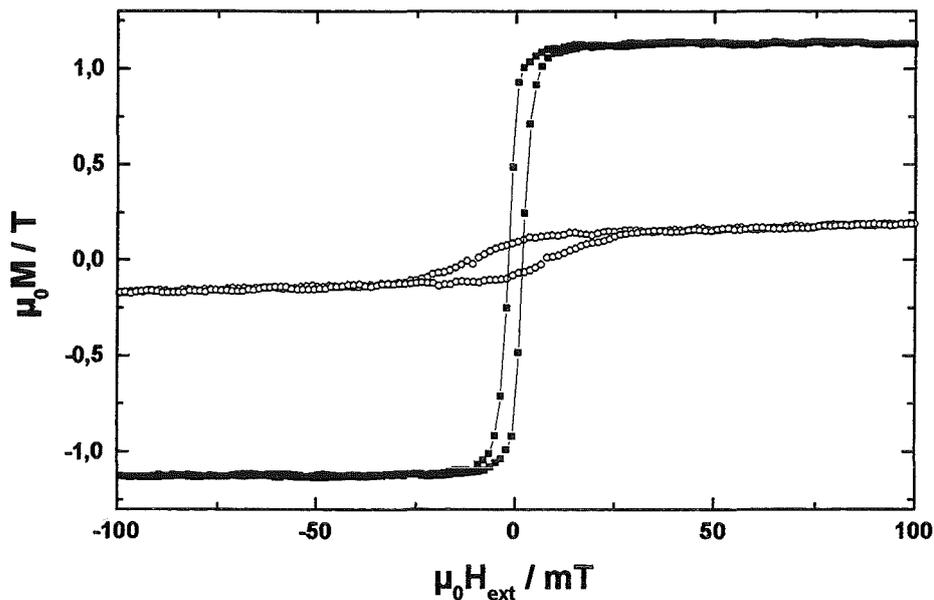
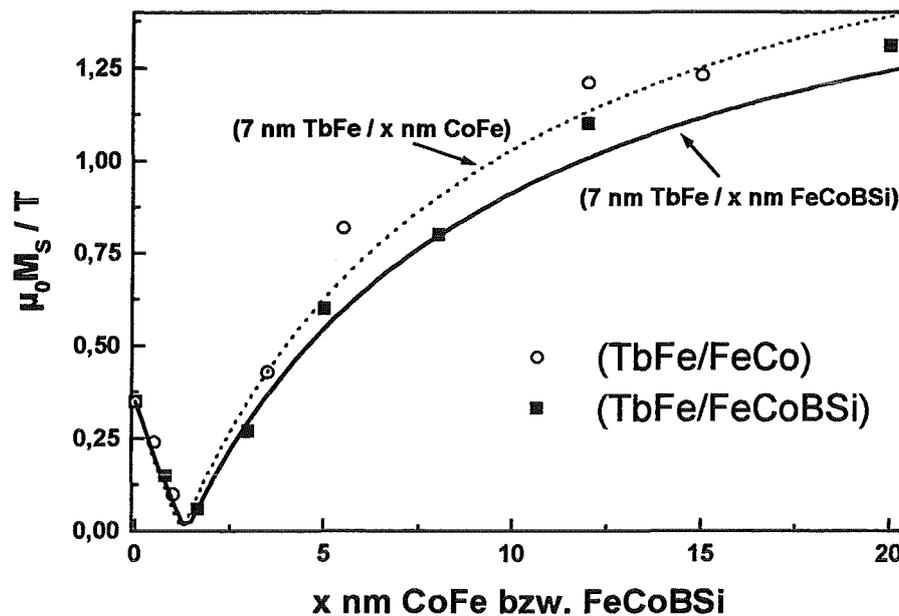


Abbildung 89: Verlauf der magnetischen Polarisation einer (7 nm TbFe / 20 nm FeCoBSi) x 70 Viellagenschicht für Messungen parallel und senkrecht zur Schichtebene.

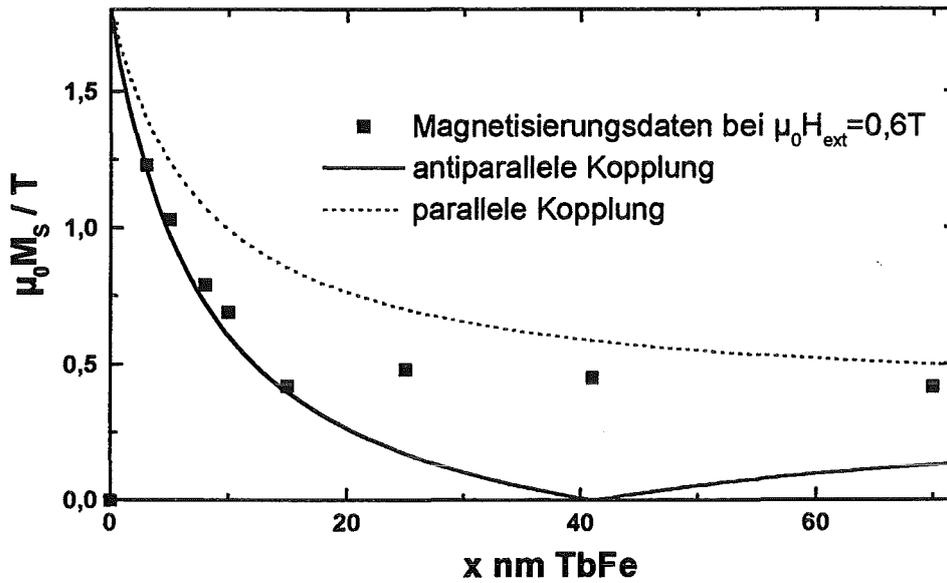
Untersuchungen der Abhängigkeit der Sättigungsmagnetisierung von (TbFe/FeCo)- und (TbFe/FeCoBSi)-Viellagenschichten von den Dicken der alternierenden Lagen bestätigen, daß die TbFe-Lagen mit den FeCo- bzw. FeCoBSi-Lagen antiparallel koppeln (Abbildung 90). Dies ist zu erwarten, da in den ferrimagnetischen TbFe-Lagen die 3d-Momente des Eisens zu den dominierenden 4f-Momenten des Terbiums antiparallel stehen, jedoch die 3d-Momente des Eisens in den TbFe-Lagen mit den 3d-Momenten in den FeCo- bzw. FeCoBSi-Lagen parallel koppeln. Für Viellagenschichten des Typs (TbFe/FeCo) und (TbFe/FeCoBSi) existiert daher eine Kompensationszusammensetzung, bei der die Gesamtmagnetisierung der Viellagenschicht verschwindet. Für Lagendickenverhältnisse von ca. 0,3 bis 0,35 ergeben sich für (TbFe/FeCo)- und (TbFe/FeCoBSi)-Viellagenschichten höhere Sättigungsmagnetisierungen als für einfache TbFe-Schichten.



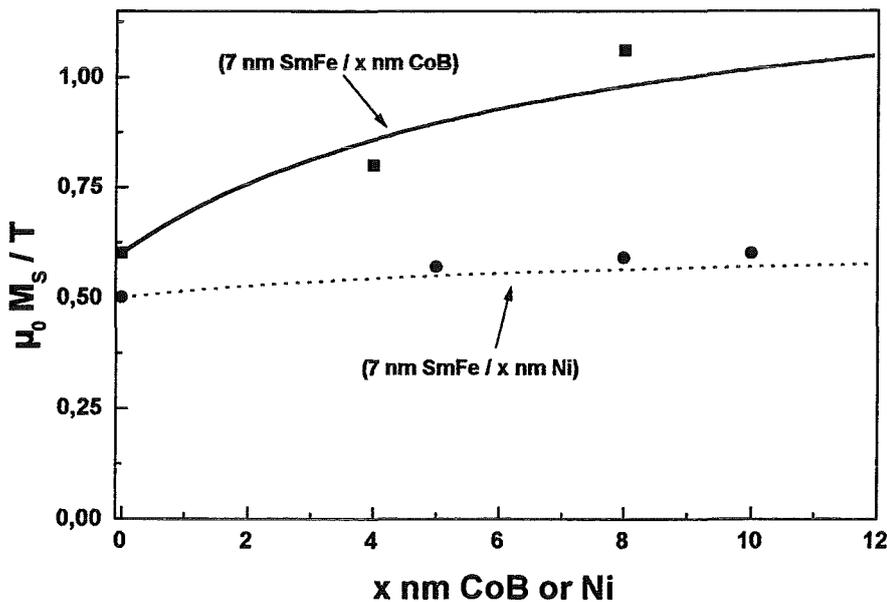
**Abbildung 90:** Magnetische Sättigungspolarisation von (7 nm TbFe / x nm FeCo) x 70 und (7 nm TbFe / x nm FeCoBSi) x 70 Viellagenschichten als Funktion der Zwischenlagendicke x, im Vergleich zur Berechnung für eine antiparallele Kopplung der Lagen.

Während für kleine Lagendicken der Magnetisierungsprozeß der Viellagenschichten homogen ist, kommt es bei Viellagenschichten mit relativ dicken Lagen zu einer Veränderung des Magnetisierungsprozesses durch Ausbildung einer Domänenwand an den Grenzflächen der alternierenden Lagen (siehe S. 102ff). Aus Abbildung 91 läßt sich eine Grenzlagendicke für die TbFe-Lagen mit ca. 20 nm bestimmen. Die Werte der magnetischen Polarisation jener Viellagenschichten, die eine Domänenwand an den Grenzflächen ausbilden, befinden sich zwischen den für eine parallele bzw. antiparallele Kopplung erwarteten Werten. Bei Erreichen der vollständigen magnetischen Sättigung dieser Schichten sollten ihre Sättigungsmagnetisierungswerte den für eine parallele Kopplung berechneten Werten entsprechen.

Abbildung 92 zeigt gemessene Sättigungspolarisationen unterschiedlicher (7 nm SmFe / x nm CoB) x 70 und (7 nm SmFe / x nm Ni) x 70 Viellagenschichten. Der Vergleich der Meßwerte - mit dem für eine parallele Kopplung der Schichten berechneten Verlauf der Sättigungspolarisationen über der Zwischenlagendicke - bestätigt die parallele Kopplung der einzelnen Schichten. Die parallele Kopplung ist für Viellagenschichten mit SmFe-Lagen zu erwarten, da die magnetischen Momente von Sm und Fe in den SmFe-Schichten parallel stehen und die 3d-Momente der Übergangsmetalle ebenfalls parallel koppeln.



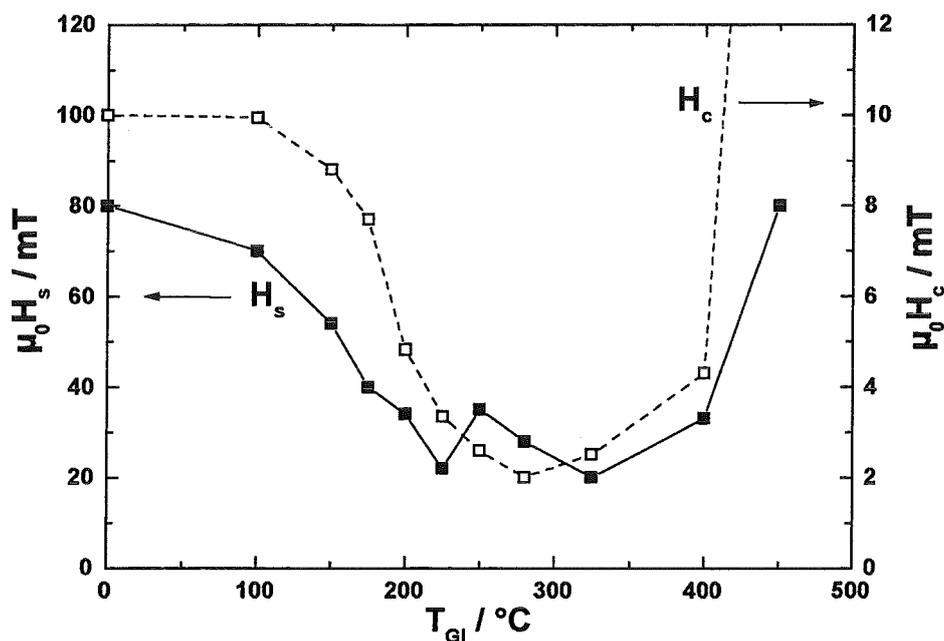
**Abbildung 91:** Abhängigkeit der Sättigungspolarisation von  $(x \text{ nm TbFe} / 8 \text{ nm FeCoSiB}) \times 70$  Viellagenschichten von der TbFe Lagendicke. Die Linien stellen Berechnungen der magnetischen Polarisation für eine parallele bzw. antiparallele Kopplung der Lagen dar.



**Abbildung 92:** Abhängigkeit der Sättigungspolarisation von  $(7 \text{ nm SmFe} / x \text{ nm CoB bzw. Ni}) \times 70$  Viellagenschichten von der CoB- bzw. Ni-Lagendicke. Die voneinander abweichenden Werte für die einlagige SmFe-Schicht sind durch die Verwendung unterschiedlicher Targets zu erklären.

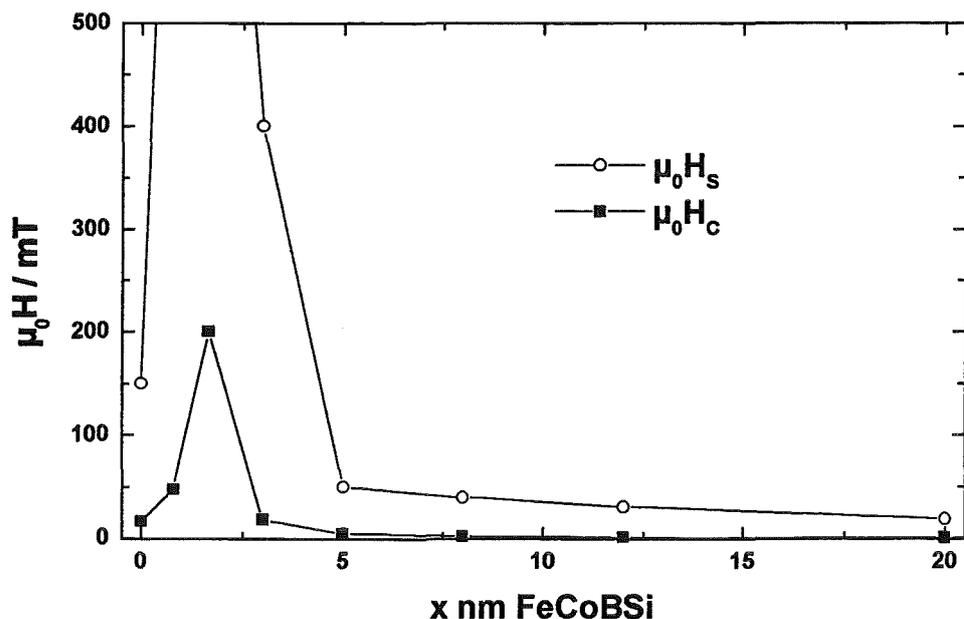
Die magnetischen Eigenschaften von Viellagenschichten werden durch Glühbehandlungen beeinflusst. Neben möglichen strukturellen und stöchiometrischen Veränderungen verursacht eine Temperung insbesondere eine Änderung der Schichteigenstressungen (vgl. Abbildung 86). Diese beeinflussen über die magnetoelastischen Effekte die Magnetisierung der Schicht. Die Abhängigkeit der Sättigungs- und Koerzitivfeldstärke von der Glühtemperatur ist in Abbildung 93 am Beispiel von  $(7 \text{ nm}$

TbFe / 9 nm FeCo) x 70 Viellagenschichten dargestellt. Werden die Schichten bei Temperaturen größer 100°C angelassen, erreicht man eine Reduzierung sowohl der Sättigungs- als auch der Koerzitivfeldstärke. Für Glühtemperaturen zwischen 250 und 300°C ergibt sich für beide Materialeigenschaften ein Minimum, da der Eigenspannungszustand der Schicht in den für positiv magnetostriktive Materialien günstigen Bereich von Zugspannungen kommt und bei diesen Glühtemperaturen der viellagige Aufbau der Schicht noch erhalten bleibt. Der starke Anstieg der Koerzitivfeldstärke nach Glühungen oberhalb 400°C resultiert aus einer Veränderung der Mikrostruktur der Viellagenschicht durch Diffusions- und Kristallisationsprozesse (vgl. Abbildung 80).



**Abbildung 93:** Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_c$  und Sättigungsfeldstärke  $\mu_0 H_s$  von (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 70 Viellagenschichten in Abhängigkeit der Glühtemperatur  $T_{Gl}$ . Die Glühzeit betrug jeweils 15 min.

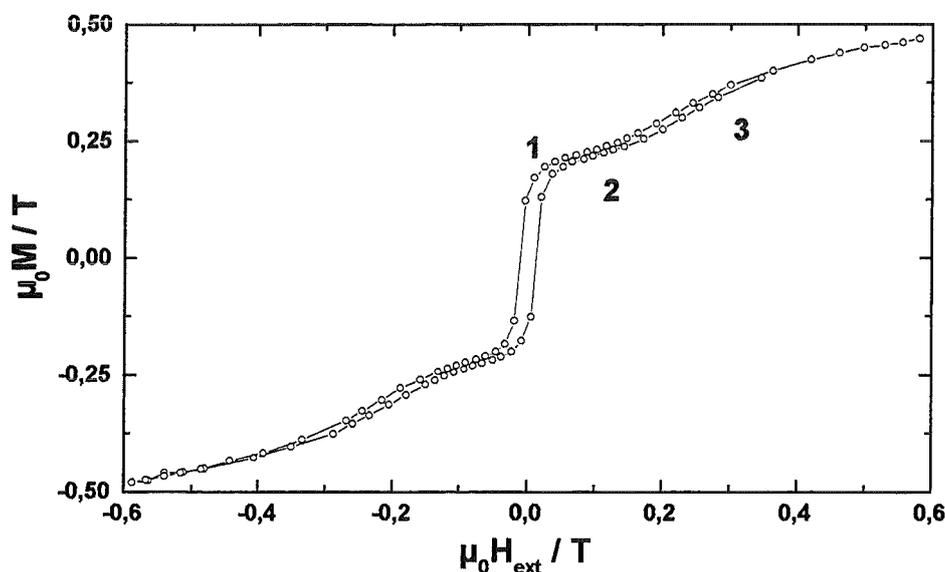
Es ist zu erwarten, daß Viellagenschichten, deren einzelne Lagen antiparallel koppeln, im Bereich der Kompensationszusammensetzung Extremwerte der magnetischen Eigenschaften aufweisen. Abbildung 94 zeigt Meßwerte der Sättigungsfeldstärke  $\mu_0 H_s$  und der Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_c$  ungeglühter (7 nm TbFe / x nm FeCoBSi) x 70 Viellagenschichten in Abhängigkeit der FeCoBSi-Lagendicke. Im Bereich der Kompensationszusammensetzung (vgl. Abbildung 90) steigen beide Werte drastisch an. Die Werte für die Sättigungsfeldstärke liegen in diesem Bereich außerhalb der hier möglichen Meßgrenzen. Für FeCoBSi-Lagendicken größer 5 nm erhält man Schichten mit weichmagnetischen Eigenschaften. Ein ähnliches Verhalten wird für (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten beobachtet.



**Abbildung 94:** Abhängigkeiten der Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_C$  und der Sättigungsfeldstärke  $\mu_0 H_S$  von der FeCoBSi-Lagendicke  $x$  in (7 nm TbFe /  $x$  nm FeCoBSi)  $\times$  70 Viellagenschichten. Im Bereich der Kompensationszusammensetzung steigen die Werte sehr stark an.

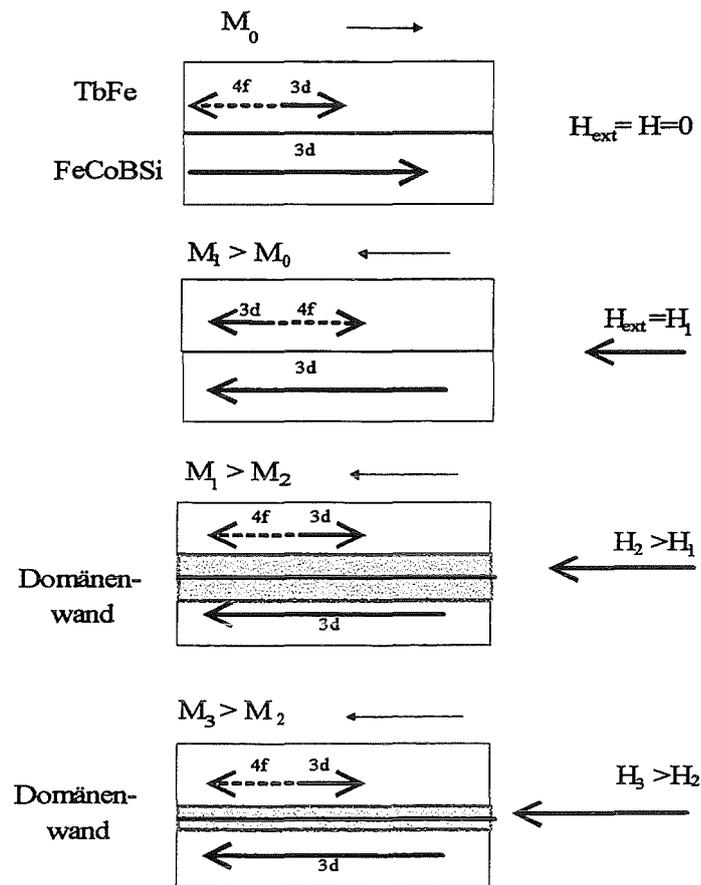
Die Bildung von Domänenwänden an den Grenzflächen der alternierenden Schichten kann nur unterdrückt werden, wenn die Lagendicken kleiner sind als die Dicke der Domänenwand (vgl. Formel 43). Wird diese Grenzdicke überschritten, kommt es zur Bildung von Grenzflächendomänenwänden. Daraus resultiert ein komplexes magnetisches Verhalten (vgl. Abbildung 95 und S. 28f). Die Magnetisierungskurve ist in Bereiche aufgeteilt, die mit einem Modell der Bildung von Domänenwänden (Abbildung 96) erklärt werden können. Im Modell sind die Orientierungen der magnetischen Momente zweier aufeinander folgender Lagen der Viellagenschicht für unterschiedliche externe Magnetfeldstärken dargestellt. Im Zustand ohne externes Magnetfeld koppeln alle magnetischen 3d-Momente der Übergangsmetalle in den TbFe- und FeCoBSi-Lagen parallel, während in den TbFe-Lagen die 4f-Momente der Selten-erdmetalle antiparallel zu den 3d-Momenten stehen. Die resultierende Magnetisierung weist in den TbFe-Lagen in die Richtung der 4f-Momente. Wird ein externes Magnetfeld an die Probe angelegt, kommt es zu einem steilen Anstieg der Magnetisierung (Bereich 1 in Abbildung 95), da sich die 3d-Momente in die Feldrichtung ausrichten. Eine weitere Erhöhung der äußeren Magnetfeldstärke über eine kritische Feldstärke, die unter anderem durch die Koerzitivfeldstärke der TbFe-Lagen und die Energie zur Bildung einer Domänenwand bestimmt wird, resultiert in einer Umorientierung der 4f-Momente in den TbFe-Lagen in die Richtung des äußeren Magnetfeldes (Bereich 2 in Abbildung 95). Da nun die 3d-Momente in den TbFe- und FeCoBSi-Lagen antiparallel orientiert sind, muß es zur Ausbildung einer Domänenwand an der Grenzfläche zwischen den alternierenden Lagen kommen. Die Domänenwanddicke verringert sich wieder bei einer weiteren Erhöhung des Feldes (Bereich 3 in Abbildung 95), da immer

mehr magnetische Momente in die Richtung des äußeren Feldes ausgerichtet werden, was zu einer Erhöhung der gemessenen Magnetisierung führt. Die Sättigungsmagnetisierung wird bei sehr hohen Feldstärken erreicht, sobald die magnetischen Momente in den TbFe- und FeCoBSi-Lagen vollständig zum äußeren Feld ausgerichtet sind. Man beobachtet in Viellagenschichtsystemen wie (TbFe/FeCoBSi) und (TbFe/FeCo), deren Lagendicken eine Grenzlagendicke (vgl. auch Abbildung 91) überschreiten, einen Wechsel von einer antiparallelen zu einer parallelen Ausrichtung der magnetischen Momente in den unterschiedlichen Lagen. Dieser Wechsel vollzieht sich für die Viellagenschichten aufgrund ihrer hohen Anzahl von Grenzflächen und einem damit einhergehenden Anstieg von Inhomogenitäten in einem - im Vergleich zu Sandwichschichten, die von Givord et al.<sup>120</sup> (vgl. Kapitel 2.2.2) beschrieben wurden - relativ großen Feldbereich von  $\mu_0 H_{\text{ext}} = 0,1$  bis  $0,3$  T.



**Abbildung 95:** Magnetisierung einer (25 nm TbFe / 8 nm FeCoBSi) x 70 Viellagenschicht. Durch die Bildung von Domänenwänden parallel zu den Schichtgrenzflächen weist die Magnetisierungskurve unterschiedliche Bereiche (1 bis 3) auf.

<sup>120</sup> Givord et al. 1996



**Abbildung 96:** Modell der Domänenwandbildung an den Grenzflächen zweier Lagen eines Viellagenschichtsystems. Die Lagendicken überschreiten eine Grenzdicke. Mit der Erhöhung der externen Magnetfeldstärke wechselt die Kopplung der Lagen von antiparallel zu parallel.

#### 4.2.4 Domänenstruktur

Eine Beobachtung der magnetischen Struktur der in der vorliegenden Arbeit vorgestellten Viellagenschichten erlaubt die Interferenzkontrast-Kolloid-Methode, bei der das Verhalten magnetischer Domänen während des Magnetisierungsprozesses untersucht wird (vgl. Kapitel 3.2.2.2). Die Aufnahmen der Domänenstrukturen wurden von Prof. Dr. H.D. Chopra, Buffalo State University, New York, USA, realisiert. Hierzu wurden vom Autor unterschiedliche, in der Lagenzahl variierte, ungeglühte (8,5 nm TbFe / 9 nm FeCo)-Viellagenschichten hergestellt. Weiterhin wurde eine ungeglühte bzw. bei 270°C (60 min) geprühte (7 nm TbFe / 10 nm FeCo) x 70 Viellagenschicht untersucht.

Für eine dreilagige (TbFe/FeCo/TbFe)-Schicht ist die magnetische Hysterese in Abbildung 97 dargestellt. In dieser Schicht existiert eine uniaxiale Anisotropie, wie aus den Messungen bei unterschiedlichen Winkeln zwischen dem Substrat und der Probe hervorgeht. Da für einlagige FeCo- und TbFe-Schichten keine uniaxiale Anisotropie beobachtet wird, läßt sich schließen, daß die beobachtete uniaxiale Anisotropie in der

dreilagigen Schicht nicht durch das Substrat verursacht wird, sondern durch Spannungen an den Grenzflächen zwischen den TbFe- und FeCo-Lagen. Die zu den auf der Magnetisierungskurve (Abbildung 98) mit Buchstaben bezeichneten Kreisen gehörenden Domänenstrukturen finden sich in Abbildung 99. Nach dem Erreichen der Sättigungsfeldstärke bei negativen Magnetfeldstärken und anschließender Reduzierung des Magnetfeldes befindet sich die ungeglühte Schicht bei der Feldstärke Null im Eindomänenzustand. Bei einer Feldstärke von -27,7 mT kommt es zu einer Nukleation von Domänen. Die Domänenwände stehen senkrecht zur Richtung des angelegten Feldes, die im vorliegenden Fall mit der leichten Richtung der Schicht übereinstimmt. Dieses Verhalten deutet auf eine spezielle spannungsinduzierte Anisotropie hin. Daher ändert sich auch die Lage der einfachen Richtung mit einer Änderung der äußeren Magnetfeldstärke.

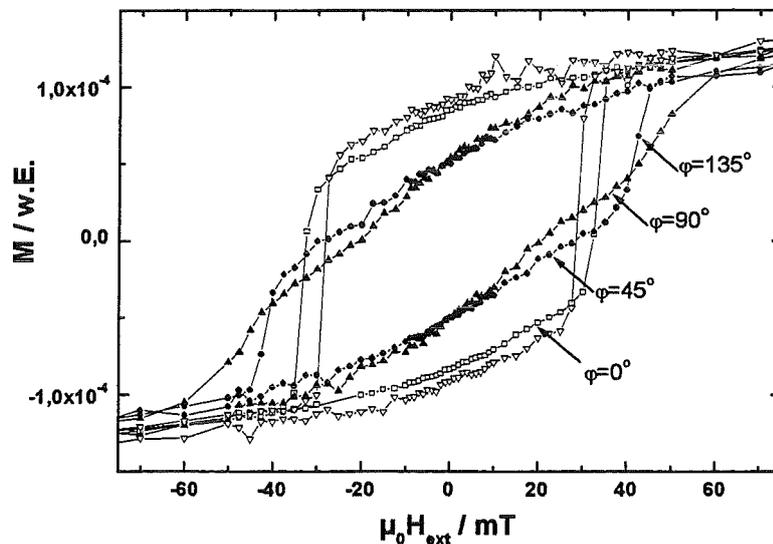


Abbildung 97: Messungen der Magnetisierung einer (8,5 nm TbFe/ 9 nm FeCo/ 8,5 nm TbFe)-Schicht in Abhängigkeit des Winkels zwischen der Probe und dem externen Magnetfeld.

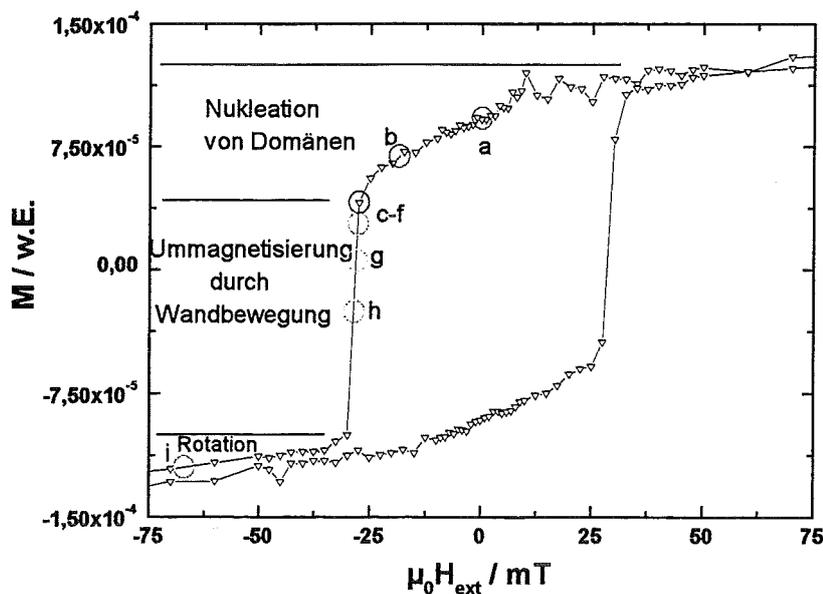
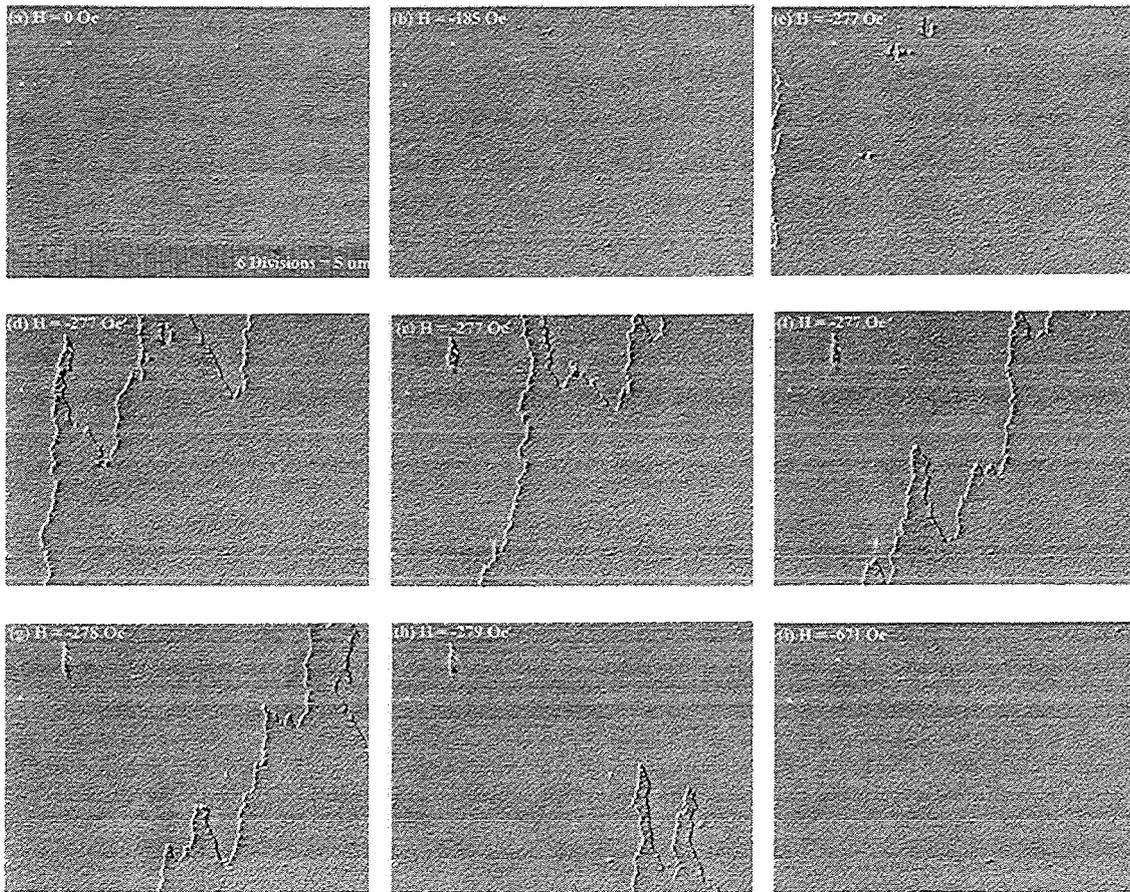
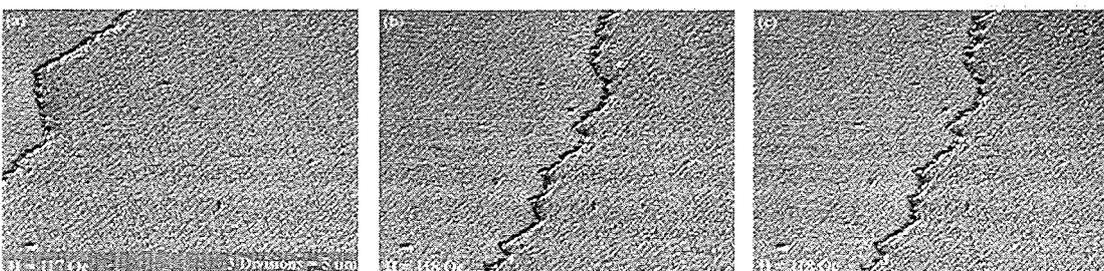


Abbildung 98: Magnetisierungskurve einer (8,5 nm TbFe/ 9 nm FeCo/ 8,5 nm TbFe)-Schicht.

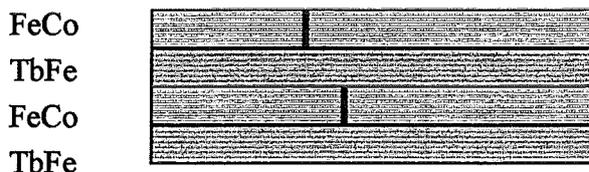


**Abbildung 99:** Domänenstrukturen einer (8,5 nm TbFe / 9 nm FeCo / 8,5 nm TbFe)-Schicht bei unterschiedlichen äußeren Magnetfeldstärken. Die Richtung des Magnetfeldes ist parallel zur Bildhorizontalen. Die Breite einer Aufnahme entspricht ca. 220  $\mu\text{m}$ .

Die Ummagnetisierung einer (8,5 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 2 Viellagenschicht ist in Abbildung 100 anhand ihrer Domänenstrukturen bei unterschiedlichen äußeren Magnetfeldstärken dargestellt. Bemerkenswert sind die auftretenden komplexen Domänenwandstrukturen, die sich in Knoten kreuzen. Es handelt sich um Zwillingsdomänenwände zwischen den FeCo-Lagen; ihre Struktur ist in Abbildung 101 veranschaulicht.

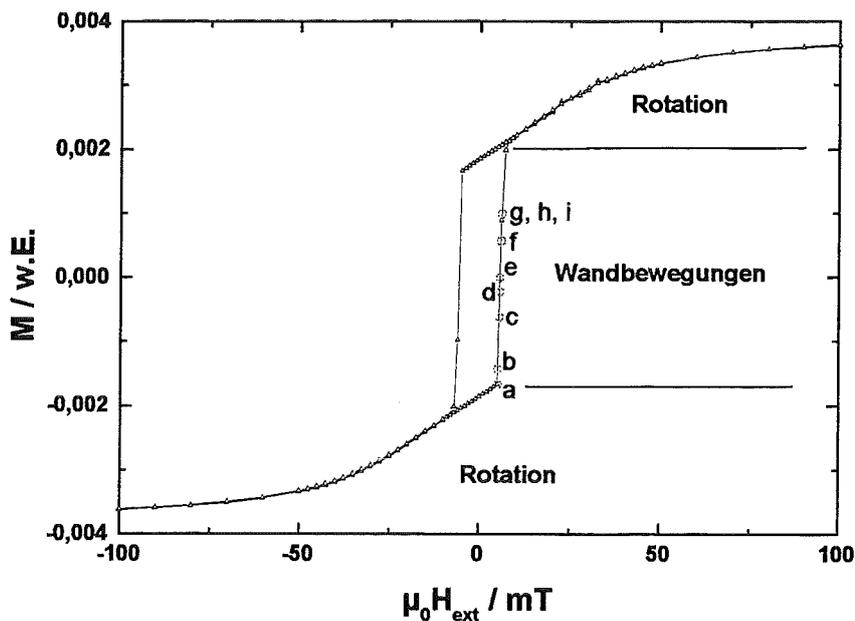


**Abbildung 100:** Domänenstrukturen einer (8,5 nm TbFe/ 9 nm FeCo) x 2 Viellagenschicht bei unterschiedlichen äußeren Magnetfeldstärken. Es treten Zwillingsdomänenwände auf. Die Breite einer Aufnahme entspricht ca. 400  $\mu\text{m}$ .

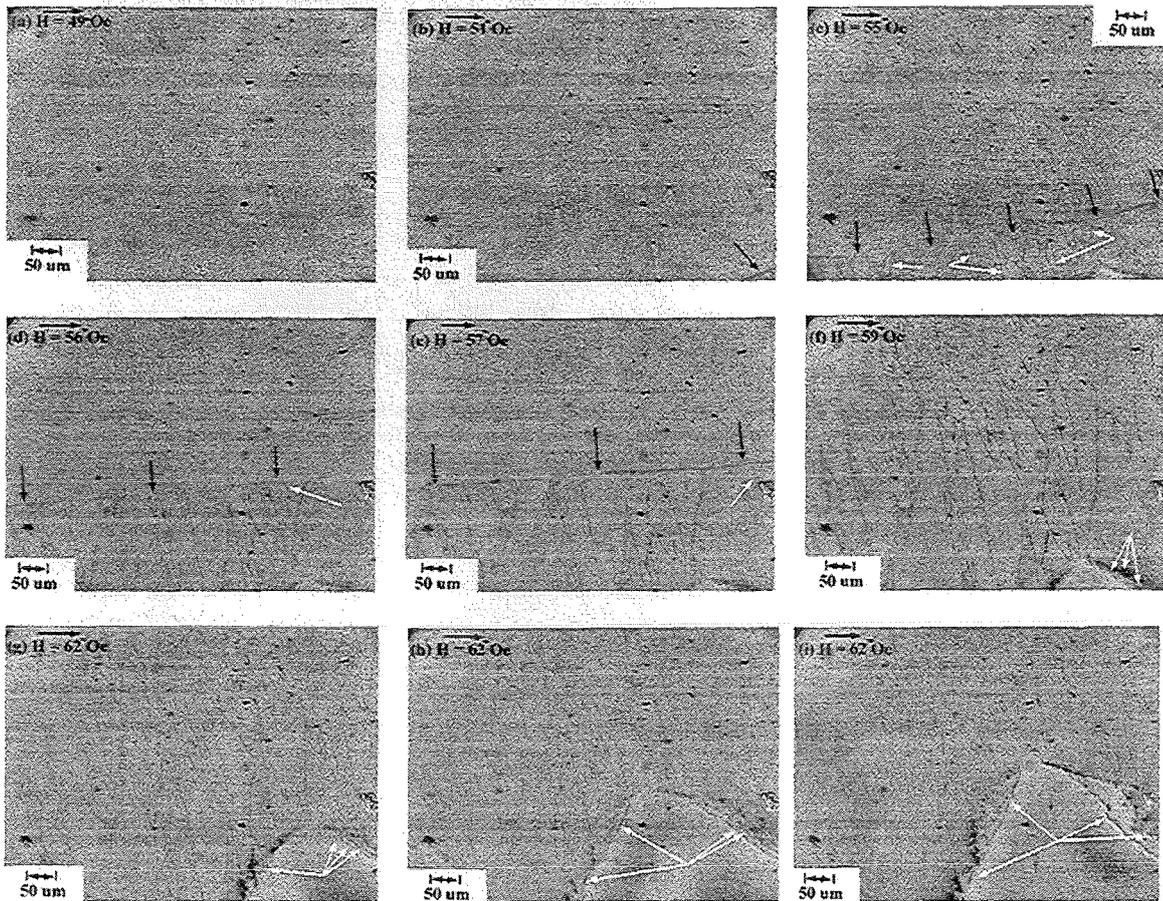


**Abbildung 101:** Schematische Darstellung von Zwillingsdomänenwänden zwischen unterschiedlichen FeCo-Lagen in einer (TbFe/FeCo)-Viellagenschicht.

Im folgenden wird der Magnetisierungsprozeß von (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten mit einer hohen Anzahl an Lagen erörtert. Magnetisierungsmessungen in der Ebene (vgl. auch Abbildung 88) zeigen, daß die Koerzitivfeldstärke dieser Viellagenschichten im Vergleich zu einer dreilagigen Schicht in den unterschiedlichen Meßrichtungen nahezu konstant bleibt und die Magnetisierungskurven einen sehr rechteckigen Verlauf haben. Dieses Verhalten legt den Schluß nahe, daß alle Richtungen in der Ebene mehr oder weniger leichte Richtungen sind. Die Kurven unterscheiden sich jedoch durch unterschiedliche Sättigungsfeldstärken, so daß im folgenden von "leichteren" und "schwereren" Richtungen gesprochen wird.



**Abbildung 102:** Magnetisierungskurve einer (8,5 nm TbFe/ 9 nm FeCo) x 25 Viellagenschicht. Die Buchstaben bezeichnen die Feldstärken, bei denen Domänenstrukturen aufgezeichnet wurden.

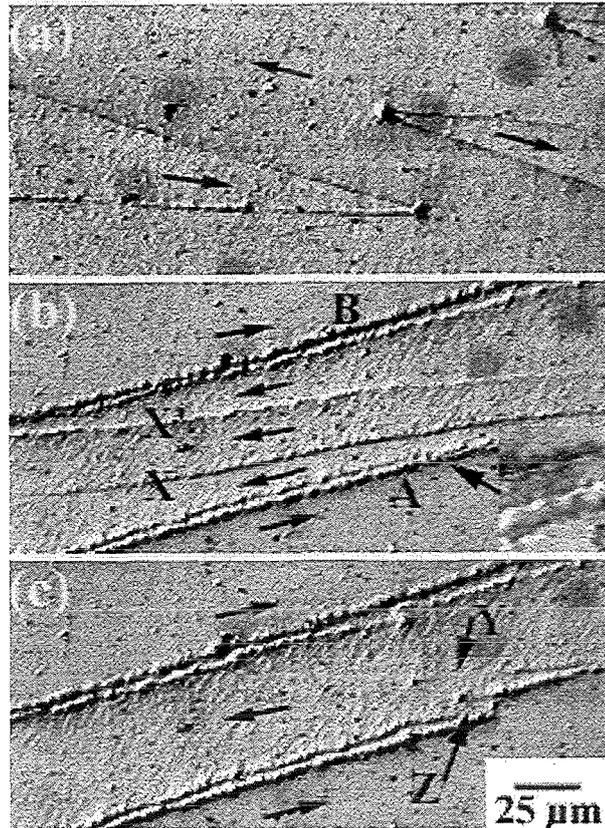


**Abbildung 103:** Domänenstrukturen einer (8,5 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 25 Viellagenschicht bei unterschiedlichen externen Magnetfeldstärken.

Die Magnetisierungskurve einer (8,5 nm TbFe / 9 nm FeCo)-Viellagenschicht mit 25 Doppellagen in der "schwereren" Richtung ist in Abbildung 103 dargestellt und zeigt zwei Bereiche: von der positiven Sättigungsfeldstärke kommend bis zur Koerzitivfeldstärke ein Bereich der Rotation der magnetischen Momente, bei der Koerzitivfeldstärke ein Bereich der Ummagnetisierung durch Wandbewegungen. Die in Abbildung 103 gezeigten Domänenstrukturen wurden bei den in Abbildung 102 markierten externen Magnetfeldstärken aufgenommen. Nach der Sättigung bei hoher negativer Feldstärke und anschließender Erhöhung der Magnetfeldstärke auf 4,9 mT befindet sich die Schicht im Eindomänenzustand (a). Wird die Magnetfeldstärke auf 5,1 mT erhöht, kommt es zur Bildung einer Domänenwand (b, Pfeil). In c) erstreckt sich eine gekrümmte Domänenwand über den gesamten Beobachtungsbereich. Diese primäre Wand ist durch die schwarzen Pfeile markiert. In dem Bereich, den die primäre Wand schon durchlaufen hat, bilden sich neue sekundäre Domänenwände, die senkrecht zur angelegten Feldrichtung stehen. Diese Domänenwände sind durch weiße Pfeile gekennzeichnet. Nachdem der Beobachtungsbereich durch die gekrümmte primäre Wand ummagnetisiert wurde, bricht die durch die sekundären Domänenwände gebildete Substruktur zusammen (f). Die weißen Pfeile markieren nun zahlreiche Domänenwände in unterschiedlichen Lagen.

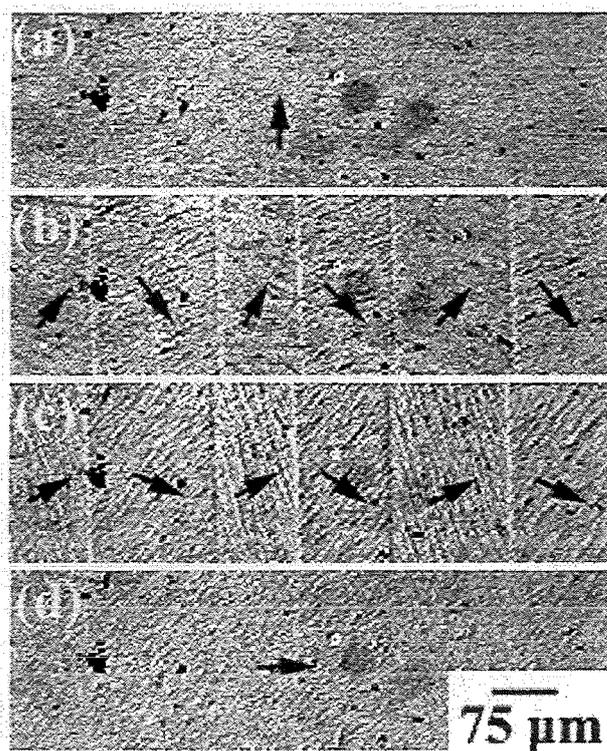
Die Untersuchung der Domänenstrukturen von Viellagenschichten in Abhängigkeit ihrer Lagenzahl ergibt, daß für Viellagenschichten mit weniger als vier Doppellagen eine uniaxiale Anisotropie besteht. Für Viellagenschichten mit mehr als vier Doppellagen ist das Verhalten wie im obigen Absatz beschrieben. Diese Schichten haben einen biaxialen Spannungszustand. Die Domänenwandbreiten in den untersuchten Viellagenschichten sind sehr breit, was auf eine geringe Anisotropie der Schichten hinweist.

Für eine ungeglühte, entmagnetisierte (7 nm TbFe / 10 nm FeCo) x 70 Viellagenschicht ergeben die Domänenuntersuchungen, daß sich das Viellagensystem bei der Feldstärke Null im Eindomänenzustand befindet. Diese Tatsache kann durch den Aufbau des Systems, das dem streufeldgekoppelter Viellagenschichten entspricht, erklärt werden. Da die aneinander angrenzenden Schichten eine antiparallele Ausrichtung ihrer magnetischen Momente haben, wird die Schließung des magnetischen Flusses erleichtert und eine Minimierung der freien Energie erreicht, ohne daß eine Aufspaltung in Domänen notwendig ist. Ausgehend vom beschriebenen entmagnetisierten Gleichgewichtszustand wird ein magnetisches Feld entlang der leichten Richtung an die Schicht angelegt. Es kommt zur Bildung von Domänen an den Probenenden (siehe Abbildung 104). Mit der Erhöhung der äußeren magnetischen Feldstärke wachsen die Domänen, bis sie aufeinandertreffen. Dabei wird deutlich, daß die beobachteten Domänen in unterschiedlichen Lagen existieren. Es bilden sich Bänder aus (A und B in Abbildung 104 b) und c)), die aus Domänenwänden in unterschiedlichen Lagen bestehen. Der Einsatz in Abbildung 112 b) zeigt, daß diese Wände nahe beieinander liegen, sich aber nicht überlagern. Die Bildung solcher Bänder resultiert aus einer mit ihrer Bildung verbundenen Verringerung der gesamten Wandenergie. Wenn eine Domänenwand in einer Lage vom Band wegbricht, verursacht dies die Ummagnetisierung der betreffenden Lage. X und X' in Abbildung 104 b) bzw. Y und Z in Abbildung 104 c) zeigen solche Wände. Aus dem beobachteten Verhalten läßt sich schließen, daß diese ungeglühte Viellagenschicht keinen kollektiven Magnetisierungsprozeß aufweist.

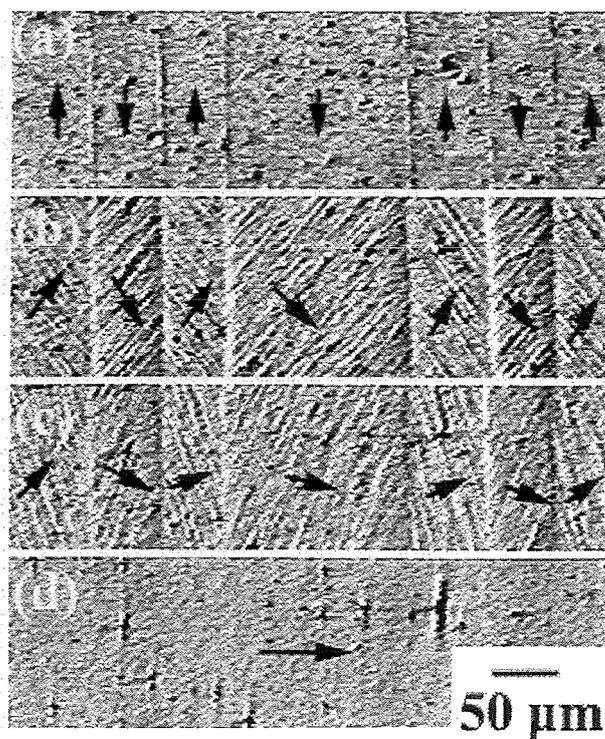


**Abbildung 104:** Domänenstrukturen einer ungeglühten (7 nm TbFe/ 10 nm FeCo) x 70 Viellagenschicht während des Magnetisierungsprozesses entlang der leichten Richtung: a)  $\mu_0 H_{\text{ext}} = 4,2$  mT, b)  $\mu_0 H_{\text{ext}} = 4,3$  mT, c)  $\mu_0 H_{\text{ext}} = 4,4$  mT.

In Abbildung 105 ist der Magnetisierungsprozeß in der schweren Richtung derselben Schicht anhand ihrer Domänenstrukturen bei unterschiedlichen externen Magnetfeldstärken dargestellt. Vom entmagnetisierten Zustand (a) ausgehend, führt eine Erhöhung der äußeren magnetischen Feldstärke zu einer Aufteilung der Schicht in  $180^\circ$ -Domänen (b). Eine weitere Erhöhung der Magnetfeldstärke führt zu einer kontinuierlichen Rotation der magnetischen Momente in die harte Richtung. Bei der Sättigungsfeldstärke verschwinden die Domänenwände. Nach einer Glühung dieser Viellagenschicht bei  $270^\circ\text{C}$  (60 min) verändert sich ihr Magnetisierungsverhalten zu einem kollektiven Magnetisierungsprozeß. Es kommt nicht mehr zur Bildung von Domänenwandbändern, die für die ungeglühte Probe beobachtet wurde. Wie Abbildung 106 (a) erkennen läßt, ist im entmagnetisierten Zustand nun eine Aufspaltung in Domänen vorhanden, das heißt, die Minimierung der freien Energie erfolgt jetzt über die Domänenbildung. Es liegt also vor und nach der Glühung ein anderer Gleichgewichtszustand vor, der durch den Übergang von Druckeigenstressungen im ungeglühten Film zum spannungsfreien Zustand nach der Glühung erklärt werden kann. Der Magnetisierungsprozeß beim Anlegen eines magnetischen Feldes entlang der harten Richtung (von links nach rechts in Abbildung 106 b - d) entspricht dem ungeglühten Filme.

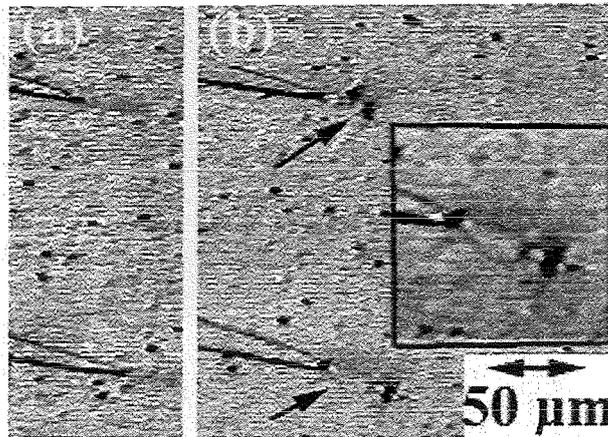


**Abbildung 105:** Domänenstrukturen einer ungeglühten (7 nm TbFe / 10 nm FeCo) x 70 Viellagenschicht während des Magnetisierungsprozesses entlang der schweren Richtung: a)  $\mu_0 H_{\text{ext}} = 0$  mT, b)  $\mu_0 H_{\text{ext}} = 23,1$  mT, c)  $\mu_0 H_{\text{ext}} = 30,8$  mT, d)  $\mu_0 H_{\text{ext}} = 40$  mT.



**Abbildung 106:** Domänenstrukturen einer bei 270°C für 60 min geglühten (7 nm TbFe / 10 nm FeCo) x 70 Viellagenschicht während des Magnetisierungsprozesses entlang der schweren Richtung: a)  $\mu_0 H_{\text{ext}} = 0$  mT, b)  $\mu_0 H_{\text{ext}} = 12,4$  mT, c)  $\mu_0 H_{\text{ext}} = 19,1$  mT, d)  $\mu_0 H_{\text{ext}} = 40$  mT.

Weiterhin ergeben die Untersuchungen einen direkten Nachweis der magnetoelastischen Wechselwirkung zwischen den TbFe und FeCo Lagen. Abbildung 107 a) zeigt Domänen bei der Entmagnetisierung (vom Sättigungsfeld zum Nullfeld) einer geglähten (7 nm TbFe / 10 nm FeCo) x 70 Viellagenschicht. Die maximale Magnetostriktion tritt in den FeCo-Lagen an den Spitzen der Domänen auf. Dies verursacht die Bildung magnetoelastisch induzierter Domänen in den TbFe Lagen (Pfeile und Vergrößerung in Abbildung 107 b). Der unterschiedliche Kontrast, verursacht durch unterschiedliche Sättigungsmagnetisierungen in TbFe- und FeCo-Lagen, kann zur Unterscheidung der Domänenwände herangezogen werden.



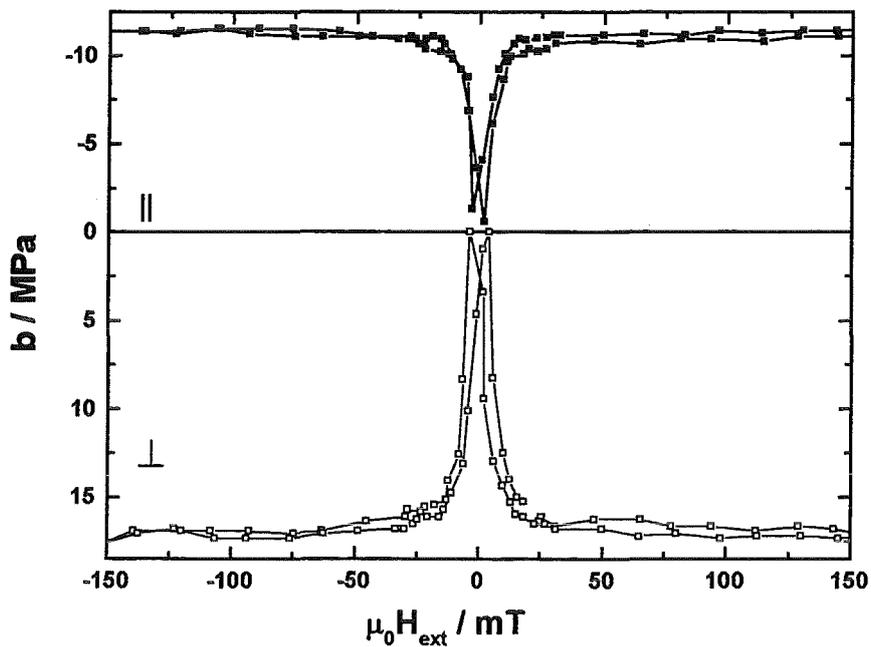
**Abbildung 107:** Durch die an den Spitzen von FeCo-Domänen entstehende magnetostriktive Dehnung kommt es zur Bildung magnetoelastisch induzierter Domänen in den TbFe-Lagen einer (7 nm TbFe / 10 nm FeCo) x 70 Viellagenschicht.

#### 4.2.5 Magnetostriktion

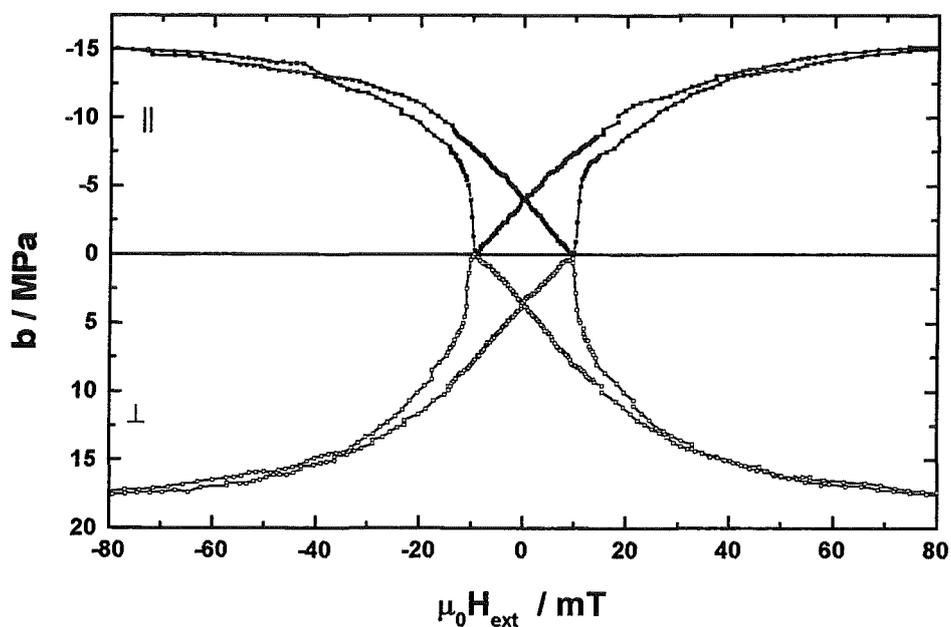
Nach der in Kapitel 4.2.1 erläuterten Theorie soll die Magnetostriktion von Viellagenschichtsystemen durch eine hohe magnetostriktive Suszeptibilität, ein geringes Sättigungsfeld und eine geringe Koerzitivfeldstärke gekennzeichnet sein.

Abbildung 108 zeigt den Verlauf des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten über der äußeren Magnetfeldstärke für eine optimierte (4,5 nm TbFe / 6,5 nm Fe) x 70 Viellagenschicht. Die Messungen erfolgen parallel und senkrecht in der Schichtebene. Der magnetoelastische Sättigungskopplungskoeffizient beträgt -18,9 MPa und wird bei einer Sättigungsfeldstärke  $\mu_0 H_S$  von ca. 20 mT erreicht. Die Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_S$  der magnetostriktiven Hysterese beträgt ca. 3 mT. Das magnetostriktive Verhalten einer (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 70 Viellagenschicht ist in Abbildung 109 dargestellt. Der magnetoelastische Kopplungskoeffizient beträgt bei paralleler Messung in der Schichtebene -15 MPa, bei senkrechter Messung 17,5 MPa. Diese Werte werden bei einer Sättigungsfeldstärke von  $\mu_0 H_S=80$  mT erreicht. Die Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_C$  beträgt ca. 10 mT. Für eine (7 nm TbFe / 20 nm FeCoBSi) x 70 Viellagenschicht wird ein magnetoelastischer Sättigungskopplungskoeffizient von ca. -10 MPa erreicht, die

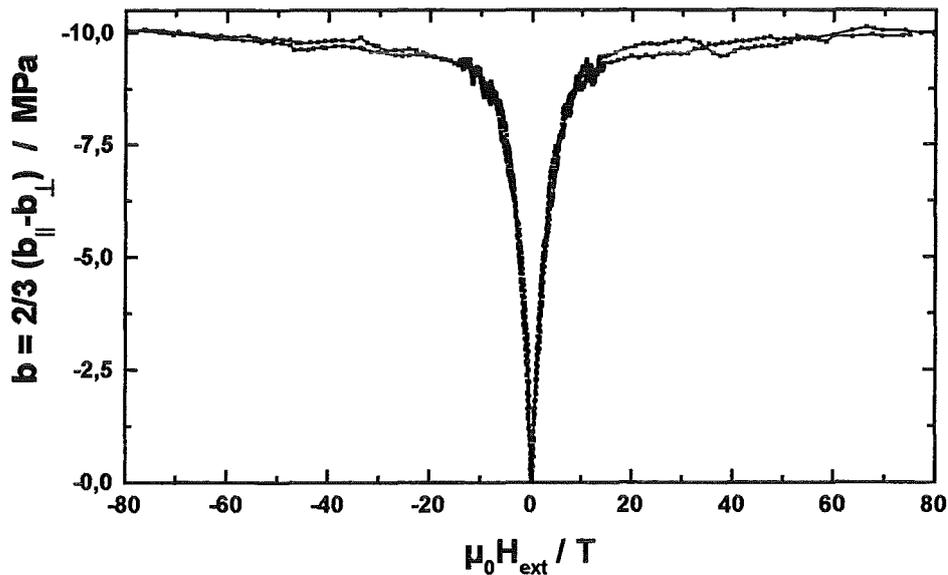
Sättigungsfeldstärke beträgt dabei ca. 20 mT (Abbildung 110). Die Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_C$  ist unterhalb der Auflösungsgrenze.



**Abbildung 108:** Verlauf des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten einer (4,5 nm TbFe / 6,5 nm Fe) x 70 Viellagenschicht in Abhängigkeit des externen Magnetfeldes bei Messungen parallel und senkrecht in der Schichtebene.

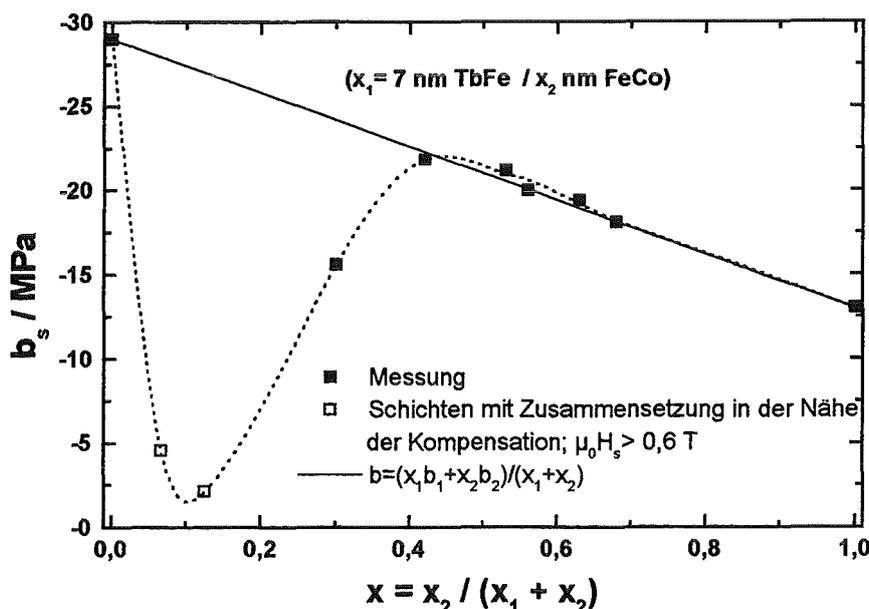


**Abbildung 109:** Verlauf des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten einer (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 70 Viellagenschicht in Abhängigkeit des externen Magnetfeldes bei Messungen parallel und senkrecht in der Schichtebene.



**Abbildung 110:** Verlauf des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten einer (7 nm TbFe / 20 nm FeCoBSi) x 70 Viellagenschicht in Abhängigkeit des externen Magnetfeldes.

Die Abhängigkeit des magnetoelastischen Sättigungskopplungskoeffizienten vom Lagendickenverhältnis zeigt Abbildung 111 für unterschiedliche (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten. Die durchgezogene Linie stellt eine Berechnung des magnetoelastischen Sättigungskopplungskoeffizienten nach einer linearen Mischungsregel dar. Für die Berechnung werden Werte optimierter einlagiger Schichten genutzt. Aufgrund der antiparallelen Kopplung zwischen den TbFe- und FeCo-Lagen existiert eine Kompensationszusammensetzung, bei welcher der magnetoelastische Kopplungskoeffizient von der Berechnung abweicht. Das magnetostriktive Verhalten einer Viellagenschicht mit Kompensationszusammensetzung ist dadurch gekennzeichnet, daß bei diesen Schichten mit dem maximalen äußeren Magnetfeld von 0,6 T keine Sättigung erreicht werden kann. Für Viellagenschichten, deren Zusammensetzung weit genug von der Kompensationszusammensetzung entfernt ist, stimmen die Meßwerte gut mit der Berechnung überein. Für (TbFe/FeCoBSi)-Viellagenschichten findet man eine äquivalente Abhängigkeit des magnetoelastischen Sättigungskopplungskoeffizienten vom Lagendickenverhältnis.



**Abbildung 111:** Abhängigkeit des magnetoelastischen Sättigungskopplungskoeffizienten  $b_s$  von  $(x_1 \text{ nm TbFe} / x_2 \text{ nm FeCo}) \times 70$  Viellagenschichten vom Schichtdickenverhältnis  $x$ .

Abbildung 112 zeigt am Beispiel einer  $(25 \text{ nm TbFe} / 8 \text{ nm FeCoBSi}) \times 70$  Viellagenschicht das komplexe magnetostriktive Verhalten von Viellagenschichten, die eine hohe TbFe-Lagendicke haben (vgl. auch Abbildung 95 und S. 101ff). Die Messungen des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten ergeben in den Meßrichtungen parallel und senkrecht, jeweils in der Schichtebene, ein deutlich unterschiedliches Verhalten. Die magnetostriktive Hysterese kann bei der parallelen Messung in drei Bereiche unterteilt werden: im ersten Bereich kommt es zu einem steilen Anstieg des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten bei kleinen äußeren Magnetfeldstärken. Bei einer Feldstärke  $\mu_0 H_{\text{ext}}$  von 0,05 T zeigt die Kurve einen Wendepunkt. Im zweiten Bereich wechselt die Steigung der Kurve bei weiterer Felderhöhung das Vorzeichen, das heißt, der magnetoelastische Kopplungskoeffizient der Schicht sinkt. Im dritten Bereich kommt es nach Durchlaufen eines zweiten Wendepunktes ( $\mu_0 H_{\text{ext}} = 0,32 \text{ T}$ ) wieder zu einem Anstieg des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten. Die Kurve bei senkrechter Messung zeigt ein einfacheres Verhalten, das dem der bisher besprochen Viellagenschichten mit dünneren Lagen weitgehend entspricht. Das komplexe magnetostriktive Verhalten der Schicht kann durch das in Abbildung 96 dargestellte Modell erklärt werden. Die Ursache der magnetostriktiven Anomalie ist danach die Bildung von Domänenwänden an den Schichtgrenzflächen. Das von der Domänenwand eingenommene Volumen zeichnet sich durch ein - im Hinblick auf das Restvolumen der Schicht - verändertes magnetostriktives Verhalten aus. Dieses führt im Bereich 2 zu einer Reduzierung des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten. Im dritten Bereich steigt mit Abnahme der Domänenwandbreite der magnetoelastische Kopplungskoeffizient wieder an.

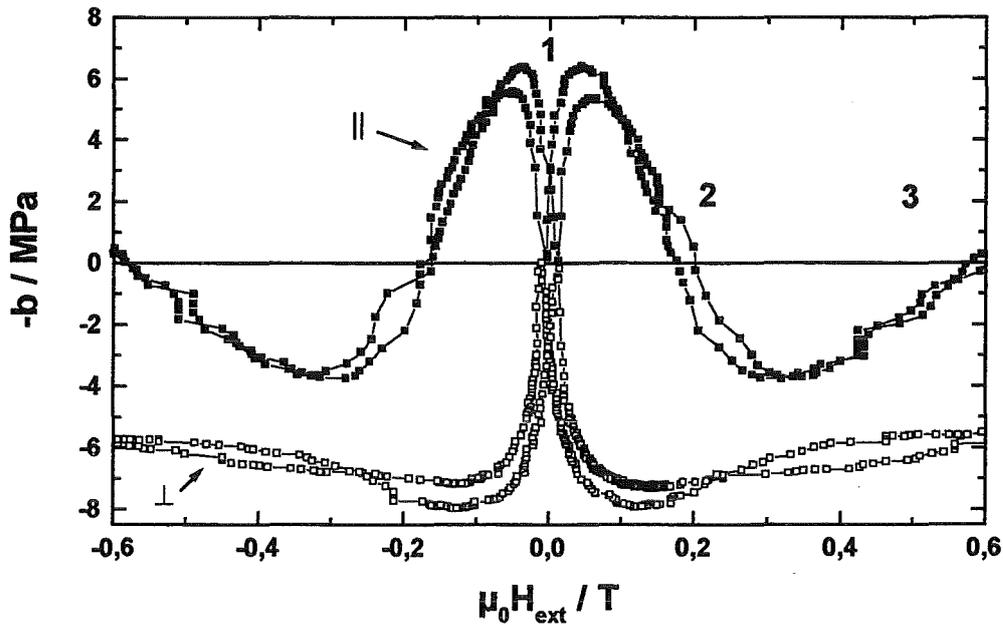
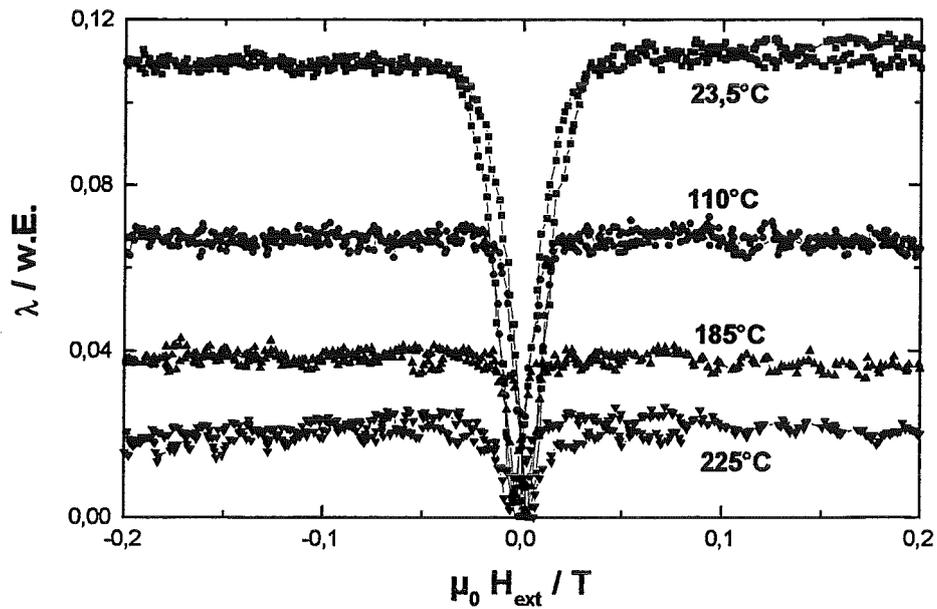


Abbildung 112: Magnetostruktives Verhalten einer (25 nm TbFe / 8 nm FeCoBSi) x 70 Viellagenschicht bei Messungen parallel und senkrecht in der Schichtebene.

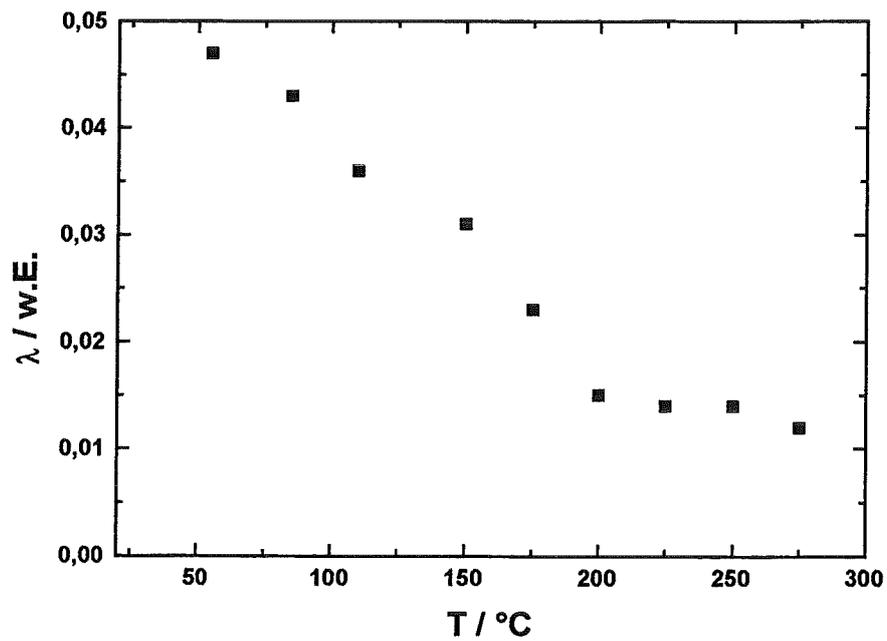
Die Temperaturabhängigkeit der Magnetostriktion einer (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 100 Viellagenschicht ist in Abbildung 113 dargestellt. Der Sättigungswert der Magnetostriktion nimmt mit steigender Temperatur ab, wobei die Sättigungsfeldstärke und der Verlauf der Kurve nahezu unverändert bleiben. Zur Bestimmung der Curietemperatur derartiger Viellagenschichten werden in Abbildung 114 die Sättigungswerte der Magnetostriktion bei paralleler Messung über der jeweiligen Glüh­temperatur aufgetragen. Nach einer kontinuierlichen Abnahme der Werte bis ca. 200°C, fallen die gemessenen Werte der Magnetostriktion für höhere Glüh­temperaturen weniger stark ab. Eine Erklärung hierfür ist, daß nach dem Erreichen der Curietemperatur der TbFe-Lagen die Magnetostriktion der Viellagenschicht im wesentlichen von den FeCo-Lagen bestimmt wird, deren Curietemperatur bei ca. 980°C<sup>121</sup> liegt. (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten zeigen daher ein günstigeres Temperaturverhalten als einfache TbFe-Schichten.

Abbildung 115 zeigt den Verlauf der Koerzitivfeldstärke einer durch eine Glühung bei 550°C teilweise kristallisierten (8 nm TbFe / 11 nm FeCo) x 70 Viellagenschicht in Abhängigkeit der Glüh­temperatur. Die Koerzitivfeldstärke sinkt mit steigender Temperatur, da die sie bestimmende Anisotropieenergie eine temperaturabhängige Größe ist, welche mit zunehmender Temperatur sinkt.

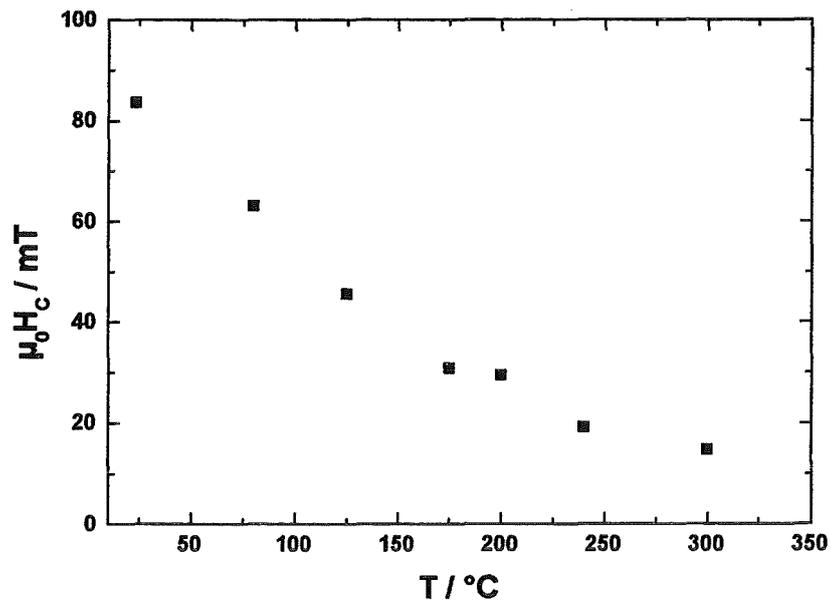
<sup>121</sup> Trémolet de Lacheisserie 1993



**Abbildung 113:** Temperaturabhängigkeit der Magnetostraktion (parallele Messung) einer (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 100 Viellagenschicht.



**Abbildung 114:** Temperaturabhängigkeit der Magnetostraktion einer (8 nm TbFe / 11 nm FeCo) x 70 Viellagenschicht in paralleler Meßrichtung bei  $\mu_0 H_{\text{ext}} = 0,2$  T. Die Haltezeit betrug für jeden Meßpunkt ca. 30 min.



**Abbildung 115:** Koerzitivfeldstärke einer durch eine vorherige Glühung bei 550°C (15 min) teilweise kristallisierten (8 nm TbFe / 11 nm FeCo) x 70 Viellagenschicht als Funktion der Temperatur. Die Haltezeit für jeden Meßpunkt betrug ca. 30 min.

Im folgenden wird der Einfluß von Glühbehandlungen auf die Magnetostriktion unterschiedlicher Viellagenschichtsysteme erörtert. Abbildung 116 zeigt einen Vergleich zwischen einer ungeglühten und einer getemperten (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 70 Viellagenschicht. Die Glühung bei 280°C führt zu einer deutlichen Reduzierung der Koerzitivfeldstärke und der Sättigungsfeldstärke (vgl. Abbildung 93). Gleichzeitig steigt sowohl der Betrag des magnetoelastischen Sättigungskopplungskoeffizienten als auch die magnetostriktive Suszeptibilität. Als Ursache der Steigerung des magnetoelastischen Sättigungskopplungskoeffizienten kann eine beginnende Nanokristallisation in den TbFe-Lagen angenommen werden (vgl. Abbildung 79). Die Glühung von Viellagenschichtsystemen, die neben amorphen hochmagnetostriktiven Lagen amorphe Zwischenlagen enthalten, führt zu weniger positiven Ergebnissen, da durch das Auftreten von Diffusion der Viellagenaufbau und die optimierte Zusammensetzung der einzelnen Lagen gestört wird.

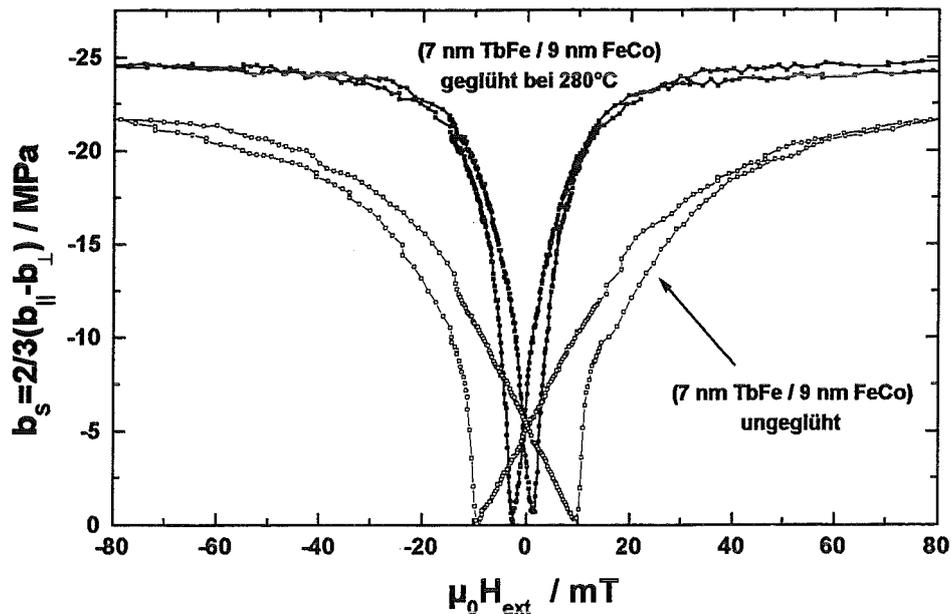
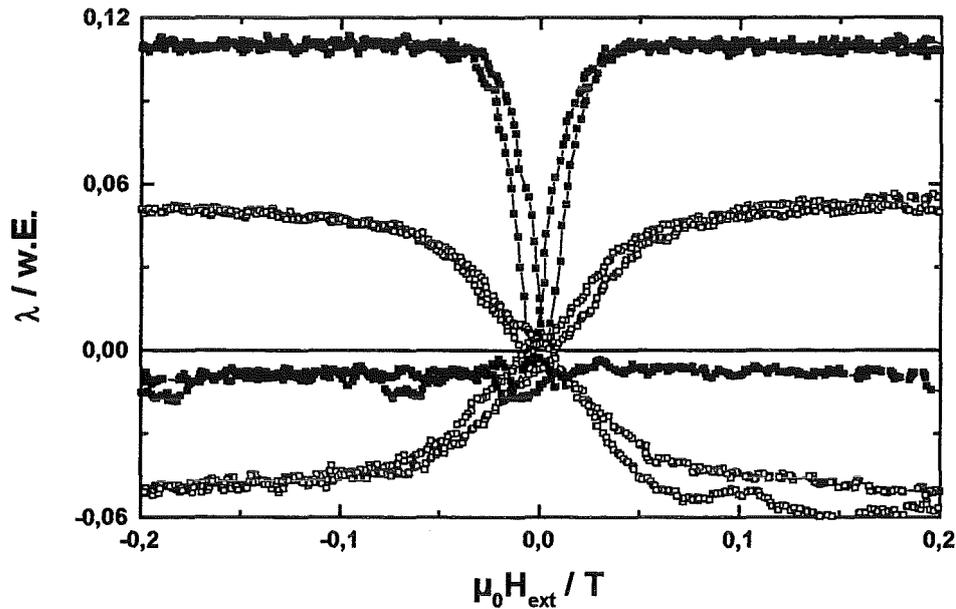
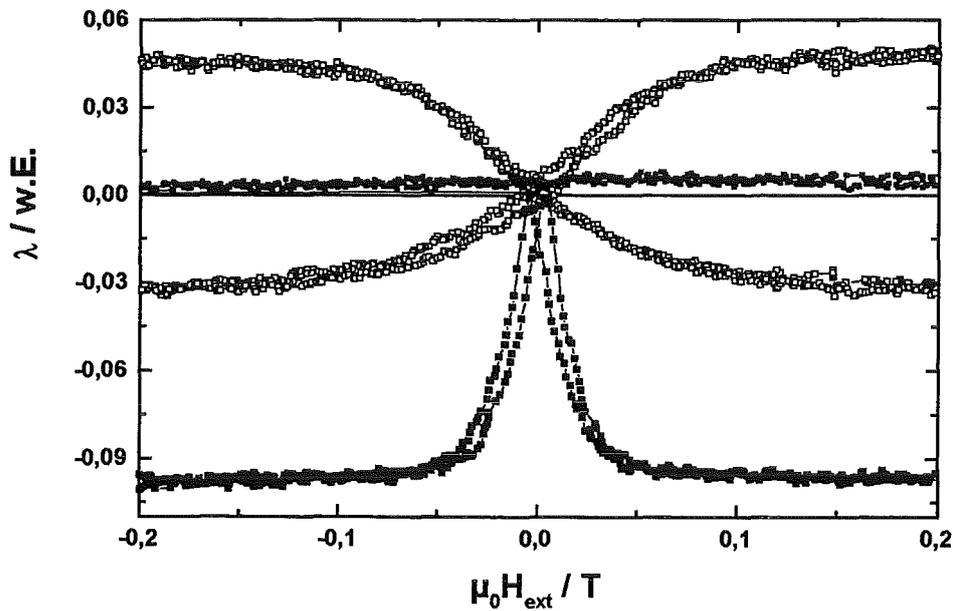


Abbildung 116: Vergleich der magnetostriktiven Hysterese einer ungeglühten und einer bei 280°C für 45 min geglühten (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 70 Viellagenschicht.

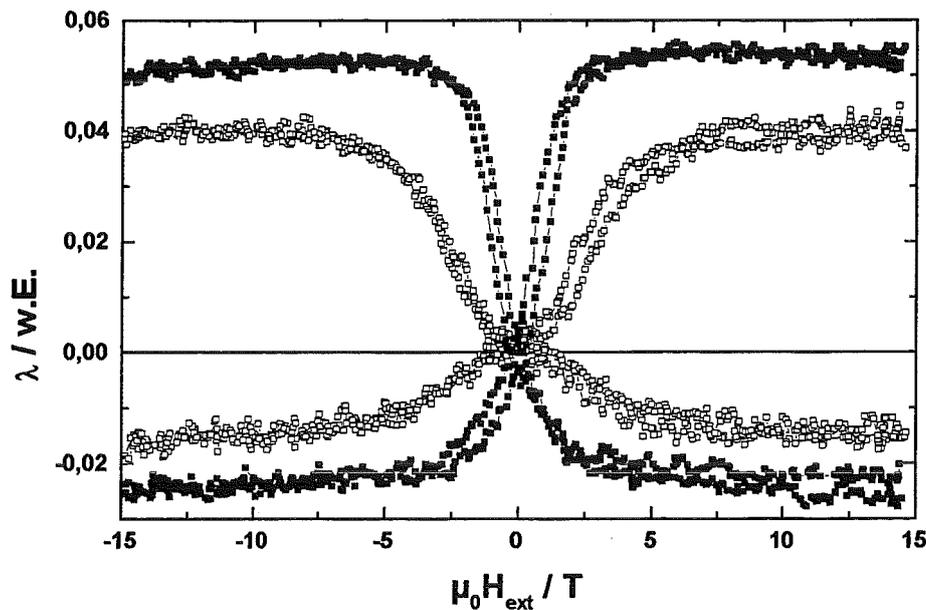
Die Glühung von (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten unter der Einwirkung eines äußeren Magnetfeldes führt zur Ausbildung einer wohldefinierten uniaxialen Anisotropie. Abbildung 117 zeigt magnetostriktive Hysteresen einer (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 100 Viellagenschicht vor und nach einer Magnetfeldglühung. Das Magnetfeld  $\mu_0 H_{\text{ext}}$  beträgt bei der Glühung etwa 0,44 T und ist senkrecht zur langen Probenachse ausgerichtet. Die Probe wird im Vakuum unter der Einwirkung des Magnetfeldes von Raumtemperatur auf 255°C erhitzt, diese Temperatur wird 15 Minuten gehalten, anschließend kühlt die Probe im Magnetfeld ab. Im ungeglühten Zustand ist die Magnetostriktion der Probe in beiden Meßrichtungen gleich groß, das heißt die Magnetisierungsrichtungen sind isotrop in der Ebene verteilt. Nach der Magnetfeldglühung ist die Magnetostriktion in paralleler Meßrichtung um einen Faktor 15 bis 16 höher als in senkrechter Meßrichtung. Ist das Magnetfeld während der Glühung parallel zur langen Probenachse ausgerichtet, zeigt die Schicht maximale Magnetostriktion bei der senkrechten Messung, wobei die Magnetostriktion in der senkrechten Meßrichtung um einen Faktor 19 bis 20 höher ist als in der parallelen Meßrichtung (Abbildung 118). Wird die (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) Viellagenschicht ohne externes Magnetfeld geglüht, kommt es zwar zu einer Erhöhung der Magnetostriktion, das Verhältnis von paralleler zu senkrechter Magnetostriktion bleibt aber nahezu gleich (Abbildung 119). Für ähnliche (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten wird zum Teil eine leichte Erhöhung dieses Verhältnisses beobachtet (vgl. Abbildung 139).



**Abbildung 117:** Magnetostriktion in paralleler und senkrechter Meßrichtung einer (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 100 Viellagenschicht im ungeglühten Zustand (offene Quadrate) und nach einer Glühung in einem Magnetfeld von  $\mu_0 H_{\text{ext}} = 0,44 \text{ T}$  bei  $255^\circ\text{C}$  (geschlossene Quadrate). Das Magnetfeld lag während der Glühung senkrecht zur langen Achse der Probe. Die Haltezeit betrug 15 min.



**Abbildung 118:** Magnetostriktion einer (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 100 Viellagenschicht im ungeglühten Zustand (offene Quadrate) und nach einer Glühung in einem Magnetfeld von  $\mu_0 H_{\text{ext}} = 0,44 \text{ T}$  bei  $255^\circ\text{C}$  (geschlossene Quadrate). Das Magnetfeld lag während der Glühung parallel zur langen Achse der Probe. Die Haltezeit betrug 15 min.



**Abbildung 119:** Magnetostraktion einer (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 100 Viellagenschicht im ungeglühten Zustand (offene Quadrate) und nach einer Glühung ohne äußeres Magnetfeld bei 255°C für 15 min (geschlossene Quadrate). Die Messungen erfolgten parallel und senkrecht in der Schichtebene.

#### 4.2.6 $\Delta E$ -Effekt

Der  $\Delta E$ -Effekt wurde an ungeglühten und bei 250°C geglühten (TbFe/FeCo)- und ungeglühten (TbFe/FeCoBSi)-Viellagenschichtsystemen untersucht. Bei der Messung des  $\Delta E$ -Effektes wurde das externe Magnetfeld in der Schichtebene entweder parallel oder senkrecht zur langen Substratachse angelegt (vgl. Kapitel 3.2.3.2). Ein typischer Verlauf des  $\Delta E$ -Effektes über der Magnetfeldstärke ist in Abbildung 120 für eine ungeglühte (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 462 Viellagenschicht dargestellt. Es wird deutlich, daß die Veränderung der Orientierung des Magnetfeldes zur Probe zu unterschiedlichen Kurven führt. Bei senkrechter Orientierung wird die Sättigung des Effektes bei kleineren Feldstärken erreicht als bei paralleler Orientierung. Weiterhin zeigt der Kurvenverlauf bei der Feldstärke Null ein lokales Maximum, während zwei Minima in der Nähe der Koerzitivfeldstärke der Schicht auftreten. Nach einer Glühbehandlung der Schicht bei 250°C (45 min) steigt die Effektgröße sowohl bei paralleler (Abbildung 121) als auch senkrechter Messung (Abbildung 122) an. Darüber hinaus verringert sich der Abstand der Minima (Koerzitivfeldstärke) und die Sättigungsfeldstärke des Effektes bei der senkrechten Messung.

Der  $\Delta E$ -Effekt einer ungeglühten (TbFe/FeCoBSi) x 70 Viellagenschicht bei senkrechter Messung ist in Abbildung 123 dargestellt. Diese Schicht zeigt einen dem Magnetostraktionseffekt entsprechenden Kurvenverlauf.

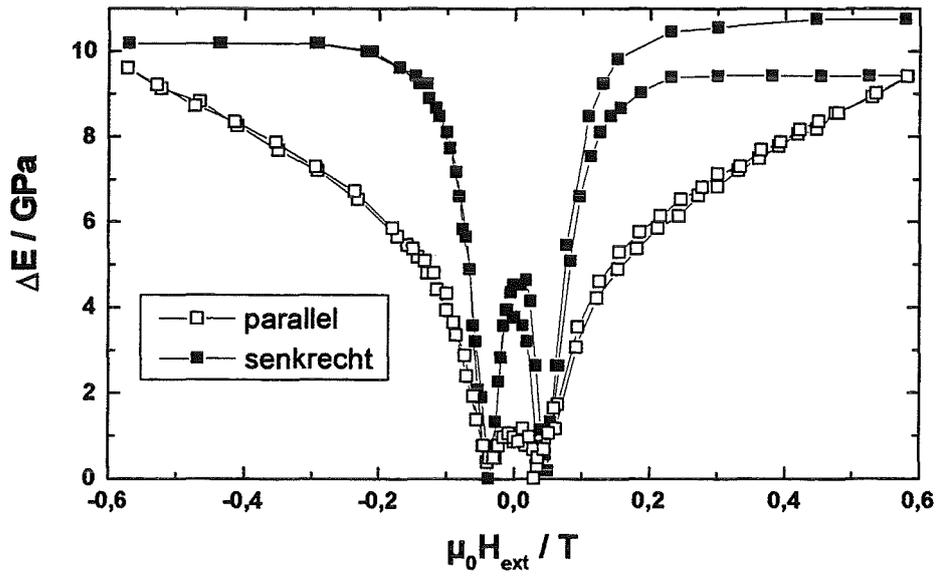


Abbildung 120:  $\Delta E$ -Effekt einer ungeglühten (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 462 Viellagenschicht. Das externe Magnetfeld wurde parallel bzw. senkrecht in der Schichtebene angelegt.

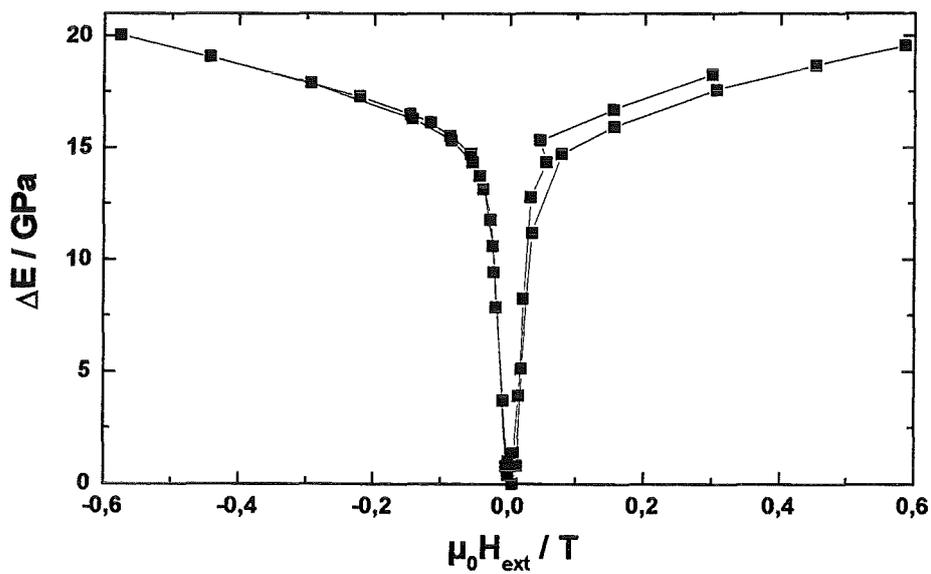


Abbildung 121:  $\Delta E$ -Effekt einer (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 462 Viellagenschicht nach einer Glühung bei 250°C (45 min), parallele Messung.

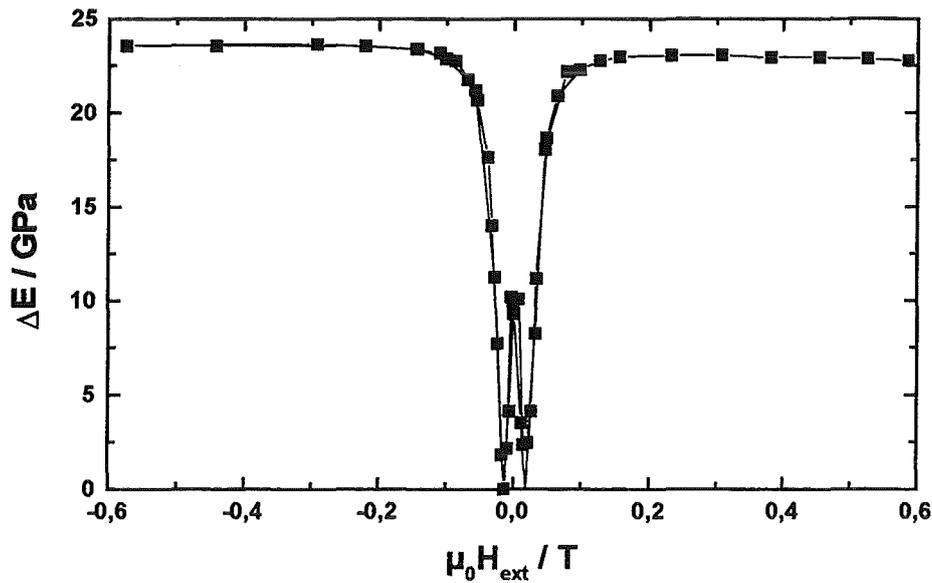


Abbildung 122:  $\Delta E$ -Effekt einer (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 462 Viellagenschicht nach einer Glühung bei 250°C (45 min), senkrechte Messung.

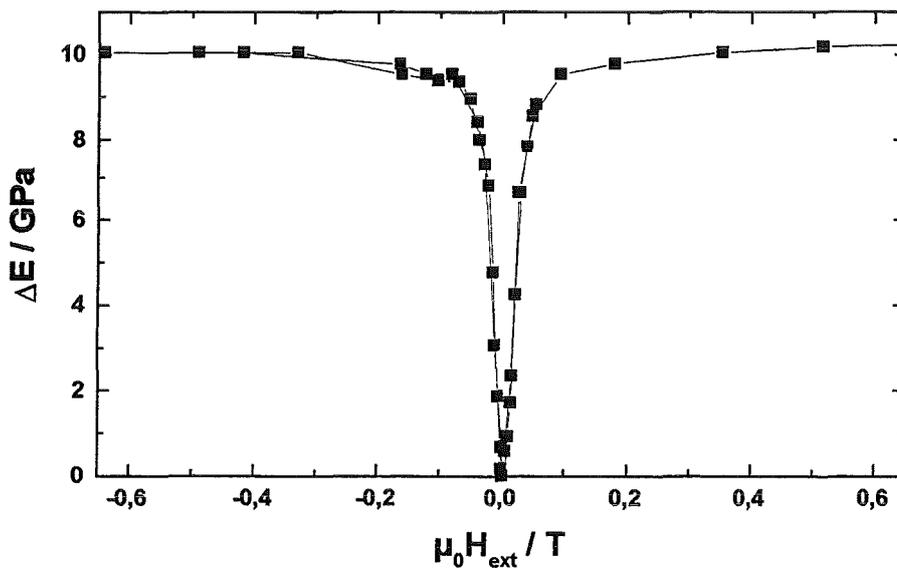


Abbildung 123:  $\Delta E$ -Effekt einer (7 nm TbFe / 8 nm FeCoBSi) x 70 Viellagenschicht, senkrechte Messung.

#### 4.2.7 Magnetowiderstand

Der Magnetowiderstandseffekt in Viellagenschichten ist von besonderem Interesse, da er zusammen mit dem magnetostriktiven Effekt die Integration von Aktor- und Sensorfunktionen in einem Material ermöglicht. Die Messung des Magnetowiderstandes an Schichten erfolgt nach der Vierpunktmethode (vgl. Kapitel 3.2.2.4). Abbildung 124 zeigt den an einer bei 250°C (45 min) geblühten (8 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 50

Viellagenschicht gemessenen Magnetowiderstandseffekt. Der Effekt ist anisotrop, die Orientierung des Magnetfeldes parallel oder senkrecht innerhalb der Schichtebene führt zu unterschiedlichen Werten des Effektes. Die Effektgröße beträgt in paralleler Meßrichtung 0,08 %, in senkrechter Richtung 0,22 %. Der Magnetowiderstandseffekt weist eine Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_C$  von ca. 3 mT und eine Sättigungsfeldstärke  $\mu_0 H_S$  von ca. 40 mT auf. Der Verlauf des Magnetowiderstandseffektes ist dem der Magnetostriktion sehr ähnlich.

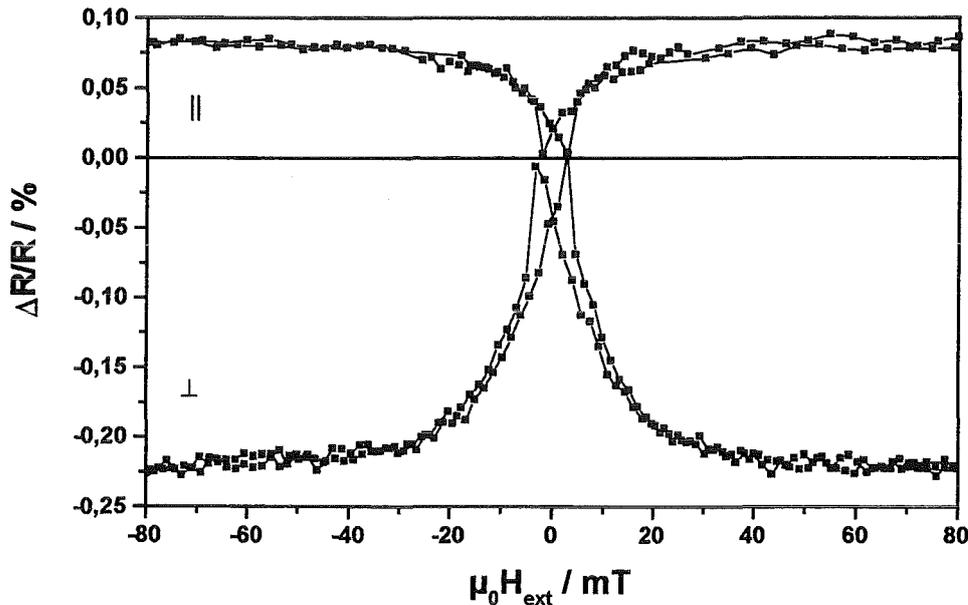


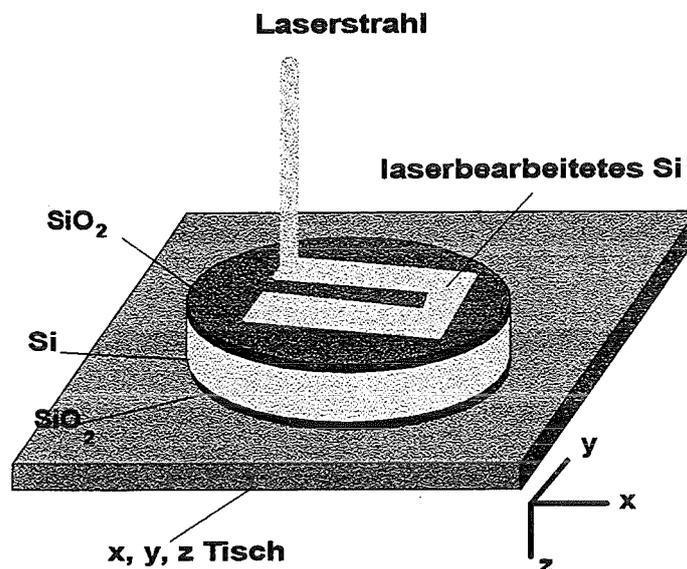
Abbildung 124: Verlauf der relativen Änderung des Magnetowiderstands über dem externen Magnetfeld für eine bei 250°C 45 min geglühte (8 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 50 Viellagenschicht. Der Magnetowiderstandseffekt beträgt bei paralleler Messung 0,08 %, bei senkrechter Messung 0,22 %.

#### 4.3 Laserunterstützte Mikrostrukturierung von Aktor- und Sensorkomponenten

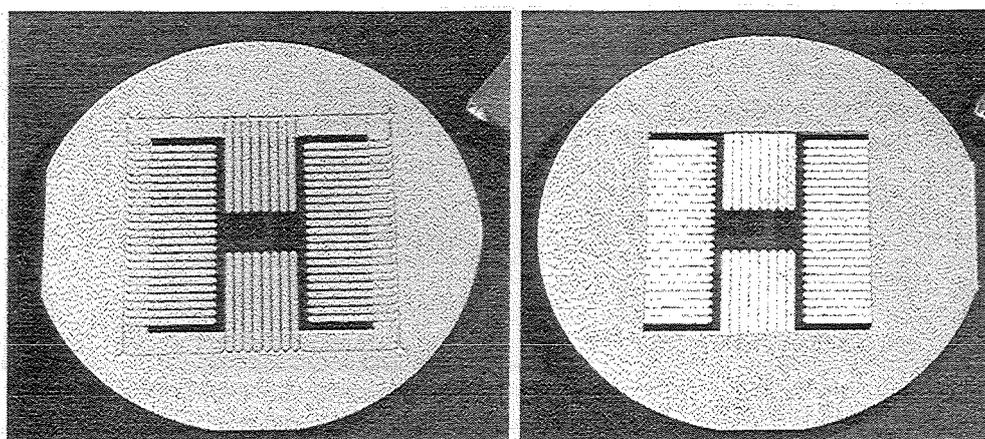
In der vorliegenden Arbeit wurde ein Verfahren zur raschen Herstellung von Aktor- und Sensorkomponenten entwickelt, das auf Laser-Technologien und naßchemischen anisotropen Ätzverfahren basiert, aber keine photolithographischen Prozeßschritte oder indirekte Maskierungen benötigt. Der Vorteil dieses neuen kombinierten Verfahrens ist, daß Variationen des Designs zur Optimierung von Strukturen sehr schnell durchgeführt werden können.

Ein neues Verfahren ist das direkte Schreiben von Masken in thermisch oxidierte Si (100) Wafer (Abbildung 125). Dabei wird  $\text{SiO}_2$  gezielt durch die Nd:YAG Laserstrahlung abgetragen, so daß im beschriebenen Bereich das Si freigelegt wird. Anschließend wird der beschriebene Wafer naßchemisch in einer 40% KOH Lösung bei 80°C geätzt. Das auf dem Wafer verbleibende  $\text{SiO}_2$  dient dabei als Maske, das

freigelegte Si wird durch die Lauge anisotrop geätzt. In Abbildung 126 ist ein mit diesem Verfahren strukturierter 4" Si (100)-Wafer dargestellt. Die Strukturen sind Biegebalken, deren eines Ende für eine Einspannung die Dicke des Wafers (500  $\mu\text{m}$ ) hat, während der Rest des Balkens auf beispielsweise 20  $\mu\text{m}$  heruntergeätzt wird.



**Abbildung 125:** Schematische Darstellung des Schreibens von Masken in thermisch oxidierte Si (100)-Wafer.



**Abbildung 126:** Durch direktes Schreiben in oxidierte Si (100)-Wafer (Durchmesser 100 mm) und anschließende naßchemische Ätzung erhaltene Biegebalkenstrukturen.

Ein weiteres neues Verfahren ist das direkte Schreiben von Masken in Si (111)-Wafer. Dabei wird kein SiO<sub>2</sub> benötigt, da perfekte Si (111) Ebenen als Ätzstoppschicht genutzt werden können. Die Laserstrahlung verursacht einen lokalen Abtrag bzw. eine strukturelle Beeinflussung des Si. Bei der anschließenden KOH-Ätzung werden die laserbehandelten Flächen auf dem Wafer geätzt, während die unbehandelte Si (111) Oberfläche als Maske dient. In Abbildung 127 ist die Abtragstiefe nach der Laserbearbeitung und nach einer anschließenden naßchemischen Ätzbehandlung als Funktion der Zahl der Laserpulse aufgetragen. Abbildung 128 zeigt eine in Si (111)

geätzte Pumpkammerstruktur. Durch eine Variation der Laserleistung können unterschiedlich tiefe Strukturen hergestellt werden, beispielsweise Austrittsöffnungen.

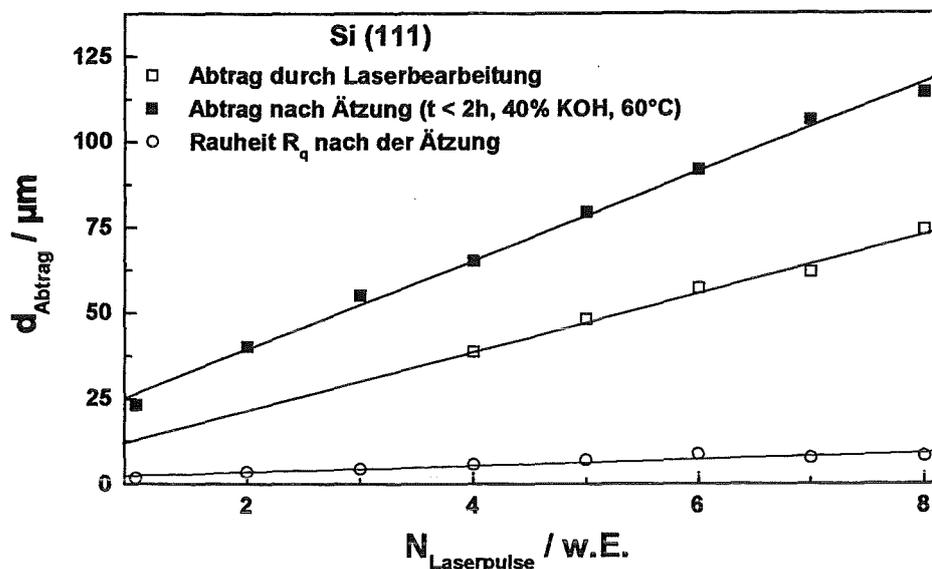


Abbildung 127: Die Anzahl der Laserpulse bestimmt den Abtrag durch die Laserbearbeitung und die Ätztiefe der anschließenden KOH-Ätzung in Silizium (111).

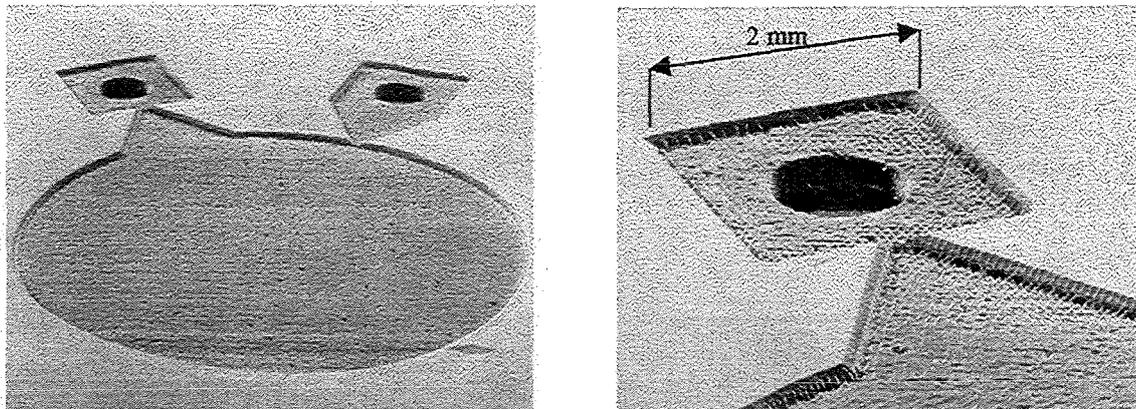
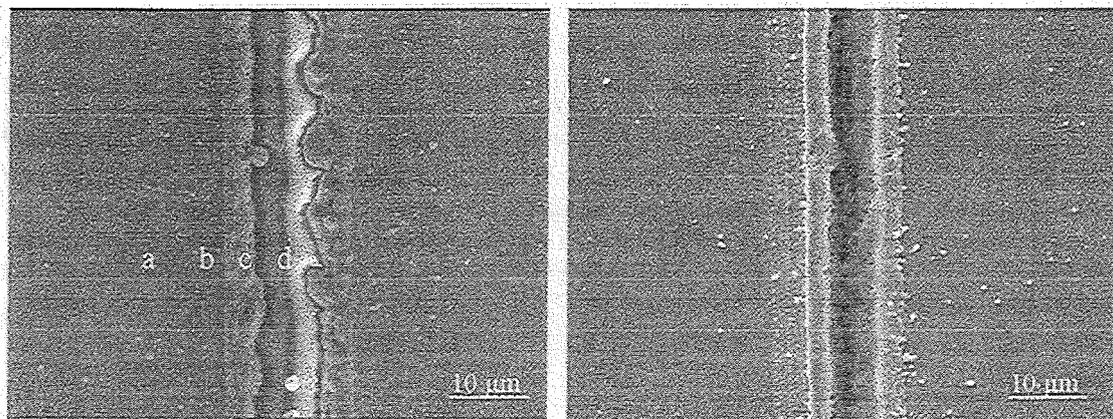


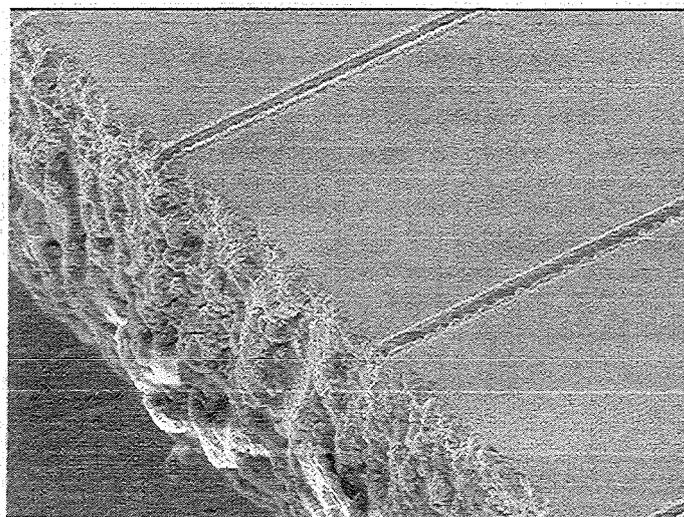
Abbildung 128: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von geätzten Pumpkammerstrukturen in Si (111). Die große Kreisfläche hat einen Durchmesser von 10 mm.

Weiterhin wurden Untersuchungen zur Strukturierbarkeit magnetostruktiver Dünnschichten wie  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$  und  $\text{Tb}_{40}\text{Fe}_{60}$  mittels Excimer-Laserstrahlung durchgeführt. Abbildung 129 und Abbildung 130 zeigen rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von  $\text{Tb}_{40}\text{Fe}_{60}$ -Schichten auf unterschiedlichen Substraten, die durch Excimer-Laserstrahlung strukturiert wurden. Die zu strukturierende Schicht wird auf lasergeschnittene Silizium und Glassubstrate abgeschieden. Die Strukturierung durch die Laserstrahlung erfolgt längs bzw. quer zur langen Substratachse. Die Schnittbreite beträgt in beiden Fällen ca.  $10 \mu\text{m}$ . Bei beiden Schicht-Substrat-Verbunden sind unterschiedliche Zonen zu erkennen: Abbildung 129 a) unbeeinflusste Schicht, b)

Redepositzone, c) Zone der erstarrten Schmelze, d) freigelaserte Zone. Anschließende Magnetostruktionsmessungen zeigen, daß die Strukturierung die Funktion der Schicht nicht beeinträchtigt.



**Abbildung 129:** Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von TbFe-Schichten, die durch Excimer-Laserstrahlung strukturiert wurden. Links befindet sich die Schicht auf einem Glassubstrat, rechts auf Silizium.



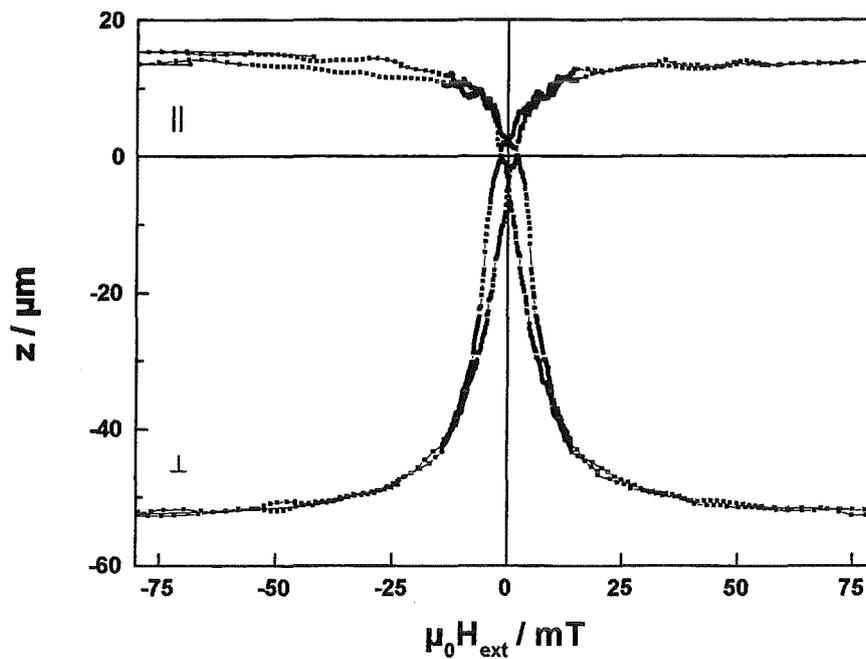
**Abbildung 130:** Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines laserstrukturierten Schicht-Substrat-Verbundes. Die Rauigkeit der Kante des Siliziumsubstrates (Dicke ca. 200 µm) stammt vom Laserschneiden.

#### 4.4 Kräfte und Auslenkungen von Schicht-Substrat-Verbunden

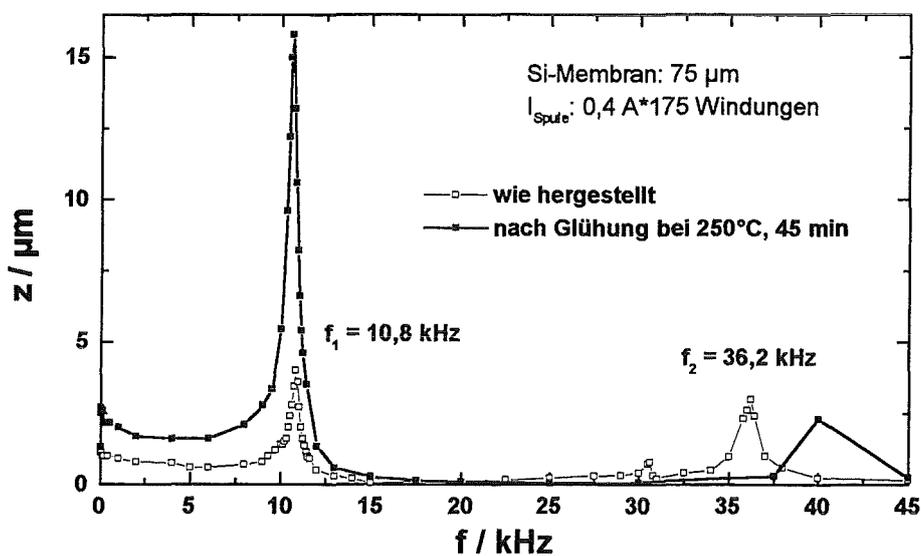
Die von magnetostriktiven Schicht-Substrat-Verbunden erreichbaren Kräfte und Auslenkungen bestimmen die Bereiche und Grenzen des Einsatzes dieser Strukturen als Aktoren. Generell steigt die Auslenkung und die Kraftausübung von Schicht-Substrat-Verbunden mit der Schichtdicke. Geringe Substratdicken sind für große Auslenkungen notwendig. Für die Ausübung größerer Kräfte muß die Substratdicke oder die Steifigkeit des Substrates dagegen erhöht werden, da die Steifigkeit des Substrates für die Kraftübertragung benötigt wird. Wenn für eine Anwendung eine Kombination großer Auslenkung und Kraftausübung vonnöten ist, muß das Verhältnis von Schicht- zu Substratdicke optimiert werden. Für dynamische Anwendungen, wie resonante Sensoren, bestimmt die Substratdicke wesentlich den Frequenzbereich, in dem der Aktor eingesetzt werden kann.

Die statische Auslenkung eines mikrostrukturierten Si-Biegebalkens (vgl. Kapitel 4.3), der mit einer 1,6 µm dicken (7 nm TbFe / 9 nm FeCo)-Viellagenschicht beschichtet und bei 250°C (45 min) geglüht wurde, zeigt Abbildung 131. Der Si-Biegebalken hat eine Dicke von 52 µm, eine freie Länge von 15 mm und eine Breite von 2 mm. Durch das anisotrope Magnetostruktionsverhalten kommt es zu unterschiedlich großen Auslenkungen des Balkens: im Falle der parallelen Ansteuerung durch ein Magnetfeld in der Schichtebene beträgt die maximale Auslenkung dieses Balkens 14 µm, bei senkrechter Ansteuerung 52 µm. Durch Glühung im Magnetfeld kann dieses anisotrope Verhalten beeinflusst werden (vgl. S. 119f).

Das Auslenkungsverhalten einer einseitig mit einer (7 nm TbFe / 9 nm FeCo)-Viellagenschicht beschichteten Siliziummembran als Funktion der Anregungsfrequenz ist in Abbildung 132 dargestellt. Die Dicke der Viellagenschicht beträgt ca. 7,4 µm, die Membrandicke 75 µm. Der Durchmesser der Membran beträgt 10 mm. Die Anregung und Auswertung der magnetostriktiven Membran erfolgt mit dem in Kapitel 3.2.3.3 beschriebenen Meßaufbau. Das Frequenzspektrum zeigt im Bereich bis 45 kHz zwei Maxima. Die erste Eigenfrequenz liegt bei 10,74 kHz. Die Auslenkung beträgt in der Resonanz 4 µm. Eine Glühung der Membran bei 250°C für 45 min führt zu einer leichten Verschiebung der Resonanzfrequenz auf nun 10,55 kHz, vor allem aber zu einer deutlichen Erhöhung der Auslenkung. Diese beträgt bei der geglühten Schicht 15,8 µm, dies bedeutet eine Erhöhung um fast 400 %.



**Abbildung 131:** Statische Auslenkung eines mit einer 1,6 µm dicken (7 nm TbFe / 9 nm FeCo)-Viellagenschicht beschichteten Si-Biegebalkens (Dicke: 52 µm, Länge: 15 mm) bei paralleler bzw. senkrechter Richtung des äußeren Magnetfeldes in der Schichtebene. Die Auslenkung wird am Balkenende gemessen.



**Abbildung 132:** Frequenzabhängige Auslenkung einer schwingenden magnetostriktiven Siliziummembran (Dicke 75 µm), die einseitig mit einer (7 nm TbFe / 9 nm FeCo)-Viellagenschicht (Dicke 7,4 µm) beschichtet ist.

Die Kraft, die von einem magnetostriktiven Schicht-Substrat-Verbund ausgeübt werden kann, resultiert passiv aus der Steifigkeit und der Dicke des Substrates und aktiv aus der Energiewandlerfunktion der magnetostriktiven Schicht. Weiterhin hängt sie aufgrund der magnetoelastischen Effekte der hier behandelten Schichten und dem Aufbau

einfacher Aktoren in Form von Schicht-Substrat-Verbunden wesentlich von der Art der Belastung ab. Tritt die Belastung eines einseitig eingespannten, magnetostriktiven Biegebalkens in Form einer am Balkenende angreifenden Kraft auf, kann man zwei Fälle unterscheiden.

1. Tritt die Belastung vor der Ausführung der eigentlichen Aktorfunktion auf, als Beispiel sei das Anhängen eines Gewichtes an das Balkenende aufgeführt, kommt es zu einer Änderung der Ruhelage, bzw. einer Krümmung des Balkens. Durch diese Krümmungsänderung des Substrates ändert sich der Spannungszustand in der Schicht. Aufgrund des inversen magnetostriktiven Effektes führt dies zu einer Änderung der Ausrichtung der magnetischen Momente in der Schicht und damit zu einem veränderten magnetostriktiven Verhalten. Die Auslenkung des Biegebalkens ist daher in gewissen Grenzen von der angreifenden Kraft unabhängig, solange nicht der geänderte Spannungszustand in der Schicht die magnetostriktive Kennlinie wesentlich verändert.
2. Wenn sich der Aktor im ausgelenkten Zustand befindet, kommt es beim Aufbringen einer Kraft zu einer linearen Abnahme der Auslenkung. Wird die Auslenkung des Biegebalkens unterbunden, kann die maximale Kraft ausgeübt werden.

## 5 Diskussion

Die in den vorangegangenen Kapiteln dargestellten Ergebnisse der Schichtentwicklung werden im folgenden diskutiert. Es erfolgt ein Vergleich der in der vorliegenden Arbeit entwickelten Schichten untereinander sowie mit optimierten Schichtsystemen aus der Literatur. Weiterhin werden Demonstratoren zu potentiellen Anwendungen der in dieser Arbeit vorgestellten magnetostriktiven Schichten diskutiert.

### 5.1 Ein- und viellagige Schichten

Bei Messungen des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten dünner Schichten parallel und senkrecht in der Schichtebene wird für die Meßergebnisse ein unterschiedliches Vorzeichen erwartet. Jedoch findet man bei einigen Schichten (vgl. z.B. Abbildungen 40, 41, 58, 59) ein gleiches Vorzeichen für beide Meßrichtungen. Eine mögliche Erklärung hierfür geben Betz et al.<sup>122</sup>, die dieses Verhalten an Ni-Schichten auf Siliziumsubstraten beobachteten: aufgrund der sehr unterschiedlichen Poissonzahlen von Siliziumsubstrat und der Ni-Schicht ergibt sich ein positives Vorzeichen des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten in beiden Meßrichtungen, obwohl die Magnetostriktion in den beiden Meßrichtungen unterschiedliche Vorzeichen besitzt.

Abbildung 133 vergleicht den Verlauf des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten einlagiger Seltenerdmetall-Übergangsmetall-Schichten auf Si (100) Substraten im Bereich positiver externer Magnetfeldstärken. Die in der vorliegenden Arbeit mit unterschiedlichen Sputterverfahren (DC, HF) optimierten Tb<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>-Schichten (DC: 300 W, 190 V Bias, HF: 300 W) weisen im Bereich niedriger externer Magnetfeldstärken einen geringeren magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten auf als eine einlagige Sm<sub>36,8</sub>Fe<sub>62,6</sub>B<sub>0,6</sub>-Schicht<sup>123</sup>.

---

<sup>122</sup> Betz et al. 1996

<sup>123</sup> Lim et al. 1998

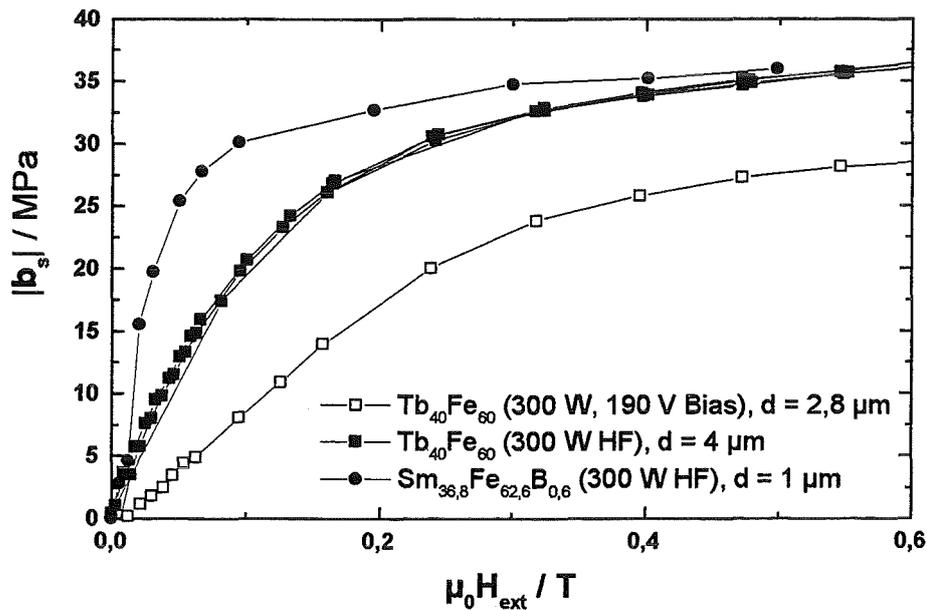
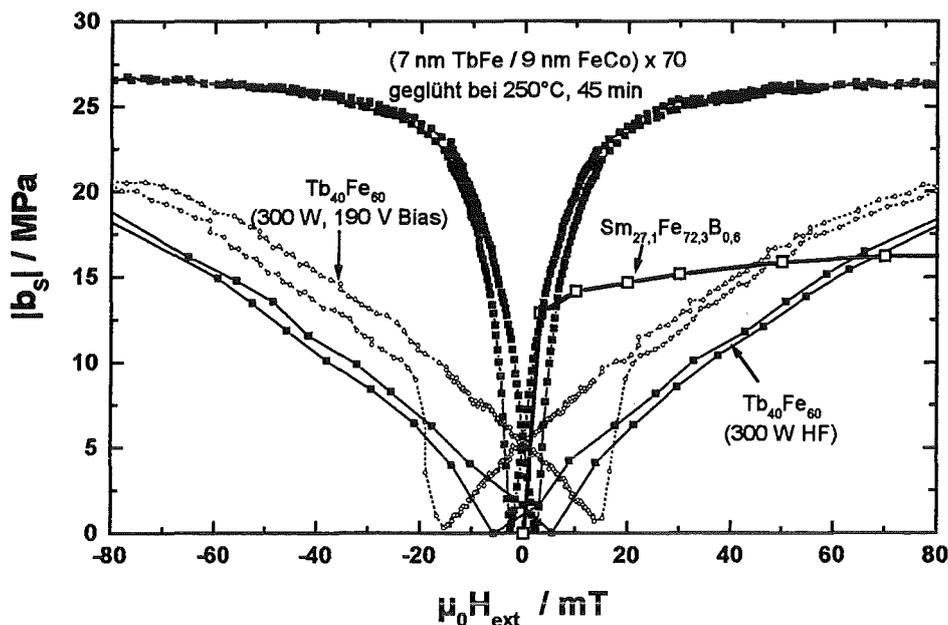


Abbildung 133: Verlauf des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten unterschiedlicher Seltenerdmetall-Übergangsmetallschichten auf Si (100) Substraten im Bereich positiver Magnetfeldstärken.

Der Vergleich einer (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 70 Viellagenschicht, die bei 250°C (45 min) gegläht wurde, mit unterschiedlichen einlagigen Schichten ist in Abbildung 134 dargestellt. Es wird deutlich, daß die Viellagenschicht im Vergleich zu den einlagigen TbFe-Schichten ein deutlich reduziertes Sättigungsfeld und eine verringerte Koerzitivfeldstärke besitzt. Dies wird besonders im Vergleich der geglähten Schichten deutlich. Die Werte des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten sind im Bereich kleiner äußerer Feldstärken deutlich höher als bei den einlagigen TbFe-Schichten. Der Verlauf des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten der optimierten Viellagenschicht und einer einlagigen Sm<sub>27,1</sub>Fe<sub>72,3</sub>B<sub>0,6</sub>-Schicht nach Lim et al.<sup>124</sup> ist für niedrige Feldstärken vergleichbar, allerdings zeigt die Messung von Lim et al. keine Koerzitivfeldstärke. Diese soll im Bereich zwischen 2 und 10 mT liegen.<sup>125</sup> Die optimierte Viellagenschicht zeichnet sich daher im Vergleich zur Sm<sub>27,1</sub>Fe<sub>72,3</sub>B<sub>0,6</sub>-Schicht vor allem durch höhere Werte des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten für Feldstärken  $\mu_0 H_{\text{ext}} > 6$  mT aus. Weiterhin werden von Lim et al. keine Angaben zu dem magnetostriktiven Verhalten der Schichten nach Glühbehandlungen angegeben. Die Struktur der (TbFe/FeCo)-Viellagenschicht, die bei 250°C gegläht wurde, wird durch weitere Glühungen bzw. einer Anwendung der Schicht bei Temperaturen kleiner der Glühtemperatur nicht verändert.

<sup>124</sup> Lim et al. 1998

<sup>125</sup> S. H. Lim, private Mitteilung 1999



**Abbildung 134:** Vergleich des Verlaufs des magnetoelastischen Sättigungskopplungskoeffizienten einer optimierten (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 70 Viellagenschicht, unterschiedlicher TbFe-Schichten (300 W, 190 V Bias, geglüht bei 250°C, 45 min,  $d = 1,1 \mu\text{m}$  bzw. 300 W HF,  $d = 4 \mu\text{m}$ ) und einer SmFeB-Schicht (300 W HF,  $d = 1 \mu\text{m}$ ). Alle Schichten befinden sich auf Si (100) Substraten.

Ein Vergleich des Verlaufs des normierten magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten einer optimierten (7 nm Tb<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> / 9 nm Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub>) x 70 Viellagenschicht mit den Verläufen anderer Seltenerdmetall-Übergangsmetall-Schichtsysteme erfolgt in Abbildung 135. Es zeigt sich, daß nur eine (4,5 nm Tb<sub>18</sub>Co<sub>82</sub> / 6,5 nm Fe<sub>75</sub>Co<sub>25</sub>) x 3 Viellagenschicht<sup>126</sup> einen vergleichbar günstigen Verlauf hat, wie die in der vorliegenden Arbeit optimierten (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten. Eine (2,5 nm Tb<sub>33</sub>Fe<sub>67</sub> / 2,5 nm Fe<sub>80</sub>B<sub>20</sub>) x 50 Viellagenschicht nach Prados et al.<sup>127</sup> zeigt einen nur schwachen Anstieg des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten mit der äußeren Magnetfeldstärke, die Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_C$  wird mit 14,6 mT angegeben. Noch ungünstiger ist der Verlauf des Effektes für eine (200 nm Tb<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> / 600 nm Fe<sub>80</sub>B<sub>20</sub> / 200 nm Tb<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>)-Schicht nach Igari et al.<sup>128</sup> Ein möglicher Grund hierfür sind die sehr hohen Lagendicken. Bei der von Winzek et al.<sup>129</sup> beschriebenen (5 nm (Tb<sub>27</sub>Dy<sub>73</sub>)<sub>32</sub>Fe<sub>68</sub> / 0,25 nm Nb) x 250 Viellagenschicht handelt es sich um eine durch eine Glühung bei 650°C (10 min) teilweise kristallisierte Schicht. Die Nb-Zwischenlagen sollen das Kornwachstum der TbDyFe-Lagen unterbrechen. Die Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_C$  liegt bei der hinsichtlich ihres magnetostriktiven und weichmagnetischen Verhaltens optimierten

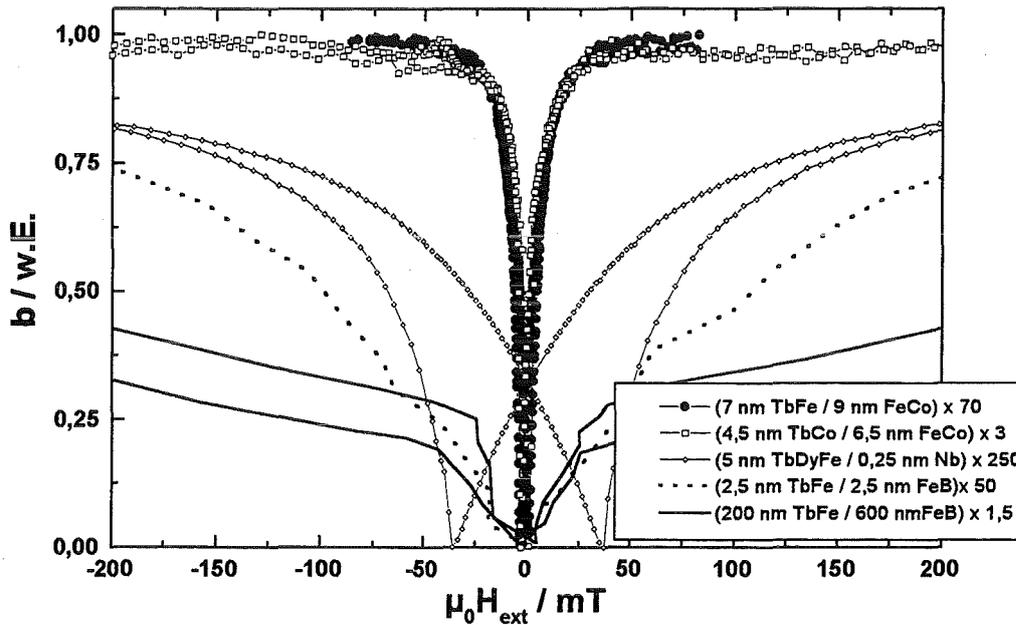
<sup>126</sup> Betz 1997

<sup>127</sup> Prados et al. 1997

<sup>128</sup> Igari et al. 1995

<sup>129</sup> Winzek 1999

Schicht bei 35 mT, dies ist im Vergleich zu den anderen in Abbildung 135 dargestellten Viellagenschichten ein sehr hoher Wert. Der Anstieg des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten über der externen Magnetfeldstärke ist für diese Schicht schwächer als jener der (TbFe/FeCo)- bzw. (TbCo/FeCo)-Viellagenschichten. Ein Vorteil der teilweise kristallisierten Schicht ist ihre relativ hohe Curietemperatur von ca. 550°C. Hinsichtlich einer minimalen Sättigungsfeldstärke werden die besten Werte von (TbFe/FeCo)- und (TbCo/FeCo)-Viellagenschichten erreicht.



**Abbildung 135:** Vergleich des Verlaufs des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten über der externen Magnetfeldstärke für unterschiedliche Seltenerdmetall-Übergangsmetall-Viellagenschichten. Die (TbDyFe/Nb)-Viellagenschicht wurde auf ein Ta-Substrat abgeschieden, die dreilagige (TbFe/FeB)-Schicht auf ein Glassubstrat, die anderen Schichten haben Si (100) Substrate.

Abbildung 136 vergleicht die von optimierten (Tb<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>/Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub>)- bzw. (Tb<sub>18</sub>Co<sub>82</sub>/Fe<sub>75</sub>Co<sub>25</sub>)-Viellagenschichten erreichten magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten bei paralleler und senkrechter Messung in der Schichtebene. Es zeigt sich, daß die (TbFe/FeCo)-Viellagenschicht in beiden Meßrichtungen deutlich höhere Werte erreicht und daher einen höheren magnetoelastischen Sättigungskopplungskoeffizienten erzielt. Die Koerzitivfeldstärke und die Sättigungsfeldstärke sind für beide Schichten nahezu identisch. Die günstigeren Werte der (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten hinsichtlich des magnetoelastischen Sättigungskopplungskoeffizienten erklären sich durch die höheren Magnetostriktionswerte der für diese Viellagenschicht verwendeten Lagenmaterialien.

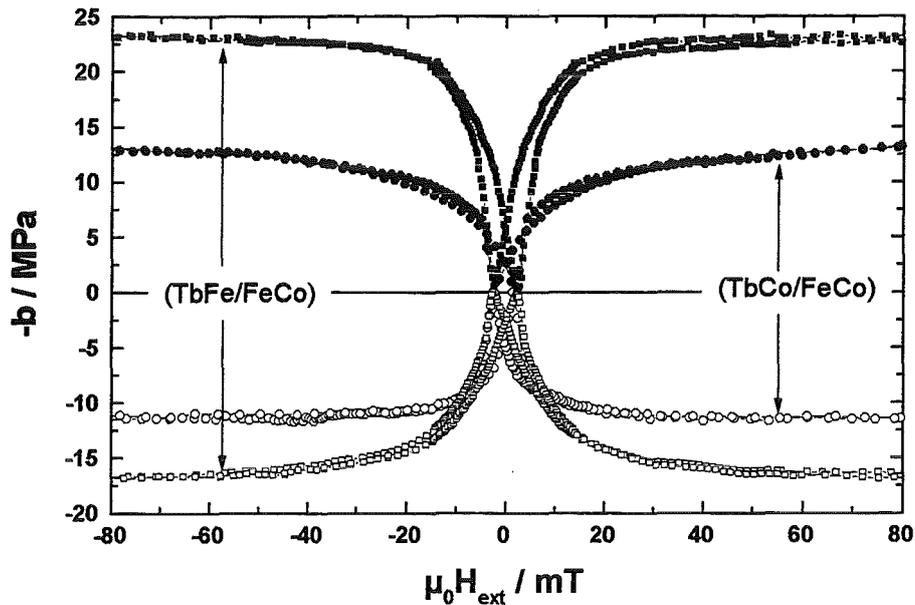


Abbildung 136: Vergleich des Verlaufs des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten über der externen Magnetfeldstärke für eine (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 70 und eine (4,5 nm TbCo / 6,5 nm FeCo) x 3 Viellagenschicht. Beide Schichten befinden sich auf Si (100) Substraten.

Der Vergleich zwischen einer (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 70 Viellagenschicht, die bei 250°C (45 min) gegläht wurde und einer ungeglühten (7 nm TbFe / 20 nm FeCoBSi) x 70 Viellagenschicht in Abbildung 137 ergibt, daß die Koerzitivfeldstärke durch die Nutzung von FeCoBSi-Zwischenlagen anstelle von FeCo-Zwischenlagen weiter reduziert werden kann. Dies ist allerdings mit einer Reduzierung der erzielbaren Werte des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten verbunden.

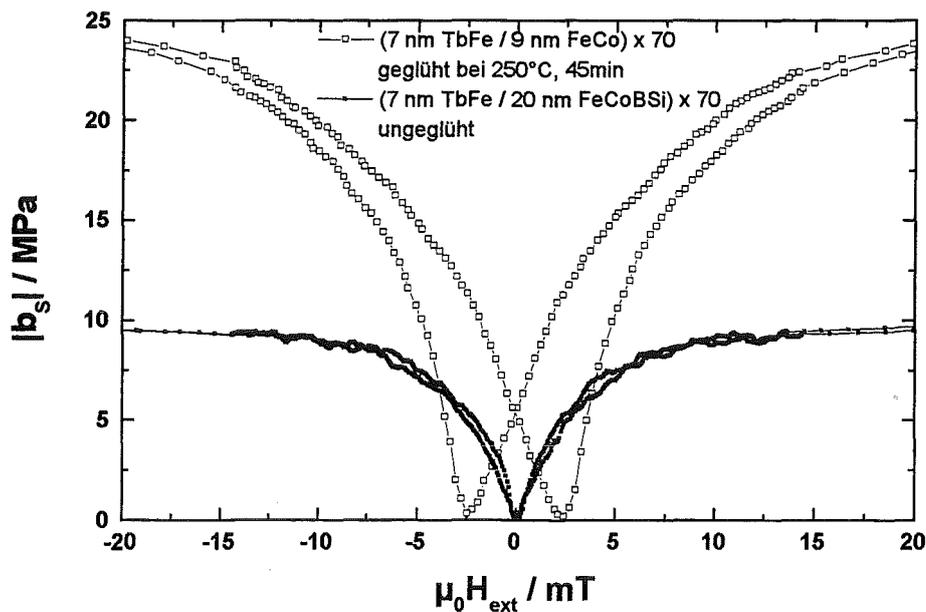
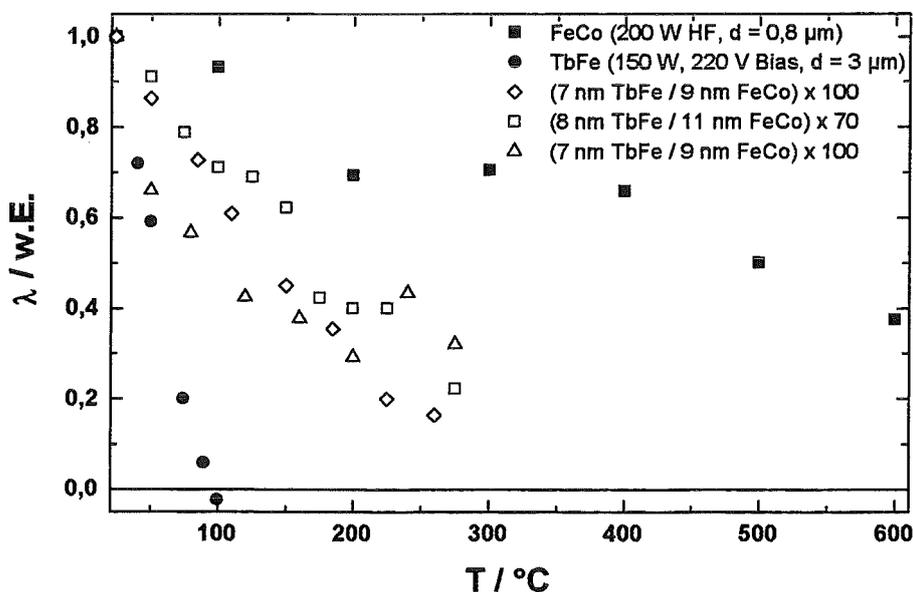


Abbildung 137: Verlauf des magnetoelastischen Sättigungskopplungskoeffizienten über der externen Magnetfeldstärke für eine optimierte (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 70 bzw. (7 nm TbFe / 20 nm FeCoBSi) x 70 Viellagenschicht.

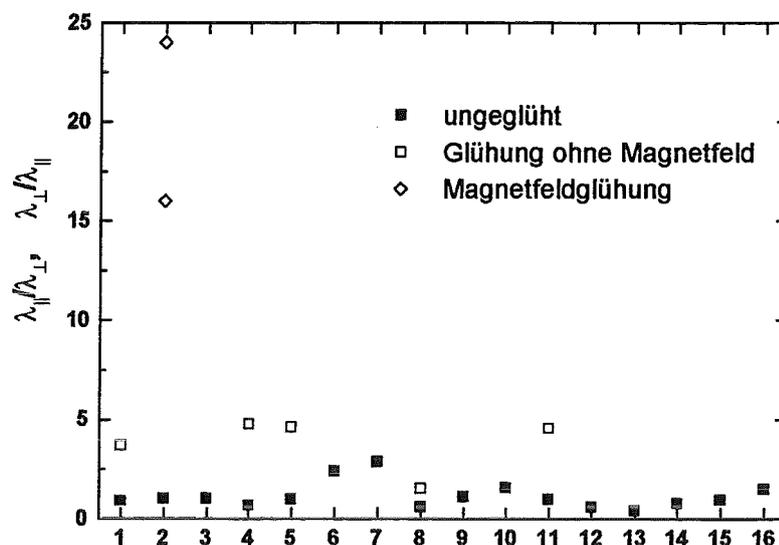
Ein Vergleich der Temperaturabhängigkeit der normalisierten Magnetostriktion von einlagigen TbFe- und FeCo-Schichten sowie (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten ist in Abbildung 138 dargestellt. Während die Magnetostriktion der TbFe-Schicht (150 W, 220 V Bias,  $d = 3 \mu\text{m}$ ) mit steigender Temperatur aufgrund ihrer niedrigen Curie-temperatur rasch sinkt, bleibt die Magnetostriktion der FeCo-Schicht (200 W HF,  $d = 0,8 \mu\text{m}$ ) auch bei höheren Temperaturen relativ hoch. Das temperaturabhängige Verhalten von (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten ist ein Mittelwert aus dem Temperaturverhalten der die Viellagenschicht aufbauenden Lagenmaterialien. Der temperaturabhängige Abfall der Magnetostriktion liegt daher zwischen dem der TbFe- und FeCo-Lagen, wobei bei höheren Temperaturen, unterhalb der Curietemperatur des FeCo, anzunehmen ist, daß die Magnetostriktion durch die FeCo-Lagen bestimmt wird.



**Abbildung 138:** Temperaturabhängigkeit der Magnetostriktion einer TbFe- und FeCo-Schicht im Vergleich zu (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten. Die FeCo-Schicht hat ein Mo-Substrat, die restlichen Schichten Si (100) Substrate.

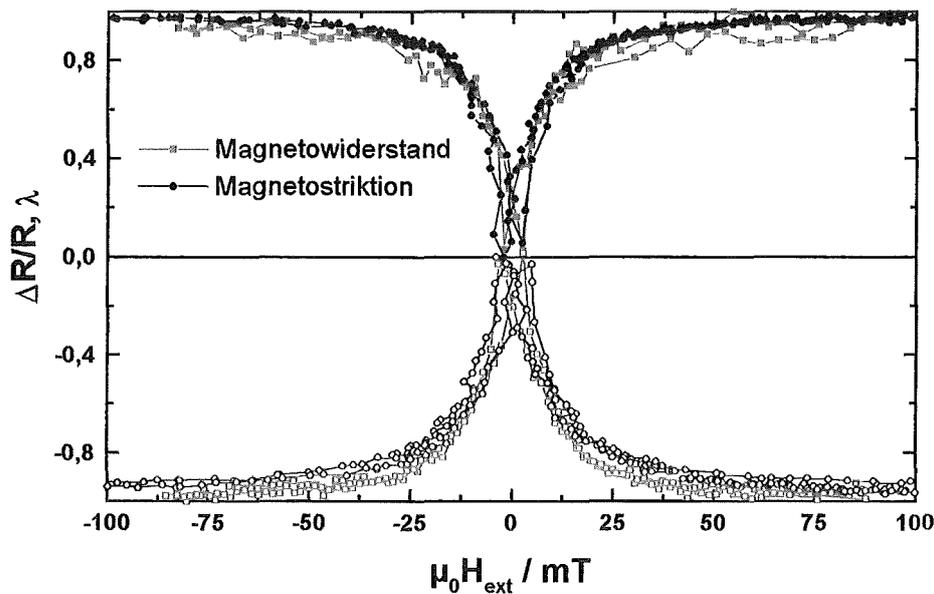
Abbildung 139 zeigt das Verhältnis von paralleler zu senkrechter Magnetostriktion bzw. senkrechter zu paralleler Magnetostriktion, je nachdem, welches Verhältnis maximal ist, für unterschiedliche (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten. Bei ungeglühten Schichten liegt das Verhältnis meist beim Wert Eins. Die Unterschiede in der Herstellung der Schichten verursacht die Verteilung der Werte zwischen Eins und Drei bei den ungeglühten Schichten. Bei den ohne äußeres Magnetfeld geglühten Viellagenschichten liegt das Verhältnis zwischen Vier und Fünf. Durch eine Glühung der (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten unter der Einwirkung eines in der Schichtebene der Probe ausgerichteten Magnetfeldes können Verhältnisse zwischen 16 und 24 erreicht werden. Daraus läßt sich schließen, daß Magnetfeldglühungen die gezielte Einstellung einer Anisotropie in

der Ebene ermöglichen. Die ungeglühten Schichten sind in der Schichtebene mehr oder weniger isotrop. Glühungen ohne Magnetfeld führen zu einer leichten Richtung in der Ebene, deren Ausrichtung allerdings zufällig ist.



**Abbildung 139:** Magnetostruktionsverhältnis unterschiedlicher (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten (Probenbezeichnung 1 bis 16). Die Glühungen erfolgten bei 250°C für eine Glühzeit von 15 min. Das Magnetfeld  $\mu_0 H_{\text{ext}}$  betrug bei den Magnetfeldglühungen 0,44 T.

Ein Vergleich des normalisierten Magnetowiderstandseffektes und der normalisierten Magnetostruktion einer bei 250°C (45 min) geblühten (8 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 50 Viellagenschicht zeigt Abbildung 140. Es wird deutlich, daß der Verlauf der beiden Effekte im Rahmen der Meßgenauigkeit identisch ist. Somit ist es möglich, zum Beispiel die Auslenkung eines Schicht-Substrat-Verbundes über den Magneto-widerstandseffekt zu kontrollieren.



**Abbildung 140:** Vergleich zwischen der normalisierten Magnetostriktion und dem normalisierten Magnetowiderstandseffekt einer bei 250°C (45 min) geglühten (8 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 50 Viellagenschicht.

## 5.2 Demonstratoren

Im Verlaufe dieser Arbeit wurden - zum Teil im Rahmen europäischer Forschungsprojekte<sup>130</sup> - magnetostruktive Schichten auf Teststrukturen abgeschieden, die das Potential magnetostruktiver Aktoren und Sensoren demonstrieren sollen. Im folgenden werden einige dieser Demonstratoren vorgestellt und diskutiert.

### 5.2.1 Mikropumpe

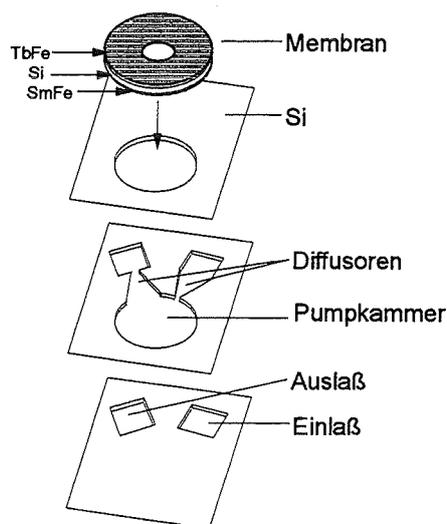
Die hier vorgestellte Mikropumpe stellt eine Weiterentwicklung der auf Seite 35 beschriebenen Pumpe dar. In der schematischen Darstellung (Abbildung 141) wird der Aufbau und die Funktionsweise der Pumpe erkennbar. Das aktive Element ist eine magnetostruktive Membran. Sie wird aus einem ca. 75  $\mu\text{m}$  dicken Siliziumwafer mittels Nd:YAG-Laserstrahlung herausgeschnitten. Auf der Oberseite wird eine 20 bis 30  $\mu\text{m}$  dicke Tb<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>-Schicht (300 W, 190 V Bias, vgl. S. 61f) abgeschieden, auf der Rückseite eine ebenso dicke Sm<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>-Schicht (400 W), wobei durch eine Schattenmaske ein zentraler Bereich freigelassen wird. Drei lasergeschnittene Siliziumscheiben bilden die Pumpkammer mit planaren Diffusoren, sowie Ein- und Auslaß für die zu

<sup>130</sup> MAGNIFIT (BRE2-CT93-0536): Magnetostriction in thin films for integrated technologies;

ECAMMA (BRE-CT94-0914): European concerted action on magnetostrictive materials and applications

pumpende Flüssigkeit. Der Vorteil dieser Pumpe ist, daß sie ohne bewegliche Ventile arbeitet, was die Herstellung vereinfacht, da keine Undichtigkeiten an den Ventilen auftreten können. Die Ventilfunktion übernehmen die planaren Diffusoren. Deren Geometrie bewirkt eine Gleichrichtungsfunktion des Flüssigkeitsstroms.

Ein Photo der durch Kleben zusammengebauten Mikropumpe einschließlich angefügter Zu- und Ableitungsmimik zeigt Abbildung 142. Die Abmessungen dieser Pumpe betragen 14 mm x 19 mm x 0,6 mm. Sie kann einen Druck von 4,9 mbar aufbauen und hat eine Pumprate von ca. 290  $\mu\text{l}/\text{min}$  für Isopropanol beim Gegendruck Null. Die Arbeitsfrequenz des zur Ansteuerung der Pumpe genutzten radialen magnetischen Wechselfeldes von ca. 20 mT beträgt dabei 230 Hz, der Energieverbrauch 1 W. Die Leistungsdaten dieser neuen, ohne Rückschlagventile arbeitenden Mikropumpe, stellen eine deutliche Verbesserung zu den Daten der auf Seite 35 besprochenen Pumpe dar. Nachteile der neuen Pumpe sind, daß es beim Ausschalten der Pumpe zu einem Rückfluß der gepumpten Flüssigkeit kommt; weiterhin ist die Pumpe nicht selbstansaugend und kann kein Gas fördern.



**Abbildung 141:** Schematische Darstellung der aus vier lasergeschnittenen Siliziumteilen bestehenden magnetostriktiven Mikropumpe. Die Membran ist auf der Oberseite mit  $\text{Tb}_{40}\text{Fe}_{60}$  beschichtet, auf der Unterseite mit  $\text{Sm}_{40}\text{Fe}_{60}$ .

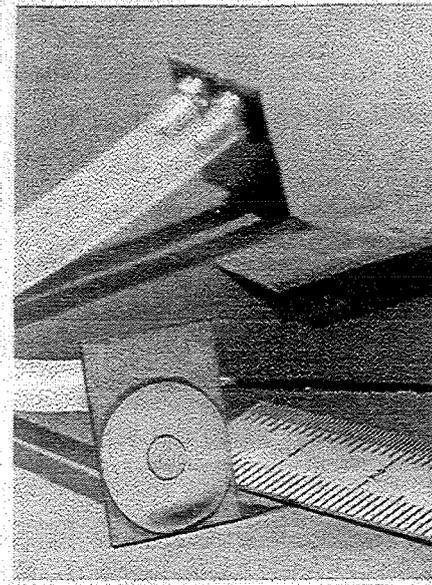


Abbildung 142: Photo der zusammengebauten Mikropumpe mit einem Größenvergleich.

Eine weitere Verbesserung der Pumpe hinsichtlich ihrer Fähigkeit Gase zu pumpen, soll durch einen veränderten Aufbau der Pumpe erreicht werden (Abbildung 143). Die Herstellung der Pumpenteile erfolgt nun durch das in Kapitel 4.3 beschriebene Verfahren der laserunterstützten Ätzung von Si (111), das die Strukturierung von Silizium in beliebigen Formen erlaubt; eine Si (111) Pumpkammerstruktur ist in Abbildung 128 dargestellt. Die Pumpe besteht dann nur noch aus zwei Teilen, was den Zusammenbau erleichtert. Wesentlicher Vorteil des vom Autor vorgeschlagenen Aufbaus ist die Möglichkeit, das Pumpkammervolumen zu reduzieren: die Maximierung des Verhältnisses zwischen dem durch die magnetostruktive Membran verdrängtem Volumen zum Pumpkammervolumen ist eine Voraussetzung, um Gase pumpen zu können.

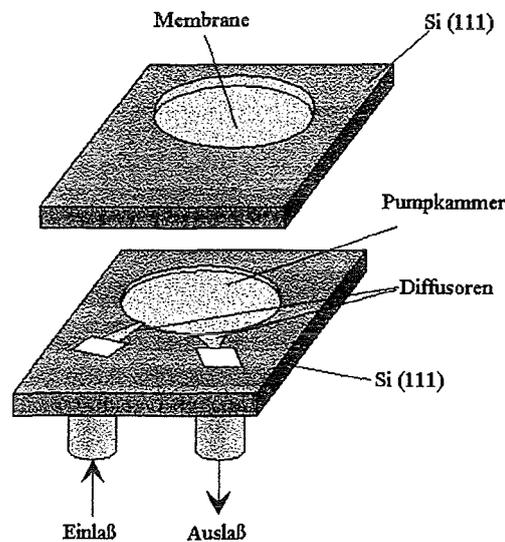


Abbildung 143: Mikropumpe bestehend aus zwei strukturierten Si (111)-Teilen. Das Pumpkammervolumen und die Dicke der Membran werden durch die Ätztiefe bestimmt.

Der Einsatz von (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten anstelle von einlagigen TbFe-Schichten für die magnetostriktive Pumpmembran könnte, bei der Beibehaltung der Gesamtschichtdicke, zu einer Reduzierung des benötigten externen Magnetfeldes führen und damit zu einer weiteren Miniaturisierung des Gesamtsystems. Allerdings wäre für die Herstellung von 20 bis 30  $\mu\text{m}$  dicken Viellagenschichten eine spezielle Beschichtungsanlage neu zu konzipieren.

### 5.2.2 Magnetostriktive Motoren

Im Rahmen des MAGNIFIT-Projektes wurden Prototypen magnetostriktiver Motoren hergestellt. Abbildung 144 zeigt den Aufbau des linearen und des rotierenden Dünnschicht-Motors<sup>131</sup>. Die passiven Strukturen wurden von Projektpartnern bereitgestellt, wobei für den Autor die Aufgabe zu lösen war, geeignete hochmagnetostriktive Schichten auf den Strukturen abzuschneiden. Als aktive Schichten wurden daher im Falle des linearen Motors einlagige TbFe-Schichten und im Falle des rotierenden Motors sowohl diese einlagigen als auch (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten aufgebracht.

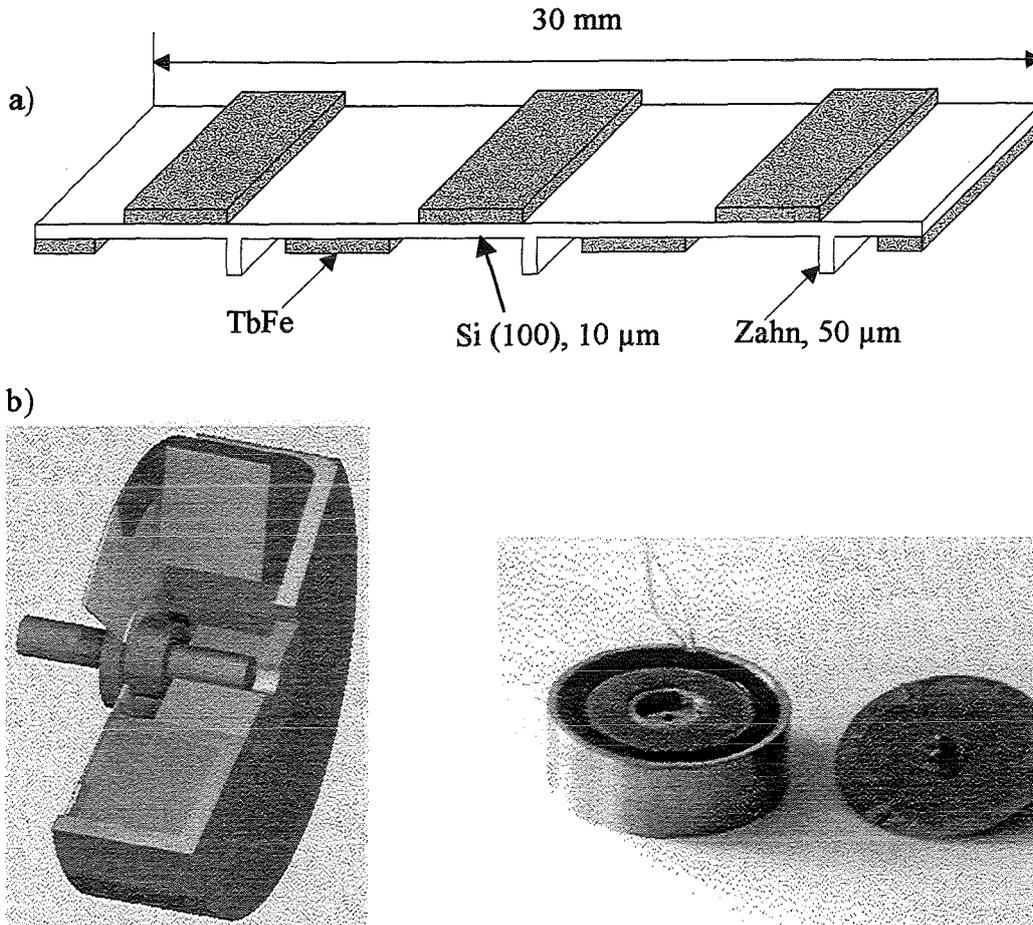
Die vorgestellten Motoren werden als "Stehende-Welle-Ultraschallmotoren" bezeichnet. Zur Erzeugung einer Bewegung werden Biegeschwingungen und Reibungskräfte ausgenutzt. Die Schwingung hat normale und tangential Komponenten, wobei die tangential Komponente die Geschwindigkeit der Struktur bestimmt.

Der lineare Motor besteht aus einer mit naßchemischen Ätzverfahren hergestellten Si (100) Platte (Länge 30 mm, Breite 10 mm, Dicke 10  $\mu\text{m}$ ). Diese weist auf der Unterseite Zähne auf, deren Position von der gewählten Anregungsfrequenz fest bestimmt wird. Die Platte wurde unter Nutzung einer Schattenmaske beidseitig mit einer 4  $\mu\text{m}$  dicken Tb<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>-Schicht (300 W, 190 V Bias) beschichtet, wobei sich die Schichten abwechselnd auf der Oberseite und der Unterseite der Platte befanden. Die Anregung der Struktur erfolgt durch ein magnetisches Wechselfeld von 10 mT bei einer Frequenz von 775 Hz. Zusätzlich wird ein magnetisches Biasfeld von 10 mT angelegt. Die Magnetfeldrichtung verläuft parallel zur langen Achse des Motors. Das Wechselfeld erregt die Struktur zu Schwingungen, die sich in Form einer stehenden Welle ausbilden. Die Fortbewegung erfolgt durch das zyklische Abstoßen der Zähne auf dem Untergrund. Unter den genannten Bedingungen bewegt sich der Motor mit einer Geschwindigkeit von 10 bis 20 mm/s fort.<sup>132</sup> Ein Nachteil des Motors ist die longitudinale Einkopplung des Magnetfeldes, da das Magnetfeld über einen großen Bereich erzeugt werden muß. Günstiger wäre eine transversale Einkopplung des Magnetfeldes. Hierzu ist es notwendig, in der magnetischen Schicht eine uniaxiale Anisotropie einzustellen, um einen maximalen Effekt zu erzeugen. Daher schlägt der

<sup>131</sup> Magnifit Abschlußbericht, Claeysen et al. 1998

<sup>132</sup> Claeysen et al. 1998

Autor vor für derartige Aktoren zukünftig magnetfeldgeglühte (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten einzusetzen.



**Abbildung 144:** Magnetostruktive Motoren: a) schematische Darstellung des linearen Motors, b) links: schematische Darstellung des Rotationsmotors, rechts: Elektromagnet und Rotor ( $\varnothing$  20mm).<sup>133</sup>

Der Rotationsmotor besteht aus einem Elektromagneten zur Erzeugung eines magnetischen Wechselfeldes. Die Einkopplung des Magnetfeldes erfolgt transversal zur Schicht. Auf der Oberseite des Elektromagneten ist eine Reibschicht aufgebracht. Darauf liegt der aktive magnetostruktive Rotor frei auf, wobei er durch eine Achse, die in den Elektromagneten eingeführt wird, zentriert wird. Der Rotor hat einen Durchmesser von 20 mm und besteht aus einem Titanblech. Dieses wurde auf eine Dicke von 100  $\mu\text{m}$  Dicke gefräst, wobei drei Zähne (Höhe 300  $\mu\text{m}$ ) stengelassen wurden. Unter der Nutzung von Schattenmasken wurden auf diesen Rotor vom Autor beidseitig 4,6  $\mu\text{m}$  dicke TbFe-Schichten (300 W, 190 V Bias) in drei Sektoren aufgebracht. Bei einer Frequenz von 2,86 kHz führt die Anregung durch ein Wechselfeld von 20 mT und ein Biasfeld von 40 mT zu einer Umdrehungsgeschwindigkeit des Rotors von 0,5 U/s. Das erzeugbare Drehmoment beträgt etwa

<sup>133</sup> Claeysen et al. 1998

1,6  $\mu\text{Nm}$ .<sup>134</sup> Vorversuche des Autors zur Abscheidung ungeglühter (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 500 Viellagenschichten auf den Ti-Rotor bestätigen das Funktionsprinzip des Motors. Zur Optimierung des rotierenden Ultraschallmotors wäre es allerdings notwendig, eine radiale Einstellung der Anisotropie in den Schichten durch eine besondere Magnetfeldglühung zu erreichen.

### 5.2.3 Drehmomentsensor

Für die vorliegende Arbeit wurden vom Autor Untersuchungen zur Realisierung eines auf einem Patent von Tyrén und Lord<sup>135</sup> beruhenden Kraft- bzw. Drehmomentsensors in Dünnschichttechnik durchgeführt. Als Funktionsschichten wurden einlagige  $\text{Co}_{80}\text{B}_{20}$ -Schichten (vgl. Kapitel 4.1.2) verwendet.

Aufgrund des inversen magnetostriktiven Effektes ist die Permeabilität  $\mu_r$  eines magnetostriktiven Materials durch eine äußere mechanische Spannung  $\sigma$  veränderbar:  $\mu_r = f(\sigma)$ . Tyrén und Lord schlagen vor, ein magnetostriktives Material in den Kern einer Spule zu bringen. Wird nun eine äußere mechanische Spannung angelegt, verändert das magnetostriktive Material seine Permeabilität. Diese Permeabilitätsänderung führt zu einer Änderung der Induktivität  $L$  der Spule:  $L=f(\mu_r)$ . Ist diese Spule Teil eines elektrischen Schwingkreises, führt die Induktivitätsänderung zu einer Änderung der Resonanzfrequenz  $f_R$  des Kreises, da

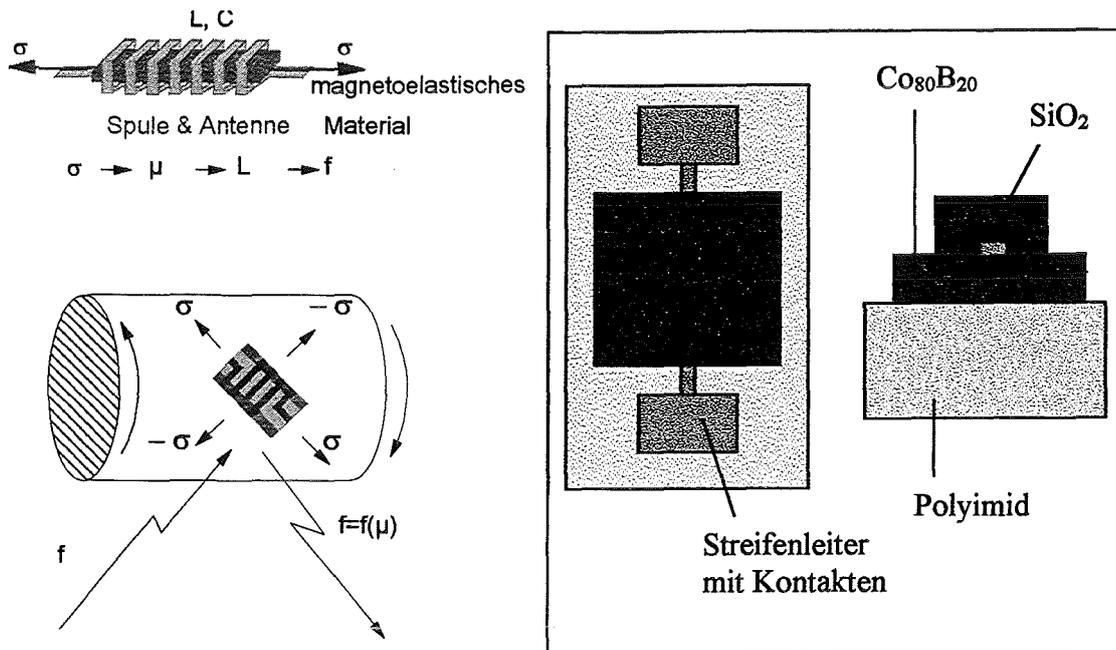
$$f_R = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{1}{LC}} \quad (44)$$

gilt, wobei  $C$  die im Schwingkreis enthaltene Kapazität bezeichnet. Wird nun die von der äußeren mechanischen Spannung abhängige Resonanzfrequenz des Schwingkreises über eine Funkverbindung ausgelesen, erhält man einen berührungslosen Sensor für Kraft- und Drehmomentmessungen.

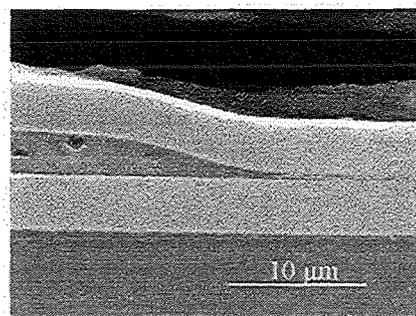
Für die Realisierung dieses Sensorkonzeptes in Dünnschichttechnik wurde ein sehr einfacher Aufbau gewählt (Abbildung 145). Auf einer Polyimidfolie wird eine erste magnetostriktive Schicht,  $\text{Co}_{80}\text{B}_{20}$ , abgeschieden. Nach einer  $\text{SiO}_2$ -Isolationsschicht wird die einfachste Form einer Spule, ein Streifenleiter, aus Cu oder Al abgeschieden. Nach einer weiteren  $\text{SiO}_2$ -Isolationsschicht wird als letzte Schicht wieder  $\text{Co}_{80}\text{B}_{20}$  abgeschieden. Alle Beschichtungen erfolgen unter Zuhilfenahme von lasergeschnittenen Schattenmasken. Abbildung 146 zeigt eine REM-Querschnittsaufnahme der Sensorstruktur.

<sup>134</sup> Claeysen et al. 1998

<sup>135</sup> Tyrén und Lord 1994



**Abbildung 145:** Links: schematische Darstellung des Sensors und des Sensorprinzips. Rechts: schematische Darstellung der Dünnschichtsensorstruktur auf Streifenleiterbasis, Draufsicht und Querschnitt.



**Abbildung 146:** REM-Aufnahme des Querschnittes eines Sensors. Die obere und untere Schicht ist jeweils  $\text{Co}_{80}\text{B}_{20}$  (4  $\mu\text{m}$ ), dazwischen befindet sich eine Al-Leiterbahn. Das Substrat ist Polyimid.

Die vom Verfasser durchgeführten Untersuchungen an den Sensorstrukturen ergeben, daß das den Streifenleiter umgebende magnetische Material zu einer Änderung der Induktivität des Streifenleiters führt.

Weiterhin ist es möglich, die Resonanzfrequenz der Strukturen über eine Funkverbindung auszulesen. Es wird eine Änderung der Resonanzfrequenz in Abhängigkeit der angelegten Zug- oder Druckspannung beobachtet.<sup>136</sup>

<sup>136</sup> Dr. C. Tyrén, Monaco, private Mitteilung 1999. C. Tyrén konnte die Änderung der Resonanzfrequenz aufgrund einer äußeren mechanischen Spannung an den vom Autor hergestellten Sensorstrukturen 1999 nachweisen.

## 6 Zusammenfassung und Ausblick

Die vorliegende Dissertation stellt einen Versuch dar, das Anwendungspotential dünner magnetostriktiver Schichten durch eine Optimierung ihrer Eigenschaften zu erweitern. Neben der Herstellung einlagiger magnetostriktiver Schichten durch das Magnetron-sputterverfahren wurde die Herstellung und Optimierung von hochmagnetostriktiven Viellagenschichtsystemen durchgeführt. Diese bestehen aus alternierenden Lagen von Schichten aus Seltenerdmetall-Übergangsmetall-Legierungen mit hochmagnetostriktiven Eigenschaften und ferromagnetischen Schichten, die eine hohe Magnetisierung und Magnetostriktion aufweisen. Insbesondere wurden die Systeme (TbFe/FeCo), (TbFe/FeCoBSi) und (TbFe/Fe) im Bereich der positiv magnetostriktiven Materialien untersucht, sowie (SmFe/CoB) und (SmFe/Ni) als Beispiele für negativ magnetostriktive Schichten.

Es wurden die Einflüsse der Herstellungs- und Nachbehandlungsbedingungen auf die strukturellen, mechanischen, magnetischen und magnetostriktiven Eigenschaften der Schichten untersucht. Bei Viellagenschichten wurden die Abhängigkeiten der Schichteigenschaften von den Lagendicken und den Lagendickenverhältnissen untersucht. Dabei zeigte sich, daß bei den Viellagenschichten eine Grenzlagendicke für die alternierenden Lagen besteht, oberhalb derer magnetische und magnetostriktive Anomalien auftreten, die eine Anwendung derartiger Schichten erschweren. Viellagenschichten, deren Lagendicken unterhalb der Grenzlagendicke liegen, zeigen ein für Anwendungen günstiges magnetostriktives Verhalten. Materialeigenschaften wie die Sättigungsmagnetisierung und der Sättigungswert des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten lassen sich durch Mischungsregeln vorhersagen. Bei Viellagenschichten mit TbFe-Lagen ist zu beachten, daß aufgrund der antiparallelen Kopplung der Lagen eine Kompensationszusammensetzung besteht, in deren Nähe die magnetostriktiven und magnetischen Eigenschaften nicht durch Mischungsregeln bestimmt werden können. Es zeigte sich, daß der Elastizitätsmodul der Viellagenschichten durch eine Variation des Lagendickenverhältnisses der alternierenden Lagen einstellbar ist.

Hinsichtlich der Anforderung an die Schichten eine hohe Magnetostriktion zu erzielen, wurden bei einlagigen Schichten die besten Resultate für Tb<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>-Schichten, die mit der Hochfrequenzsputtermethode (300 W) hergestellt wurden, erreicht. Diese Schichten haben bei  $\mu_0 H_{\text{ext}} = 0,6$  T einen magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten von ca. -36 MPa. Die Sättigungsfeldstärke  $\mu_0 H_S$  liegt jedoch bei Werten  $> 0,6$  T. Bei Viellagenschichten erzielen (7 nm TbFe / 9 nm FeCo) x 70 Viellagenschichten, die bei 250 bis 280°C (15 bis 45 min) gegläht wurden, die besten Werte: sie erreichen magnetoelastische Sättigungskopplungskoeffizienten von bis zu -27 MPa bei einer Sättigungsfeldstärke  $\mu_0 H_S$  von ca. 20 mT. Die Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_C$  beträgt dabei etwa 2 mT. Im Vergleich zu optimierten einlagigen Schichten zeigen diese Viellagenschichten - im Bereich der für die Mikrosystemtechnik interessanten niedrigen

Magnetfeldstärken - deutlich günstigere Werte, sowohl des Sättigungskopplungskoeffizienten als auch der Sättigungsfeldstärke. Eine weitere Reduzierung der Koerzitivfeldstärke  $\mu_0 H_C$  auf Werte  $< 1$  mT wird bei einer ungeglühten (7 nm TbFe / 20 nm FeCoBSi) x 70 Viellagenschicht erzielt, allerdings muß dabei eine Verminderung des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten in Kauf genommen werden.

Besonders wichtig im Hinblick auf eine Anwendung der Schichten ist es, eine Möglichkeit zu haben, uniaxiale Anisotropien gezielt zu induzieren. Durch eine Glühung in einem zur Probe definiert ausgerichteten Magnetfeld wurde dies für (TbFe/FeCo) x 70 Viellagenschichten nachgewiesen.

Der für die Kombination von Aktor- und Sensoreigenschaften in ein und demselben Material wichtige Magnetowiderstandseffekt wurde untersucht. (TbFe/FeCo)-Viellagenschichten zeigen einen gut meßbaren ( $\Delta R/R$  ca. 0,2%) und mit dem magnetostriktiven Effekt korrelierbaren Magnetowiderstandseffekt. Weiterhin zeigen die untersuchten Viellagenschichten einen  $\Delta E$ -Effekt, der sowohl für Aktor- als auch für Sensoranwendungen ausgenutzt werden kann.

Die zuvor dargestellten Ergebnisse im Bereich der Entwicklung dünner magnetostriktiver Schichten zeigen, daß das vorgestellte Viellagenkonzept eine gute Möglichkeit bietet, die Eigenschaften der Schichten für Anwendungen im Bereich der Mikrosystemtechnik maßzuschneidern. Eine weitere Optimierung der vorgestellten Viellagenschichten könnte erreicht werden, in dem Materialien für die alternierenden Lagen gefunden werden, die im Vergleich zu den bisher verwendeten Materialien höhere Werte der Sättigungsmagnetisierung und des magnetoelastischen Sättigungskopplungskoeffizienten besitzen und gleichzeitig weichmagnetisches Verhalten zeigen. Darüber hinaus wäre es günstig, wenn diese neuen Lagenmaterialien magnetisch parallel koppeln würden.  $Fe_{16}N_2$ -Schichten zeigen beispielsweise eine maximale Magnetisierung von 2,8 T.<sup>137</sup> Diese Eigenschaft wäre günstig, um die Sättigungsfeldstärke der Viellagenschichten weiter zu reduzieren. Allerdings ist der gleichzeitig benötigte hohe Wert des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten bei diesem Material wohl nicht gegeben. Weiterhin wäre die Herstellung von vollständig amorphen Viellagenschichten oder kristallisierten Viellagenschichten von großem Interesse. Bei den amorphen Schichten wäre ein weiter verbessertes weichmagnetisches Verhalten zu erwarten, bei den kristallisierten Schichten höhere Werte des magnetoelastischen Sättigungskopplungskoeffizienten. Jedoch zeigen Vorversuche, daß es bei beiden Schichttypen notwendig wäre, weitere Lagenmaterialien einzuführen um eine Diffusion zwischen den Lagen zu verhindern.

Ein interessanter Ausblick auf die Weiterentwicklung magnetostriktiver Schichten - insbesondere der vorgestellten Viellagenschichten in Richtung von "smart materials" - ist durch eine mögliche Kombination des magnetostriktiven Effektes mit dem GMR-

---

<sup>137</sup> Vgl. z.B. Sugita et al. 1994

Effekt<sup>138</sup>, dem Formgedächtniseffekt oder dem piezoelektrischen Effekt, gegeben. Es existieren ferromagnetische Formgedächtnislegierungen<sup>139</sup>, sogenannte Heuslerlegierungen und Kombinationen von piezoelektrischen Materialien mit magnetostriktiven Materialien, wie BaTiO<sub>3</sub>-CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Komposite.<sup>140</sup> Während sich im Falle der Kombinationen Formgedächtnis-Magnetostriktion und Piezoeffekt-Magnetostriktion eine Entwicklung von Legierungsschichten oder "Sandwich"-Schichten anbietet, ist bei den Kombinationen GMR-Magnetostriktion an eine Weiterführung des Viellagenkonzeptes zu denken.

Die vorgestellten Beispiele zu den potentiellen Anwendungen dünner magnetostriktiver Schichten als Aktoren und Sensoren bilden eine Basis für eine künftige Realisierung einer Gruppe von Mikrosystemtechnikprodukten, deren herausragende Eigenschaft - neben der Kombination unterschiedlicher Funktionen in einer Einheit - eine kontaktlose Ansteuerung und Auslesung sein wird.

---

<sup>138</sup> engl.: giant magnetoresistance, Riesenmagnetowiderstandseffekt

<sup>139</sup> Vgl. z.B. James und Wuttig 1996, Ullako et al. 1996

<sup>140</sup> Nan 1994

## 7 Literaturverzeichnis

- ARAI, K.I., HONDA, T. (1996): Micromagnetic actuators, in: *Robotica*, Vol. 14, S. 477-481.
- ARAI, K.I., HONDA, T., SUGAWARA, W., TAKEZAWA, M. (1995): Micro Magnetic-Sensors and Micro Magnetic-Actuators, in: *Technical Digest of the 13<sup>th</sup> Sensor Symposium*.
- ARAI, K.I., MURANAKA, C.S., YAMAGUCHI, M. (1994): A New Hybrid Device using Magnetostrictive Amorphous Films and Piezoelectric Substrates, in: *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 30, Nr. 2, S. 916-918.
- BETZ, J. (1997): *Magnétostriction géante de couches minces et microactionneurs magnétostrictif pour des technologies intégrées*, Dissertation, Universität Grenoble.
- BETZ, J., TRÉMOLET DE LACHEISSERIE, E. DU, BACZEWSKI, L.T. (1996): Magnetoelastic properties of nickel thin films, in: *Appl. Phys. Lett.* 68 (1), S. 132 - 133.
- BOLL, R. (1990): *Weichmagnetische Werkstoffe*, 4. Auflage, Vacuumschmelze GmbH, Hanau.
- BOZORTH, R.M. (1968): *Ferromagnetism*, D. Van Nostrand Company, Princeton, New Jersey.
- CHIKAZUMI, S. (1978): *Physics of Magnetism*, R.E. Krieger Publishing Company, Huntington, New York.
- CHOPRA, H.D., HUA, S.Z., LASHMORE, D.S., WUTTIG, M., SHULL, R.D., EGELHOFF, W.F., SWARTZENDRUBER, L.J. (1998): Magnetic domains in multilayers, single films, and nanocomposites, in: *European Microscopy and Analysis*, S. 27-29.
- CLAEYSSSEN, F., LHERMET, N., BETZ, J., MACKAY, K., GIVORD, D., QUANDT, E., KRONMÜLLER, H. (1998): Linear & rotating magnetostrictive micro-motors, in: *ACTUATOR 98, Conf. Proc.*, Messe Bremen GmbH, S. 372-375.
- CLAEYSSSEN, F., LHERMET, N., LE LETTY, R. (1994): State of the art in the field of magnetostrictive actuators, in: *ACTUATOR 94, Conf. Proc.*, Axon GmbH, Bremen, S. 203-209.
- CLARK, A.E., SAVAGE, H.T. (1975): Giant magnetically induced changes in the elastic moduli in  $Tb_{0.3}Dy_{0.7}Fe_2$ , *IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics*, SU-22, S. 50-52.
- CLARK, A.E. (1980): Magnetostrictive Rare Earth-Fe<sub>2</sub> Compunds, in: *Ferromagnetic materials*, Vol. 1, Wohlfarth, E.P. (Hrsg.), North Holland Publishing Company, Amsterdam, New York, Oxford, S. 531 - 589.
- DIRNE, F.W.A., TOLBOOM, J.A.M., WIT, H.J. DE, WITMER, C.H.M. (1990): Soft magnetic multilayers: The role of the magnetostriction, in: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 83, S. 499 - 401.
- DOHNOMAE, H., SHINJO, T., MOTOKAWA, M. (1991): Analysis of magnetization process in Fe/GdFe multilayers, in: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 93, S. 477 - 479.
- DOOLEY, J.A., LINDENSMITH, C.A., CHAVE, R.G., FULTZ, B., GRAETZ, J. (1998): Cryogenic magnetostrictive actuators: materials and applications, in: *ACTUATOR 98, Conf. Proc.*, Messe Bremen GmbH, S. 407-410.
- DUC, N.H., MACKAY, K., BETZ, J., GIVORD, D. (1996): Giant magnetostriction in amorphous  $(Tb_{1-x}Dy_x)(Fe_{0.45}Co_{0.55})_y$  films, in: *J. Appl. Phys.* 79 (2), S. 973- 976.
- FLIK, G., SCHNELL, M., SCHATZ, F., HIRSCHER, M., KRONMÜLLER, H. (1994): Giant magnetostrictive thin film transducers for microsystems, in: *ACTUATOR 94, Conf. Proc.*, Axon GmbH, Bremen, S. 232 - 235.
- FORESTER, D.W., VITTORIA, C., SCHELLENG, J., LUBITZ, P. (1978): , *J. Appl. Phys.* 49, S. 1966.
- GIBBS, M.R.J. (1995): Piezomagnetic control of Machines, in: *IEE Colloquium on Active Drives for Microengineering Applications*, London.
- GIBBS, M.R.J., SHEARWOOD, C., DANCASTER, J.L., FRERE, P.E.M., JACOBS-COOK, A.J. (1996): Piezomagnetic Tuning of a Micromachined Resonator, *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 32, Nr. 5, S. 4950-4952.

- GIVORD, D., BETZ, J., MACKAY, K., TOUSSAINT, J.C., VOIRON, J., WÜCHNER, S. (1996): Properties of rare-earth-transition-metal sandwich films, in: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 159, S. 71 - 79.
- GOODFELLOW (1995): Katalog 1995/96, Bad Nauheim
- GREENOUGH, R.D., REED, I.M., SCHULZE, M.P. (1995): Magnetostrictive actuators, in: *Advances in Actuators*, Dorey, A.P., Moore, J.H. (Hrsg.), IOP Publishing, Bristol.
- GRUNDY, P.J., LORD, D.G., WILLIAMS, P.I. (1994): Magnetostriction in TbDyFe thin films, in: *J. Appl. Phys.* 76 (10), S. 7003-7005.
- GRÜNBERG, P. (1995): Riesenmagnetowiderstand in magnetischen Schichtstrukturen, in: *Phys. Bl.* 51, Nr. 11, S. 1077-1081.
- HANDRICH, K., KOBE, S. (1980): *Amorphe Ferro- und Ferrimagnetika*, Physik Verlag, Weinheim.
- HANSEN, P., CLAUSEN, C., MUCH, G., ROSENKRANZ, M., WITTER, K. (1989): Magnetic and magneto-optical properties of rare-earth transition-metal alloys containing Gd, Tb, Fe, Co, in: *J. Appl. Phys.* 66 (2), S. 756-767.
- HAYASHI, Y., HONDA, T., ARAI, K.I., ISHIYAMA, K., YAMAGUCHI, M. (1993): Dependence of Magnetostriction of Sputtered Tb-Fe Films on Preparation Conditions, in: *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 29, Nr. 6, S. 3129-3131.
- HELLMAN, F., VAN DOVER, R.B., GYORGY, E.M. (1987): Unexpected unidirectional anisotropy in amorphous Tb-Fe/Ni-Fe-Mo bilayer films, in: *Appl. Phys. Lett.* 50 (5), S. 296-298.
- HERZER, G. (1991): Struktur und magnetische Eigenschaften nanokristalliner Werkstoffe, in: *Magnetwerkstoffe und Magnetsysteme*, Beiträge zu einem Symposium der Arbeitsgemeinschaft Magnetismus, Warlimont, H. (Hrsg.), DGM Verlag, Oberursel.
- HINZ, G., VOIGT, H. (1989): Magnetoelastic Sensors, in: *Sensors*, Vol. 5, Magnetic Sensors, Göpel, W., Hesse, J., Zemel, J.N. (Hrsg.), VCH Weinheim, S.97-152.
- HONDA, T., HAYASHI, Y., YAMAGUCHI, M., ARAI, K.I. (1994): Fabrication of Thin-Film Actuators Using Magnetostriction, in: *IEEE Translation Journal on Magnetics in Japan*, Vol. 9, Nr. 6, S. 27-31.
- HUANG, PRADOS, EVETTS, HERNANDO (1995): Giant magnetostriction of amorphous  $Tb_x Fe_{1-x}$  ( $0.10 < x < 0.45$ ) thin films and its correlation with perpendicular anisotropy, *Physical Review B*, Vol. 51, Nr. 1, S. 297-304.
- IGARI, T., ISHII, S., INOUE, M., FUJII, T. (1995): Magnetic and magnetoelastic properties of highly magnetostrictive amorphous films with TbFe-FeB-TbFe sandwich structure, in: *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, Vol. 360, S. 347-352.
- INOUE, M., FUJII, T., GIBBS, M.R.J. (1996): Improvement of low field magnetostriction of amorphous TbFe sputtered films by thermal annealing, in: *IEEE Transactions on Magnetics* Vol. 32, Nr. 5, S. 4758-4760.
- JAMES, R. D., WUTTIG, M. (1996): Alternative smart materials, in: *SPIE*, Vol. 2715, S. 420-426.
- JILES, D. (1991): *Introduction to Magnetism and Magnetic Materials*, Chapman & Hall, London, Weinheim, New York.
- JILES, D.C., THOELKE, J.B. (1991): Modelling of the combined effects of stress and anisotropy on the magnetostriction of  $Tb_{0.3}Dy_{0.7}Fe_2$ , in: *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 27, Nr. 6, S. 5352-5354.
- KABELITZ, H. (1994): *Entwicklung und Optimierung magnetoelastischer Sensoren und Aktoren*, Dissertation, TU Berlin.
- KIESEWETTER (1988): The application of Terfenol in Linear Motors, in: *Proceedings of 2<sup>nd</sup> International Conference on Giant Magnetostrictive and Amorphous Alloys for Sensors and Applications*, Kapitel 7, S. 15.
- KLIMKER, H., GEFEN, Y., ROSEN, M. (1985): Effect of Hydrostatic Pressure on the Elastic Properties of some Rare Earth-Iron Laves Phase Compounds, in: *J. Phys. Chem. Solids* 46, S. 157-163.
- KLOKHOLM, E. (1976): The measurement of Magnetostriction in Ferromagnetic Thin Films, in: *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 12, S. 819-821.

- KOENINGER, V., MATSUMURA, Y., UCHIDA, H.H., UCHIDA, H. (1994): Surface acoustic waves on thin films of giant magnetostrictive alloys, in: *Journal of Alloys and Compounds* 211/212, S. 581-584.
- KRONMÜLLER, H., LAMBECK, M. (1992): Magnetismus in Festkörpern, in: Bergmann Schaefer, Bd. 6, S. 715 -791.
- KURTH, C., SCHULTZ, L. (1992): Formation and magnetic properties of nanocrystalline mechanically alloyed Fe-Co, in: *J. Appl. Phys.* 71 (4), S. 1896-1900.
- LAFFORD, T.A., GIBBS, M.R.J., ZUBEREK, R., SHEARWOOD, C. (1994): Magnetostriction and magnetic properties of iron-cobalt alloys multilayered with silver, in: *J. Appl. Phys.* 76 (10), S. 6534-6536.
- LAFFORD, T.A., GIBBS, MRJ, SHEARWOOD, C. (1994): Magnetic, magnetostrictive and structural properties of iron-cobalt/silver multilayers, in: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 132, S. 89-94.
- LIM S. H., CHOI, Y.S., HAN, S.H., KIM, H.J., SHIMA, T., FUJIMORI, H. (1998): Magnetostriction of Sm-Fe and Sm-Fe-B thin films fabricated by RF magnetron sputtering, in: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 189, S. 1-7.
- LU, Y., NATHAN, A. (1997): Metglas thin film with as-deposited domain alignment for smart sensor and actuator applications, in: *Appl. Phys. Lett.* 70 (4), S. 526-528.
- LUDWIG, A. (1996): Hochmagnetostruktive Viellagenschichten, Diplomarbeit, Universität Karlsruhe und Forschungszentrum Karlsruhe.
- MARINERO, E.E., SPROKEL, G.S., NOTARYS, H. (1988): Magnetic exchange interactions in Fe/TbFe Bilayers, in: *MRS Proc.*, Vol. 103, S. 245-250.
- MCCURRIE, R.A. (1994): *Ferromagnetic Materials, Structure and Properties*, Academic Press, London, San Diego.
- MENCIK, J., MUNZ, D., QUANDT, E., WEPPELMANN, E.R., SWAIN, M.V. (1997): Determination of elastic modulus of thin layers using nanoindentation, in: *J. Mater. Res.*, Vol. 12, S. 2475 -2484.
- MENCIK, J., QUANDT, E., MUNZ, D. (1996): Elastic modulus of TbDyFe films - a comparison of nanoindentation and bending measurements, in: *Thin Solid Films* 287, S. 208 -213.
- MEYDAN, T. (1994): Application of amorphous materials to sensors, in: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 133, S. 525-532.
- MIYAZAKI, T., SAITO, T., FUJINO, Y. (1997): Magnetostrictive properties of sputtered binary Tb-Fe and pseudo-binary (Tb-Dy)-Fe alloy films, in: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 171, S. 320 -328.
- MODZELEWSKI, C., SAVAGE, H.T., KABACOFF, L.T., CLARK, A.E. (1981): Magnetomechanical coupling and permeability in transversely annealed Metglas 2605 alloys, in: *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 17, Nr. 6, S. 2837-2839.
- MOHRI, K. (1992): Sensormagnetics, in: *IEEE Translation Journal on Magnetics in Japan*, Vol. 7, Nr. 8, S. 654-664.
- NAN, C.-W. (1994): Magnetolectric effect in composites of piezoelectric and piezomagnetic phases, in: *Phys. Rev. B*, Vol. 50, Nr. 9, S. 6082-6088.
- NARITA, K., YAMASAKI, J., FUKUNAGA, H. (1980): Measurement of Saturation Magnetostriction of a Thin Amorphous Ribbon by Means of Small-Angle Magnetization Rotation, in: *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 16, Nr. 2, S. 435-439.
- O'HANDLEY, R.C., MENDELSON, L.I., NESBITT, E.A. (1976): New non-magnetostrictive metallic glass, in: *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 12, Nr. 6, S. 942-944.
- ORSIER, E., HIRAMOTO, T., BETZ, J., MACKAY, K., PEUZIN, J.C., GIVORD, D., GARNIER, A. (1996): IC Compatible contactless 2D scanning actuator based on magnetostrictive alloys, in: *Mecatronics '96*, Besancon, S. 537-540.
- OSIANDER, R., ECELBERGER, S.A., GIVENS, A.B., WICKENDEN, D.K., MURPHY, J.C., KISTENMACHER, T.J. (1996): A microelectromechanical-based magnetostrictive magnetometer, in: *Appl. Phys. Lett.* 69 (19), S. 2930-2931.

- QUANDT, E. (1994): Multitarget sputtering of high magnetostrictive Tb-Dy-Fe films, in: *J. Appl. Phys.* 75 (10), S. 5653-5655.
- QUANDT, E., CLARK, A.E. (1998): Giant magnetostrictive materials and applications, *ACTUATOR 98, Conf. Proc., Bremen*, S. 353-358.
- QUANDT, E., GERLACH, B., SEEMANN, K. (1994): Preparation and applications of magnetostrictive thin films, in: *J. Appl. Phys.* 76 (10), S. 7000-7002.
- QUANDT, E., SEEMANN, K. (1996): Magnetostrictive Thin Film Microflow Devices, in: *Micro System Technologies 96*, Reichl, H., Heuberger, A. (Hrsg.), VDI-Verlag, Berlin, S. 451-456.
- QUANDT, E., HOLLECK, H. (1998): Transducer and protective PVD-films for applications in microsystem components, in: *Microsystem Technologies 5*, S. 49-58.
- RENGARAJAN, S., YUN, E.J., KANG, W.S., WALSER, R.M. (1997): Effect of intermixing on the magnetic properties of  $\text{Co}_{50}\text{Fe}_{50}/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  multilayers, in: *J. Appl. Phys.* 81 (8), S. 4761-4763.
- SCHATZ, F., HIRSCHER, M., SCHNELL, M., FLIK, G., KRONMÜLLER, H. (1994): Magnetic anisotropy and giant magnetostriction of amorphous TbDyFe films, in: *J. Appl. Phys.* 76 (9), S. 5380-5382.
- SEEMANN, K.M. (1997): Entwicklung einer magnetostruktiven Dünnschicht-Mikromembranpumpe, Dissertation, Forschungszentrum Karlsruhe, Wissenschaftliche Berichte FZKA 5969.
- SENDA, M. (1992): Permeability Measurement of Soft Magnetic Films at High Frequency and Multilayering Effect, in: *Journal of the magnetics society of Japan*, Vol. 16, Nr. 2, S. 425-430.
- SENDA, M., ISHII, O. (1993): A Study of the High-Frequency Magnetic Properties of  $\text{CoZrNb}/\text{SiO}_2$  Multilayer Films, in: *Journal of the magnetics society of Japan*, Vol. 17, Nr. 2, S. 489-492.
- SENDA, M., ISHII, O. (1994): High-Frequency Magnetic Properties of  $\text{CoFe}/\text{SiO}_2$  Multilayer Films with the Inverse magnetostrictive Effect, in: *IEEE Transactions on Magnetism*, Vol. 30, Nr. 1, S. 155-158.
- SENDA, M., ISHII, O., MICHIKAMI, O. (1993): High frequency measurement technique for patterned soft magnetic film permeability with magnetic film/conductor/magnetic film inductance line, in: *Rev. Sci. Instrum.* 64 (4), S. 1034-1037.
- SEREDKIN, V.A., FROLOV, G.I., YAKOVCHUK, V.Y. (1983): Unidirectional magnetic anisotropy in a multilayer  $\text{NiFe-TbFe}$  film structure, in: *Sov. Tech. Phys. Lett.* 9 (12), S. 621-622.
- SHAH, S.I. (1995): Sputtering: Introduction and General Discussion, in: *Handbook of Thin Film Process Technology*, Glocker, D.A., Shah, S.I. (Hrsg.), IOP Publishing, Bristol, Philadelphia.
- SHAN, Z.S., SELLMYER, D.J. (1996): Nanoscale Rare Earth-Transition Metal Multilayers: Magnetic Structure and Properties, in: *Handbook on the Physics and Chemistry of Rare Earths*, Vol. 22, Gscheidner, K.A., Eyring, L. (Hrsg.), Elsevier.
- SHIMA, T., YOKOYAMA, H., FUJIMORI, H. (1997): Magnetostriction and magnetic properties of Sm-Fe-B and Tb-Fe-B thin films and multilayers, in: *J. Alloys and Compounds* 258, S. 149-154.
- SPELIOTIS, A., KALOGIROU, O., NIARCHOS, D. (1997): Magnetostrictive properties of amorphous and partially crystalline TbDyFe thin films, in: *J. Appl. Phys.* 81 (8), S. 5696-5698.
- SU, Q., ZHENG, Y., ROYTBURD, A., WUTTIG, M. (1995): Substrate stress controlled magnetic domains in amorphous Terfenol-D films, in: *Appl. Phys. Lett.* 66 (18), S. 2424-2426.
- SUGITA, Y., TAKAHASHI, H., KOMURO, M., MITSUOKA, K., SAKUMA, A. (1994): Magnetic and Mössbauer studies of single-crystal  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  and Fe-N Martensite films epitaxially grown by molecular beam epitaxy (invited), in: *J. Appl. Phys.* 76 (10), S. 6637-6641.
- TAGAKI, H., TSUNASHIMA, S., UCHIYAMA, S., FUJII, T. (1979): Magnetostriction of Amorphous Gd-Fe and Tb-Fe Sputtered Films, in: *Jpn. J. Appl. Phys.* 18, S. 399-400.
- THOMAS, A.P., GIBBS, M.R.J. (1992): Anisotropy and magnetostriction in metallic glasses, in: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 103, S. 97-110.
- THORNTON, J.A. (1977): High Rate Thick Film Growth, in: *Ann. Rev. Mater. Sci.* 7, S. 239-260.
- TRÉMOLET DE LACHEISSERIE, E. DU (1993): Magnetostriction, Theory and Applications of Magnetoelasticity, CRC Press, Boca Raton, Ann Arbor, London, Tokyo.

- TRÉMOLET DE LACHEISSERIE, E. DU, PEUZIN, J.C. (1994): Magnetostriction and internal stresses in thin films: the cantilever method revisited, in: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 136, S. 189-196.
- TSUNSHIMA, S. (1996): Magneto-optical applications of magnetic multilayers, in: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 156, S. 283-286.
- TYRÉN, C.H., LORD, G. (1994): Magnetoelastic stress sensor, US-Patent Nr. 5,297,439.
- ULLAKO, K., YAKOVENKO, P.G., GAVRILJUK, V.G. (1996): New developments in actuator materials as reflected in magnetically controlled shape memory alloys and high-strength shape memory steels, in: *SPIE*, Vol. 2715, S. 42-50.
- VRANISH, J.M., NAIK, D.P., RESTORFF, J.B., TETER, J.P. (1991): Magnetostrictive direct drive rotary motor development, in: *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 27, Nr. 6, S. 5355-5357.
- WEBB, D.C., FORESTER, D.W., GANGULY, A.K., VITTORIA, C. (1979): Applications of amorphous magnetic-layers in surface-acoustic-wave devices, in: *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 15, Nr. 6, S. 1410-1415.
- WEISENSEL, G.N., HANSEN, T.T., HRBEK, W.D. (1998): High power ultrasonic TERFENOL-D transducers enable commercial applications, *SPIE*, Vol. 3326, S. 450-458.
- WILLIAMS, P.I., GRUNDY, P.J. (1994): Magnetic and magnetostrictive properties of amorphous rare earth-transition metal alloy films, in: *J. Phys. D: Appl. Phys.* 27, S. 897.
- WINZEK, B., HIRSCHER, H., KRONMÜLLER, H. (1999): Crystallization of sputter-deposited giant-magnetostrictive TbDyFeM (M=Mo,Zr) films and multilayers, in: *Journal of Alloys and Compounds*, 283, S. 78-82.

### Eigene Veröffentlichungen

Teilaspekte der vorliegenden Arbeit wurden vom Autor bereits in Fachzeitschriften und Tagungsbänden veröffentlicht und/oder auf Tagungen vorgestellt:

- QUANDT, E., LUDWIG, A., BETZ, J., MACKAY, K., GIVORD, D. (1997): Giant Magnetostrictive Spring Magnet Type Multilayers, in: *J. Appl. Phys.* 81, S. 5420-5422.
- QUANDT, E., LUDWIG, A., MENCİK, J., NOLD, E. (1997): Giant Magnetostrictive TbFe/Fe Multilayers, in: *Journal of Alloys and Compounds* 258, S. 133-137.
- QUANDT, E., LUDWIG, A. (1997): Giant magnetostrictive multilayer thin film transducers, in: *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* 459, S. 565-570.
- QUANDT, E., LUDWIG, A., SEEMANN, K. (1997): Giant Magnetostrictive Multilayers for Thin Film Actuators, in: *Proc. Transducers'97, Chicago 1997*, S. 1089-1092.
- LUDWIG, A., QUANDT, E., SEEMANN, K. (1997): Novel Low-field Giant Magnetostrictive Multilayers, in: *Proc. Micro Mat '97, Berlin, 16.-18.4.1997*, S. 945-948.
- QUANDT, E., LUDWIG, A., LORD, D.G., FAUNCE, C.A. (1998): Magnetic Properties and Microstructure of Giant Magnetostrictive TbFe/FeCo Multilayers, in: *J. Appl. Phys.* 83, S. 7267-7269.
- PFLEGING, W., LUDWIG, A., QUANDT, E. (1998): Fabrication of a magnetostrictive membran-type micropump by means of magnetron sputtering and laser assisted Si-micromachining, in: *ACTUATOR 98, Conf. Proc., Messe Bremen*, S. 379-382.
- LUDWIG, A., QUANDT, E. (1998): Giant Magnetostrictive Multilayers for Thin Film Actuators, in: *ACTUATOR 98, Conf. Proc., Messe Bremen*, S. 384-387.

- LUDWIG, A., QUANDT, E., MENCIK, J. (1998): Giant magnetostriction in TbFe/FeCo multilayers, in: Materials Science Forum, Vol 287-288, S. 509-512.
- BETZ, J., LUDWIG, A. QUANDT, E. (1998): Investigation of magnetostrictive multilayers for use as actuator materials in microsystems, in: Proc. 15<sup>th</sup> International Workshop on Rare Earth Magnets and their Applications, Dresden 1998, S. 1077-1086.
- QUANDT, E., LUDWIG, A. (1999): Giant Magnetostrictive Multilayers, J. Appl. Phys. 85 (8), S. 6232-6237.
- CHOPRA, H.D., LUDWIG, A. QUANDT, E., HUA, S.Z., BROWN, H.J., SWARTZENDRUBER, L.J., WUTTIG, M. (1999): Magnetic Mesostructure of Giant Magnetostrictive Spring Magnet Type Multilayers, in: J. Appl. Phys. 85 (8), S. 6238-6240.
- QUANDT, E., LUDWIG, A.: Magnetostrictive Actuation in Microsystems, Sensors and Actuator (im Druck).

## 8 Verzeichnis der Symbole und Abkürzungen

A	Austauschkonstante
$A_p$	projizierte Fläche
$\alpha$	Auslenkungswinkel
$\alpha_{F,S}$	thermischer Ausdehnungskoeffizient der Schicht, des Substrates
$\alpha_i$	Richtungskosinusse
b	magnetoelastischer Kopplungskoeffizient
B	magnetische Induktion
c	chemische Zusammensetzung
C	Kapazität
d	Schichtdicke
$d_{diff}$	Dicke der Interdiffusionszone
$d_K$	Korngröße
$d_S$	Substratdicke
$d_{Sputter}$	Sputtertiefe bei AES-Tiefenprofilen
$\delta$	Dicke einer Domänenwand
$\Delta E$	Größe des $\Delta E$ -Effekts
E	Elastizitätsmodul
$E_A$	Austauschenergie
$E_F$	Elastizitätsmodul der Schicht
$E_H$	magnetostatische Energie
$E_i$	Elastizitätsmodul des Indenters
$E_K$	Anisotropieenergie
$E_{me}$	magnetoelastische Energie
$E_{tot}$	freie Energie
$E_S$	Streifeldenergie
$E_{Sätt}$	Elastizitätsmodul in der magnetischen Sättigung
$E^*$	kombinierter Elastizitätsmodul von Indenter und Probe
$\varepsilon$	Dehnung
$f_R$	Resonanzfrequenz
$f_w$	Wirbelstromgrenzfrequenz
$H_A$	Anisotropiefeldstärke
$H_C$	Koerzitivfeldstärke
$H_{ext}$	externe Magnetfeldstärke
$H_S$	Sättigungsfeldstärke
$H_{ST}$	magnetisches Streufeld
$H_{SF}$	kritische Feldstärke
I	Intensität bei Röntgenbeugungsmessungen
J	magnetische Polarisation
K	Anisotropiekonstante
$K_{1,2}$	kubische Anisotropiekonstanten
$K_{ul,2}$	uniaxiale Anisotropiekonstanten
$K_o$	richtungsgeordnete Anisotropiekonstante

$K_G$	spannungsinduzierte Anisotropiekonstante
$k_{33}$	magnetomechanischer Kopplungskoeffizient
$l_{Diff}$	Interdiffusionslänge
$L$	Induktivität
$l$	Abstand Probe PSD
$L_{ex}$	ferromagnetische Austauschlänge
$L_M$	Modulationslänge
$l_S$	Substratlänge
$\lambda$	Magnetostriktion
$\lambda_{dyn}$	dynamische Magnetostriktion
$\lambda_S$	Sättigungsmagnetostriktion
$\lambda_{  , \perp}$	Magnetostriktion in den Meßrichtungen parallel bzw. senkrecht
$\lambda_{100,111}$	Sättigungsmagnetostriktion in der (100) bzw. (111) Richtung
$d\lambda/dH$	magnetostriktive Suszeptibilität
$M$	Magnetisierung
$M_R$	Remanenzmagnetisierung
$M_S$	Sättigungsmagnetisierung
$\mu_i$	Anfangspermeabilität
$\mu_0$	magnetische Feldkonstante
$\mu_{max}$	maximale Permeabilität
$\mu_r$	Permeabilität
$\mu'$	Realteil der komplexen Permeabilität
$n$	Anzahl der Doppellagen in einer Viellagenschicht
$N$	entmagnetisierender Faktor
$P$	Last beim Nanoindentationsversuch
$\rho$	spezifischer elektrischer Widerstand
$\sigma$	Spannung, Eigenspannung
$\sigma_{int}$	intrinsische Eigenspannung
$\sigma_{therm}$	thermische Eigenspannung
$T$	Temperatur
$T_C$	Curietemperatur
$T_{Gl}$	Glühtemperatur
$t_{Gl}$	Glühzeit
$T_{RT}$	Raumtemperatur
$t_{Sputter}$	Sputterzeit bei AES-Tiefenprofilen
$U$	elektrische Spannung
$U_{Bias}$	Biasspannung
$w$	Auslenkung beim Nanoindentationsversuch
$W_H$	Hystereseverlust
$\chi$	Suszeptibilität
$\chi_i$	Anfangssuszeptibilität
$x$	Schichtdickenverhältnis
$x_{1,2}$	Lagendicken in Viellagenschichten
$z$	Auslenkung