

# Kapitel 9

## Zusammenfassung

Die magnetischen Eigenschaften der kleinen Metallteilchen und die Korrelation mit deren geometrischen Strukturen sind der Schwerpunkt der vorliegenden Arbeit. Nickel- und Eisenpartikel wurden in einem Schichtdickenbereich von einigen wenigen Å untersucht, die *in situ* auf Saphir, als Vertreter eines diamagnetischen Oxidsubstrats, deponiert wurden. Die verwendete FMR-Spektroskopie ist eine leistungsfähige Methode zur Charakterisierung der magnetischen Eigenschaften von niederdimensionalen Systemen. Zur strukturellen Charakterisierung der Deponate, die für eine Interpretation der FMR-Daten unverzichtbar ist, konnten aus UHV *non-contact*-AFM-Untersuchungen abgeleitet werden, daß Nickel auf  $\text{Al}_2\text{O}_3(0001)(\sqrt{31} \times \sqrt{31})\text{R}\pm 9^\circ$  in dreidimensionalen Partikeln aufwächst. Die Analyse der Aufnahmen liefert wichtige Kenndaten wie Inseldichte und mittleres Teilchenvolumen. Die strukturellen Eigenschaften wurden in speziellen Fällen auch *ex situ* mittels Scanning Electron Microscopy (SEM) untersucht. Weiterhin werden diese Ergebnisse von Auger-Elektronenspektroskopie (AES) Messungen gestützt.

Im System Ni auf  $\text{Al}_2\text{O}_3(11\bar{2}0)$  findet man oberhalb einer bestimmten Schichtdicke ein schmales ferromagnetisches Resonanzsignal. Die Analyse der Linienbreite zeigt, daß es sich dabei um einen magnetisch gut geordneten zweidimensionalen Film handelt. Dieser Film ist durch eine große uniaxiale *out-of-plane*-Anisotropie charakterisiert, wobei die leichte Achse der Magnetisierung in der Filmebene liegt. Als Ursache für die starke Anisotropie kann eine substratinduzierte Anisotropie aufgrund der Gitterfehlpassung zwischen Ni und der Substrat-Oberfläche genannt werden. Die Existenz einer substratinduzierten Anisotropie in der Filmebene konnte durch FMR bestätigt werden. Das Tempern führt zum Aufbrechen des Films und zur Bildung von großen Clustern in der Größenordnung von 50–100 nm. Die Cluster-Bildung führt zu einer Zunahme der FMR-Linienbreite, die als Einfluß der Cluster verschiedener Größe und Form verstanden wird. Zusätzlich wird eine Abnahme des

gemessenen effektiven Anisotropiefeldes beobachtet. Kühlt man die Probe ab, so wird eine Reorientierung der Magnetisierung von einer parallelen Orientierung der Substratebene zur senkrechten Orientierung beobachtet. Dieser Spin-Reorientierungsübergang läßt sich durch eine Konkurrenz zwischen der Form-Anisotropie und der magnetokristallinen Anisotropie erklären, da die magnetokristalline Anisotropie sehr sensitiv zu Veränderung der atomaren Abstände ist und bei tiefer Temperatur die Form-Anisotropie überwinden kann.

Neben etwas dickeren Filmen und großen Clustern wurden auch kleine Cluster im Bereich einiger weniger Å nomineller Schichtdicke untersucht. Allen nicht getemperten Ni-Proben ist gemeinsam, daß sie eine uniaxiale *out-of-plane*-Anisotropie mit einer Magnetisierung in der Substratebene zeigen. Dies ist auf die Form-Anisotropie zurückzuführen, die für ein Aspektverhältnis  $h/r < 1$  eine Magnetisierung in der Kristallebene favorisiert. Nach dem Tempern zeigen Ni-Teilchen auf der rekonstruierten  $\text{Al}_2\text{O}_3(0001)$ -Oberfläche eine Zunahme der FMR-Intensität. Diese hat zwei Gründe: Der eine ist die Koaleszenz der Teilchen. Die kleinen Partikel, die aufgrund ihres ausgeprägten SPM-Charakters wenig zur Signalintensität beitragen, existieren nach dem Tempern nicht mehr in der Zahl, sondern sind mit größeren Teilchen verschmolzen, die einen stärkeren ferromagnetischen Charakter erhalten. Der andere Grund ist die Kristallisation der Teilchen. Der mit dem Tempern verbundenene Kristallisationsprozeß bedeutet dann, daß die Atome ihre Gitterplätze einnehmen. Das hat zur Folge, daß die magnetischen Momente eines Teilchens effektiver aneinander gekoppelt sind, was wiederum heißt, daß das magnetische Moment des Teilchens steigt. Diese Interpretation läßt sich in einem direkten Vergleich mit den morphologischen Ergebnissen aus den AFM-Messungen für Ni bestätigen. Zusätzlich erkennt man nach dem Tempern eine dramatische Veränderung der FMR-Linienform. Die komplizierte Linienform der Spektren getempertter Proben kann durch den Einfluß der magnetokristallinen Anisotropie beschrieben werden. Eine Verteilung von Teilchen-Orientierung führt zu einer Verteilung der leichten Achsen der Magnetisierung im Raum, die gegenüber dem äußeren magnetischen Feld gekippt sind und dadurch eine Aufspaltung der Linien verursachen. Eine kristalline Struktur der Teilchen nach dem Tempern wurde in den AFM-Aufnahmen nachgewiesen.

Die Temperaturabhängigkeit des magnetischen Moments eines Ensembles der Ni-Teilchen auf Saphir-Oberfläche weist ein Curie-artiges Verhalten auf, wobei die Curie-Temperatur der Teilchen von der Teilchengröße abhängt. Die Curie-Temperatur der Ni-Teilchen ist deutlich niedriger als im Volumen und höher als die der Ni-Filme vergleichbarer Schichtdicke, was aufgrund der mittleren Koordinationszahl in den jeweiligen Systemen verstanden werden kann.

Alle nicht getemperten Fe-Proben weisen ebenfalls eine uniaxiale *out-of-plane*-Anisotropie mit einer Magnetisierung in der Substratebene auf, was auf die Form-Anisotropie zurückzuführen ist. Nach dem Tempern findet man auch für Fe-Teilchen auf der rekonstruierten  $\text{Al}_2\text{O}_3(0001)$ -Oberfläche eine Zunahme der FMR-Intensität und die Ausbildung einer komplexen Linienform der Spektren. Die Temperaturabhängigkeit des magnetischen Moments eines Ensembles kleiner Fe-Teilchen auf der  $\text{Al}_2\text{O}_3(0001)(\sqrt{31} \times \sqrt{31})\text{R} \pm 9^\circ$ -Oberfläche zeigt einen deutlichen Unterschied zu der der Ni-Teilchen. Während die Temperaturabhängigkeit des magnetischen Moments der Ni-Teilchen ein Curie-artiges Verhalten zeigt, weist sie für die kleinen Fe-Teilchen ein Langevin-artiges Verhalten auf, das sich anhand eines Modells thermisch aktivierter Fluktuation des magnetischen Moments (superparamagnetischer Effekt) erklären läßt.

Die Wechselwirkung mit dem Substrat zeigt einen deutlichen Einfluß auf die FMR-Spektren, die wir anhand von kleinen Fe-Teilchen auf der rekonstruierten und unrekonstruierten  $\text{Al}_2\text{O}_3(0001)$  untersucht haben. Die kleinen Fe-Teilchen auf der unrekonstruierten Oberfläche zeigen im Gegensatz zu den Fe-Teilchen auf der rekonstruierten Oberfläche nur ein sehr schwaches FMR-Signal, das auf eine Verringerung des magnetischen Moments der Teilchen hindeutet. Eine starke Zunahme der FMR-Signalintensität beim Tempern weist auf die Bildung der Teilchen mit einem größeren magnetischen Moment im Vergleich zu den nicht getemperten Teilchen hin. Bei einer Erhöhung der Substrattemperatur zeigen Fe-Teilchen unterschiedliche FMR-Signale, die als unterschiedliches Teilchen-Wachstum auf diesen Oberflächen interpretiert werden können. Während die Teilchen auf der rekonstruierten Fläche eine komplexe Linienform mit ausgeprägter magnetischer Anisotropie aufweisen, zeigen die Teilchen auf der unrekonstruierten Fläche nur eine geringe magnetische Anisotropie, was auf die Bildung eines Ensembles kugelförmiger Teilchen hinweist, die magnetisch gesehen im isotropen superparamagnetischen Zustand sein können. Bei der Zunahme der Substrattemperatur für Fe auf unrekonstruierten Flächen ist eine mögliche Oxidation der Teilchen und die Bildung von magnetischem Eisenoxid nicht ausgeschlossen.

Wir haben bereits festgestellt, daß FMR sensitiv zur internen Struktur bzw. Anordnung der Atome innerhalb der Teilchen ist. Um die Korrelation des Magnetismus mit der internen Struktur der Teilchen im Detail zu verstehen, soll man die Struktur auf atomarer Skala auflösen. Eine Möglichkeit dazu ist die TEM-Messung der Metallteilchen auf Saphir.

