Magnetisierungsverhalten einzelner ferromagnetischer Nanostrukturen

Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
des Fachbereichs Physik
der Universität Hamburg

vorgelegt von
Alexander Neumann
aus Hamburg

Hamburg
Mai 2014

Gutachter der Dissertation:

Prof. Dr. Hans Peter Oepen
Prof. Dr. Manfred Albrecht
Dr. Rolf Allenspach

*Universität Hamburg
Universität Augsburg
IBM Research - Zürich*

Gutachter der Disputation:

Prof. Dr. Hans Peter Oepen
Dr. Guido Meier

*Universität Hamburg
Universität Hamburg*

Datum der Disputation:

10.10.2014

Vorsitzender des Prüfungsausschusses:

Prof. Dr. Michael Thorwart

Universität Hamburg

Vorsitzender des Promotionsausschusses:

Prof. Dr. Daniela Pfannkuche

Universität Hamburg

Dekan der MIN-Fakultät:

Prof. Dr. Heinrich Graener

Universität Hamburg

Berichte aus der Physik

Alexander Neumann

**Magnetisierungsverhalten einzelner
ferromagnetischer Nanostrukturen**

Shaker Verlag
Aachen 2015

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Zugl.: Hamburg, Univ., Diss., 2014

Copyright Shaker Verlag 2015

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-3499-8

ISSN 0945-0963

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen
Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9
Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Abstract

This thesis studies the magnetic switching behavior of (single) ferromagnetic nanostructures. The magnetization of the structures can exhibit a thermally stable (blocked) or instable (superparamagnetic) behavior. The nanostructures are carved out of a cobalt-platinum-film via ion milling by using silica particles as a shadow mask. The silica particles are deposited onto the film using self-assembled diblock-copolymer micelles. The so created nanostructures have diameters below 35 nm and exhibit an easy axis of magnetizability perpendicular to the film plane.

The main task of this work was to create a process which allows the measurement of the magnetic behavior of single nanostructures via the anomalous Hall-effect (AHE). To gain the necessary sensitivity a fabrication process for nanometer scaled Hall-crosses has been developed. This was achieved by a combination of photo- and electron-beam lithographic processes using a negative resist whereby it is shown that wire widths down to 30 nm can be created. Using a cross with wire widths of 50 nm and only one structure in the crossing region it is shown that the fabricated crosses possess very high sensitivity to observe the magnetization behavior of single structures. From the signal to noise ratio it is derived that the signal of about 3000 Cobalt atoms should be measurable. This correlates to a spherical particle of 4 nm diameter or a cylindrical structure with 1 nm height and a diameter of 6.5 nm. For the case of more than one structure within the crossing a method was developed which allows assigning the different magnetization behaviors to each individual structure. Therefore, this technique allows studying magnetic interactions between individual structures.

Apart from the fabrication of the cross the preparation of the nanostructures is also discussed. It is shown how the magnetic anisotropy of the structures can be tailored to give either a blocked or superparamagnetic behavior e.g. at room temperature. In this context the possibility of a spin-reorientation transition due to the structuring of the film into nanostructures is discussed and experimentally realized. In connection with this investigation it is discovered that the magnetic behavior of the structures can solely be described with the existence of a broad anisotropy distribution exceeding 70 kJ/m^3 . In addition the milling process of the structures was studied. As a result the reduction of the ion energy from 500 eV to 150 eV increases the diameter of the structures by about 3 nm. However, the magnetic properties are unaffected.

The magnetic behavior of single nanostructures is also studied and discussed. In the theoretical part of this work it is argued why structures with a diameter below 35 nm and a perpendicular easy axis of magnetization exhibit a single domain state and why the reversal process is coherent rotation (macrospin-model). In this context the Stoner-Wohlfarth (SW) model is introduced and it is discussed how thermal excitation can be included. In the discussion of thermal reversal it is shown that the expression of the thermal dependence of the coercive field is best given by A. Garg [*Phys. Rev. B* **51**, 15592 (1995)]. In the experimental studies of single nanostructures significant deviations from the classical SW model are found which can be explained by a temperature dependence of the anisotropy in combination with considerations of the second order anisotropy constant.

Kurzzusammenfassung

Diese Dissertation untersucht das temperatur- und feldabhängige Ummagnetisierungsverhalten ferromagnetischer Nanostrukturen. Die Magnetisierung der Nanostrukturen kann ein thermisch stabiles (geblocktes) oder aber ein thermisch instabiles (supermagnetisches) Verhalten zeigen. Die Nanostrukturen werden hergestellt, indem Siliziumdioxidkerne mit Hilfe von selbstorganisierenden Diblock-Copolymer-Mizellen auf einen Platin-Kobalt-Platin-Film aufgebracht und als Schattenmasken in einem Ionenätzprozess verwendet werden. Die so hergestellten Nanostrukturen besitzen Durchmesser kleiner 35 nm und zeigen eine leichte Magnetisierungsrichtung senkrecht zur Filmebene.

Eine Hauptaufgabe dieser Arbeit bestand darin, einen Herstellungsprozess zu entwickeln, der es erlaubt das Magnetisierungsverhalten einzelner Nanostrukturen mit Hilfe des anomalen Hall-Effekts (AHE) zu studieren. Um die nötige Sensitivität dafür zu erhalten, mussten nanometergroße Hall-Kreuze hergestellt werden. Dies gelang durch die Kombination einer foto- und elektronenstrahlolithografischen Technik mit einem Negativlack, wodurch Hall-Kreuze mit einer minimalen Drahtbreite von ca. 30 nm erzeugt werden können. In diesem Zusammenhang konnte an einem Hall-Kreuz mit einer Drahtbreite von ca. 50 nm eine sehr hohe Sensitivität nachgewiesen werden. An einem solchen Kreuz sollte es aufgrund des Signal-zu-Rausch-Verhältnisses möglich sein Strukturen mit lediglich ca. 3000 Kobaltatome zu messen, was einem sphärischen Partikel mit einem Durchmesser von 4 nm oder aber einer zylindrischen Struktur einer Höhe von 1 nm und einem Durchmesser von 6,5 nm entspricht. Für den Fall, dass sich mehrere Strukturen im sensitiven Bereich des Hall-Kreuzes befinden, konnte eine neue Technik entwickelt werden, die es erlaubt, die einzelnen Ummagnetisierungsverhalten zweifelsfrei den einzelnen Strukturen zuzuordnen. Diese Technik eröffnet so die Möglichkeit, Wechselwirkungen zwischen einzelnen Strukturen gezielt zu studieren.

Neben der Herstellung der Kreuze wird auch die Herstellung der Nanostrukturen diskutiert. Hierbei wird primär erläutert, wie die magnetische Anisotropie der Strukturen so eingestellt werden kann, dass die Strukturen entweder ein geblocktes oder superparamagnetisches Verhalten bei z. B. Raumtemperatur besitzen. In diesem Zusammenhang wird auch die Möglichkeit eines Spinreorientierungsübergangs aufgrund der Strukturierung des Films in Nanostrukturen diskutiert und experimentell realisiert. Bei den Untersuchungen wird aufgrund des Magnetisierungsverhaltens der Strukturen festgestellt, dass diese eine sehr breite Anisotropieverteilung von ca. 70 kJ/m^3 besitzen müssen. Zusätzlich wurde auch der Ätzprozess der Strukturen näher untersucht, wobei eine Zunahme des Strukturdurchmesser von 3 nm durch eine Absenkung der Ionenenergie von 500 eV auf 150 eV festgestellt wurde. Das magnetische Verhalten der Strukturen änderte sich jedoch nicht.

Auch das magnetische Verhalten von einzelnen Nanostrukturen wird studiert. Dabei wird im theoretischen Teil dieser Arbeit diskutiert, warum die untersuchten Nanostrukturen mit einer leichten Magnetisierungsrichtung senkrecht zur Filmebene einen eindomänigen Grundzustand besitzen und weshalb diese ihre Magnetisierung über den Prozess der kohärenten Rotation umkehren (Makrospinmodell). Aufbauend darauf wird das Stoner-Wohlfarth-Modell (SW-Modell) eingeführt und erklärt, wie in diesem Modell thermische Anregungen berücksichtigt werden können. In einem Vergleich unterschiedlicher Modelle des Schaltfeldes stellt sich heraus, dass der Ausdruck für das temperaturabhängige Schaltfeld gegeben durch A. Garg [*Phys. Rev. B* **51**, 15592 (1995)] am besten geeignet ist, um entsprechende Untersuchungen zu analysieren. In den experimentellen Untersuchungen an einzelnen Nanostrukturen wird dann festgestellt, dass es Abweichungen vom SW-Verhalten gibt und diese am besten durch eine temperaturabhängige Anisotropie als auch eine Anisotropiekonstante zweiter Ordnung erklärt werden können.

Inhaltsverzeichnis

ABSTRACT	I
KURZZUSAMMENFASSUNG	III
INHALTSVERZEICHNIS	V
1. EINLEITUNG	1
2. GRUNDLAGEN	7
2.1. Lithografie	7
2.1.1. Fotolithografie	7
2.1.2. Elektronenstrahlithografie	11
2.1.3. Nanokugellithografie	14
2.1.4. Andere lithografische Methoden	15
2.1.5. Weitere Prozessschritte	15
2.1.6. Lacke	21
2.2. Magnetismus	22
2.2.1. Arten des Magnetismus	22
2.2.2. Magnetische Energiebeiträge	23
2.2.3. Magnetisierungsverhalten einer eindomänen Struktur: Makrospin - Kohärente Rotation - Stoner-Wohlfarth-Verhalten	34
2.2.4. Magnetisierungsdynamik	38
2.2.5. Thermisches Umschaltverhalten	40
2.2.6. Superparamagnetisches Verhalten mit uniaxialer Anisotropie	53
2.3. Elektrische Leitfähigkeit von Metallen	57
2.3.1. Das Drude-Modell	57
2.3.2. Das Fuchs-Sondheimer-Modell	58
2.3.3. Magneto-resistive Effekte	59
2.3.4. Der Hall-Effekt	60
2.3.5. Rauschen	63
3. PROBENSYSTEM UND EXPERIMENTELLE AUFBAUTEN	65
3.1. Probenherstellung	65
3.1.1. Herstellung der magnetischen Filme	65
3.1.2. Herstellung der magnetischen Nanostrukturen	68
3.1.3. Herstellung der Hall-Kreuze	73
3.2. Versuchsaufbauten	75
3.2.1. Der verwendete Kryoaufbau	75
3.2.2. Aufbau für (winkelabhängige) Magnetisierungsmessungen	75
3.2.3. Aufbau zur Messung des thermischen Magnetisierungsverhalten im Nullfeld	76
4. MESSUNGEN, AUSWERTUNG UND DISKUSSION	79
4.1. Verhalten der Nanostrukturen bei unterschiedlichen Ätzprozessen	79
4.1.1. Unterschiedliche Ätzenergien bei der Herstellung der Nanostrukturen	79
4.1.2. Magnetisches Verhalten vor und nach der Säuberung der Proben	86

Inhaltsverzeichnis

4.2. Spinreorientierung durch die Strukturierung	88
4.3. Sensitivität der Hall-Kreuze und Signalzuordnung	93
4.3.1. Sensitivität	93
4.3.2. Signalzuordnung	97
4.4. Messungen an einzelnen Strukturen	103
4.4.1. Einfluss des Messstromes	105
4.4.2. Temperaturabhängigkeit der Anisotropiekonstante	113
4.4.3. Nanostrukturen mit verkippter Richtung leichter Magnetisierbarkeit	124
4.4.4. Zusammenfassung der Ergebnisse der Messungen an einzelnen Strukturen	127
4.5. Wechselwirkungen zwischen magnetischen Nanostrukturen	129
5. ZUSAMMENFASSUNG & AUSBLICK	141
6. ANHANG	147
6.1. Zerstäubungsparameter	147
6.2. Parameter zum Betrieb der Ionenquelle	148
6.3. Lithografische Arbeiten zur Herstellung der Hall-Kreuze	149
6.3.1. Herstellung der Kreuze mit Hilfe der fokussierten Ionenstrahlolithografie	149
6.3.2. Herstellung und Optimierung der Kreuze mit der Elektronenstrahlolithografie	152
6.3.3. Weitere technische Informationen zur Elektronenstrahlolithografie	159
6.4. Einbau und elektrische Verschaltung der Proben	161
6.5. Vergleich der Nanovoltmeter	166
6.6. Analyse des Telegraphenrauschens	167
7. LITERATURVERZEICHNIS	169
PUBLIKATIONSLISTE UND KONFERENZBEITRÄGE	219
DANKSAGUNGEN	221