

**Abteilung**

**SF2    Magnetismus**



Die Forschung der Abteilung Magnetismus steht unter der zentralen Zielsetzung, Beiträge zum fundamentalen Verständnis des Wechselspiels zwischen der Struktur und den magnetischen Eigenschaften und Wechselwirkungen in verschiedenen Arten von Materialien zu leisten. Die Forschungsarbeiten sind in zwei Gebiete, **Volumenmagnetismus** und **Magnetismus dünner Schichten**, gegliedert. Der Bogen der untersuchten Systeme ist dabei weit gespannt: er erstreckt sich von magnetischen Modellsystemen über den Magnetismus von implantierten Übergangsmetall-Ionen in Festkörpern bis hin zu den auch technologisch interessanten molekularen Magneten und den dünnen magnetischen Schichten. Eine Spezialität der Abteilung ist die Untersuchung des Kernmagnetismus in Metallen und festem  $^3\text{He}$  bei Temperaturen im sub-mK-Bereich. An Methoden werden hauptsächlich eingesetzt:

- Neutronenstreuung am Forschungsreaktor BER II
- Nukleare Sondenmethoden am Ionenbeschleunigerlabor ISL
- Streuung von Synchrotronstrahlung am Speicherring BESSY

Jede der drei Sonden – Neutronen-, Ionen- und Synchrotronstrahlen – bietet einen zu den jeweils anderen Sonden komplementären Zugang zur Erforschung des Magnetismus.

Neben der Forschung mit diesen Sonden betreiben die Mitarbeiter der Abteilung in starkem Maße auch methodische und instrumentelle Entwicklungen zur Nutzung der Sonden. Insbesondere sind sie in Weiterentwicklung und Bau von Neutronenstreugeräten am BER II und in die Betreuung von Meßgästen an diesen Instrumenten eingebunden. Diese Aufgaben werden im Rahmen des Berliner Neutronenstreuencentrums (BENSC) durchgeführt. Neu hinzugekommen ist der Bau von Meßplätzen für Synchrotronstrahlung am Speicherring BESSY, an denen in Zukunft ebenfalls Gäste betreut werden. Diese **BENSC-Aktivitäten** und **BESSY-Aktivitäten** nehmen den überwiegenden Teil der Arbeitskraft der Mitarbeiter der Abteilung Magnetismus in Anspruch.

## Volumenmagnetismus

### Magnetische Modellsysteme und molekularer Magnetismus

*Untersuchungen von räumlichen und zeitlichen Fluktuationen in magnetischen Systemen durch elastische und inelastische Neutronenstreuung und zukünftig auch durch magnetische Röntgenstreuung bei BESSY. Bearbeitet werden u.a. frustrierte magnetische Spinstrukturen, magnetische Phasenübergänge und im Hinblick auf die ausgeprägte resonante Streuung der Röntgenstrahlung magnetische Strukturen von Lanthanid- und Uranverbindungen. Stärkeres Gewicht erhält in Zukunft die Untersuchung molekularer Magnete. Sie bestehen durch eine Vielfalt von Eigenschaften, die durch chemische Modifikation beeinflussbar sind. Dabei nehmen die rein organischen, magnetisch ordnenden Systeme – die keine Übergangsmetalle enthalten – eine Sonderrolle ein. Begleitende kristallographische Untersuchungen (Strukturbestimmungen, strukturelle Phasenübergänge und Anregungen) werden mit Neutronenstreuung, Laborröntgenmethoden und in Zukunft auch mit Synchrotronstrahlung an BESSY durchgeführt.*

Der Mischkristall  $\text{Mn}_{0.88}\text{Fe}_{0.12}\text{WO}_4$  zeigt eine sehr interessante, ungewöhnliche magnetische Ordnung, die durch die Konkurrenz der unterschiedlichen magnetischen Strukturen der reinen Substanzen  $\text{MnWO}_4$  und  $\text{FeWO}_4$  geprägt ist. Es gelang der Nachweis, daß in der „Hochtemperaturphase“ die dominante inkommensurable magnetische Struktur von  $\text{MnWO}_4$  homogen von  $\text{FeWO}_4$ -artigen magnetischen Clustern großer Korrelationslänge auf einem verdünnten 3-dimensionalen Gitter der (Mn,Fe)-Plätze durchwachsen ist. In der magnetischen „Tief-temperaturphase“ dominiert die kommensurable

$\text{MnWO}_4$ -artige Struktur. Wiederum werden Reflexe beobachtet, die mit der magnetischen Zelle der  $\text{FeWO}_4$  Struktur indizierbar, in ihren Intensitäten jedoch nicht mit einer Beugung an einer geordneten Struktur von lokalen Momenten an den (Mn,Fe)-Plätzen erklärbar sind.

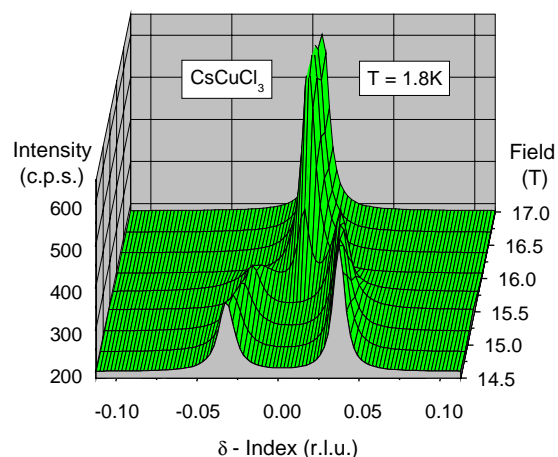


Abb. 1: Phasenübergang von einer inkommensurablen zu einer kommensurablen magnetischen Struktur für  $B > 16 \text{ T}$  (!) in  $\text{CsCuCl}_3$ , verdeutlicht am Verschwinden der Aufspaltung des magnetischen  $(1/3 \ 1/3 \ 0 \pm \delta)$ -Reflexes.

Der hexagonale Antiferromagnet  $\text{CsCuCl}_3$  zeigt ein außergewöhnlich stark durch Quanten- und thermische Fluktuationen bestimmtes magnetisches Verhalten. Durch die Verfügbarkeit des Hochfeld-Kryomagneten mit Dy-Booster konnten die Untersuchungen an der feldabhängigen magnetischen Struktur bei tiefen Temperaturen auf 17 T ausge-

dehnt werden. Hierbei wurde ein theoretisch vorhergesagter Phasenübergang des Typs inkommensurabel – kommensurabel identifiziert (siehe Abb. 1). Zur Erweiterung dieser Thematik durch vergleichende Messungen an strukturell ähnlichen Substanzen wurde vorbereitend die magnetische Struktur von  $\text{RbCuCl}_3$  durch Neutronendiffraktion bestimmt.

Die Spindichteverteilung eines organischen Systems, basierend auf dem Nitronyl-Nitroxid-Radikal wurde mit polarisierten Neutronen kartiert (siehe Abb. 2, Messung am ILL). Allerdings ergab die Auswertung keine eindeutigen Aussagen über die mikroskopische Ursache des ferromagnetischen Wechselwirkungspfad. Das Studium der magnetisch geordneten Struktur unterhalb 0.3 K wurden am E4 durch Messungen im Magnetfeld abgeschlossen.

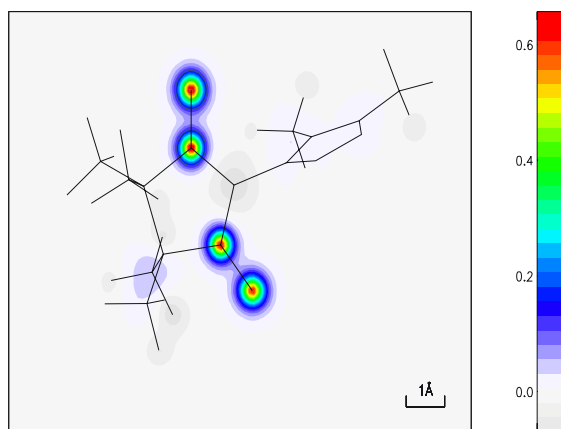


Abb. 2: Spindichteverteilung in der organischen Verbindung 4,5-dimethyl-1,2,4-triazol-nitronyl-nitroxid, gemessen am ILL (D3).

#### Weitere Ergebnisse

Bei den Übergangsmetallkomplexen wurde eine neue Kooperation mit Chemikern begonnen (J. Li, Rutgers Univ.). Damit wurden die Untersuchungen erfolgreich auf neue Liganden (oxalat, bipyridin) und zweidimensionale Netzwerke erweitert. Für die Verbindungen  $\text{Co}(\text{ox})(\text{bpy})$  und  $\text{Co}/\text{NiCl}_2(\text{bpy})$  wurden die Kristallstrukturen und magnetischen Strukturen bestimmt. Erstere zeigt einen kristallographischen Phasenübergang bei 290 K, der eingehend studiert wurde.

Mit der Bestimmung der magnetischen Strukturen von  $\text{PrFe}_2\text{P}_2$ ,  $\text{TbFe}_2\text{Al}_{10}$ ,  $\text{DyFe}_2\text{Al}_{12}$ ,  $\text{HoMoC}_2$  und  $\text{ErMoC}_2$  wurden die Forschungen zum magnetischen Verhalten ternärer intermetallischer Phosphide, Carbide und Aluminide fortgesetzt.

Die magnetische Ordnung von  $\text{UNiGe}$  wurde durch Neutronendiffraktion in hohen Magnetfeldern untersucht. Es konnte nachgewiesen werden, daß in der erzwungenen ferromagnetischen Phase (metamagnetisches Verhalten) eine ungewöhnliche verkantete magnetische Struktur mit antiferromagnetischer Komponente vorliegt. (Prokeš)

Für die Verbindungsreihe  $\text{La}_{1-x}\text{Y}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$  wurde das magnetische  $x$ - $T$ -Phasendiagramm bestimmt. In diesem System ist die Gitterkonstante eine Funktion des Yttriumgehaltes  $x$ , der damit einen „chemischen Druck“ darstellt. In Abhängigkeit von  $x$  sind diese Verbindungen entweder antiferro- ( $x > 0.25$ ) oder -

ferromagnetisch ( $x < \sim 0.15$ ). Wir konnten auch erstmals eine Umwandlung von Ferro- nach Antiferromagnetismus an reinem  $\text{LaMn}_2\text{Si}_2$  durch Anlegen von hydrostatischem Druck nachweisen.

Ein Ni-haltiger Zeolith wurde synthetisiert und mit Röntgenbeugung und SQUID-Magnetometrie charakterisiert. Die SQUID-Messungen weisen auf magnetische Ordnung hin.

N. Stüßer, R. Feyerherm, F. Kubanek, K. Prokeš, J. Klenke, D. Toebbens, A. Loose, S. Danilkin, M. Hofmann, U. Schotte, M. Meschke, A. Hoser, K.D. Schotte

## Magnetismus von Kernspinsystemen

*Untersuchung der Kernspinordnung bei tiefsten Temperaturen durch Neutronenbeugung.*

Das kondensierte Isotop  $^3\text{He}$  ist ein System aus Fermionen mit Spin  $I = 1/2$ , an dem abhängig von Druck und Temperatur eine Vielzahl physikalischer Phänomene beobachtet wird. Eingebettet in ein komplexes Zustandsdiagramm aus Flüssigkeit und Festkörper finden sich weitere kooperative Ordnungsphänomene. Sie reichen von den suprafluiden flüssigen Phasen bis zur Beobachtung magnetischer Ordnung im festen  $^3\text{He}$ . Die geringe Masse des  $^3\text{He}$  führt zu großen Nullpunktschwingungen. Eine Konsequenz ist, daß die Flüssigkeit erst unter hohem Druck die feste bcc - Phase bildet, bei weiterer Erhöhung des Druckes findet ein Übergang in die hcp - Struktur statt. Die hohe Delokalisierung der Kerne hat zur Folge, daß die Atome mit hoher Wahrscheinlichkeit ihre Plätze tauschen. Diese Prozesse, an denen 2, 3, und auch mehr Teilchen teilnehmen können, dominieren auch das magnetische Verhalten: Sie führen zu einer direkten, magnetischen Austauschwechselwirkung die bei etwa 1 mk auch magnetische Ordnung hervorruft. Das feste  $^3\text{He}$  ist das einzige System mit solch einem direkten Austausch und deswegen ein magnetisches Modellsystem mit zentraler Bedeutung.

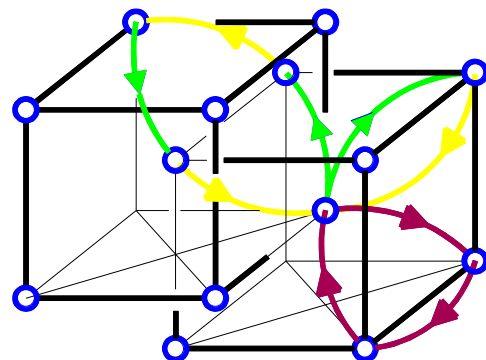


Abb. 1: Platzwechsel mit gerader Teilchenzahl führen zu antiferromagnetischer, ungerade Teilchenzahl zu ferromagnetischer Kopplung. Dominant sind Austauschprozesse mit 3 und 4 Teilchen.

In der bcc-Struktur werden 2 antiferromagnetische Phasen erwartet. In der hcp-Modifikation sollte der

Platzwechsel von drei Teilchen dominieren und zu ferromagnetischer Ordnung führen.

Trotz der extrem hohen Neutronenabsorption von  $^3\text{He}$  sollten Diffraktionsexperimente durchführbar sein und analog zu den bisher durchgeführten Kernordnungsexperimenten an Cu und Ag neue, grundlegende Erkenntnisse ergeben. Um dies zu erreichen, wird am ehemaligen Meßplatz E7 ein neues Spektrometer installiert. Das neue Gerät konnte im Berichtsjahr weitgehend fertiggestellt werden und wird bei einer Wellenlänge von 1.5 Å arbeiten. Es ist nach unserer Machbarkeitsstudie optimiert für die Messungen an  $^3\text{He}$  und die kombinierten Anforderungen aus der Neutronenstreuung, der Kryo- und Hochdrucktechnik in diesem Experiment. Für die Druckzelle wurde ein neuartiger Wärmetauscher entwickelt, der aus Pt – nano Teilchen besteht.

An dem frustrierten Antiferromagneten  $\text{K}_2\text{IrCl}_6$  konnten die mit Polarisationsanalyse gewonnenen Neutronendaten interpretiert werden: Die antiferromagnetische Struktur der Nullfeldphase erfährt durch ein externes Feld eine Strukturänderung. Erstaunlich ist, daß diese Phasenumwandlung nicht mit den bekannten Wechselwirkungen in dieser Substanz verstanden werden kann. Dagegen wird der Phasenübergang verständlich, wenn eine bi-quadratische Austauschwechselwirkung angenommen wird. Ursache einer solchen Wechselwirkung können in dieser Substanz nur thermische oder

Quantenfluktuationen sein. Die Interpretation wird gestützt durch unsere Monte Carlo Rechnungen, die auch im Einklang mit vorhandenen, aber experimentell bisher nicht verifizierten theoretischen Überlegungen sind.

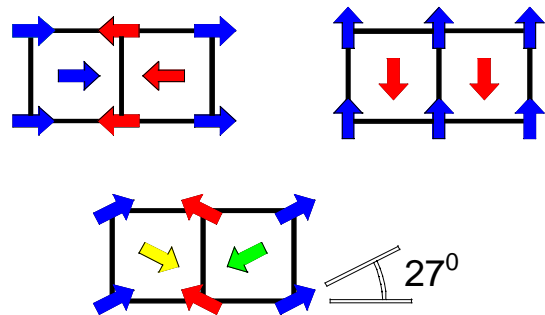


Abb. 2: Die experimentellen Daten lassen einmal die Interpretation zu, dass die Nullfeldstruktur (schematisch im linken, oberen Bild) durch das senkrecht anliegende Feld in die rechts gezeigte Anordnung der Momente übergeht. Unsere Daten zeigen aber, daß die unten abgebildete gezeigte Struktur auftritt, die eine Mischung der vorhergehenden Strukturen ist.

K. Siemensmeyer, P. Smeibidl, I. Batko, V. Boyko, S. Matas, M. Meschke, S. Schöttl

## Magnetismus dünner Schichten

### Neue magnetische Systeme: Übergangsmetallionen in Festkörpern und dünnen Schichtsystemen

Das Projekt gliedert sich in zwei komplementäre Teile, die beide in Kooperation mit der Gruppe Prof. Brewer et al. (FU Berlin) durchgeführt werden.

- Studium magnetischer Wechselwirkungen und lokaler Gitterstrukturen in verdünnten Legierungen und Spinglassystemen mit nuklearen Sondenmethoden am Schwerionenbeschleuniger des ISL und mittels SQUID-Magnetometrie.
- Untersuchung magnetischer und struktureller Eigenschaften von ultradünnen Schichtsystemen, insbesondere Exchange-Bias-Systemen, mittels Neutronenreflektometrie, SQUID, LEED, Auger, Tieftemperatur-Kernorientierung, Röntgenbeugung und Rastertunnel-Mikroskopie.

#### a1) Magnetismus und Gitterplatzbesetzung auf Zwischengitterplätzen

Unter Anwendung der zeitaufgelösten gestörten Winkelverteilung (TDPAD) und des In-Beam Mössbauer-effektes, beide nach Rückstoss-Implantation, konnte Magnetismus von Fe-Ionen auf Zwischengitterplätzen in Ca, Sr, Ba, Hg, Yb und Eu beobachtet werden. Sogar das 4d Ion, Mo, zeigt Magnetismus auf interstitiellen (und substitutionellen) Plätzen in Ca, Sr, Ba, Eu und Yb. Die parallel dazu durchgeführten (in Zusammenarbeit mit S. Frotapessoa et al.) theoretischen Berechnungen über

das Vorkommen lokaler magnetischer Momente mit lokalen Spindichte-Methoden stimmen für fast alle Fälle mit den experimentellen Befunden überein. Diese neuen magnetischen Systeme mit ihren extremen Bedingungen stellen einen kritischen Test theoretischer Ansätze dar. Derartige Experimente erbringen Aussagen über Magnetismus, über lokale elektronische und Gitterstrukturen und über die Amplituden der Besetzung der Sondenatome auf interstitiellen und substitutionellen Gitterplätzen als Funktion der Wirte und der Art des Sondenatoms.

Gleichermassen unerwartet und interessant ist die Beobachtung temperaturgetriebener Gitterplatz-Wechsel zwischen interstitiellen Plätzen für Fe und Mo in Ba und in Eu und zwischen interstitiellen und substitutionellen Plätzen für Sc in Cs.

#### a2) Existenz und Stabilität spingekoppelter Paare in Au basierten Spingläsern

Mit Hilfe der mikroskopischen TDPAD Methode wurde beobachtet, dass implantierte Fe Ionen in  $\text{Au}_{1-x}\text{Cr}_x$  und  $\text{Au}_{1-x}\text{V}_x$  Spinglassystemen bei niedrigen Cr bzw. V Konzentrationen zwei klar aufgelöste Frequenzen zeigen. Konsistent mit theoretischen Rechnungen führt die Interpretation auf die Existenz von quantenmechanisch stark antiferromagnetisch gekoppelten Fe-Cr bzw. Fe-V Paaren, die in beiden Fällen bis mindestens 400 K stabil bleiben. Durch einen Fe Nachbar wird die Kondotemperatur von V Fremdatomen im Au drastisch reduziert.

### b1) Kopplung an ferro-/antiferromagnetischen Grenzflächen, Exchange Bias Systeme

Fortgesetzt wurden die Arbeiten über magnetische Kopplungen und Anisotropien in den technologisch interessanten Exchange-Bias-Systemen, bestehend aus ferromagn. und angrenzenden antiferromagn. Schichten. Mit speziell präparierten, auf wasserstoffpassivierten Si(111) Substraten aufgewachsenen Co/CoO Schichten gelang es, ein System mit Modellcharakter für Exchange Bias Systeme zu entwickeln und umfassend zu charakterisieren. Im magnetischen Verhalten zeichnet sich das System durch einen sehr starken Exchange Bias Effekt (Verschiebung der Hystereseurve aus dem Nullfeld), durch eine fast ideal rechteckige Form der Hysteresekurven und modellhafter Abhängigkeit von der Co Schichtdicke aus. Untersuchungen von Struktur und Wachstum mittels LEED, AUGER und STM ergeben, dass diese Eigenschaften auf Wechselwirkungen zwischen einkristallinen, eindomänen Co und CoO Partikeln basieren.

Mit dem Ziel einer verbesserten Deutung der Grenzflächenkopplung wurde begonnen, den Ersatz der Co bzw. CoO Schichten durch andere ferromagn. (z.B. Fe, Ni) bzw. andere antiferromagnetische (FeO, NiO) Schichten zu untersuchen.

### b2) Kopplung und Spinpolarisation über und in nichtmagnetischen Au Zwischenschichten

Wie Experimente mit dem SQUID Magnetometer ergaben ist die magnetische Kopplung zwischen antiferromagn. CoO und ferromagn. Co Schichten über Au Zwischenschichten relativ langreichweitig. Es wurde festgestellt, dass bei  $T=10$  K eine Kopplung bis zu einer Au Zwischenschichtdicke von über 20 Å erhalten bleibt.

Erfolgreich verlief die erstmalige Anwendung der Methode der Kernorientierung im mK-Bereich auf Exchange Bias Systeme. Es gelang, den Exchange Bias über die am Au Ort induzierte Spinpolarisation in z.B. CoO/Au/Co Schichten nachzuweisen. Derartige mikroskopische Messungen sind empfindlich auf die lokal an der Grenzfläche induzierte Spinpolarisation in der wenige Monolagen dicken Au Schicht. Die n-Aktivierung am HMI Reaktor liefert gleichzeitig geeignete Au und Co Sonden, so dass die Co Schichten und die Au Grenzfläche gesondert untersucht werden konnte.

D. Riegel, M. Gruyters, M. Gierlings, M. Prandolini, R. Kirsch

## **Dünne magnetische Schichten und Nanostrukturen**

*Mit dünnen metallischen Schichten und durch ihre künstliche Strukturierung und Stapelung werden maßgeschneiderte Systeme präpariert, in denen faszinierende und neuartige Phänomene des Magnetismus studiert werden können, die auch für technologische Anwendungen interessant sind. Einzelheiten der Struktur haben einen entscheidenden Einfluß auf das mikro- und makroskopische magnetische Verhalten. Als wichtigste Untersuchungsmethode wird die Reflektometrie polarisierter Neutronen eingesetzt. Im darauffolgenden Projekt werden diese Untersuchungen durch Synchrotronexperimente an denselben Proben erweitert. Wir konzentrieren uns auf magnetische Kopplungseffekte und Spinstrukturen und auf den Reorientierungsübergang zur senkrechten Magnetisierung, wobei am Übergang u.a. die magnetischen Anisotropien und die Ausbildung magnetischer Domänen in dünnen Schichten interessieren. Außerdem wird der Magnetismus extrem dünner Einzelschichten mit und ohne Deckschicht untersucht. Dazu müssen Einflüsse durch Wachstum der Schicht, Struktur der Grenzflächen und Polarisation von sonst unmagnetischen Schichten studiert werden.*

### Magnetisierung in dünnen Chrom(110)-Schichten

Die Untersuchungen der antiferromagnetischen Struktur dünner Cr-Schichten in Fe/Cr-Vielfachschichten mit Neutronendiffraktion wurden fortgesetzt. Bisherige Messungen der  $Cr<100>$ -Reflexe belegen bei Raumtemperatur die Existenz einer kommensurablen antiferromagnetischen Ordnung. Sie lassen jedoch keine Unterscheidung zwischen einem eindomänen Zustand der Polarisation in [110] und einem mehrdomänen Zustand mit verschiedenen Polarisationsrichtungen zu. Diese Unterscheidung ermöglichte die Untersuchung der  $Cr<111>$ -Reflexe. Es konnte nachgewiesen werden, daß die magnetische Ordnung der Cr-Schichten in Domänen mit unterschiedlichen Polarisationsvektoren vorliegt, wobei nur Domänen mit Cr-Polarisation in [010] und [100] existieren, im Gegensatz zu Cr-Volumenproben, bei denen alle drei  $<100>$ -Richtungen mit der gleichen Wahrscheinlichkeit auftreten.

### Reorientierungsübergang zur senkrechten Magnetisierung in dünnen epitaktischen Co-Schichten

In den Systemen W(110)/Co/Au und Au(111)/Co/X mit  $X= W, Au$  oder ohne Deckschicht (=UHV) wurde der Spin-Reorientierungsübergang (SRT) studiert, bei dem die Magnetisierung für dicke Co-Schichten in der Schichtebene und für dünne senkrecht dazu liegt. Den Übergang als Funktion der Co-Schichtdicke untersuchten wir mittels longitudinale und polarem magneto-optischen Kerreffekt (MOKE) an Proben mit kontrolliert variiertem Co-Schichtdicke (Keilschicht). Parallel dazu wurde der Übergang als Funktion der Temperatur studiert, auch durch Experimente am Neutronenreflektometer (Abb.1) und durch SQUID-Magnetometrie. Die Konkurrenz verschiedener Beiträge zur magnetischen Anisotropie (in Abhängigkeit von der Schichtdicke und der Temperatur) führt zum SRT-Übergang.



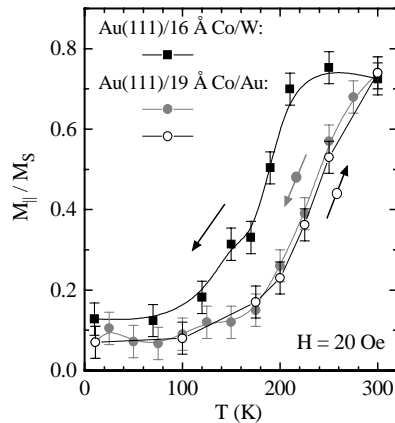


Abb. 1: Aus Reflektometriemessungen mit polarisierten Neutronen gewonnene Magnetisierung (Komponente in der Schichtebene) dünner Co-Schichten in zwei Schichtsystemen in Abhängigkeit von der Temperatur. Es werden „kontinuierliche“ SRT-Phasenübergänge beobachtet.

Der Co-Schichtdickenbereich mit dominierender senkrechter Anisotropie ist für Au/Co/Au beträchtlich größer als für Au/Co/W: Der Unterschied ist  $\Delta = 1.7 \text{ \AA}$  bei 300K (Abb.2) und sogar  $\Delta = 10 \text{ \AA}$  bei 10K. Bei unbedecktem Au(111)/Co wird eine kritische Schichtdicke  $d^* = 9.6 \text{ \AA}$  gemessen. Im Vergleich dazu finden wir  $d^* = 8 \text{ \AA}$  in W(110)/Co/Au, aber keinen SRT-Übergang beim unbedeckten W(110)/Co/UHV. Somit kommt von der Co/Au- Grenzfläche der größte Beitrag zur senkrechten Anisotropie. Ein kleinerer kommt von der Co/W-Grenzfläche, der aber im W(110)/Co/UHV nicht zur senkrechten Magnetisierung führt.

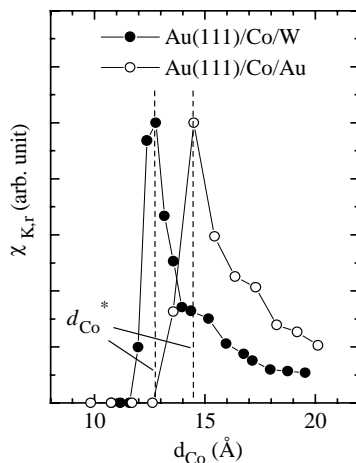


Abb. 2: Schichtdickenabhängigkeit der Suszeptibilität aus MOKE-Messungen bei 300K. Das Maximum markiert die kritische Co-Schichtdicke  $d^*$  für den SRT-Übergang.

#### Magnetisierung lateral strukturierter Co-Schichten

Am Neutronenreflektometer V6 wurde ein zweidimensionaler Detektor (PSD) installiert und erfolgreich in Betrieb genommen. Somit kann jetzt die nicht-spekuläre Reflektivität systematisch studiert werden. In Zusammenarbeit mit der Universität in Leuven/Belgien (K. Temst, M. van Bael) wurde damit das erste Experiment mit einer Co-Schicht

durchgeführt, die durch UV-Lithografie in  $4 \mu\text{m}$  große Scheiben in periodischen Abständen von  $10 \mu\text{m}$  lateral strukturiert war (Abb.3). Die nicht-spekuläre Neutronenreflektivität zeigte Intensitätsmaxima und Intensitätsminima aufgrund der Periodizität der lateralen Anordnung der Co-Scheiben. Durch Spinanalyse der reflektierten Neutronen konnte das Ummagnetisierungsverhalten der kleinen Co-Scheiben studiert werden.

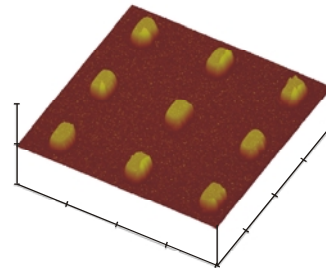


Abb. 3: 3-dimensionale Ansicht (mit AFM) der lateral strukturierten Co-Schichtprobe aus Leuven.

H. Maletta, H. Fritzsche, J. Hauschild, J. Langer, S. Bonn, J. Klenke, K. Prokeš, R. Sellmann, Th. Wilpert

#### Synchrotronexperimente an magnetischen Schichten

Die Röntgenabsorptionsspektroskopie an modernen Synchrotronstrahlungsquellen bietet einzigartige Möglichkeiten für Untersuchungen zur Struktur und zum Magnetismus von dünnen metallischen Schichten und Schichtsystemen. Im kantennahen Energiebereich (NEXAFS) werden elementspezifische Informationen über das chemische Potential des absorbierenden Atoms gewonnen, während im kantenfernen Energiebereich (EXAFS) Bindungslängen und Koordination bestimmt werden. Wichtige magnetische Informationen erhält man durch Einsatz von zirkular polarisiertem Röntgenlicht über den magnetischen Zirkular-Dichroismus (X-MCD). Diese Meßmethode ist hochempfindlich, elementspezifisch, und erlaubt die Bestimmung des Bahnanteils zum magnetischen Moment.

#### Änderung der strukturellen Eigenschaften von dünnen Nb-Schichten bei Beladung mit Wasserstoff

Zu den strukturellen Untersuchungen bei Absorption von Wasserstoff in dünnen Nb-Schichten in [Fe/Nb]- und [W/Nb]-Schichtsystemen wurden ergänzende EXAFS-Messungen an der K- Kante des Nb unter in-situ H-Beladung beider Systeme im HASYLAB durchgeführt. Durch X-Strahleinfall senkrecht zur Schichtebene konnte dabei die laterale Nb-Gitteraufweitung (=in der Schichtebene) bestimmt werden (Abb. 1). Diese Messungen erlauben eine Interpretation des zum ersten Mal beobachteten überraschenden Effektes, daß die relative Ausdehnung der Nb-Schichtdicke bei H-Beladung beträchtlich größer als die Zunahme der Gitterabstände im Nb senkrecht zur Schicht ist: Die H-Absorption bewirkt nicht nur eine Gitteraufweitung senkrecht zur Schichtebene (analog zur 3-dimensionalen Gitteraufweitung in Nb-Volumen-proben), sondern es entstehen offensichtlich große Spannungen an den

Grenzflächen der Nb-Schicht zur nichtbeladenen Nachbarschicht bzw. Substratschicht, die schließlich auch zu einer lateralen Gitteraufweitung (gemessen mit EXAFS) führen und deswegen einen nur in Schichten beobachtbaren zweiten Effekt bei der H-Absorption induzieren: Eine Umgruppierung der Nb-Atome, so daß zusätzliche Nb-Gitterebenen ausgebildet werden, die eine wesentlich größere Ausdehnung der Nb-Schichtdicke bewirken.

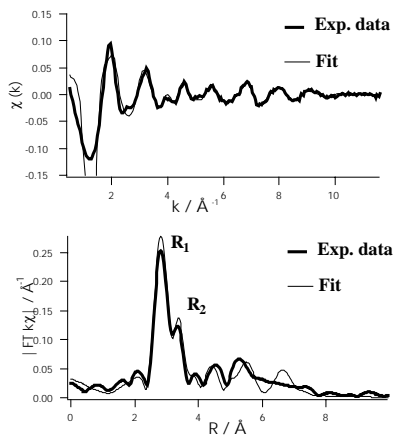


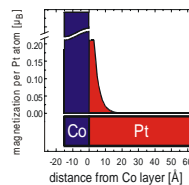
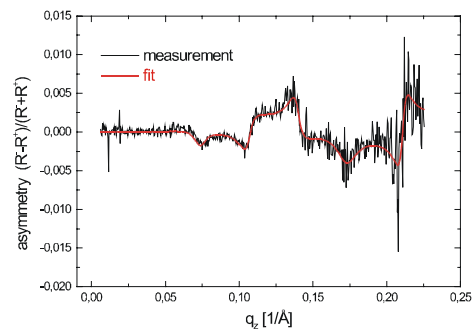
Abb.1: EXAFS-Messung mit unserem Fluoreszenzdetektor an der K-Kante des Nb unter senkrechtem X-Strahleinfall auf die W/Nb-Schichtprobe bei in-situ H-Beladung mit 1 mbar  $p(\text{H}_2)$ . Gezeigt werden (a) die EXAFS-Oszillationen oberhalb der Kante, und (b) die Fourier-Transformierte davon, aus der die Abstände zum 1. ( $R_1$ ) und 2. ( $R_2$ ) Nachbarn im Nb-Schichtgitter bestimmt werden.

#### Reorientierungsübergang zur senkrechten Magnetisierung in dünnen epitaktischen Co-Schichten

Am SSRL-Synchrotron in Stanford (USA) wurden X-MCD-Messungen zum SRT-Übergang in Au(111)/Co/Au begonnen. Bei Variation des Einfallswinkel der Photonen zur Schichtebene der Probe kann Vektormagnetometrie durchgeführt werden. Zunächst sollte der Einfluß der Deckschicht untersucht werden. Wir erhalten überraschenderweise unterschiedliche Ergebnisse für verschieden dicke Au-Deckschichten: Während die 2.0 nm Au-Bedeckung die erwartete Co-Magnetisierung in der Ebene zeigt, erhalten wir für die dünnere Deckschicht (1.0 nm Au) sogar auch eine signifikante Magnetisierungskomponente senkrecht zur Schichtebene. Über die sog. Summenregeln werden die Spin- und Bahnanteile zur Magnetisierung separiert. Die Interpretation dieser Meßergebnisse wird z.Z. noch überprüft.

#### Resonante magnetische Reflektometrie mit Röntgenstrahlen (X-RMR) an Co/Pt

In Zusammenarbeit mit der Universität Würzburg (Prof. G. Schütz, E. Goering) entwickeln wir aus unseren Erfahrungen am Neutronenreflektometer eine neue Meß- und Auswertemethode (X-RMR) an modernen Synchrotronstrahlungsquellen, in der die Vorteile der Reflektometrie mit denen des X-MCD-Effekts zur Untersuchung magnetischer Effekte kombiniert werden. Die ersten X-RMR-Experimente im HASYLAB in einer einzelnen Co/Pt-Grenzfläche verliefen erfolgreich (Abb.2): Wir konnten das Tiefenprofil der (kleinen!) Magnetisierung im Pt (senkrecht zur Grenzfläche) messen, die an der Grenzfläche durch die magnetische Co-Schicht induziert wird. Im Experiment wird die Photonenenergie auf das Maximum des dichroischen Effektes des zu untersuchenden Elements (hier Pt  $L_3$ -Absorptionskante) gesetzt, so daß elementselektiv gemessen wird. Mit Hilfe der Modifizierung unserer Auswerteprogramme aus der Neutronenreflektometrie ergibt sich eine exponentiell abfallende induzierte Magnetisierung im Pt (siehe Fitparameter in Abb. 2).



Induced magnetic moment per Pt atom:  
 0.21  $\mu_B$  at Co/Pt interface,  
 0.13  $\mu_B$  at second Pt-ML,  
 0.05  $\mu_B$  at third Pt-ML.

Abb.2: X-RMR-Experiment an Co/Pt: Oben: Beobachtete Asymmetrie (= normierte Differenz der Reflektivität zwischen rechts- und links zirkular polarisiertem Licht) in Abhängigkeit vom Streuvektor senkrecht zur Grenzfläche. Unten: Fitergebnis (schematisch) zum Magnetisierungsprofil im Pt.

H. Maletta, E. Holub-Krappe, D. Schmitz, J. Langer, J. Hauschild, R. Sellmann, D. Arvanitis, F. Klose, Ch. Rehm, M. Fieber-Erdmann



## BENSC Aktivitäten

### BENSC-Instrumentbetreuung

Die Abteilung SF2 betreut im Rahmen des BENSC-Gästebetriebs Neutronendiffraktometer und –spektrometer vorwiegend in der Experimentierhalle des Reaktors BER II. Röntgengeräte und ein Chemielabor werden ebenfalls für Gäste zu begleitenden Untersuchungen und zur Probenvorbereitung zur Verfügung gestellt. Die mit der Betreuung betrauten Mitarbeiter auf Planstellen verwenden etwa 70% ihrer Arbeitskraft für diese Aufgabe.

#### Betreuung der Instrumente

- E1 3-Achsenspektrometer mit Polarisationsanalyse,
- (E2) Pulverdiffraktometer (Verbundforschung, Universität Tübingen)
- E4 Einkristalldiffraktometer,
- E5 Einkristalldiffraktometer,
- E6 Einkristalldiffraktometer,
- E9 Pulverdiffraktometer,
- (E10)  $^3\text{He}$  Projekt
- V1 Membran-Diffraktometer,
- V10 Tieftemperaturdiffraktometer,

sowie der Installationen der Probenumgebungen für ultratiefe Temperaturen, sehr hohe Magnetfelder und hohe Drücke.

H.A. Graf, N. Stüßler, G. Lampert, F. Kubanek, P. Mertens, P. Smeibidl, J. Klenke, K. Prokeš, D. Többsen, A. Loose, S. Danilkin, M. Hofmann

Die Gastexperimente an den Geräten der Abteilung werden im Kapitel BENSC dieses Berichtes summarisch, im BENSC Experimental Report 2000 im Detail dargestellt.

### $^3\text{He}$ -Polarisationsfilter

Entwicklung und Bau einer Apparatur zum Polarisieren von  $^3\text{He}$  mit Hilfe eines optischen Pumpprozesses; Herstellung von Filterzellen für polarisiertes  $^3\text{He}$  als Polarisationsfilter.

Die Filterwirkung von  $^3\text{He}$  besteht nur, wenn dieses selbst zuvor hinsichtlich seiner Kernspins polarisiert wurde. Bei der von uns gewählten Methode geschieht dies über den metastabilen  $2^3\text{S}_1$ -Zustand beim He-Atom, der durch zirkularpolarisiertes Licht der Wellenlänge  $\lambda = 1083 \text{ nm}$  optisch gepumpt wird. Die Optimierung des optischen Pumpprozesses wurde bereits im Vorjahr im Wesentlichen abgeschlossen. Zur Vermeidung von Polarisationsverlusten des Pumplichts wurde als Alternative zum bisherigen Aufbringen der Fenster auf die optischen Pumpzellen durch Aufschmelzen oder Diffusionsverfahren ein Hochtemperaturvakuumkleber getestet. Nach vorläufigen Untersuchungen wirkt sich das Verfahren nicht nachteilig auf den optischen Pumpprozess aus und zeichnet sich durch Einfachheit und eine hohe mechanische Stabilität aus. Beim optischen Polarisationsnachweis führte ein Umbau zu einer erheblichen Verringerung der Hintergrundstrahlung und damit zu einer deutlich gesteigerten Empfindlichkeit.

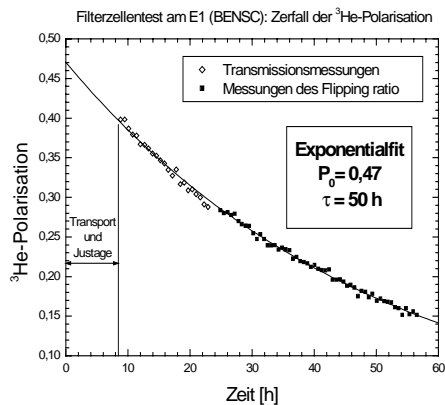
Zur Entwicklung eines neuartigen Kompressortyps zur Verdichtung des polarisierten  $^3\text{He}$  wurden in Kooperation mit dem FZ Jülich abschließende Rechnungen zur Dimensionierung bestimmter Komponenten durchgeführt und die Konstruktion wesentlicher Teile, insbesondere des Zylinderkopfes vorgenommen.

Das Hauptaugenmerk war im Berichtsjahr auf die Entwicklung praktikabler, wiederbefüllbarer Filterzellen gerichtet. Neben einer Anpassung in Geometrie und Materialwahl an die Erfordernisse der Neutronenstreuung im engeren Sinne ist es von entscheidender Bedeutung, den Zerfall der  $^3\text{He}$ -Polarisation aufgrund von Spin-Wand-Wechselwirkungen (Oberflächenrelaxation) soweit als möglich zu reduzieren, was durch eine geeignete Beschichtung des Zelleninnern erreicht werden kann.

Nachdem bereits im Vorjahr Voruntersuchungen mit gold- bzw. wismutbeschichteten Zellen vorgenommen wurden, wurde in diesem Jahr zu Coatings aus Cäsium, welches als vielversprechendstes Beschichtungsmaterial gilt, übergegangen. Für erste Tests wurde zunächst eine abgeschmolzene Zelle aus Duranglas präpariert. Diese ist, um ein direktes optisches Pumpen zu ermöglichen, mit lediglich 4 mbar  $^3\text{He}$  befüllt. Die zeitliche Abnahme der so erzeugten Polarisation wurde anschließend mit Hilfe von NMR-Messungen erfaßt. Dabei wurde für die Oberflächenrelaxation eine Zeitkonstante von  $\tau \geq 28 \text{ h}$  gefunden.

Darauf aufbauend wurde mit der Untersuchung wiederbefüllbarer, ebenfalls cäsiumbeschichteter, Filterzellen begonnen. Ein erster Prototyp aus Quarzglas wurde nach sorgfältiger Präparation

ebenfalls mittels NMR vorab geprüft, wobei eine Zeitkonstante  $\tau = 36$  h gemessen wurde.



Zur Durchführung eines ersten Tests unter Neutronenstreubedingungen wurde die Zelle in der Gruppe von Prof. Heil an der Universität Mainz befüllt und gleich im Anschluß daran ans HMI verbracht. Diese Überführung stellte gleichzeitig eine praxisnahe

Erprobung für eine spezielle, in wesentlichen Teilen bereits in früheren Jahren realisierte Transporteinheit dar, die unter gleichzeitiger Abschirmung äußerer Streufelder durchgehend ein äußerst homogenes magnetisches Führungsfeld gewährleistet. Das unverzüglich nach Eintreffen der Zelle am Dreiachsenspektrometer E1 begonnene Experiment lieferte für die Gesamtrelaxation eine Zeitkonstante  $\tau = 50$  h, wobei noch unklar ist, welcher Beitrag dabei auf die Oberflächenrelaxation entfällt und welcher Anteil auf andere Ursachen wie z. B. Magnetfeldgradienten zurückzuführen ist. Die Transmission der leeren Zelle liegt bei 80%. Messungen mit weiteren wiederbefüllbaren Zellen sind zur Zeit in Vorbereitung. Um bei NMR-Messungen von der Abfüllstation unabhängig zu werden, wurde diesbezüglich eine eigenständige Apparatur errichtet und, gestützt auf Rechnungen zur Optimierung von Führungs- und Erregerfeld, mit zufriedenstellendem Ergebnis getestet.

A. Rupp, A. Gorzel

## BESSY Aktivitäten

### Bau eines Undulators bei BESSY

Die Synchrotronstrahlung bei BESSY im weichen Photonenenergiebereich bietet einzigartige Möglichkeiten als komplementäre Sonde zu den im HMI in den letzten Jahren intensiv durchgeführten Untersuchungen an magnetischen Schichten und Nanostrukturen. Über den Dichroismus polarisierter Röntgen(X)-Strahlen erhält man einen hohen Kontrast für magnetische Effekte. Deswegen wird in enger Zusammenarbeit mit BESSY der elliptische Undulator UE46 dafür optimal konzipiert und aufgebaut. Er wird zirkular und linear polarisiertes weiches X-Licht für verschiedenartige Meßplätze an zwei Beamlines liefern.

Der Undulator UE46 (Abb.1) wurde optimiert zur Erzeugung von X-Strahlung höchster Brillanz und Polarisation in einem weiten Energiebereich (200eV bis 1800eV) für Untersuchungen zum Magnetismus ultradünner Schichten und Nanostrukturen mit 3d- und 4f-Momenten. Der Magnetaufbau des UE46 bietet vier Betriebsmoden an (Abb.2), wobei die 4. Mode die lineare Polarisation der Photonen unter verschiedenen Winkeln erzeugt und eine attraktive Neuentwicklung darstellt. Die Rechnungen zum UE46-Aufbau und dessen spektraler Charakterisierung sind abgeschlossen. Alle Bestellungen sind getätigt, so daß der UE46 wie geplant Ende 2001 in den Ring eingebaut werden sollte.

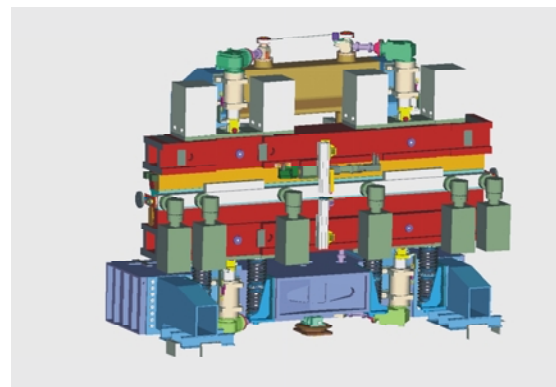


Abb. 1: Ansicht des elliptischen Undulators UE46 (Länge 3.4 m)

#### APPLE-II Type Undulator UE46: 4 Different Polarization Modes

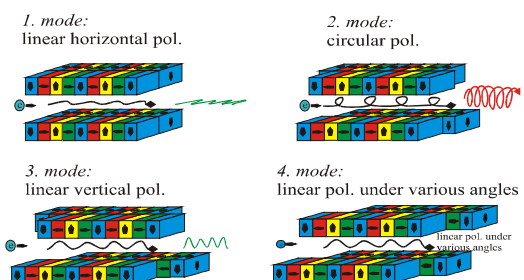


Abb. 2: Schematische Ansicht der Magnetreihen (Periodenlänge 46 mm) des elliptischen Undulators UE46 in den vier Betriebsmoden  
H. Maletta, U. Englisch

## Bau der PGM-Beamline am Undulator mit Meßplätzen für magnetische Nanostrukturen

Für Untersuchungen zum Magnetismus dünner Schichten und Nanostrukturen werden am Undulator UE46 zwei Strahlrohre aufgebaut mit Experimenten, die den magnetischen Dichroismus von polarisierten X-Strahlen ausnützen: Eine Beamline mit einem Plangittermonochromator (PGM) für magnetische Spektroskopie und eine zweite für magnetische Röntgenmikroskopie:

- Die zweite Beamline zur hochauflösenden Abbildung magnetischer Nanostrukturen wird von Universitätspartnern in Würzburg und Göttingen neu entwickelt und aufgebaut,
- Der optische Aufbau der PGM-Beamline wird in Kooperation mit BESSY konzipiert und im Rahmen dieses Projektes mit Instrumenten für magnetische Untersuchungen in Absorption und Reflexion aufgebaut.

Durch diese Meßmöglichkeiten mit zirkular und linear polarisierter, weicher Röntgenstrahlung können die Fragestellungen auf dem Gebiet des Magnetismus ultradünner Schichten und Nanostrukturen in einzigartiger Weise erweitert werden.

Die Planungs- und Bestellphasen für den optischen Ausbau der PGM-Beamline sind abgeschlossen (Spiegelkammern mit Spiegel, PGM-Kammer mit Gitter). Der kollimierte Strahl ermöglicht es, den PGM in zwei Modi zu betreiben, dem hoher Auflösung oder dem der Unterdrückung höherer Ordnungen. Das spektrale Auflösungsvermögen  $E/\Delta E$  ist im gesamten Spektralbereich größer als 5000. Die Fokussierung nach dem PGM erfolgt astigmatisch. Die Refokussierspiegelkammer wird als Besonderheit mit zwei Spiegeln ausgestattet (Modifizierung eines HASYLAB-Konzeptes, in Zusammenarbeit mit der HMI-Konstruktionsabteilung), die wahlweise betrieben werden können: Der erste Spiegel fokussiert den X-Strahl auf eine Fläche von nur  $40\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ , während der zweite einen Parallelstrahl mit 1.5mm-Durchmesser erzeugt.

An der PGM-Beamline werden z.Z. zwei Experimentierplätze geplant und aufgebaut. Die erste UHV-Kammer wird gerade im Labor getestet und soll in 2001 bereits an einem anderen Strahlrohr bei BESSY zum ersten Mal eingesetzt werden. Sie wurde als kombinierte UHV-Präparations- und Meßkammer für dünne Schichten konzipiert, um in-situ X-Messungen durchführen zu können. Die Kammer hat einen Basisdruck von  $2 \cdot 10^{-11}$  mbar und ermöglicht Proben temperaturen von 65 K bis 1200 K; die maximale Magnetfeldstärke beträgt 0.05 T. Als Meßmethoden stehen die Röntgenabsorptionsspektroskopie, gemessen mit der Elektronenausbeute oder in Transmission, die winkelaufgelöste Photoelektronenspektroskopie und die Reflexion zur Auswahl. An einem zweiten Meßplatz wird ein Hochfeld-Reflektometer mit 7T-Magnetfeld aufgebaut.

Für die Reflexion wird die neue Meßmethode der resonanten magnetischen Reflektometrie (X-RMR) entwickelt. Erste Messungen an der Pt-L<sub>3</sub>-Kante in einer einzelnen Co/Pt-Grenzfläche am HASYLAB in Hamburg verliefen erfolgreich. Diese Experimente

werden jetzt bei BESSY weitergeführt, so daß die Erfahrungen in die Reflektometriemessungen am UE46 einfließen können: (1.) Das X-RMR-Konzept soll auf den weichen X-Bereich übertragen werden, und (2.) zur Untersuchung magnetisch diffuser Streuung in der nicht-spekulären Reflexionsgeometrie erweitert werden. Durch Messung der diffusen Streuung, die Aufschluß über laterale Strukturen gibt, sollen z.B. Unterschiede in der chemischen und magnetischen Grenzflächenrauigkeit und deren Einflüsse auf magnetische Parameter untersucht werden.

Bei intensiver Investition in diese Meßmethodentwicklung eröffnen sich neue Möglichkeiten, aktuelle Fragestellungen in der Forschung an dünnen Schichten und Grenzflächen auch in bezug auf den technologischen Einsatz neuer Materialien (Stichwort: Magnetoelektronik) zu studieren.

Für die Auswertung von EXAFS-Messungen z.B. an der PGM-Beamline des Undulators UE46 bei BESSY wurde an der Entwicklung einer genauen Fehleranalyse weitergearbeitet. Basierend auf den Ergebnissen des Computerprogramms FEFF analysieren wir EXAFS Daten im k-Raum, um die ersten drei Momente ( $R_i$ ,  $\sigma_i^2$ ,  $C3_i$ ) der Schalenabstände  $i$  vom absorbierenden Atom zu bestimmen. Zur Quantifizierung der Unsicherheiten dieser Parameter machen wir Abschätzungen für die statistischen und systematischen Fehler der Daten, für die Näherungen in der Behandlung des elektronischen Vielkörperproblems in FEFF, für die Begrenzung der Anzahl der Vielfachstreuungspfade, und für die Begrenzung des maximalen Clusterradius. Der Einfluß dieser Unsicherheiten auf die drei Momente wird mit Hilfe der Bayes'schen Methode untersucht. Wir führen einen Satz von a priori Parametern ein und betrachten zwei Strategien, um das Gewicht der a priori Daten relativ zu den experimentellen Daten festzulegen.

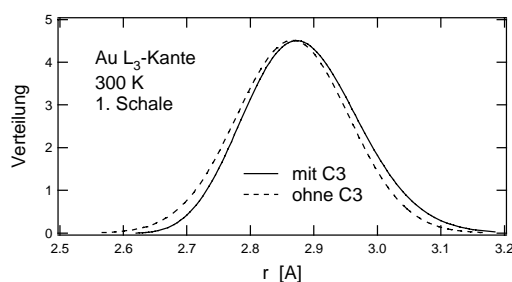


Abb. 1: Verteilungsfunktion der ersten Schale im fcc Au Gitter mit und ohne Berücksichtigung des dritten Momentes C3 in der EXAFS-Datenanalyse.

Die Analyse wurde bisher auf Daten angewandt, die an der Cu K-Kante bei 10K, an der Au L<sub>3</sub>-Kante bei 300K, und an der Ta L<sub>3</sub>-Kante bei 10K, 80K und 300K aufgenommen wurden. Es konnte gezeigt werden, dass insbesondere bei der höheren Temperatur das dritte Moment der radialen Verteilungsfunktion nicht vernachlässigt werden darf. Dies wird verdeutlicht in Abb 1, wo die Verteilungsfunktion der ersten Schale im fcc Au Gitter mit und ohne Berücksichtigung des dritten Momentes in der Datenanalyse gezeigt wird. Die Vernachlässigung von C3 führt zu Änderungen des mittleren Schalenabstandes und seiner Varianz.

In Zukunft wird daran gearbeitet, die Varianzen der einzelnen Streupfade zurückzuführen auf eine Matrix aus Federkonstanten, die ihrerseits mit den makroskopischen elastischen Konstanten zusammenhängen.

H. Maletta, E. Holub-Krappe, H. Rossner,  
D. Schmitz, J. Hauschild, J. Langer

### **Bau eines Meßplatzes am 7T-Wiggler für magnetische Untersuchungen**

*Für Experimente mit harter Röntgenstrahlung wird bei BESSY ein 7T-Wiggler in den Speicherring eingebaut. An diesem Wiggler sollen in enger Zusammenarbeit mit BESSY zwei Meßplätze (beam lines) installiert werden.*

*Eines der Strahlrohre wird monochromatische Röntgenstrahlung liefern. Die notwendige Röntgenoptik sowie ein Meßplatz, der vorwiegend für magnetische Strukturuntersuchungen mit Hilfe der resonanten magnetischen Röntgenstreuung, aber auch für andere kristallographische Untersuchungen ausgelegt ist, werden im Rahmen dieses Projektes geplant und gebaut. Der wahlweise Einsatz eines weiteren Instruments (Kleinwinkelstreuanlage) an diesem Strahlrohr ist vorgesehen.*

Die Planung des Strahlrohrs, d.h. der Röntgenoptik und der weiteren Strahlführung bis zum eigentlichen Experimentierplatz wurden abgeschlossen. Dies beinhaltet umfangreiche *ray tracing* Rechnungen, die Auslegung der Strahlenschutzhütte mit Erstellung eines detaillierten Flurplans und die Einbindung weiterer Optionen zur Nutzung des Strahlrohres (Kleinwinkelstreuung). Schließlich wurde eine detaillierte technische Spezifikation erstellt, die die Basis für eine Ausschreibung ist. Die technische Konstruktion und der Bau der Beamline soll an eine externe Firma vergeben werden.

R. Feyerherm, E. Dudzik

