

### 4.3.2. Experimente an der Ni/Pd Grenzfläche

Die Untersuchung magnetischer Eigenschaften an der Grenze ferromagnetischer/nicht-magnetischer Metalle löste eine Kontroverse aus. Im Jahre 1979 wurden experimentelle Daten systematisiert, so dass sich vermuten ließ, dass an der Grenze ferromagnetischer/nicht-magnetischer Metalle (Ni-Fe-Co/Cu-Au) die Grenzschichten eines ferromagnetischen Metalls ihre ferromagnetischen Eigenschaften verlieren. Man sprach von sogenannten „(magnetically) dead layers“ [Liebermann 70]. Ein Jahr später wurde das Vorhandensein dieses Effektes in Frage gestellt [Shinjo 71] und seitdem wird kontrovers diskutiert (u.a. [Ernst 00], [Hayashi 04]).

Das Studium magnetischer Eigenschaften an der Grenzfläche von Metallen ist auch mit der PAC-Methode möglich. Als Beispiel für die Anwendung der PAC-Methode dienen die Arbeiten an Cr/Fe [Decoster 90], Cu/Ni(111) [Voigt 91], In/Fe [Neubauer 96], Fe/Ag(100) [Runge 97] und Fe/Cr(100) [Swinnen 97] - Grenzflächen.

Im Kap. 4.2 wurde das Vorhandensein magnetischer Polarisation in der zweiten ML der Pd-Schicht auf Ni nachgewiesen. Es wurde auch ein Versuch unternommen, das  $B_{\text{hf}}$  genau an der Grenze der Pd-Schicht/Ni(111)-Einkristall zu messen. Allerdings ist beim ASPIC-Experimentieraufbau die minimale Temperatur des Aufdampfens der Pd-Schicht von  $T_{\text{min}} = 116 \text{ K}$  zu hoch, um das Diffundieren der In/Cd-Sondenatome aus dem Ni in die Pd-Schicht zu verhindern. Dennoch bleibt in der umgekehrten Situation, d.h. einer dünnen Ni-Schicht auf Pd-Einkristallen mit (001)- und (111) – Orientierung, die Möglichkeit, dass die  $^{111}\text{In}/^{111}\text{Cd}$ -Sondenatome in der Ni-Schicht an der Grenze zum Pd-Einkristall bleiben. Um auf diese Weise das  $B_{\text{hf}}$  für verschiedene Konfigurationen an Ni/Pd-Grenzfläche zu ermitteln, wurden zwei neue Messreihen durchgeführt.

Eine detaillierte Beschreibung der Ni-Schicht/Pd(001)-Struktur ist in Kap. 4.3.1.1 und in [Rizzi 03] gegeben. Die Struktur der Ni-Schicht/Pd(111) wurde in [Yamazaki 91] untersucht. Im letzteren Fall hat die Ni-Schicht fast keine Verspannung. Der ultradünne Ni-Film wächst mit dem Atomgitterabstand der Ni(111) - Oberfläche auf Pd(111) auf. Weil aber der Unterschied im Abstand zwischen den Atomen in Pd und im Ni-Kristall bleibt, entsteht eine Überstruktur wie im Fall Pd/Ni(111) [Terada 99].

#### 4.3.2.1 Experimentelle Ergebnisse und Diskussion

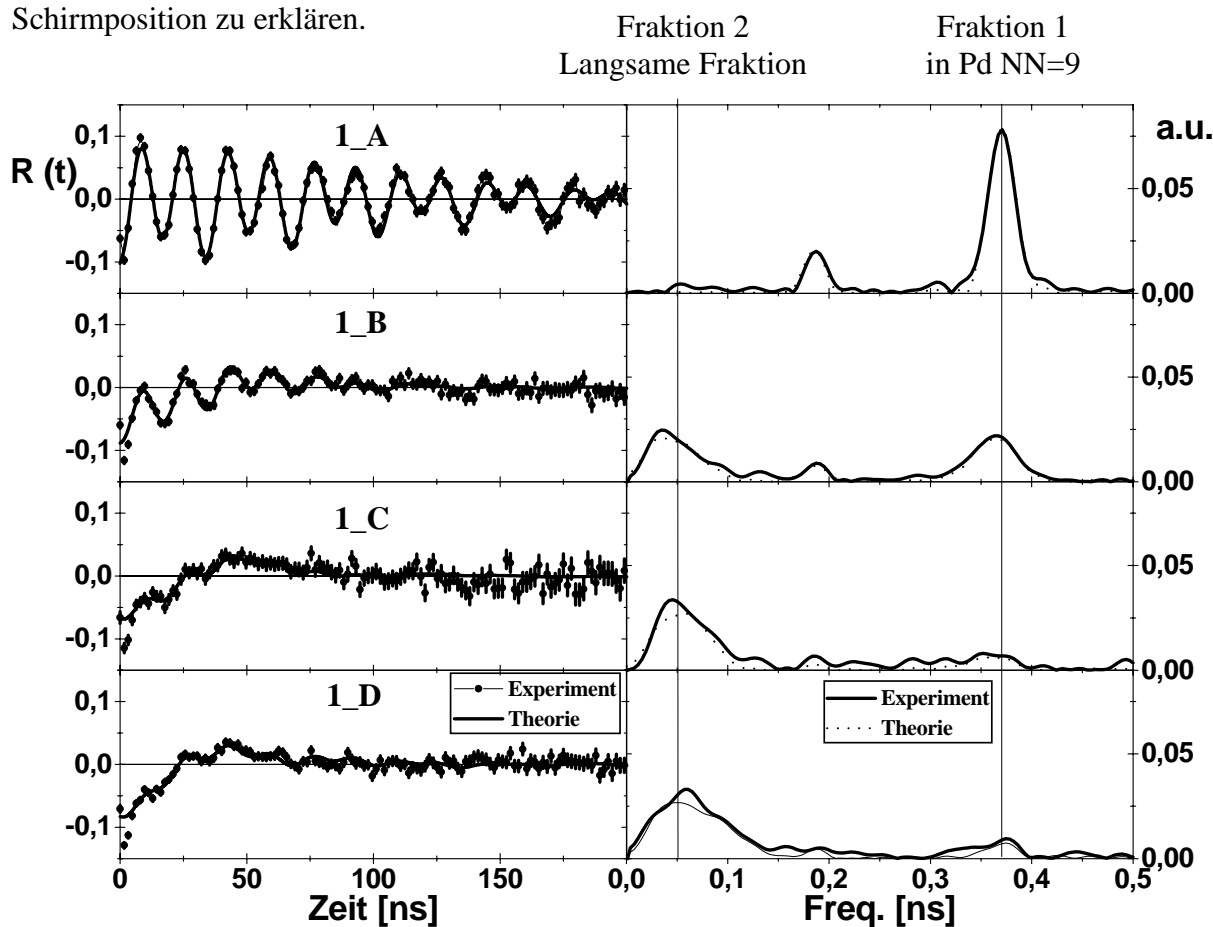
Im Rahmen dieser Arbeit wurden folgende Messungen durchgeführt:

**1\_A)** Bei der ersten Serie von Messungen wurden die lokalen Eigenschaften von radioaktiven Cd-Sondenatomen an der Grenze Ni-Schicht/Pd(111)-Einkristall untersucht. Dabei befanden sich bedeckte In/Cd-Sondenatome in der Terrassenposition auf der Oberfläche des Pd-Einkristalls und hatten direkten Kontakt mit der Ni-Schicht, die auf das Pd aufgedampft war. Es ergab sich so eine Koordinationszahl von  $NN = 12$ , aber nur drei davon sind Ni-Nachbarn. Um zunächst die Messung an der Terrassenposition ( $NN = 9$ ) auf der Oberfläche des Pd(111)-Einkristalls zu wiederholen, wurde ein Pd(111)-Einkristall verwendet. Es wurden PAC-Sonden  $^{111}\text{In}$  bei der Temperatur  $T = 300 \text{ K}$  auf die Pd(111)-Oberfläche aufgebracht. Aus den vorhergehenden Forschungen (vgl. Kap.3) ist bekannt, dass Ausheilen bei einer Temperatur von mehr als  $370 \text{ K}$  zum Einbau der Sonden in die  $NN = 9$  – Konfiguration führt. Deswegen wurde bei  $T = 450 \text{ K}$  für 40 Minuten getempert. Die Messung lief bei  $T = 300 \text{ K}$ . Alle PAC-Spektren in diesem Abschnitt wurden in der  $180^\circ/90^\circ$  - Standardgeometrie (vgl. Kap. 2 und Kap. 4.1.2.1) aufgenommen. Die entsprechenden  $R(t)$ -Spektren und Anpassungskurven sind in Abb. 4.3.2.1\_1 dargestellt. In Tabelle 4.3.2.1\_1 sind die aus den Anpassungskurven gewonnenen Parameter zusammengefasst. Die Anpassung ergab, dass etwa 38 % der Sonden einen identischen Platz einnehmen. Da die Anpassung keine Asymmetrie für den EFG ( $\eta = 0$ ) ergab und  $\beta = 0$  war, stand der EFG senkrecht zur Kristalloberfläche. Unter Berücksichtigung des Fehlerbereiches ist der gemessene Wert  $V_{zz} = 9,7(2) \cdot 10^{17} \text{ Vcm}^{-2}$  verträglich mit dem Wert  $V_{zz} = 10,2(15) \cdot 10^{17} \text{ Vcm}^{-2}$ , der von [Hunger 89] gefunden wurde. Somit konnte der substitutionelle Terrassenplatz  $NN = 9$  im ersten Experiment präpariert werden.

**1\_B)** Mit einer Präparationsmaske, die etwa 12 % der Pd-Kristalloberfläche während des Aufdampfens abschirmte, wurde über die Zeit, die zur Herstellung einer ML Nickel auf Pd(001)-Einkristall notwendig ist, ein weiterer Ni-Film bei  $T = 80 \text{ K}$  aufgebracht. Im Anschluss wurde bei gleicher Temperatur wie bei 1\_A das  $R(t)$ -Spektrum (Abb. 4.3.2.1\_1\_B) aufgenommen. Die Anpassung an die Messdaten (Tab. 4.3.2.1\_1\_B) ergab, dass etwa 16 % der Sonden in der Position ( $NN=9$ ) in Pd(111) geblieben sind (wie bei der Messung A) und etwa 16 % sich unter der Ni-Schicht ( $NN=12$ ) befinden. Dieses Experiment ergab, dass bei  $T = 80 \text{ K}$   $^{111}\text{In}$ -Sonden aus dem Pd – Einkristall nicht in die oberste Ni-Atomschicht diffundieren.

**1\_C)** Die Messung 4.3.2.1\_1\_B ergab, dass nur etwa 50 % der Cd-Sonden sich unter der Ni-Schicht befinden (langsame Fraktion), während der Schirm etwa 12 % des Kristalls bedeckte. Um sicher zu stellen, dass die Sonden nicht durch die Ni-Schicht diffundieren, wurde eine zusätzliche ML der Ni-Schicht aufgedampft. Die Messung lief bei der Temperatur  $T = 83$  K. Die Anpassung an die Messdaten (Tab. 4.3.2.1\_1\_C) ergab, dass bei der Messtemperatur  $T = 83$  K die Sonden im Pd-Einkristall blieben. Unter Berücksichtigung des Fehlerbereichs sind die  $V_{zz}$ - und  $B_{hf}$ - Werte für die beiden Fraktionen analog wie in der vorherigen Messung (4.3.2.1\_1\_B).

**1\_D)** In einem weiteren Schritt wurden noch drei Ni-Monolagen aufgebracht. Die Messung lief bei der Temperatur  $T = 83$  K. Das resultierende  $R(t)$ -Spektrum ist in Abb. 4.3.2.1\_1\_D dargestellt. Die Anpassung an die Messdaten (Tab. 4.3.2.1\_1\_D) ergab, dass die beiden Fraktionen an der gleichen Stelle blieben wie in der Messung C (4.3.2.1\_1\_C). Kleine Änderungen des Fraktionsverhältnisses nach dem Auftragen zusätzlicher Ni-Schichten sind sowohl mit dem Fehler der Spektrumanalyse als auch mit der ungenauen Wiederholung der Schirmposition zu erklären.



*Abb. 4.3.2.1\_1: Pd(111)  $R(t)$ -Spektra für die PAC-Messungen an der Sonde  $^{111}\text{In}$ . Erläuterungen befinden sich im Text. Rechts: das entsprechende fouriertransformierte Spektrum (Exp.: gestrichelte Linie, Theorie: durchgezogene Linie).*

Probe	Fraktion 1 In Pd NN=9			Fraktion 2 Langsame Fraktion		
	Amp. [%]	$V_{zz}$ [ $10^{17}Vcm^{-2}$ ]	$B_{hf}$ [T]	Amp. [%]	$V_{zz}$ [ $10^{17}Vcm^{-2}$ ]	$B_{hf}$ [T]
Pd(111) + $^{111}In$ + 300 K <b>1_A</b>	38	9.7(2)	0	---	---	---
Pd(111) + $^{111}In$ + 1 ML Ni 80 K <b>1_B</b>	16	9.7(2)	0	16	1.2(4)	0.5 (0.7)
Pd(111) + $^{111}In$ + 2 ML Ni 83 K <b>1_C</b>	5.3	9.5(2)	0	23	1.6(4)	1.6 (0.8)
Pd(111) + $^{111}In$ + 5 ML Ni 83 K <b>1_D</b>	4.6	10.0(2)	0	28	1.9(4)	1.3 (0.8)

**Tabelle 4.3.2.1\_1:** Die Parameter aus den Messungen von 1\_A bis 1\_D.

Die zweite Serie der Messungen war im Allgemeinen der ersten Serie analog, mit dem Unterschied, dass die Pd(001)-Oberfläche benutzt wurde. Es wurde die Grenze der Ni-Schicht/Pd(001)-Einkristall untersucht. Dabei befanden sich bedeckte In/Cd-Sondenatome in der ersten Lage des Pd-Einkristalles und hatten direkten Kontakt mit der Ni-Schicht (Gesamtzahl der Nachbaratome NN = 12, aber nur vier davon sind Ni-Nachbaratome).

**2\_A)** Um die substitutionelle Terrassenposition (NN = 8) zu wiederholen, wurde ein Pd(001)-Einkristall verwendet. PAC-Sonden  $^{111}In$  wurden bei der Temperatur von 300 K auf die Pd(001)-Oberfläche aufgebracht. Aus den vorhergehenden Forschungen (vgl. Kap.3) ist bekannt, dass Ausheizen bei einer Temperatur von mehr als 300 K zum Erhalten von NN = 8 nötig ist. Deswegen vollzog sich das Tempern bei T = 488 K für 12 min. Die Messung lief bei T = 300 K. Mittels des Auswerteprogramms DEPACK99 wurden die entsprechenden R(t)-Spektren und Anpassungen erhalten, wie in Abb. 4.3.2.1\_2 dargestellt. In Tabelle 4.3.2.1\_2 sind die aus den Fitkurven gewonnenen Parameter zusammengefasst. Die Anpassung an die Messdaten (Tab. 4.3.2.1\_2\_A) ergab, dass etwa 54 % der Sonden einen identischen Terrassenplatz einnehmen. Da die Anpassung fast keine Asymmetrie für den EFG ( $\eta = 0.15$ ) ergab und  $\beta = 0$ , steht der EFG senkrecht zur Kristalloberfläche. Unter Berücksichtigung des Fehlerbereiches ist  $V_{zz} = 8,1(2) \cdot 10^{17} Vcm^{-2}$  analog zu [Fink 93]:  $V_{zz} = 8,1(12) \cdot 10^{17} Vcm^{-2}$  ( $\eta = 0.16$ ) Also handelte es sich bei dem ersten Experiment um die substitutionelle Terrassenposition NN = 8.

**2\_B)** Unter Verwendung des Schirms, der etwa 12 % des Kristalls bedeckte, wurde eine ML Nickel auf Pd(001)-Einkristall bei T = 273 K aufgebracht, und das R(t)-Spektrum (Abb. 4.3.2.1\_2\_B) wurde aufgenommen. Die Anpassung an die Messdaten (Tab. 4.3.2.1\_2\_B) ergab, dass etwa 22 % der Sonden in der Position (NN = 8) in Pd(001) geblieben sind (wie bei

der Messung 2\_A) und etwa 18 % sich unter der Ni-Schicht (NN = 12) befinden. Dieses Experiment ergab, dass bei  $T = 273$  K die  $^{111}\text{In}$ -Sonden nicht aus dem Pd-Einkristall in die erste Ni-Monoatomschicht diffundieren.

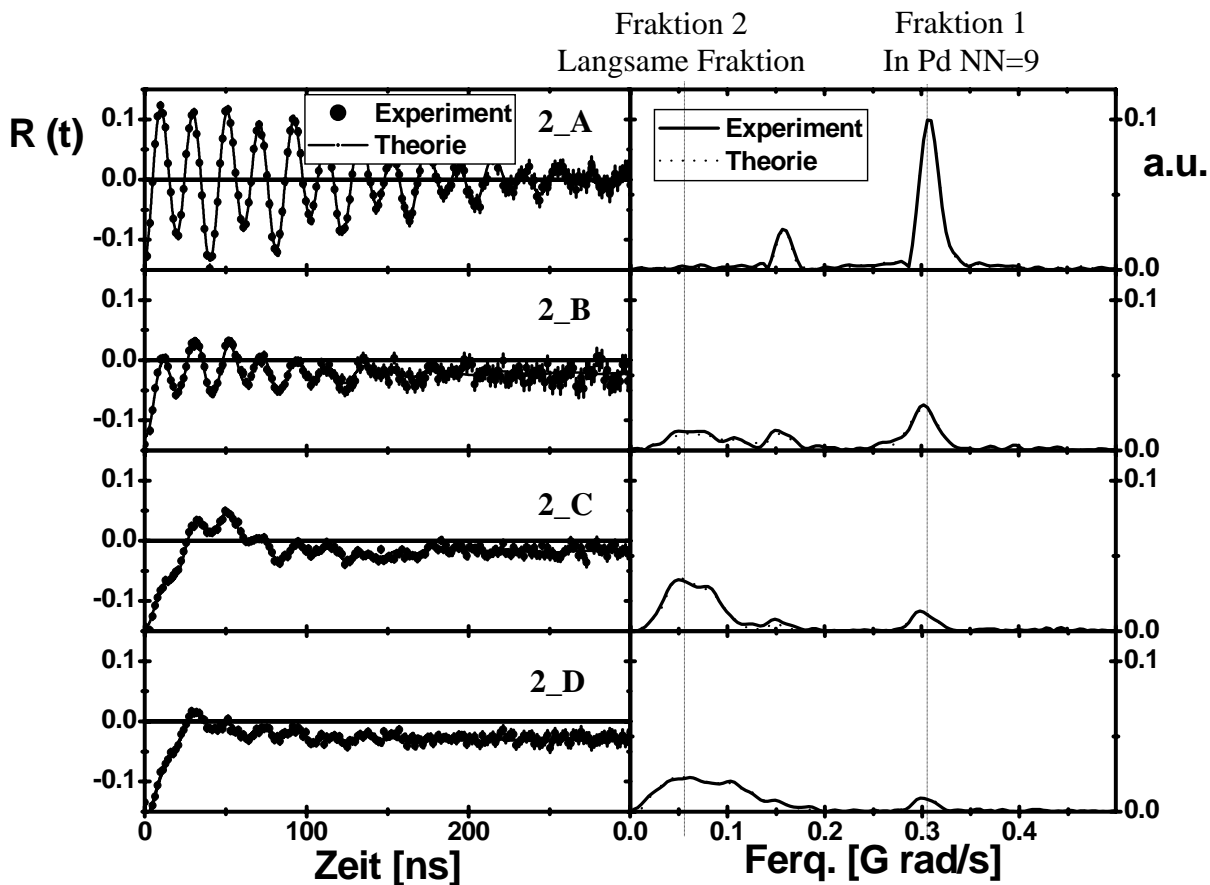
**2\_C)** Die Messung 4.3.2.1\_2\_B ergab, dass nur etwa 45 % Cd-Sonden (langsame Fraktion) sich unter der Ni-Schicht befinden, während der Schirm etwa 12 % des Kristalls bedeckte. Um sicher zu gehen, dass die Sonden nicht durch die Ni-Schicht diffundieren, wurde eine zusätzliche ML der Ni-Schicht aufgedampft. Die Messung lief bei der Temperatur  $T = 293$  K. Die Anpassung an die Messdaten (Tab. 4.3.2.1\_2\_C) ergab, dass die Sonden im Pd-Einkristall bei der Messtemperatur  $T = 293$  K blieben. Unter Berücksichtigung des Fehlerbereichs sind die  $V_{zz}$ - und  $B_{\text{hf}}$ -Werte für die beiden Fraktionen gleich wie in der vorherigen Messung (4.3.2.1\_2\_B).

**2\_D)** Neun zusätzliche Ni-Monoatomschichten wurden aufgebracht. Die Messung lief bei der Temperatur  $T = 299$  K. Das erhaltene  $R(t)$ -Spektrum ist in Abb. 4.3.2.1\_2\_D gezeigt. Die Anpassung an die Messdaten (Tab. 4.3.2.1\_2\_D) ergab, dass die beiden Fraktionen an der gleichen Stelle blieben, wie in Messung 2\_C (4.3.2.1\_2\_C). Kleine Änderungen des Fraktionsverhältnisses nach dem Auftragen zusätzlicher Ni-Schichten ist sowohl mit dem Fehler der Spektrumanalyse als auch mit der ungenauen Wiederholung der Schirmposition zu erklären.

	Fraktion 1			Fraktion 2		
	Am p. [%]	$V_{zz}^1$ $\eta$ $\beta$ [°]	$B_{\text{hf}}$ [T]	Amp. [%]	$V_{zz}^1$ $\eta$ $\beta$ [°]	$B_{\text{hf}}$ [T]
<b>Pd (001) + <math>^{111}\text{In}</math> (Annealing 600 K)</b> Messung bei $T=300$ K <b>2_A</b>	54	8.1(1) 0.147 0	0	---	---	---
<b>1 ML Ni on Pd(001) Pd + <math>^{111}\text{In}</math> +</b> 1ML Ni Messung bei $T=257$ K <b>2_B</b>	22	8.0(2) 0.16 0	0	18	2.3(5) 0 0	1,8(1,0)
<b>2 ML Ni on Pd(001) Pd + <math>^{111}\text{In}</math> +</b> 2ML Ni Messung bei $T=293$ K <b>2_C</b>	8,6	7.9(2) 0.06 0	0	41	1.8(5) 0 0	1,2(1,0)
<b>12 ML Ni on Pd(001) Pd + <math>^{111}\text{In}</math> +</b> 12ML Ni Messung bei $T=299$ K <b>2_D</b>	5,9	8.0(2) 0.14 0	0	46	2.0(5) 0 0	2,3(1,0)

**Tabelle 4.3.2.1\_2:** Die Parameter aus den Messungen von 2\_A bis 2\_D.

<sup>1</sup>  $V_{zz}$  in [ $10^{17}\text{Vcm}^{-2}$ ]

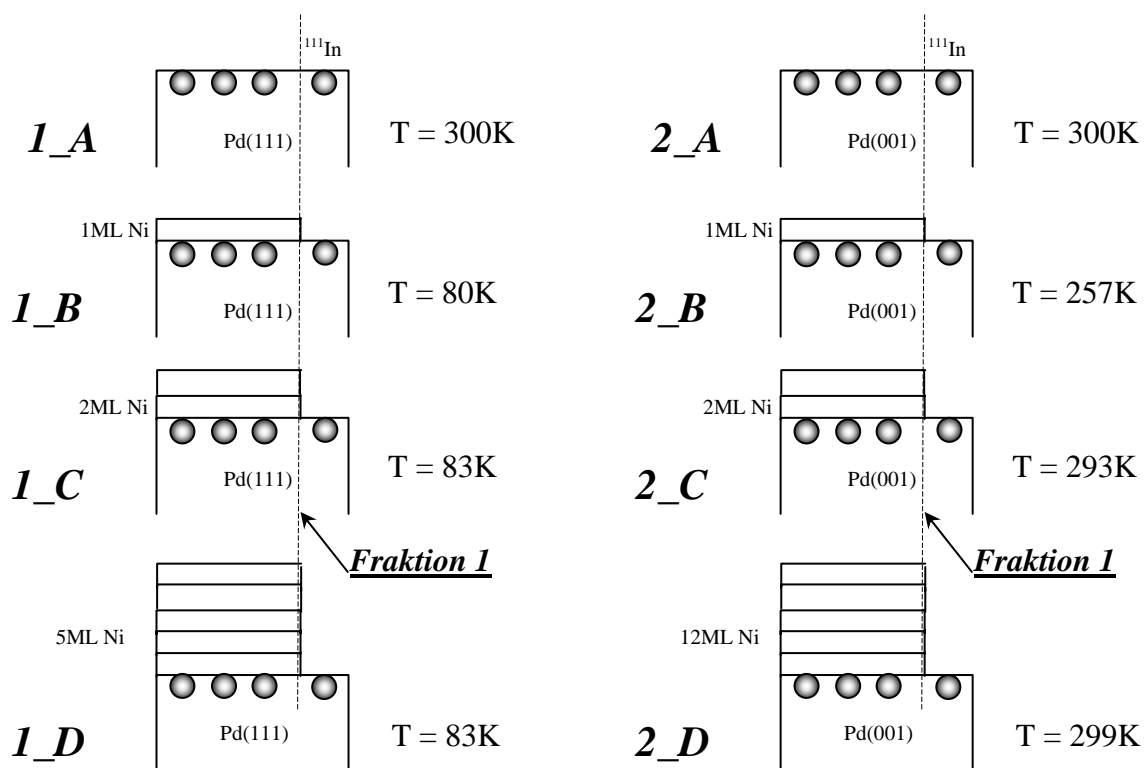


*Abb. 4.3.2.1\_2: Pd(001)  $R(t)$ -Spektren für die PAC-Messungen an der Sonde  $^{111}\text{In}$ . Erläuterungen befinden sich im Text. Rechts: das entsprechende fouriertransformierte Spektrum (Exp.: gestrichelte Linie, Theorie: durchgezogene Linie).*

#### 4.3.2.1 Zusammenfassung des Experimentes von Kap. 4.3.2

In diesem Experiment wurde gezeigt, dass  $^{111}\text{In}$ -Sondenatome aus der substitutionellen Terrassenposition (NN = 8 und NN = 9) auf Pd-Einkristallen nicht durch die erste aufgedampfte Ni-Schicht, bei  $T = 257\text{ K}$  für Pd(001) und bei  $T = 80\text{ K}$  für Pd(111), diffundieren. Die Änderung des prozentualen Gehaltes in den erhaltenen Spektren der zweiten Fraktionen, nach Auftragung der Ni-Schicht, lässt vermuten, dass das Filmwachstum in beiden Fällen dem Modus des simultanen Multilagenwachstums entspricht [Argile 89]. Die neuen erhaltenen langsamen Fraktionen kann man sowohl mit Hilfe eines EFG oder eines magnetischen Hyperfeinfeldes oder mit beiden zusammen anpassen (die gleiche Situation ist in der Einleitung zu Kap.4.2. beschrieben). In den Tabellen wurden Werte für die Anpassung mit der kombinierten Wechselwirkung angegeben. Für exaktere Messungen sind weitere

Experimente nötig, die man entweder mittels der Methode aus Kap. 4.1.2 und Kap. 4.2, d.h. ein äußeres magnetisches Feld mit 135°/45°-Detektorgeometrie, oder mit der Methode aus [Voigt 90], d.h. Drehung des Kristalls um 45° bei der 180°/90°-Standardgeometrie durchführt.



**Abb. 4.3.2\_3:** Schematische Darstellung die  $^{111}\text{In}$ -Sondeatome Positionen. Erläuterungen finden sich im Text.

